RAFAEL TESTONI CECIL

**INFLUÊNCIA DO USO DE FILLER CALCÁRIO COMO MATERIAL
CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR NAS PROPRIEDADES DE FRATURA DE
PASTAS DE CIMENTO**

São Paulo

2019

RAFAEL TESTONI CECEL

**INFLUÊNCIA DO USO DE FILLER CALCÁRIO COMO MATERIAL
CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR NAS PROPRIEDADES DE FRATURA DE
PASTAS DE CIMENTO**

Versão corrigida

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Mestre em Ciências

Área de concentração:

Engenharia de Construção Civil e
Urbana

Orientador:

Prof. Dr. Vanderley Moacyr John

São Paulo

2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo na publicação

Cecel, Rafael Testoni

Influência do uso de filler calcário como material cimentício suplementar nas propriedades de fratura de pastas de cimento / R. T. Cecel -- versão corr. - São Paulo, 2019.

154 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil.

1.Pasta de cimento 2.Filler calcário 3.Resistência à flexão 4.Fator de intensidade de tensão I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Construção Civil II.t.

RAFAEL TESTONI CECEL

**INFLUÊNCIA DO USO DE FILLER CALCÁRIO COMO MATERIAL
CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR NAS PROPRIEDADES DE FRATURA DE
PASTAS DE CIMENTO**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Mestre em Ciências

Comissão Julgadora:

São Paulo

2019

Dedico este trabalho aos meus pais, Hélio Cecel e Cilene Testoni, por todo o suporte e paciência na minha empreitada. Eles pavimentaram meu caminho e o preencheram com princípios, humildade e amor.

À minha irmã, Aline Testoni Cecel, meu exemplo de força, amor e humanidade.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, gostaria de agradecer ao Cosmos por toda a energia positiva que sempre tem sido jogada para mim; pelas oportunidades que pude aproveitar; pelos colegas tão cooperativos que surgiram no caminho; pelos professores por profissão, ou não, que tanto me ensinam; pela fabulosa família em que vim parar; pelos mais formidáveis e pacientes amigos, presentes na minha ausência; e pela namorada mais compreensiva que eu poderia encontrar. Todos foram essenciais nestes últimos tempos.

Agradeço a minha mãe, Cilene Testoni, pelo eterno suporte, de todos os tipos, compreensão das minhas tarefas e consequentes ausências. Se eu aprendi algo sobre senso comum, você certamente foi minha mais importante tutora. Agradeço ao meu pai, Hélio Cecel, também sempre me apoiando e sendo um exemplo de força e determinação. Minha teimosia e determinação vieram de você. Obrigado. Agradeço a minha irmã, Aline Testoni Cecel, exemplo de luz e amor, que brilha com esse jeito sensível de ver o mundo e com o respeito que mantém por ele e todos que o habitam, me ensinando, a cada dia, uma nova lição.

Agradeço a minha namorada, Denise Saches Borges, aquela que me traz paz nos momentos de turbulência, força nos momentos de desespero e alegrias nos momentos mais inesperados. Obrigado pelo companheirismo, presença constante e paciência nos momentos de tensão. Você é o meu exemplo de luta para o futuro, luta para ver o sonho realizado, independente das aflições em que estejamos passando.

Aos meus caríssimos amigos de outras salas de estudo, cujas presenças foram essenciais para o amadurecimento do texto e ideias de vida, sendo eles: Daniel Reis, Daniele Pessutto, Beatriz Rodriguez, Marco Quattrone, Fábio Cabral, Amanda Batos, Natália Vieira, Yazmin Vergara, Roberto Rojas, Ligia Real, Renan Andrade, Max Junginger, Marco Antonio Gonçalves, Luana Sato, Carla Neves, Camila Marinho, Shirlei Marques, José Augusto Mesquita, Heitor Montefusco, Mariê Xavier, Gabriel Brasileiro, Danilo Niza e Marcel Maciel.

Agradeço ao meu caro amigo Franco Grandes, vulgo Francão, que tanto me auxiliou nos processos exaustivos de edição deste texto, facilitando muito este

trabalho. Juntamente, agradeço ao Victor Keniti e Gabriela Soares pelos vários momentos de descontração, risadas, pizzas e batatas fritas.

Sou grato ao Edvaldo Braga (Vavá), por todos os auxílios em preparações de amostras e ensaios feitos. Sou grato à Liz Zanchetta por toda a ajuda em análise de imagem e discussões produtivas. Agradeço ao Paulo Henrique Loz por todo o suporte com os ensaios de superfície feitos e pela paciência em me explicar sobre eles. Agradeço ao Mario Akamine por toda a ajuda em ensaios de termogravimetria. Agradeço ao Pedro Abrão por toda a força e energia utilizada na produção de argamassa infinitas. Sou grato à Renata Monte pela infindável energia gasta em me auxiliar na busca de equipamentos para a execução dos ensaios.

Agradeço especialmente àqueles que me guiaram em momentos diversos neste trabalho, sendo eles: meu orientador, Prof. Dr. Vanderley M. John; Prof. Dr. José de Anchieta; Dr. Fábio Cardoso; Prof. Dr. Rafael Pileggi; Dr. Roberto C. Romano; Prof^a. Dr^a. Maria Alba Cincotto; Dr. Marco Quattrone. Agradeço também aos técnicos do laboratório Jéssica Bragatti, Adilson Inácio e sempre tão solícito Jenício Silva.

Meus agradecimentos também são destinados àqueles que tanto me auxiliaram nas questões administrativas: Carla Neves, Engracia Bartuciotti, Milton Ramos e Wandrea Moreira. Eles tornaram minhas buscas muito mais rápidas.

Agradeço à Fundação para o Desenvolvimento Tecnológico da Engenharia (FDTE) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelas bolsas de auxílio, em momentos distintos.

Existem outras centenas de pessoas não citadas, mas que devo agradecer, pois todos que passaram e estão na minha vida são tijolos da construção do meu ser. Assim, todos contribuíram para minha formação, por mais breve que tenha sido sua passagem. Portanto, os agradeço também. Obrigado.

“A matéria prima para o fio de Ariadne foi colhida nos campos da imaginação humana. Séculos de agricultura, décadas de diligente seleção e trabalho de números corações e mãos entraram na colheita, na separação e na fiação desse fio resistente. Além disso, nem sequer teremos que correr os riscos da aventura sozinhos; pois os heróis de todos os tempos nos precederam; o labirinto é totalmente conhecido. Temos apenas que seguir o fio da trilha do herói. E ali, onde pensávamos encontrar abominação, encontraremos uma divindade; onde pensávamos matar alguém, mataremos a nós mesmos; onde pensávamos viajar para o exterior, atingiremos o centro da nossa própria existência; e onde pensávamos estar sozinhos, estaremos com o mundo inteiro.”

Joseph Campbell

RESUMO

CECEL, Rafael Testoni. **Influência do uso de filler calcário como material cimentício suplementar nas propriedades de fratura de pastas de cimento**. 2019. 153. Dissertação (Mestrado em ciências) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

Este estudo avaliou propriedades de fratura e seus parâmetros de superfície em composições de pasta de cimento de mesma porosidade capilar, variando o teor de *filler* calcário como substituinte ao cimento comercial. Ainda, para avaliação do efeito em composições de argamassa, foi avaliada a capacidade de redução de água que essa adição pode proporcionar e seu efeito na resistência mecânica. A avaliação dos parâmetros de fratura ocorreu por ensaio de flexão por carregamento em três pontos, com controle por taxa de deslocamento e as análises de superfície por ensaio de interferometria, em seções de fratura e entalhe. O aumento do teor de *filler* calcário proporcionou redução da demanda de água nas argamassas, para mesmo comportamento. A redução da demanda foi ainda maior para as composições dispersas com aditivo, em relação à referência com aditivo. As resistências à compressão das argamassas apresentaram boa correlação em relação ao ajuste com todas as composições, enquanto foi observado que argamassas de médio teor de *filler* podem apresentar mesma resistência à flexão que as argamassas de referência, mesmo que estas apresentem menor porosidade capilar. As pastas ensaiadas à flexão por carregamento três pontos não apresentaram comportamento quase-frágil, impedindo o cálculo da energia de fraturamento. Isto ocorreu devido ao método de ensaio adotado, com configuração inadequada, e que pode ser ajustada através da redução da taxa de deslocamento do ensaio, da geometria dos corpos de prova ou da geometria dos entalhes produzidos. Todas as composições apresentaram insensibilidade à profundidade de entalhe sob as condições de ensaio adotadas, possivelmente devido às falhas de configuração do método. As médias de resistência à flexão e do fator de intensidade de tensão crítico foram maiores para a composição de alto teor de *filler*, seguidos da referência e da composição de médio teor de *filler*, respectivamente. Em todas as análises e tipos de superfície estudadas, as composições de alto teor de *filler* apresentaram

maior índice de rugosidade e amplitude entre picos e vales, enquanto não foi identificada diferença entre a referência e a composição de médio teor de *filler*. Estes dois parâmetros e a raiz quadrática da rugosidade indicaram que a rugosidade das superfícies fraturadas é maior que em superfícies cortadas com disco diamantado.

Palavras-chave: Pasta de cimento. Filler calcário. Fator de intensidade de tensão crítico. Rugosidade.

ABSTRACT

CECEL, Rafael Testoni. **Influence of the use of limestone filler as a supplementary cementitious material on the fracture properties of cement pastes**. 2019. 153. Dissertação (Mestrado em ciências) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

This study assesses fracture properties and their surface parameters in cement paste compositions of the same capillary porosity, varying the filler content of limestone as a substitute for commercial cement. Also, to evaluate the effect in mortar compositions, the water reduction capacity that this addition can provide and its effect on the mechanical resistance was evaluated. The evaluation of the fracture parameters was performed by three-point loading flexion test with displacement rate control and surface analysis by interferometry test in fracture and notch sections. The increase of limestone filler provided a reduction of the water demand in the mortars, in relation to the reference, for spreading of 265mm in table of consistency. The water demand reduction was even greater for compositions dispersed with admixture, relative to the reference with admixture. The compressive strength of the mortars presented a good correlation in the fit with all the compositions, while it was observed that mortars of medium filler content may have the same flexural strength as the reference mortars, even if they have lower capillary porosity. The pastes tested by three-point loading did not exhibit quasi-fragile behavior, preventing the calculation of fracturing energy. This was due to the inadequately configured test method adopted, which can be adjusted by reducing the test displacement rate, the geometry of the specimens or the geometry of the notches produced. All compositions presented insensitivity to the notch depth under the test conditions adopted, possibly due to method configuration failures. The averages of flexural strength and critical stress intensity factor were higher for the high filler composition, followed by the reference and medium filler composition, respectively. In all analyzes and surface types studied, high filler compositions presented higher roughness and amplitude index between peaks and valleys, while no difference between the reference and medium filler composition was identified. These two parameters and the

quadratic root roughness indicated that the roughness of the fractured surfaces is greater than on surfaces cut with diamond disc.

Keywords: Cement paste; Limestone filler; Critical stress intensity factor; Roughness.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	6
RESUMO.....	9
ABSTRACT	11
SUMÁRIO.....	13
INTRODUÇÃO	16
JUSTIFICATIVA.....	17
OBJETIVO	19
ESTRUTURA DO TRABALHO	19
1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
1.1. IMPACTO DO <i>FILLER</i> CALCÁRIO COMO ADIÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS	22
1.2. COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COMO MATERIAIS QUASE FRÁGEIS	24
1.3. MECÂNICA DA FRATURA.....	26
1.3.1. CRITÉRIO DE ENERGIA.....	26
1.3.2. TENSÃO-INTENSIDADE	27
1.4. ENERGIA DE FRATURAMENTO.....	30
1.5. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO	35
1.6. PARÂMETROS DE TENACIDADE DE FRATURA APLICADOS A COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS PARA O MODO I	37
2. MATERIAIS E MÉTODOS	40
2.1. MATERIAIS E CARACTERIZAÇÕES	40
2.1.1. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO.....	40
2.1.1.1. PICNOMETRIA DE GÁS HÉLIO	40
2.1.1.2. GRANULOMETRIA POR DIFRAÇÃO DE LASER	41
2.1.1.3. ADSORÇÃO DE NITROGÊNIO – MÉTODO BET.....	42
2.1.1.4. TERMOGRAVIMETRIA.....	43
2.1.1.5. CALORIMETRIA DE CONDUÇÃO ISOTÉRMICA	44

2.1.1.6.	REOMETRIA ROTACIONAL.....	46
2.1.2.	MATERIAIS.....	46
2.1.2.1.	CIMENTO.....	47
2.1.2.2.	<i>FILLERS</i>	48
2.1.2.3.	ADITIVO DISPERSANTE.....	50
2.1.2.4.	SOLVENTES ORGÂNICOS PARA PARALISAÇÃO DE HIDRATAÇÃO.....	53
2.2.	COMPOSIÇÕES	53
2.2.1.	COMPOSIÇÕES DOS FINOS	54
2.2.2.	COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS.....	58
2.2.3.	TEOR DE ÁGUA.....	58
2.2.4.	TEOR DE ADITIVO.....	59
2.3.	PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	60
2.3.1.	MISTURAS	60
2.3.1.1.	MISTURA DAS ARGAMASSAS.....	60
2.3.1.2.	MISTURA DAS PASTAS.....	61
2.3.2.	DIMENSÕES	62
2.3.2.1.	AMOSTRAS EM ARGAMASSA	62
2.3.2.2.	<i>SENB</i>	62
2.3.2.3.	POROSIMETRIA.....	64
2.3.3.	ENTALHE EM <i>SENB</i>	65
2.4.	METODOLOGIA.....	70
2.4.1.	REDUÇÃO DO CONSUMO DE ÁGUA.....	71
2.4.2.	POROSIDADE DAS COMPOSIÇÕES.....	72
2.4.2.1.	POROSIDADE CAPILAR TOTAL TEÓRICA.....	72
2.4.2.2.	POROSIMETRIA POR INTRUSÃO DE MERCÚRIO	74
2.4.3.	FLEXÃO POR CARREGAMENTO EM TRÊS PONTOS.....	77

2.4.3.1.	ARGAMASSAS	78
2.4.3.2.	PASTA.....	79
2.4.4.	RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....	83
2.4.5.	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	83
2.4.6.	MÓDULO DE YOUNG	85
2.4.7.	FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO	87
2.4.8.	ENERGIA DE FRATURAMENTO	88
2.4.9.	INTERFEROMETRIA.....	89
3.	RESULTADOS.....	94
3.1.	REDUÇÃO DE ÁGUA PELA SUBSTITUIÇÃO DE CIMENTO POR <i>FILLER</i> CALCÁRIO	94
3.2.	POROSIDADE DAS COMPOSIÇÕES.....	96
3.2.1.	POROSIDADE DAS ARGAMASSAS	97
3.2.2.	POROSIDADE DAS PASTAS	98
3.3.	PROPRIEDADES MECÂNICAS	103
3.3.1.	MÓDULO DINÂMICO DE YOUNG	103
3.3.2.	RESISTÊNCIA MECÂNICA.....	105
3.4.	PARÂMETROS DE FRATURA DAS PASTAS.....	114
3.4.1.	FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO	114
3.4.2.	ENERGIA DE FRATURAMENTO.....	115
3.4.3.	PARÂMETROS DE SUPERFÍCIE DA FRATURA	119
4.	CONCLUSÕES	133
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	135
5.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	136
	ANEXO.....	150

INTRODUÇÃO

Entre os principais fatores que tornam o concreto e outros compósitos cimentícios preferência de utilização em estruturas, estão o baixo custo de produção e implementação e a resistência necessária para ser empregado tanto em construções de pequeno quanto de grande porte. Esta importante propriedade depende essencialmente, no estado endurecido, de sua porosidade e defeitos internos.

Mesmo antes de estar submetido a esforços externos, a presença de microfissuras e vazios no concreto favorece a concentração de tensões, podendo reduzir a coesão entre matriz cimentícia e os agregados. Com o aumento de carga durante a vida útil do compósito, o processo é continuado, sofrendo *rupturas de interface*, em concretos comuns, ou rupturas inter/transgranulares, em concretos de alta resistência (FERREIRA; HANAI, 2007). Desta forma, estudos envolvendo fenômenos de propagação de defeitos são importantes para o entendimento dos potenciais de aplicação desse material.

Em 1921, foi apresentada por Griffith (1921) a teoria da mecânica da fratura elástica-linear (LEFM, do inglês *linear elastic fracture mechanics*), porém estes conceitos só foram aplicados para materiais cimentícios em 1961, por Kaplan (1961). Desde então, o número de experimentos feitos para entendimento das propriedades de fratura tem aumentado, abrangendo concretos comuns e reforçados com fibras, argamassas e outros compósitos cimentícios, assim como também pastas de cimento já consolidadas. Variações dos modelos e técnicas de análise também surgiram, tais como modelo da fissura fictícia (HILLERBORG; MODÉER; PETERSSON, 1976), modelo de banda de fissura (BAŽANT; OH, 1983), modelo de dois parâmetros (JENQ; SHAH, 1985), modelo efeito de escala (BAŽANT; KAZEMI, 1990), modelo de efeito de fissura (SWARTZ; GO, 1984) e modelo duplo K (XU; REINHARDT, 1999).

Com frequência estes tipos de técnicas são utilizadas para avaliar as propriedades mecânicas de interface entre a argamassa e os agregados no concreto (JENQ; SHAH, 1988; JOHN REJI; SHAH SURENDRA P., 1989; LI; JIN;

LIN, 2008), porém foram pouco exploradas na avaliação de pastas de cimento puras, com ou sem adições, simulando a matriz.

JUSTIFICATIVA

O aquecimento global e a redução de emissões dos gases responsáveis por ele têm sido uma das maiores preocupações da atualidade, sendo o gás mais preocupante, pelo volume emitido, o dióxido de carbono (CO_2) antropogênico, maior responsável pelo fenômeno (KASTING; CATLING, 2003). Assim, a indústria cimenteira, segunda maior emissora de CO_2 no planeta (STOCKER et al., 2014), tem buscado meios de reduzir sua parcela de emissões, que corresponde em até 7% (BENHELAL et al., 2013; UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME, 2003), através de alternativas para aumento da eficiência energética, coprocessamento para geração de energia, uso mais eficiente de ligantes e substituição de clínquer por materiais cimentícios suplementares (MCS) (DAMINELI, 2013).

A última alternativa supracitada é largamente utilizada. Cimentos com parcela de ligante substituído por MCS são normalizados e comercializados mundialmente (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2015; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991; EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005). O percentual médio mundial de clínquer no cimento foi reduzido de 83% em 1990 (WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT, 2008) para 75% em 2014 (CEMENT SUSTAINABILITY INITIATIVE; EUROPEAN CEMENT RESEARCH ACADEMY, 2017) devido ao aumento da utilização de adições. Os materiais comumente empregados são as escórias de alto forno, pozolanas e *fillers*. A previsão de aplicação para as primeiras nos próximos anos é de redução, pois a demanda deve superar a oferta deste material, tornando-o mais caro (DAMINELI; JOHN, 2012). As pozolanas apresentam aplicação limitada, pois sua disponibilidade é regional (INTERNATIONAL ENERGY AGENCY; WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT, 2009). Os *fillers* destacam-se pois, embora sejam materiais de baixa reatividade ou inertes, são de baixo custo e de grande disponibilidade (INTERNATIONAL ENERGY AGENCY; WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT, 2009). Devido a sua presença em aproximadamente 10% da crosta terrestre e jazidas na maioria

dos países, incluindo o Brasil, o calcário é o mais comumente tipo de *filler* nos cimentos comerciais (HASUI, 2013; OATES, 1998). Ele apresenta baixa reatividade, limitada a aproximadamente 5% (INGRAM; DAUGHERTY, 1992; TAYLOR, 1997), e sua produção emite baixos teores de CO₂, correspondendo a 8,2% do total emitido para produção do clínquer (LEESE; CASEY, 2012).

Comumente, a adição de *filler* calcário no cimento ou no concreto é associada à produção de compósitos de menor resistência (RAMEZANIANPOUR et al., 2009; TSIVILIS et al., 2002). Porém, conforme apresentado no estudo de Damineli (2013), a utilização desta adição de modo controlado pode promover a redução de água, o aumento da resistência do compósito e, conseqüentemente, da eficiência do ligante através de melhor empacotamento, correta dispersão das partículas e energia suficiente para a mistura dos materiais.

Compósitos cimentícios, como o concreto, são heterogêneos e foram por muito tempo considerados bifásicos, compostos pela pasta de cimento endurecida e pelos agregados. Porém, já é sabido que uma terceira fase diferente da matriz está presente: a região de interface, conhecida também como zona de transição de interface (ZTI) (SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGENSEN, 2004). Com densidade frequentemente associada a resistência do concreto (ALEXANDER, 1996; DARWIN, 1995; MEHTA et al., 2008), sua espessura varia entre 9 e 51µm (ZHENG; LI; ZHOU, 2005) e é considerada a fase de menor resistência devido à maior porosidade e concentração de tensões (OLLIVIER; MASO; BOURDETTE, 1995; ZAMPINI; JENNINGS; SHAH, 1995), sendo muitas vezes a região por onde as fraturas correntes se propagam e região de colapso, fenômeno conhecido como ruptura de interface (FERREIRA, 2015).

A resistência mecânica destes compósitos também é diretamente influenciada pela porosidade (MEHTA et al., 2008) e pelo tamanho crítico de poros (KENDALL; HOWARD; BIRCHALL, 1983). Assim, um meio para otimização desta propriedade é a redução de água na mistura, a redução de grandes defeitos, através da melhoria do empacotamento e remoção do ar incorporado.

A utilização de *filler* calcário como adição pode melhorar o sistema de empacotamento e proporcionar a redução do teor de água, melhorando as propriedades mecânicas do compósito, porém existe uma lacuna não preenchida

na literatura sobre a influência da utilização deste *filler* nas propriedades de fratura de matrizes cimentícias.

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é avaliar a influência do teor de *filler* calcário nas propriedades de fraturamento e de superfície de fratura.

ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho é dividido em 5 itens. No item 1 é apresentada a revisão bibliográfica para consolidação do estudo, desde os conceitos básicos de compósitos cimentícios e fundamentos de mecânica da fratura até a aplicação de conceitos de mecânica da fratura nestes compósitos. O item 2 aborda os materiais e métodos adotados neste estudo, incluindo técnicas de caracterização, caracterização individual dos materiais utilizados, formulações adotadas no estudo e procedimentos de mistura, preparação dos corpos de prova e técnicas utilizadas para avaliação dos parâmetros de interesse. Os resultados são apresentados e discutidos no item 3. O item 4 apresenta as conclusões finais do estudo e o item 5 apresenta as referências bibliográficas utilizadas. Ainda, a seção de ANEXO apresenta dados e imagens de auxílio ao texto.

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O concreto e a argamassa são dois dos compósitos mais consumidos no mundo. Base destes materiais, o cimento Portland apresenta papel de ligante entre os agregados e é o responsável principal pelas propriedades mecânicas das estruturas produzidas com esses compósitos.

O cimento Portland é um material obtido fundamentalmente pela mistura de calcário, argilominerais e outros materiais corretivos de alumina, sílica e óxido de ferro e da sua queima até a temperatura de clínquerização, que forma o clínquer. Este, então, é dosado e moído juntamente a sulfatos, formando o tipo mais fundamental de cimento Portland comercial, que não apresenta adições (NEVILLE, 2015).

O cimento é considerado um ligante hidráulico, pois reage com a água, fenômeno denominado hidratação do cimento. Desta reação, são formados vários produtos de hidratação, sendo o principal responsável pelas propriedades mecânicas o C-S-H (MEHTA et al., 2008).

Entretanto, o cimento é o material mais custoso e com maior impacto ambiental (DAMINELI; JOHN, 2012). A produção de clínquer, seu principal componente, é responsável por aproximadamente 7% das emissões totais de CO₂ (BENHELAL et al., 2013; UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME, 2003). Assim, sua substituição por materiais cimentícios suplementares, MCS, sem prejuízo significativo de suas propriedades é uma busca contínua e motivo de muitos estudos. Considerando as limitações de disponibilidade futura e geográficas em que se enquadram as escórias de alto forno e as pozolanas (DAMINELI; JOHN, 2012), os *fillers* são um dos MCS com maior potencial de aplicação, pois possuem ampla disponibilidade geográfica para extração (DAMINELI, 2013; OATES, 1998).

As propriedades mecânicas dos compósitos cimentício estão fortemente ligadas às propriedades da matriz. A resistência mecânica de concretos e argamassas varia em função de fatores como o tipo e resistência do cimento utilizado, a porosidade da matriz, o tempo de hidratação, reatividade, entre outros (NEVILLE, 2015). Logo, variações de teor de substituição e tipo de material

suplementar utilizado também impactam nas propriedades mecânicas destes compósitos.

Composições com maior teor de adição de *filler*, quando mantidos em sistema de mesmo volume de água em relação ao teor de sólidos, resultam em elementos de menor resistência (RAMEZANIANPOUR et al., 2009). Entretanto, com controle da granulometria e dosagem da composição, pode-se otimizar o sistema de empacotamento dos sólidos e reduzir a demanda de água, desde que o material também seja corretamente disperso e que a energia de mistura seja suficiente, permitindo manter ou aumentar a resistência (DAMINELI, 2013; KNOP; PELED, 2016).

Além dos efeitos de preenchimento proporcionados pelos *fillers* calcário na matriz, estes materiais podem afetar quimicamente, através de reatividade, embora muito baixa, e da aceleração da cinética de hidratação, provocada pelo efeito de nucleação (MATSCHEI; LOTHENBACH; GLASSER, 2007; TAYLOR, 1997). Ainda, este tipo de adição pode afetar a zona de transição de interface, uma região entre a matriz e o agregado, mais porosa e suscetível a maiores concentrações de tensão, aumentando sua densidade (OLLIVIER; MASO; BOURDETTE, 1995).

A avaliação das alterações nas propriedades mecânicas causadas pela substituição de ligantes por *filler* são frequentemente feitas através da moldagem de argamassas e concretos (AQEL; PANESAR, 2016; LANGE; MÖRTEL; RUDERT, 1997; PALM et al., 2016; TSIVILIS et al., 2002). Esse tipo de abordagem, embora mais próxima das aplicações reais, impossibilita a análise direta da pasta de cimento, equivalente à matriz cimentícia, sendo afetada por outras variáveis que podem não ser consideradas ou podem não ser completamente isoladas, como os efeitos do agregado e sua interface com a matriz, por exemplo.

Igualmente, estudos envolvendo propriedades de fratura em compósitos cimentícios são comuns para argamassas e concretos, em que são avaliadas a propagação e abertura de fissuras até o colapso do material (ALBUQUERQUE; RODRIGUES, 2008; SHAH, 1990; TAIT; FRY; GARRETT, 1987), parâmetros e modelos de concentração de tensão e energia de fraturamento (ANDERSON,

2004; GUINEA; PLANAS; ELICES, 1992), resistência ao cisalhamento, tração ou flexão, entretanto mais limitados quando relacionados apenas a pastas de cimento.

Deste modo, este item abordará conceitos do uso do *filler* calcário como MCS, seu impacto nas propriedades mecânicas de compósitos cimentícios e conceitos físicos envolvidos nos ensaios adotados para avaliação de parâmetros de fratura e que serão utilizados em corpos de prova de pasta de cimento.

1.1. IMPACTO DO *FILLER* CALCÁRIO COMO ADIÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

O *filler* calcário é um material cimentício suplementar, MCS, comumente empregado em cimentos nacionais (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991) e internacionais (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2011), porém de aplicação limitada. Sua disponibilidade é grande e sua produção é barata e de baixo impacto ambiental, pois envolve, resumidamente, apenas a extração de matéria prima e o processo de moagem, gerando entre 26 e 75kg_{CO2}/ton (HABERT et al., 2013; LEESE; CASEY, 2012), enquanto a produção do clínquer gera aproximadamente 821kg_{CO2}/ton (RELATÓRIO ANUAL 2013: SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO, 2013).

Este tipo de adição mineral é considerado inerte ou de baixa reatividade (GARTNER et al., 2001) e sua função na composição está associada à diluição do cimento (BONAVETTI et al., 2003) ou à melhoria do empacotamento do material seco (DAMINELLI, 2013). Com controle deste último fator, é possível reduzir a demanda de água da composição para manter um mesmo comportamento reológico pré-fixado (LANGE; MÖRTEL; RUDERT, 1997). Entretanto, é a porosidade do compósito cimentício um dos principais fatores que afetam sua resistência mecânica e sua concentração tanto é maior quanto maior o teor de água quimicamente não combinada (POWERS, 1958). Assim, o aumento do teor de *filler* na composição mantendo mesma relação água/finos (ligante + adições), *a/f*, pode reduzir a resistência pelo aumento da porosidade (RAMEZANIANPOUR et al., 2009; TSIVILIS et al., 2002), enquanto, a princípio,

a sua adição pode proporcionar benefícios às propriedades mecânicas quando a redução de água causa redução da relação água/ligantes, *a/l*.

O *filler* nas composições cimentícias pode apresentar outros efeitos além dos envolvidos com a redução de água. Por ser um material geralmente mais fino que o cimento, sua área superficial é maior, proporcionando área para deposição e formação de hidratados. Este fenômeno, chamado nucleação, acelera a reação de hidratação do cimento, podendo aumentar a resistência mecânica nas primeiras idades (MATSCHEI; LOTHENBACH; GLASSER, 2007; RAHHAL et al., 2012; TAYLOR, 1997).

Diversos estudos também apontam variações nas propriedades mecânicas, em idades mais avançadas, quando *fillers* minerais são adicionados à composição. Rezvani e Proske (2017) e Palm et al. (2016) identificaram que o aumento do teor de *filler* calcário em pastas de cimento e concretos, de mesma relação *a/l*, proporcionou aumento da resistência mecânica. Em contrapartida, Bentz et al. (2009) apresentou que o aumento do teor de *filler* causou a redução da resistência mecânica para argamassas de porosidade teórica igual a zero.

Assim como na resistência mecânica, a falta de controle da relação *a/l*, afeta outras propriedades mecânicas como o módulo de elasticidade, pela variação da porosidade. Benachour et al. (2008) manteve constante um comportamento reológico enquanto variava o teor de *filler* calcário em argamassas, porém, a partir de determinada concentração da adição, a relação *a/l* começou a aumentar e a resistência à compressão e o módulo elástico sofreram redução. Porém, ao manter a relação *a/l* fixa, o módulo de elasticidade com o aumento do teor de *filler* (REZVANI; PROSKE, 2017).

Segundo Alexander (1959), o módulo de ruptura de pastas de cimento, em ambiente de laboratório, é reduzido em minutos devido aos efeitos de retração e microfissuração por secagem. A retração é um fenômeno natural que ocorre para cimentos hidratados e, em relação ao estado endurecido, é dividida em: retração autógena, por secagem e por carbonatação. As duas primeiras são principalmente afetadas pela porosidade gel das composições, poros que apresentam diâmetro menor que 10nm (PIPILIKAKI; BEAZI-KATSIOTI, 2009), sendo maior quanto maior o volume desses poros (SOUZA, 2013). Os poros gel

são resultado da hidratação do cimento e, portanto, representam maior parte do volume do compósito quanto maior o volume de cimento na composição (POWERS, 1958). Desta forma, uma composição com maior teor de cimento apresentam maiores retrações (BISSONNETTE; PIERRE; PIGEON, 1999).

Logo, o uso de *filler* calcário afeta este fenômeno de duas maneiras: (i) acelera a retração autógena específica, normalizada pela massa de ligante, devido aos efeitos de aceleração de reação nas primeiras idades (BENTZ, 2005; LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016); e (ii) diminui os efeitos de retração pela diluição do cimento e formação de poros gel (VARHEN et al., 2016). Da mesma forma que nas demais propriedades supracitadas, quando mantida a relação a/f fixa, há aumento da porosidade capilar, que apresenta diâmetro igual ou maior a 10nm (PIPILIKAKI; BEAZI-KATSIOTI, 2009). Este tipo de porosidade também causa retração quando há secagem da água armazenada nele. Sob essas condições, o aumento do teor de *filler* também pode proporcionar aumento de retração total (BEDERINA; MAKHLOUFI; BOUZIANI, 2011; KENAI; SOBOYEJO; SOBOYEJO, 2004). Entretanto, mantendo mesma relação a/l , a retração total é reduzida com o aumento do teor da adição (ROZIÈRE et al., 2007) e, em teoria, os impactos por microfissuração nas propriedades mecânicas devem ser reduzidos.

Ainda, conforme apontando no estudo de Damineli (2013), a melhoria do empacotamento em concretos permite reduzir a demanda de água da composição, permitindo atingir maiores resistências à compressão, melhorando a eficiência do ligante e reduzindo os impactos ambientais do material.

1.2. COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COMO MATERIAIS QUASE FRÁGEIS

O concreto, principal compósito cimentício utilizado na construção civil, argamassa, rochas e outras cerâmicas são frequentemente considerados materiais frágeis. Este tipo de ruptura é caracterizado pelo desenvolvimento de deformações plásticas desprezíveis, fenômeno conhecido como clivagem. No entanto, os materiais cimentícios podem se comportar como materiais quase frágeis (do inglês *quasibrittle*) pois são capazes de dissipar energia antes da carga máxima ser atingida e após sua ocorrência, através do crescimento subcrítico de fissuras (FERREIRA, 2015). Ainda, no desenvolvimento de ambos

tipos de comportamento, frágil e quase frágil, microdefeitos presentes na estrutura favorecem sempre o colapso (FERREIRA; HANAI, 2007). Exemplo disto é apresentado na Figura 1, modelo de resultado de ensaio de flexão de material cerâmico, onde pode-se observar uma propagação controlada da fissura, representada pela curva decrescente após o pico de carga. Porém, a obtenção de curvas com este comportamento não dependem apenas das características do material e sua geometria, mas também das condições sob as quais são submetidas (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016).

Figura 1 - Modelo de ruptura quase frágil (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM), 2016).

Ainda referenciando a Figura 1, a propagação de defeitos ocorre de forma estável até atingir a carga máxima. A partir do pico de carga a fissura principal propaga-se continuamente mesmo com a redução de carregamento, caracterizando uma propagação estável e controlado (NETO; BORGES, 2004).

Existe nos materiais cimentícios uma relação inversa, bem consolidada na literatura, entre a porosidade da estrutura e sua respectiva resistência mecânica (MEHTA et al., 2008). Além disso, Kendall, Howard e Birchall (1983) demonstraram que o tamanho do defeito na pasta de cimento tem impacto significativo na sua resistência a flexão. Assim, é possível concluir deste estudo que a resistência à flexão de materiais cimentícios só tem relação direta com a porosidade devido ao tamanho crítico dos defeitos não variarem significativamente. A influência da distribuição e tamanho dos poros está associada à resistência do material devido a serem naturalmente fontes de

concentração de tensão, enquanto a propagação ocorre quando estas tensões atingem valores maiores do que a resistência ao fraturamento do material (FERREIRA; HANAI, 2007). Ainda, o mesmo estudo demonstrou que, para pastas de cimento, a redução da porosidade pode aumentar sua resistência à flexão e que o tamanho crítico de defeitos é um fator limitante deste parâmetro.

1.3. MECÂNICA DA FRATURA

Pode-se avaliar materiais e estruturas de diferentes formas, sendo a mais tradicional a abordagem de resistência dos materiais, onde as tensões sofridas são comparadas com as diferentes propriedades dos materiais. A mecânica da fratura é outro método, onde a resistência do material deixa de ser a propriedade de maior relevância, com foco no tamanho de defeitos e na tenacidade de fraturamento (ANDERSON, 2004). Este método permite a análise do fraturamento através de duas abordagens: (i) critério de energia; e (ii) tensão-intensidade.

1.3.1. CRITÉRIO DE ENERGIA

O critério de energia descreve que a fratura ocorre quando a energia disponível para a propagação da fissura é suficiente para superar a resistência do material. Essa resistência pode incluir a energia de superfície, a plasticidade e a energia de dissipação associados com a propagação de fissuras.

Griffith (1921), em 1927, propôs o método, mas Irwin e Rankin (1956), em 1956, foram responsáveis pelo desenvolvimento das abordagens aplicadas atualmente. Nelas, é considerado a taxa de liberação de energia, G , também conhecida como *força motriz de fissuração*, correspondente à variação da energia potencial para incremento da extensão da fissura para um material linear elástico. Desta forma, para uma placa de comprimento infinito e defeito de comprimento $2a$, conforme Figura 2, a energia liberada pode ser calculada pela equação (1).

$$G = \frac{\pi \sigma^2 a}{E} \quad (1)$$

Onde, σ é a tensão aplicada ao material, a corresponde à metade do comprimento do defeito e E é o módulo de Young da placa.

Figura 2 - Fissura através da espessura de uma placa de largura teórica infinita sujeita a tensão de tração (ANDERSON, 2004).

Logo, para calcular a energia liberada até o colapso do elemento, deve-se considerar os parâmetros críticos. Assim, a equação sofre variação para a equação (2). Como fator de análise do comportamento em estado crítico, este parâmetro é considerado uma medida de resistência ao fraturamento.

$$G_c = \frac{\pi \sigma_f^2 a_c}{E} \quad (2)$$

Onde, G_c é a energia elástica liberada até a ruptura, σ_f é a tensão de falha do elemento e a_c é a metade do comprimento do defeito crítico.

1.3.2. TENSÃO-INTENSIDADE

Esta abordagem relaciona o campo de tensões de um elemento a uma distância r da ponta do defeito, conforme é indicado na Figura 3. Todo carregamento em uma estrutura solicita com maior intensidade as extremidades de um defeito interno. Assim, há relação entre fatores intensificadores da tensão, K , que representam a “amplitude” da singularidade de tensão na ponta do defeito, e cada componente de tensão de um determinado elemento, variando de acordo com o tipo de solicitação a que é submetido.

Figura 3 - Definição de coordenadas no eixo a frente da fissura em uma chapa de dimensões infinitas solicitada biaxialmente. Adaptado de (FERREIRA; HANAI, 2007).

Os modos de solicitação ao fraturamento variam em função dos deslocamentos relativos das faces da fissura, conforme é apresentado na Figura 4. No modo *I* os esforços ocorrem sempre na mesma direção. No modo *II*, o mesmo ocorre, porém, gerando tensão de cisalhamento. No modo *III*, ocorre também o cisalhamento, mas através de sentido deslocado em 90° em relação ao modo *I* e *II*. Em aplicações gerais, o fenômeno corrente é um misto de todos os modos. (FERREIRA, 2015).

Figura 4 - Modos de solicitação ao fraturamento (ANDERSON, 2004).

Desta forma, a relação das componentes do campo de tensões com o respectivo fator de intensidade de tensões é definida conforme as equações (3), (4) e (5).

$$\lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(I)} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(I)}(\theta) \quad (3)$$

$$\lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(II)} = \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(II)}(\theta) \quad (4)$$

$$\lim_{r \rightarrow 0} \sigma_{ij}^{(III)} = \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^{(III)}(\theta) \quad (5)$$

Onde, os índices *I*, *II* e *III* correspondem ao tipo de solicitação que o elemento é submetido e *ij* é o plano do campo de tensões.

O colapso ocorre quando um dos componentes de tensão do elemento atinge o limite de resistência do material e, desta forma, o fator de intensidade de tensão é correspondente. Para este caso, $K=K_C$, onde K_C corresponde ao fator de intensidade de tensão crítico, sendo considerado também uma medida de resistência ao fraturamento.

No modo *I*, abertura, quando θ é igual a zero, as tensões nos eixos *x* e *y* tornam-se iguais, conforme equação (6).

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (6)$$

Desde que a tensão seja perpendicular ao plano da fissura, o carregamento caracterizará o modo de fraturamento como puramente *I* e considerando comportamento elástico linear, K pode ser associado diretamente com a tensão sofrida e o tamanho do defeito, como indicado na equação (7) (ANDERSON, 2004).

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (7)$$

Assim, considerando aplicável a propriedade de similitude, conceito que considera que a tensão de escoamento é independente das dimensões dos espécimes, para um material de comportamento elástico-linear, pode-se estabelecer uma relação entre a taxa de energia liberada e o fator de intensidade de tensão, conforme equação (8).

$$K_I = \sqrt{EG} \quad (8)$$

Os fatores de intensidade de tensão dependem das propriedades e dimensões do sólido, das condições e tipos de solicitações a que está submetido e da extensão da fissura (FERREIRA, 2015). Uma solução para um defeito na superfície de uma placa semi-infinita, conforme indicado na Figura 5, é apresentada na equação (9).

$$K_I = 1,12\sigma\sqrt{\pi a} \quad (9)$$

Figura 5 - Fissura de superfície em chapa de largura semi-infinita submetida à tensão de tração (ANDERSON, 2004).

De forma genérica, para o modo I, a equação (10) pode ser aplicada. $f(a/W)$ corresponde a um coeficiente adimensional de dependência, função do comprimento da fissura a e de uma dimensão significativa W do sólido, que considera as dimensões finitas do sólido e condições de contorno do problema (FERREIRA, 2015). Deste forma, este parâmetro apresenta diversas soluções diferentes, muitas já consolidadas e facilmente encontradas na literatura, que dependem dos parâmetros supracitados

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (10)$$

1.4. ENERGIA DE FRATURAMENTO

A energia de fraturamento, G_F , é um parâmetro que mede a energia necessária para propagação de fissura até o colapso do material. Um dos métodos mais utilizados atualmente foi proposto por Hillerborg (1985), em 1985, para concretos e materiais de mecânica de fratura não linear elástica (MFNL) e corresponde à energia total absorvida para produzir fissuração em uma unidade de área de

fratura. O método é baseado principalmente no modelo de fissura fictícia, também conhecida como modelo da fissura coesiva (HILLERBORG; MODÉER; PETERSSON, 1976) e, atualmente, a aplicação do método é mais ampla, sendo recomendada pela RILEM (DRAFT RECOMMENDATION, 1985), e estendendo-se para outros tipos de materiais cerâmicos.

Este modelo é caracterizado pelas propriedades do volume de material, as condições de início das fissuras e a sua evolução. Considera-se que a fissura se inicia onde a tensão máxima principal atinge a resistência à tração do material, formando-se em direção normal à mesma tensão. Assim, a fissura começa a abrir, transferindo tensões de uma face para outra, fenômeno chamado *tensão coesiva* (ELICES; PLANAS, 1996).

Segundo Harder (1991), para um espécimen de dimensões infinitas, a energia liberada durante o processo de fraturamento na MFEL, G , do critério de Griffith para propagação de trinca, é a mesma que a energia de fraturamento proposta por Hillerborg, em processo de propagação quase estático em deformação constante. Para dimensões finitas, G é menor que G_F (SHAH, 1995).

Este parâmetro compreende fatores que relacionam características de superfície e processos de absorção de energia. Os parâmetros de superfície relacionam: (i) a energia superficial de excesso, G_0 , relacionada ao trabalho de adesão ou coesão da superfície de ligamento; (ii) a rugosidade da superfície de fratura, r , ou seja, considera a área real de ligamento; (iii) a energia superficial, γ ; (iv) o fator de aumento da energia superficial, s , caracterizada pela diferença de energia superficial 'atômica', onde, por exemplo, um átomo de superfície em um pico ou elemento fractal fino apresenta maior energia superficial do que um átomo numa região plana e cristalina; e (v) os processos de absorção de energia, ψ , representados pelos fenômenos de deformação elástica e plástica (PACKHAM, 2003). Desta forma, pode-se representar a energia de fraturamento como apresentado na equação (11). Assim, materiais com maior rugosidade na fratura e maior plasticidade podem proporcionar aos elementos maior energia de fraturamento.

$$G_F = G_0 + 2rs\gamma + \psi \quad (11)$$

O tipo de ensaio ideal para a aplicação do método é o teste de tração uniaxial do corpo de prova, porém, devido às dificuldades de preparo e execução, é comum a aplicação de teste de flexão por carregamento em três pontos. Neste, conforme indicado na Figura 6, a energia de fraturamento corresponde à área abaixo da curva de tensão-deformação (HILLERBORG, 1985), conforme indicado na Figura 7 e na equação (12) e apresenta relação com o fator de intensidade de tensão crítico, K_{IC} , obtida de uma análise inversa, onde busca-se determinar a energia necessária para o fechamento parcial de uma fissura na amostra, e com a taxa de dissipação de energia, parâmetro relacionado com a flexibilidade do material, sendo considerado uma propriedade mecânica deste (FERREIRA, 2015). Com objetivo de normalizar os resultados obtidos, divide-se o trabalho necessário para a ruptura pela área plana da seção fraturada.

Figura 6 - Ilustração de ensaio flexão por carregamento três pontos, comumente utilizado para medição de energia de fratura para concretos.

$$G_F = \frac{1}{A_L} \int_0^{\delta_{max}} F(\delta) d\delta \quad (12)$$

Onde A_L é a área plana da seção de ligamento no corpo de prova; δ_{max} é a deslocamento máximo sofrido pela amostra; e $F(\delta)$ é a força aplicada, que varia em função do deslocamento.

Figura 7 – Curva modelo de ensaio de flexão por carregamento em três pontos, onde a área sob a curva corresponde ao trabalho realizado para o completo fraturamento do corpo de prova e $\delta_{\max}$ à deformação final da amostra.

Porém, existem parcelas remanescentes de uma curva *carga-deformação* hipoteticamente completa que devem ser consideradas, representadas na Figura 8 pelas regiões delimitadas por linhas pontilhadas. Estas parcelas são relacionadas aos esforços da carga correspondentes ao momento no centro do corpo de prova causado pelo peso próprio e de acessórios anexos adicionados a ele. W é a energia total absorvida durante o ensaio e é composto por W_1 , W_2 , W_3 e W_4 , conforme equação (13).

Figura 8 - Curva carga-deslocamento completa, considerando o peso próprio e de acessórios anexos ao corpo de prova, representados pelas áreas sob a curva seccionada. Adaptado de (PETERSSON, 1981)

$$W = W_1 + W_2 + W_3 + W_4 \quad (13)$$

Onde: W_1 é a área abaixo da curva *carga-deformação* e corresponde à equação (12); W_2 , W_3 e W_4 correspondem a energia absorvida com origem nos esforços de peso próprio e de acessórios anexos. Segundo Petersson (1981), W_4 representa menos de 1-2% da área total, podendo ser desprezado, e W_2 e W_3 podem ser considerados numericamente iguais, equivalendo individualmente à equação (14). O conjunto de massas envolvidas no sistema, m , devem ser consideradas, onde, conforme equação (15): m_1 corresponde à massa do corpo de prova; m_2 corresponde à massa dos acessórios anexos ao corpo de prova, conforme; e g é a aceleração da gravidade.

$$W_2 = W_3 = \frac{mg\delta_0}{2} \quad (14)$$

$$m = \frac{m_1 S_0}{L} + 2m_2 \quad (15)$$

Desta forma, ao considerar estes parâmetros, o cálculo para energia de fraturamento, G_F , pode ser descrito conforme equação (16) (DRAFT RECOMMENDATION, 1985).

$$G_F = \frac{1}{A_L} \left[\int_0^{\delta_0} F(\delta) \partial\delta + \frac{\left(\frac{m_1 S_0}{L} + 2m_2\right) g\delta_0}{2} \right] \quad (16)$$

Ainda, Elices, Guinea e Planas (1992) demonstraram que existem muitas fontes de dissipação de energia na aplicação deste método, como: histerese na disposição do equipamento durante o ensaio, dissipação na massa do espécimen, dissipação no contato com os suportes e negligência do trecho final da curva *carga-deslocamento*. Quando estes parâmetros são devidamente considerados, a efeito de escala é reduzido significativamente, o que torna a energia de fraturamento *quase independente* da escala (CARLONI; SANTANDREA; WENDNER, 2017).

Segundo Harder (1992), quando a propagação de fissura ocorre em regime de deslocamento, considerando a mecânica da fratura elástico-linear, a energia de fratura, G_F , equivale à energia elástica liberada, G_C , do critério de Griffith. Entretanto, quando em condição onde a propagação da fissura ocorre dinamicamente, a energia elástica liberada é maior do que a energia de

fraturamento medida pelo trabalho externo aplicado, calculado pela área sob a curva *carga x deslocamento*, pois a energia elástica armazenada é alta o suficiente para propagar o defeito catastroficamente sem energia adicional precisar ser aplicada (HARMUTH; BRADT, 2010). Desta forma, às condições encontradas podem ser descritas conforme equações (17) e (18).

$$G_F = G_C \quad \begin{array}{l} \text{(propagação quase estática da fissura} \\ \text{em deslocamento constante)} \end{array} \quad (17)$$

$$G_F < G_C \quad \begin{array}{l} \text{(Propagação dinâmica, ou sem controle,} \\ \text{da fissura)} \end{array} \quad (18)$$

1.5. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO

O fator de intensidade de tensão crítico, K_C , é um parâmetro de resistência à fratura do material, conhecido por medir a tenacidade ao fraturamento. Pode ser considerado um parâmetro que descreve as tensões e deslocamentos no campo próximo à ponta da fissura. Ele é diretamente proporcional à tensão perpendicular ao plano da fissura, apresenta relação inversa com a raiz quadrada da extensão do defeito crítico e sofre influência do tipo de esforço a que o material está submetido.

Todo carregamento em uma estrutura solicita com maior tensão as extremidades de um defeito, interno ou externo, como um agente concentrador de tensões, potencializando os riscos de propagação progressiva de danos e levar ao colapso. As características do defeito crítico e o tipo de solicitação a que o componente está submetido influenciam diretamente nesta tensão concentrada. A tensão na extremidade da falha, σ_p , apresenta relação direta com a sua geometria e raio de ponta, ρ , conforme ilustrado pela Figura 9. Desta forma, quanto menor o raio, maior a concentração de tensões na extremidade da falha, conforme apontado na equação (19), em modelo para placa plana tracionada por uma tensão σ (ANDERSON, 2004).

Figura 9 - Ilustração de defeito elíptico passante em placa plana.

$$\sigma_p = \sigma \left(1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (19)$$

Considerando uma placa de extensão infinita e uma placa de extensão finita, ambas com um defeito crítico idêntico, submetidas à mesma tensão de tração, as linhas de força sofrem desvio do defeito, concentrando-se nas bordas. No caso da placa de dimensão infinita, as linhas de força, a uma mesma distância da linha de centro da fissura, sofrem decomposições em outras direções. Este fenômeno ocorre em menor intensidade, ou não ocorre, no caso da placa finita, resultando em maior intensificação de tensão na ponta de defeito. Desta forma, o fator de intensidade de tensão também sofre influência da geometria do elemento e parâmetros do defeito e seu cálculo deve considerar soluções para essas condições (ANDERSON, 2004).

Estas soluções, denominadas funções adimensionais de dependência $f(a/W)$, são comumente modeladas através de métodos numéricos, como elementos finitos ou elementos de contorno. Configurações mais comuns podem ser facilmente encontradas na literatura (FETT, 2009; TADA, 2000). Em se tratando de geometrias comuns, porém execução de ensaio com parâmetros incomuns, é possível encontrar também equações polinomiais, onde os coeficientes que as compõem podem ser obtidos em tabelas ou interpolados, de modo a ajustar o

modelo às variedades de configuração do método empregado, conforme equação (20) (FERREIRA, 2015). As limitações de cada modelo são determinadas através de análise de confiabilidade e regula a aplicação em função de uma relação a/W mínima e/ou máxima.

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = A_0 + A_1\left(\frac{a}{W}\right) + A_2\left(\frac{a}{W}\right)^2 + A_3\left(\frac{a}{W}\right)^3 + A_4\left(\frac{a}{W}\right)^4 + A_5\left(\frac{a}{W}\right)^5 \quad (20)$$

Onde os coeficientes A_0 , A_1 , A_2 , A_3 , A_4 e A_5 são obtidos em função de S_0/W em tabela específica indicada por autor de cada modelo.

O fator de intensidade de tensão, assim como a taxa de liberação de energia, é um parâmetro que descreve o comportamento das fissuras e defeitos do elemento avaliado. O primeiro está relacionado com a ponta da fissura, sendo considerado um parâmetro local, enquanto o segundo descreve um comportamento global. Entretanto, para materiais elástico-lineares e variação de modalidade de sollicitação, considerando mecânica da fratura elástica-linear, estes dois parâmetros apresentam relação, conforme indicado na equação (21), para o modo I (ANDERSON, 2004).

$$G_c = \frac{K_{IC}^2}{E'} \quad (21)$$

Para o plano de tensões, E' equivale ao módulo de Young do material, E , enquanto, para o plano de deformações, E' equivale a $E/(1-\nu)$, onde ν é o coeficiente de Poisson do material.

1.6. PARÂMETROS DE TENACIDADE DE FRATURA APLICADOS A COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS PARA O MODO I

A mecânica da fratura foi apresentada em 1921, por Griffith (GRIFFITH, 1921), através da teoria da mecânica da fratura elástica-linear (MFEL), onde a demonstrou utilizando como material de estudo o vidro. Nos anos consecutivos, a área foi amplamente desenvolvida e aplicada principalmente na área de metais. Em se tratando de compósitos cimentícios, a mecânica da fratura só foi aplicada em 1961, por Kaplan (1961), em estudo da propagação de fissuras em concretos através da avaliação da taxa de liberação de energia.

Dois dos principais parâmetros de fratura avaliados em compósitos cimentícios são o fator de intensidade de tensão crítico e a energia de fratura, para o modo I, que variam em função da dimensão dos corpos de prova, fenômeno conhecido como efeito escala (BAŽANT; KAZEMI, 1990; FERREIRA, 2015; JENQ; SHAH, 1985). Os comportamentos entre os tipos de compósito podem ser significativamente diferentes devido às variações de tamanhos e tipos de adições e agregados, que influenciam na propagação dos defeitos e nas superfícies de fratura formadas.

O fator de intensidade de tensão crítico, K_{IC} , de compósitos cimentícios aumenta com a redução da relação água/cimento, do volume de ar incorporado e da porosidade (AHMED; STRUBLE, 1995; NAUS; LOTT, 1969). Da mesma forma, o aumento de K_{IC} ocorre com o aumento da idade de hidratação, devido ao aumento da resistência (NAUS; LOTT, 1969) e com o aumento da dimensão máxima do agregado utilizado (ALYHYA et al., 2016; KARAMLOO; MAZLOOM; PAYGANEH, 2016; NAUS; LOTT, 1969; STRANGE; BRYANT, 1979) e seu volume na composição (ALYHYA et al., 2016; CHEN; LIU, 2004; NAUS; LOTT, 1969), devido ao aumento de superfície formada na propagação de defeitos.

A literatura indica que, para concretos e argamassas, o fator de intensidade crítico varia em função da profundidade de entalhe produzido (BROWN, 1972; BROWN; POMEROY, 1973; CARPINTERI, 1981; GJØRV; SØRENSEN; ARNESEN, 1977). Porém, o comportamento deste parâmetro em pastas de cimento tende a ser diferente, demonstrando constância (BROWN, 1972; BROWN; POMEROY, 1973; GJØRV; SØRENSEN; ARNESEN, 1977; HIGGINS; BAILEY, 1976), embora existam estudos que indiquem sensibilidade com a profundidade de entalhe (MINDESS; LAWRENCE; KESLER, 1977). Ainda, K_{IC} apresenta relação com alguns parâmetros de superfície da fratura formada. Lange, Jennings e Shah (1993b) demonstraram que o aumento da rugosidade da superfície de fratura é maior quanto maior for o fator de intensidade de tensão crítico para a mesma amostra, justificando que a formação de superfícies de maior rugosidade tende a requisitar maiores energias para ruptura.

Muitos fatores impactantes no fator de intensidade de tensão crítico impactam também a energia de fraturamento, G_F , de compósitos cimentícios. Este parâmetro é maior quanto maior o volume de agregados na composição

(ALYHYA et al., 2016; CHEN; LIU, 2004) e sofre aumento também com o aumento do diâmetro máximo de agregado utilizado (ALYHYA et al., 2016; CHEN; LIU, 2004; KARAMLOO; MAZLOOM; PAYGANEH, 2016). O aumento da relação água/cimento, para uma mesma idade de hidratação, reduz a energia de fraturamento, consequência da redução da resistência pelo aumento de porosidade (CAO; ZHANG; WEI, 2013; PADEVET; ZOBAL, 2012; QIAN, 2012; XU; ZHU, 2007). Em condições de propagação controlada da fissura, a energia de fraturamento não sofre variação com o aumento da profundidade de entalhe produzido (GEORGE, 1970; WATSON, 1978).

Ambos os parâmetros, K_{IC} e G_F , sofrem influência das condições de umidade em que os espécimens apresentam durante o ensaio. Beaudoin (1986) indicou que a umidade relativa e histórico de secagem do corpo de prova afetam o fator de intensidade de tensão. Antes de qualquer secagem, K_{IC} é menor quanto maior a umidade. Possivelmente, esta é uma relação com a redução da capacidade resistente que ocorre com maiores taxas de saturação no compósito (MEHTA et al., 2008). Da mesma forma, Glucklich e Korin (1975) identificaram que concretos com menores umidades relativas apresentaram maiores energias de fraturamento.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas 3 diferentes composições de finos para argamassas e pastas de cimento, utilizando uma de referência e outras duas composições com dois diferentes *fillers* calcário. Para melhorar as condições de moldagem foram utilizados aditivos. Os materiais utilizados foram caracterizados por diferentes técnicas.

2.1. MATERIAIS E CARACTERIZAÇÕES

Os materiais utilizados no estudo foram: (i) cimento CPV comercial; (ii) dois tipos de *filler* calcário; (iii) areia normal; (iv) aditivo dispersante de base policarboxilato; (v) aditivo antiespumante; e (vi) água deionizada. Estes materiais foram caracterizados para o estudo, com exceção do aditivo antiespumante e a água deionizada, que avaliou corpos de prova de pastas e argamassas, variando o teor de *filler* calcário nas composições.

2.1.1. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Foram utilizadas as técnicas de: (i) picnometria, para determinação da massa específica (ME); (ii) granulometria à laser, para determinação do perfil granulométrico; (iii) Adsorção de Nitrogênio, pelo método BET, para determinação da área específica superficial (AES); (iv) termogravimetria, para quantificar o teor de carbonatos; (v) calorimetria de condução isotérmica, para avaliar a compatibilidade entre cimento e aditivos; e (vi) reometria rotacional, para determinar o ponto de saturação de aditivo de cada material.

2.1.1.1. PICNOMETRIA DE GÁS HÉLIO

O ensaio de picnometria de gás Hélio foi executado para determinação da massa específica (ME) de cada material. O método baseia-se na lei de Boyle-Mariotte para cálculo do volume de uma massa conhecida (TAMARI; AGUILAR-CHÁVEZ, 2005). O gás Hélio apresenta comportamento que se aproxima de um gás ideal, ou seja, é inerte e não reage com os materiais a que tem contato.

O equipamento utilizado é o picnômetro de gás Hélio, modelo Multitycnometer - Quantachrome Instruments, indicado na Figura 10. O cadinho apresenta volume de aproximadamente $1,1\text{cm}^3$. Nos testes, seu preenchimento com material foi de aproximadamente 80%.

O processo é composto das etapas de: (i) pesagem do material; (ii) inserção do conjunto no equipamento; (iii) aplicação de pressão, de aproximadamente 17psi, com gás Hélio em câmara paralela adotada como referência; (iv) abertura de válvula de acesso à câmara onde a amostra está contida, abrindo acesso do gás; (v) medição da variação da pressão. Esta variação é proporcional à diferença de volume entre a câmara de referência e a da amostra.

Figura 10 - Picnometro de gás Hélio, modelo Multitycnometer.

As amostras foram secas em estufa por 48 horas a 40°C e, na sequência, mantidas em dessecador para estabilização térmica em temperatura ambiente. Cada amostra foi testada cinco vezes e a massa específica adotada foi definida como a média aritmética destes valores.

2.1.1.2. GRANULOMETRIA POR DIFRAÇÃO DE LASER

A granulometria por difração de laser foi a técnica utilizada para medir a distribuição granulométrica dos materiais finos. Ela é baseada no espalhamento de luz laser e nos fenômenos de reflexão, refração e difração. O equipamento utilizado foi o granulômetro laser Simpatec, modelo Helos KR, indicado na Figura 11 com faixa de trabalho de 0,1 a 350µm.

Figura 11 - Granulômetro de difração a laser Simpatec, modelo Helos KR.

As amostras utilizadas foram soluções de água deionizada e o respectivo material de análise, com volume de aproximadamente 50ml e relação água/sólidos de 35, em massa. Cada solução foi misturada a 1000rpm por 1 minuto em agitador mecânico e foi adicionada no reservatório do equipamento. Para desaglomerar as partículas, cada solução foi submetida à ação de ultrassom por 1 minuto. Cada curva granulométrica é resultado da média de três leituras efetuadas.

2.1.1.3. ADSORÇÃO DE NITROGÊNIO – MÉTODO BET

Foi analisada a área superficial específica (ASE) através da técnica de adsorção de Nitrogênio pelo método BET (Stephen Branauer, Paul Emmett e Edward Teller). Esta técnica utiliza o conceito de adsorção de camadas de gás, comumente Nitrogênio, na superfície das partículas, considerando poros e irregularidades (WEBB et al., 1997).

A técnica foi aplicada usando equipamento modelo Belsropmax, Bel Japan, indicado na Figura 12-a. Para que as amostras tenham representatividade, é necessária a retirada de umidade da superfície. Assim, foi feito pré tratamento utilizando equipamento de modelo BEL PREP-vacII, Bel Japan, indicado na Figura 12-b.

Figura 12 - Equipamentos utilizadas para análise e quantificação de ASE das amostras, onde correspondem: (a) equipamento Belsropmax, utilizado para ensaio de adsorção de Nitrogênio; e (b) equipamento BEL PREP-vacII, utilizado para fazer o pré tratamento das amostras.

2.1.1.4. TERMOGRAVIMETRIA

A termogravimetria (TG) é uma técnica de análise térmica. Consiste no aquecimento de uma amostra em taxa geralmente constante e registro da variação de sua massa, resultante de sua decomposição ou reação química. As curvas de variação de massa em função da temperatura podem fornecer informações sobre a composição do material inicial e sua estabilidade térmica e sobre os produtos formados em período intermediário.

No cimento, as reações que ocorrem são de desidratação e descarbonatação, bem conhecidas na literatura. Assim, é possível analisar as curvas resultantes através das faixas de temperatura onde ocorreram variações de massa (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016).

O equipamento utilizado foi a termobalança Netzsch, modelo TG 209 F1 Libra, indicada na Figura 13. A taxa de aumento de temperatura adotada foi de 10°C por minuto, variando de 30°C a 1000°C. As massas de amostra foram mantidas constantes em 1 grama. Esta caracterização foi feita para obter o teor de carbonatos contidos no cimento e avaliar a pureza dos *fillers* calcários utilizados.

Figura 13 - Termobalança Netzsch, TG 209 F1 Libra.

2.1.1.5. CALORIMETRIA DE CONDUÇÃO ISOTÉRMICA

A calorimetria de condução isotérmica é uma técnica que permite medir a variação de calor liberado ou absorvido por uma amostra em função do tempo. No caso do cimento, estas variações são causadas pela reação do material com a água e formação de produtos hidratados. Para este tipo de material, este tipo de ensaio é comumente utilizado para análise e entendimento da sua cinética de hidratação (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016).

Este ensaio foi feito com o objetivo de avaliar a compatibilidade do aditivo dispersante com o cimento adotado no estudo. O equipamento utilizado foi um calorímetro isotérmico TA Instruments, modelo TAM Air. Foram utilizadas duas ampolas de vidro para a aplicação da técnica, uma para conter a amostra e outra, vazia, como referência. A Figura 14 indica o procedimento de adição da amostra no calorímetro. A Figura 14-a apresenta a forma de adição à ampola, enquanto a Figura 14-b e c fazem referência ao fechamento e adição das ampolas no equipamento, respectivamente.

Figura 14 - Sequência do processo para adição da amostra no calorímetro, onde correspondem: (a) adição da pasta na ampola de vidro; (b) fechamento da ampola; e (c) adição da ampola de referência (vazia) no calorímetro e da ampola contendo a amostra.

No cimento, a cinética de hidratação pode ser representada pela curva de fluxo de calor liberado, indicada pela Figura 15. Esta curva é caracterizada principalmente por: (A) pico de molhagem, representando o calor liberado durante a molhagem das partículas; (B) período de indução, correspondente ao tempo no qual o calor liberado é reduzido, caracterizando baixa reatividade; (C) o principal pico de hidratação associado às reações que contribuem para a resistência mecânica nas idades iniciais; (D) pico máximo de fluxo de calor, após a aceleração das reações; (E) esgotamento dos sulfatos; e (F) pico de reação dos aluminatos (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM), 2013; LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016).

Figura 15 - Modelo de fluxo de calor típico do cimento Portland (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM), 2013).

2.1.1.6. REOMETRIA ROTACIONAL

A reometria rotacional é uma técnica de avaliação do comportamento reológico de materiais e composições fluidas. O objetivo deste ensaio é determinar o ponto de saturação de aditivo dispersante nas matérias primas utilizadas, ou seja, o seu teor otimizado. O método utilizado foi o *stepped flow test* placa-placa, variando a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) de 0 a 50s^{-1} em dois ciclos de aceleração e desaceleração, conforme modelo indicado na Figura 16, sendo o primeiro ciclo para normalização da pasta e o segundo ciclo para coleta efetiva de dados. Os parâmetros geralmente avaliados neste método são a tensão de escoamento, a viscosidade aparente e/ou a área de histerese, caracterizada pela diferença de área abaixo das curvas (PANDOLFELLI et al., 2000).

Figura 16 - Modelo das etapas de stepped flow test para determinação do ponto de saturação do aditivo dispersante. A permanência em cada patamar é de 10 segundos.

O equipamento utilizado foi o reômetro Haake, modelo MARS 60. Para determinação do ponto de saturação de aditivo, foram avaliados os parâmetros de tensão de escoamento, em taxa de cisalhamento fixa que tende à zero, e viscosidade aparente, em taxa de cisalhamento máxima (PANDOLFELLI et al., 2000).

2.1.2. MATERIAIS

Os materiais utilizados e caracterizados foram: (i) cimento; (ii) *fillers* de substituição e de preenchimento, FS e FP, respectivamente; (iii) aditivo dispersante, base policarboxilato; (iv) aditivo antiespumante; e (v) água deionizada.

2.1.2.1. CIMENTO

O cimento utilizado é um CPV comercial ensacado, forma menos diluída encontrada no mercado, conforme NBR 5733 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991), e limitado em até 5% de *filler*, material carbonático.

Através de ensaio de termogravimetria em amostra coletada após homogeneização do material, com curva apresentada na Figura 17, foi calculado o seu teor de carbonato de cálcio (CaCO_3). A curva de DTG representa a derivada da curva de TG em função do tempo, apontando a faixa de temperatura em que ocorrem as principais variações de massa. A perda de massa corrente entre 500 e 750°C, apontada pela DTG, corresponde ao fenômeno de descarbonatação (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016), indicando teor de carbonato de cálcio de 5,88%, valor maior do que os limites indicados pela NBR 5733 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991). Também foi obtido teor de 2,56% de hidróxido de cálcio, também conhecido como portlandita, através da variação de massa corrente entre as temperaturas de 350 e 450°C (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016). Esta fase é um dos produtos hidratados formados da reação do cimento com a água, indicando pré hidratação parcial do material. Quando exposto à atmosfera, este produto pode reagir com o gás carbônico, formando mais carbonatos (TAYLOR, 1997), o que pode justificar o teor elevado de CaCO_3 .

A massa específica (ME) do cimento foi determinada por picnometria de gás Hélio. Os resultados indicam densidade real de 3,079g/cm³, com desvio padrão de 0,008g/cm³. Através do ensaio de adsorção de Nitrogênio, método BET, foi determinada AES igual 1,64m²/g. A curva granulométrica foi obtida através de

granulometria por difração de laser e é apresentada na Figura 18. Os tamanhos máximos de partículas equivalentes a 10, 50 e 90% da distribuição (D_{10} , D_{50} e D_{90}) correspondem, respectivamente, a 2,72, 17,14 e 46,26 μm .

2.1.2.2. FILLERS

Foram utilizados dois tipos de *filler* calcário comerciais: (i) *filler* de substituição, FS; e (ii) *filler* de preenchimento, FP. Para avaliar sua pureza, foi feito ensaio de TG. As curvas obtidas do ensaio são apresentadas na Figura 19 e indicam a perda de massa de CO_2 das amostras. Os *fillers* FS e FP apresentaram alta pureza, correspondendo a 94,0 e 98,7%, respectivamente.

Figura 19 – Curvas de TG e DTG dos fillers calcários utilizados, onde correspondem: (a) FS; e (b) FP.

Através de ensaio de picnometria de gás Hélio, foi obtida a massa específica dos *fillers* FS e FP, que correspondem a 2,740 e 2,758g/cm³, respectivamente. As informações sobre a distribuição granulométrica foram obtidas através do ensaio de granulometria por difração de laser e os resultados são apresentados na Figura 20. O *filler* FP mostra-se composto por granulometria mais fina do que o *filler* FS.

Figura 20 - Curvas granulométricas do cimento e dos fillers utilizados no estudo.

Para verificar se os *fillers* FS e FP tem potencial para atuar como adições de diluição e preenchimento no cimento, foram comparadas as curvas granulométricas e as propriedades físicas, incluindo a área específica obtida por adsorção de Nitrogênio-BET, com as propriedades físicas do CPV, apresentadas na Figura 21 e na Tabela 1. O *filler* FS apresentou granulometria ligeiramente mais fina do que o cimento CPV, enquanto para FP a finura é mais significativa. Assim, foi considerado que o *filler* FS pode ser considerado uma adição de substituição do cimento, embora possa apresentar menor função de preenchimento, enquanto FP pode auxiliar no empacotamento do material seco e, por isso, foi considerado como adição de preenchimento.

Figura 21 - Comparação das curvas granulométricas dos fillers com o cimento.

Tabela 1 - Propriedades físicas do cimento e dos fillers FS e FP.

Material	ME (g/cm ³)	ASE (m ² /g)	AVE (m ² /cm ³)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)
FS	2,740	1,16	3,18	1,46	8,83	23,09
FP	2,758	3,73	10,29	0,73	2,49	7,17
CPV	3,079	1,64	5,05	2,72	17,14	46,26

Nota-se que as diferenças significativas das propriedades estão relacionadas com o tamanho das partículas. A maior finura, identificada no *filler* FP, afeta a respectiva área superficial específica (ASE), sendo maior quanto mais fina for a composição granulométrica. Assim, a maior área específica do *filler* FP corresponde com a análise das curvas granulométricas. Ainda, a relação entre ASE e a massa específica (ME), correspondente à área volumétrica específica (AVE) e indica que o *filler* FP apresenta maior área por unidade de volume entre os materiais, seguido do cimento CPV.

2.1.2.3. ADITIVO DISPERSANTE

O aditivo dispersante adotado é um policarboxilato que age através de estabilização eletroestérica e apresenta relação água/sólidos (a/s) igual a 0,6 e massa específica de 1,075g/cm³. Este tipo de aditivo dispersante apresenta relativa baixa incorporação de ar em pastas de cimento em comparação com outros aditivos mais comumente empregados para materiais cimentícios, conforme apontado no estudo de Sakai et al. (2006).

Foi feita calorimetria de condução isotérmica para avaliar sua compatibilidade com o cimento e as alterações na cinética de hidratação. Produziu-se duas pastas com relação a/f igual a 0,35: (i) referência, sem aditivo; e (ii) dispersa com

0,6% de aditivo, em relação à massa de cimento, corrigindo a água total. A massa de CPV utilizada em cada mistura foi de 100g, o tempo de ensaio foi de 48 horas e os procedimentos ocorreram igualmente e em etapas, sendo, respectivamente: (i) adição da água, ou água e dispersante homogeneizados, no cimento; (ii) mistura manual com espátula por 30 segundos; (iii) mistura mecânica em 10000rpm (misturador IKA RW 20) por 90 segundos; (iv) adição do material na ampola de vidro; (v) pesagem; e (vi) adição nos canais do calorímetro.

Os resultados deste ensaio são apresentados na Figura 22. Ao analisar a curva de fluxo de calor, indicada na Figura 22-a, o pico de molhagem e dos aluminatos apresentaram aumento de aproximadamente 11,2 e 10,7%, respectivamente, com o uso de dispersante, enquanto o pico de aceleração e sua inclinação não sofreram mudanças significativas. A maior alteração na cinética ocorreu no período de indução, que sofreu aumento de 3,17h, período 3 vezes maior do que a mistura sem dispersante. Observando as curvas de calor acumulado, indicadas na Figura 22-b, nota-se que, ao final das 48 horas, o calor de liberado pela amostra com aditivo foi apenas 3,3% maior do que a amostra de referência. Assim, as influências causadas pelo uso deste dispersante na cinética de hidratação do cimento foram consideradas aceitáveis, influenciando mais significativamente apenas período de indução.

Figura 22 - Curvas calorimétricas do CPV sem e com aditivo dispersante, onde: (a) é o fluxo de calor específico; e (b) é o calor acumulado específico.

Para avaliar a quantidade de aditivo necessária para cada material, foi feito o ensaio de reometria rotacional, *stepped flow test* placa-placa, em pastas com relação a/f igual a 0,35. O total de material seco utilizado foi de 100g o teor de aditivo utilizado em cada amostragem foi arbitrário. O processo de mistura foi idêntico ao feito no ensaio de calorimetria de condução isotérmica, relatado no presente item.

Através da medição da viscosidade aparente e tensão de escoamento, τ , de cada mistura, variando o teor de aditivo, foi possível determinar o ponto de saturação de cada amostra. A aquisição de tensão de escoamento ocorreu em taxa de cisalhamento equivalente a $0,626s^{-1}$ e a aquisição da viscosidade em taxa de cisalhamento equivalente a $50s^{-1}$. A Figura 23 apresenta a relação destes parâmetros em função do teor de aditivo em relação à massa de cimento. O ponto de saturação adotado foi o ponto consecutivo à estabilização dos parâmetros de tensão de escoamento e viscosidade aparente (NKINAMUBANZI; AÏTCIN, 2004). Assim o ponto de saturação do CPV e dos *fillers* FS e FP corresponde, respectivamente, a um teor de aditivo de 0,55, 0,2 e 0,35g/100g_{finos}.

Figura 23 - Curvas de reometria rotacional do cimento e dos fillers, método *stepped flow test*, placa-placa.

Analisando a demanda de aditivo dispersante em função da área específica, nota-se que os *fillers* consomem menos superplastificante que o cimento, conforme indicado na Tabela 2. Esta variação de consumo está associada às diferentes cargas superficiais dos materiais (BURGOS-MONTES et al., 2012). Assim, a maior demanda de dispersante do *filler* FP em relação ao *filler* FS é parcialmente causada pela maior área específica.

Tabela 2 - Demanda de dispersante das matérias primas.

Material	Teor de saturação (g _{aditivo} /100g _{finos})	Teor de saturação volumétrico (g _{aditivo} /cm ³ _{finos})	Teor de saturação específico (g/m ² _{finos})
CPV	0,55	0,017	0,0034
FP	0,35	0,010	0,0009
FS	0,2	0,006	0,0017

2.1.2.4. SOLVENTES ORGÂNICOS PARA PARALISAÇÃO DE HIDRATAÇÃO

Os solventes orgânicos foram utilizados no processo de paralisação da hidratação das pastas de cimento destinadas aos testes de porosimetria por intrusão de mercúrio e aos ensaios de termogravimetria para cálculo do grau de hidratação.

Foram utilizados dois tipos de solventes: (i) isopropanol¹; e (ii) éter etílico². O primeiro fez parte da paralisação para as pastas com os dois destinos, enquanto o segundo foi utilizado apenas para os processos envolvendo ensaios de termogravimetria (LOTHERBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016). A diferença de tratamentos foi adotada considerando a velocidade de preparação da amostra, maior para o sistema que utiliza o éter etílico, e o potencial de dano da microestrutura.

O éter etílico apresenta tensão superficial de aproximadamente 72,8mN/m, próximo à da água, 71,99mN/m, enquanto o isopropanol apresenta uma das menores tensões superficiais entre os solventes comumente utilizados, de aproximadamente 20,9mN/m (ZHANG; SCHERER, 2011). Para preservar a microestrutura da pasta de danos por forças capilares (ZHANG; SCHERER, 2011), causados pela saída da solução nos poros, durante o processo de paralisação, foi utilizado apenas o solvente isopropanol.

2.2. COMPOSIÇÕES

As composições das pastas e argamassas e dimensões dos corpos de prova a serem utilizadas variaram em teor de *filler*, relação água/finos (*a/f*) e, para avaliação das propriedades de fratura, comprimento do entalhe.

¹ Álcool isopropílico, C₃H₇OH.

² Éter etílico ou dietílico, C₄H₁₀O.

2.2.1. COMPOSIÇÕES DOS FINOS

Foram utilizadas 3 composições diferentes de finos: (i) Referência - CPV puro, onde não houve substituição por *filler*, mas será considerado o teor contido deste material, oriundo do processo de fabricação e identificado conforme indicado no item 2.1.2.1; (ii) médio teor de *filler*, denominado CP MF (*medium filler*); e (iii) alto teor de *filler*, denominado CP HF (*high filler*). As respectivas composições são indicadas na Tabela 3.

Tabela 3 – Frações de materiais nas composições dos finos para CPV, CP MF e CP HF.

Material	CPV	CP MF	CP HF
CPV (em massa)	1	0,61	0,31
FS (em massa)	0	0,11	0,40
FP (em massa)	0	0,28	0,29
<i>Filler</i> total (em massa)	0,0588	0,43	0,70
CPV (em volume)	1	0,58	0,29
FS (em volume)	0	0,12	0,41
FP (em volume)	0	0,30	0,30
Teor de dispersante (g/100g _{finos})	0,55	0,455	0,354

Todas as composições onde houve substituição são compostas em 30% de volume pelo *filler* de preenchimento FP, objetivando manter sistema de empacotamento semelhante.

Foi caracterizado o grau de hidratação, h , de cada composição em função do tempo, fator importante para a determinação do teor de água, conforme método descrito no item 2.2.3. O cálculo foi feito através de análise da água combinada em pastas de cimento, obtidas por resultados de termogravimetria. A água combinada corresponde a toda a água que foi consumida em processo de reação do cimento e é um método comumente utilizado para estimar a hidratação do cimento (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016). Nas pastas produzidas para calcular o grau de hidratação de cada composição não foram utilizados quaisquer aditivos e as misturas apresentaram relação a/f 0,50, em que mistura pode ser misturada sem prejuízos em relação à condição de moldagem. As idades avaliadas foram 7, 28 e 91 dias, sendo que as pastas foram consideradas totalmente hidratadas ao fim de 91 dias. A faixa de perda de

massa adotada, causada pela degradação do material durante o ensaio, foi obtida avaliando a DTG de cada composição e idade. Conforme pode ser observado nas derivadas de termogravimetria da Figura 24, a água combinada no material, independentemente de composição ou idade, é removida em até 500°C, fenômeno indicado pelo fim do segundo pico de cada curva.

Para que essas pastas fossem ensaiadas, foi necessário remover a água de solução dos poros do material e interromper as reações de hidratação até que os ensaios de termogravimetria fossem executados. Para isto, estas pastas sofreram processo de paralização utilizando dois solventes orgânicos: álcool isopropanol e éter etílico. A utilização destes solventes preserva a água quimicamente combinada nos hidratos (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016).

O processo de paralização compreendeu, conforme indicado por Lothenbach et al. (2016) as etapas de: (i) imersão em álcool isopropanol, em volume de 10:1, em relação ao volume de cada espécimen, por uma hora; (ii) troca de solvente por novo volume de isopropanol, em mesma relação de volume, por mais uma hora; (iii) renovação de isopropanol por substituição, com relação 50:1, em relação ao volume do espécimen, por 24 horas; (iv) substituição do álcool por éter, com relação 25:1, em relação ao volume do espécimen, por 16 horas; e (v) remoção de solvente e secagem do espécimen em estufa, por 30 minutos e em temperatura constante de 40°C. O isopropanol foi utilizado, em todas as etapas em temperatura de -4°C para minimizar danos de cristalização dos produtos hidratados (MANTELLATO; PALACIOS; FLATT, 2016).

Figura 24 - DTG das composições de finos estudadas, onde correspondem os gráficos (a), (b) e (c) às idades de 7, 28 e 91 dias, respectivamente.

Desta forma, foi adotada a faixa entre 40 e 500°C como a faixa de temperatura onde a água combinada se separa dos produtos de hidratação do cimento. A água combinada, A_C , é calculada pela relação de água perdida durante a faixa de temperatura adotada e a massa seca residual na temperatura do final da faixa, conforme equação (22) (SCHÖLER et al., 2015).

$$A_C = \frac{m_{40^\circ C} - m_{500^\circ C}}{m_{500^\circ C}} \quad (22)$$

Onde, $m_{40^\circ C}$ é a massa residual a 40°C e $m_{500^\circ C}$ é a massa residual a 500°C.

Os dados de água combinada são representados na Figura 25-a, onde pode-se notar que as composições apresentam aumento da água combinada com o aumento do teor de cimento. Isto ocorre devido ao aumento do teor de material

reativo na composição, combinando mais água. Quando os resultados são normalizados em função do teor de ligantes, conforme Figura 25-b, nota-se que as composições com *filler* apresentam maior capacidade de combinação relativa de água. Este fenômeno, ocorre pelo efeito de nucleação, correspondente ao aumento de área superficial disponível para a formação de produtos hidratados (TAYLOR, 1997).

Figura 25 - Água combinada em função da idade e da composição, para análise relativa: (a) a 91 dias; e (b) ao teor de ligantes na composição. As misturas foram produzidas com relação a/f 0,5 e não apresentam aditivos.

Considerando que as pastas apresentam hidratação completa aos 91 dias, o grau de hidratação em uma idade i , h_i , pôde ser calculado pela equação (23).

$$h_i = \frac{A_{C_i}}{A_{C_{91}}} \quad (23)$$

Onde, os índices i e 91 em A_C correspondem à idade variável i e a 91 dias, respectivamente.

Os graus de hidratação em função da idade e da composição são indicados na Tabela 4. Aos 28 dias a composição que apresentou maior grau de hidratação foi o CP HF, com 93,2%, entretanto as taxas de hidratação pouco variaram, nesta

idade, em relação à referência, CPV, correspondendo a uma variação de até 2,5%.

Tabela 4 - Grau de hidratação das composições em função do tempo.

Composição	Grau de hidratação (%)	
	Idade (dias)	
	7	28
CPV	89,7	91,1
CP MF	81,7	88,8
CP HF	82,2	93,2

2.2.2. COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS

As argamassas foram compostas pelos mesmos finos do estudo em pastas, areia, água e mesmo aditivo dispersante. A proporção utilizada foi de 1:3 (finos:areia), em partes de massa, e a areia composta por quatro parcelas iguais de areia normal brasileira, nas frações grossas (#16), média grossa (#30), média fina (#50) e fina (#100), conforme a norma de avaliação de resistência de cimentos, NBR 7215 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996).

2.2.3. TEOR DE ÁGUA

Os teores de água utilizados para as composições de argamassa e pastas foram diferentes. Para as argamassas, foram utilizadas ao menos três variações da relação água/finos, variando entre 0,36 e 0,48, de forma que os corpos de prova pudessem ser moldados e que fosse possível produzir uma curva de Abrams, relacionando resistência mecânica e teor de água.

Para as pastas de cimento, foram produzidos corpos de prova com três relações a/f , mas que produzem mesma fração de porosidade capilar teórica, Por_{cap_pow} , equivalente a 0,168. A porosidade capilar teórica foi calculada através da relação de volume teórico de poros capilares, $V_{por_cap_pow}$, e volume total de pasta de cimento, V_{pasta} , conforme indicado nas equações (19) e (20). O volume teórico de poros capilares foi obtido pelo modelo de Powers (NEVILLE, 2015), que relaciona o volume de cimento e água para a hidratação, juntamente com o grau de hidratação, h , do ligante, conforme apresentado na sequência de equações (24) a (30).

$$Por_{cap_pow} = \frac{V_{por_{cap_pow}}}{V_{pasta}} \quad (24)$$

$$V_{pasta} = V_{finos} + V_{H_2O} \quad (25)$$

$$V_{por_{cap}} = (V_{cim_{a_i}} + V_{H_2O}) - (V_{prod_{hid}} + V_{cim_{a_f}}) \quad (26)$$

$$V_{prod_{hid}} = V_{solid_{hid}} + W_g \quad (27)$$

$$V_{solid_{hid}} = \frac{m_{cim}}{\rho_{cim}} \cdot h + 0,23 \cdot h \cdot m_{cim} \cdot (1 - 0,254) \quad (28)$$

$$W_g = \frac{0,28}{0,72} \cdot V_{solid_{hid}} \quad (29)$$

$$V_{cim_{a_f}} = V_{cim_{a_i}} \cdot (1 - h) \quad (30)$$

Onde: V_{finos} é o volume de finos; V_{H_2O} é o volume de água na composição; $V_{cim_{a_i}}$ é o volume de cimento anidro antes do contato com a água, equivalente à relação de massa e densidade do material; $V_{prod_{hid}}$ é o volume de produtos hidratados; $V_{cim_{a_f}}$ é o volume de cimento anidro no instante do ensaio de referência; $V_{solid_{hid}}$ é o volume de sólidos hidratados; W_g é o volume de água gel na microestrutura; e m_{cim} e ρ_{cim} correspondem à massa e densidade do cimento, respectivamente.

2.2.4. TEOR DE ADITIVO

Foram utilizados dois tipos de aditivos: (i) dispersante; e (ii) antiespumante. As argamassas foram produzidas com e sem aditivo dispersante, sem uso do antiespumante, enquanto nas pastas sempre foi utilizado aditivo antiespumante, variando o uso de dispersante. Sempre que foi aplicado aditivo dispersante nas composições, o teor utilizado foi o ótimo de cada composição, obtido pelas curvas de defloculação, indicadas no item 2.1.2.3. Foi adotado uso de aditivo antiespumante para as pastas de cimento devido às condições críticas de moldagem, onde, nos casos de relações a/f mais baixas com aditivo dispersante e altas sem aditivo dispersante, foi observada significativa incorporação de bolhas de ar.

O teor de aditivo dispersante variou de acordo com o teor de saturação de cada material, conforme apresentado no item 2.1.2.3. O cálculo utilizado para determinar o teor de aditivo a ser utilizado em cada composição de finos é função do consumo individual de cada matéria prima e sua representatividade na composição, conforme indicado na equação (31).

$$Teor_{disp} = 100 \sum C_i m_i ASE_i \quad (31)$$

Onde, $Teor_{disp}$ é o teor de dispersante utilizado para 100g do total de finos. C_i é o teor de saturação específico, indicado na Tabela 2; m_i é a massa de material; ASE_i é a área superficial específica; e o índice i relaciona a respectiva matéria prima, sendo ela CPV, *filler* FS ou *filler* FP.

O teor de aditivo antiespumante utilizado é equivalente a 25% da massa de aditivo dispersante na respectiva composição, onde foi observado maior emersão visual de bolhas. Para as composições sem uso de dispersante, foi adotado teor de antiespumante equivalente ao que seria utilizado caso fosse feito uso dele.

2.3. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Foram produzidos 3 tipos de corpos de prova, para os ensaios de: (i) compressão e flexão, para caracterização mecânica; (ii) flexão, para avaliação de parâmetros de fratura; e (iii) semicilíndricos, para caracterização de porosidade.

2.3.1. MISTURAS

As argamassas, produzidas para caracterização mecânica dos cimentos, conforme NBR 7215 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996), e as pastas, produzidas para avaliar as propriedades de fratura e caracterizar a porosidade, foram produzidas de formas distintas. O volume específico de sólidos a serem misturados é mais de vinte vezes maior para argamassas em relação aos volumes para pastas, sendo necessário métodos de mistura diferentes.

2.3.1.1. MISTURA DAS ARGAMASSAS

As argamassas foram produzidas em partes de 1:3 (finos:areia), com massa de finos de 624g, utilizando argamassadeira EMIC, conforme NBR 7215 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996). Cada mistura seguiu o mesmo padrão, com respectivas etapas: (i) com a água e, quando houver, aditivo de mistura já na cuba e com pá em rotação em torno do eixo 140rpm, deve-se adicionar a massa de finos em 30 segundos; (ii) adicionar a massa de areia, com as frações homogeneizadas. Em mais 30 segundos; (iii) misturar a composição por mais 30 segundos em rotação em torno do eixo de

285rpm; (iv) interromper a mistura e remover material aderido às paredes da cuba em 15 segundos; (v) cobrir com malha úmida a cuba e aguardar 1,25 minutos; e (vi) misturar a composição em rotação em torno do eixo de 285rpm por mais 1 minuto.

Durante a moldagem, os corpos de prova sofreram adensamento. Os moldes foram depositados em mesa de quedas para adensamento, onde foram submetidos a 60 quedas em 60 segundos, nas etapas equivalentes à metade e ao completo preenchimento do molde, respectivamente, conforme norma europeia EN 196-1 (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005).

2.3.1.2. MISTURA DAS PASTAS

Por ser utilizado volume significativamente menor para produzir, em relação às argamassas, as pastas puderam ser misturadas em agitador menor e de alta energia (misturador Makita adaptada). O processo de mistura para produção dos corpos de prova para ensaio de flexão três pontos apresenta as respectivas etapas: (i) adição de 150g de finos no recipiente de mistura; (ii) adição de água e aditivo(s), já homogeneizados, no recipiente; mistura manual, com espátula, por um minuto, com o objetivo de promover a molhagem do pó; (iii) mistura no agitador, em velocidade em 10000rpm, por 1,5 minutos. As composições direcionadas a produzir os corpos de prova para porosimetria por intrusão de mercúrio sofreram mesmo processo de mistura, exceto que ao invés de serem utilizadas 150g de finos, foram utilizadas 100g.

Logo após cada mistura, os moldes foram preenchidos e, para garantir igual adensamento das pastas, as amostras foram vibradas durante um minuto em vibrador, fabricante MVL, com potência total de 4400W e frequência 60Hz. Para evitar perda de material para fora dos moldes, as amostras foram vibradas em 80% da potência máxima do equipamento.

Embora parâmetros reológicos das composições nestas relações *a/f* não tenham sido medidos, é digno de nota que a visual viscosidade das misturas foi diferente. As composições CP HF, por apresentarem baixo teor de água, apresentaram, visualmente, alta viscosidade e baixa expulsão de bolhas. Para CPV, devido à ausência de aditivo dispersante, foi notado comportamento visual levemente menos viscoso que CP HF. Entretanto, a composição CP MF, devido a

apresentar maior teor de água que a composição CP HF e aditivo dispersante, apresentou o melhor comportamento, onde foi observada baixa viscosidade visual e maior expulsão de bolhas da mistura.

2.3.2. DIMENSÕES

As dimensões dos corpos de prova produzidos foram diferentes para cada tipo de ensaio a que seriam submetidos. As argamassas foram produzidas utilizando referências da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) e normas internacionais, enquanto as dimensões das pastas foram baseadas em literatura internacional.

Foram produzidos três tipos de corpos de prova: (i) em argamassa, para os ensaios de resistência mecânica; (ii) vigas para flexão em pasta, SENB (*Single Edge Notched Beam*), para avaliação dos parâmetros de fratura; e (iii) semicilindros em pasta, para caracterização de porosidade.

2.3.2.1. AMOSTRAS EM ARGAMASSA

Os corpos de prova de argamassa foram produzidos com as dimensões de 160x40x40 mm³, conforme NBR 13279 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a) e EN 196-1 (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005). 24 horas após a sua produção, os espécimes foram desmoldados e submersos em água saturada com Ca(OH)₂ até o momento da execução dos ensaios.

Após os espécimes serem ensaiados em flexão por carregamento em três pontos, as amostras sofreram ruptura, produzindo de apenas um corpo de prova, dois espécimes. Estes foram ensaiados em seguida à compressão, como cubos de 40mm de aresta, correspondendo às extremidades mais afastadas da região já fraturada.

2.3.2.2. SENB

Os corpos de prova submetidos à flexão por carregamento em três pontos são do tipo SENB (*single edge notched beam*) e apresentam dimensões de 130x30x15 mm³ (comprimento, L ; altura, W ; e espessura, B , conforme Figura 26). Estas dimensões foram definidas com base na literatura para determinação do fator de intensidade de tensão crítico (K_{IC}). Foram verificados estudos em

argamassas, encontrados mais frequentemente, e pastas. Muitos estudos utilizaram espécimes com dimensões equivalentes ou maiores do que $160 \times 40 \times 40 \text{ mm}^3$, geometria comumente utilizada para ensaios mecânicos em argamassas (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a), e mesmo para pastas de cimento (BROWN, 1972; EDEN; BAILEY, 1984; REITERMAN et al., 2014; XU; ZHU, 2009). Assim, com o objetivo de reduzir os impactos causados pela retração corrente em compósitos cimentícios de maior volume (MEHTA et al., 2008) e diminuir as conseqüentes formações de fissuras, as dimensões adotadas foram as menores possíveis, mas que estivessem dentro do limite mínimo de vão para aplicação física dos acessórios e equipamentos utilizados, equivalente à 100mm.

Figura 26 - Esquematização das dimensões do corpo de prova SENB em ensaio de flexão três pontos.

O comprimento, L , dos espécimes foi dimensionado para atender as condições para cálculo do fator de intensidade de tensão crítico, obtido por ensaio de flexão por carregamento em três pontos, conforme indicado no item 2.4.3.2. Os modelos mais comumente utilizados na literatura para avaliação de K_{IC} apresentam uma relação do vão entre os apoios, S_0 , com a altura do espécimen, equivalente a $4W$ (JENQ; SHAH, 1985; SHAH, 1990). Assim, para facilidade de produção dos moldes, foi adotado o comprimento de $L=130\text{mm}$ para os corpos de prova, de modo que S_0 seja 120mm, e, conseqüentemente, altura W de 30mm.

A dimensão B , que representa a espessura da amostra, sofre variação considerável quando comparada na literatura. Anderson (2004) recomenda que este comprimento seja equivalente a $0,5W$, enquanto Ferreira (2015) recomenda uma faixa entre $0,25W$ à W , a ASTM C1421 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016), para concretos, recomenda $0,75W$ e a RILEM (SHAH, 1990) indica uso entre $0,53W$ e $0,6W$. Assim, foi adotada relação mais comumente encontrada na literatura (NUNES; REIS, 2012; POPE; JENNINGS, 1992; SOUZA et al., 2012), equivalente a $0,5W$.

A profundidade de entalhe, produzido antes da execução do ensaio, variou entre 3 e 50% da altura total da amostra. Este intervalo foi escolhido de modo que a carga máxima de ensaio não fosse reduzida o suficiente para sofrer interferência de erros por imprecisão da célula de carga utilizada, pois a carga máxima resistida é substancialmente reduzida com o aumento da profundidade do entalhe.

Após a moldagem, os corpos de prova foram depositados em uma caixa, fechada hermeticamente e com base preenchida com fina camada de água, onde foram mantidos por 24 horas. Terminado este período, os espécimes foram removidos da caixa, desmoldados e submersos em água saturada com Ca(OH)_2 até o instante de produção do entalhe. Após esta etapa, os corpos de prova foram novamente submersos em água saturada com Ca(OH)_2 até o instante do ensaio de flexão.

2.3.2.3. POROSIMETRIA

Para cada composição, foi preparado um corpo de prova produzido a partir da mistura de 100g de finos e mesmo processo de vibração destacado no 2.3.1.2, em molde cilíndrico de dimensões 32:10 mm (altura:raio). Para aplicação no porosímetro, as amostras devem apresentar dimensões máximas, e, para isso, foram cortadas em fatias de 2mm e massa de $0,6\text{g} \pm 0,1\text{g}$ em máquina de corte de precisão (Minitom – Struers) com disco de extremidades diamantadas e com espessura de 0,4mm, em rotação constante de 400rpm.

Em cada moldagem, com o objetivo de aumentar a representatividade das amostras em casos onde houvesse possível segregação, apenas metade do molde foi preenchido e, durante a vibração e as primeiras 24 horas, os

espécimes foram mantidos com o eixo longitudinal na horizontal, formando semicilindros e, desta forma, as heterogeneidades possíveis tendem a variar apenas no eixo radial. Portanto, cada seção integral cortada pôde ser depositada no porosímetro, melhorando a representatividade das amostras.

2.3.3. ENTALHE EM *SENB*

Os entalhes produzidos nos corpos de prova *SENB*, conforme Figura 27, direcionados ao ensaio de flexão, foram produzidos utilizando disco de corte com lâmina diamantada, umidecida com jato de água, e espessura de 400 μ m (Struers, modelo Miniton), com profundidade, a_0 , variável entre 0,03 W e 0,33 W . Para verificar se os entalhes apresentam largura menor ou igual a 0,025 W , indicada pela ASTM C1421 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016), equivalente a 750 μ m, foi feito um estudo para avaliar a sua variação em função da profundidade do corte e se ainda atendia este requisito. Os resultados dos testes feitos, em espécimes de CPV com a/f igual a 0,30, são indicados na Figura 28 e demonstram que os entalhes produzidos apresentaram variação da largura entre 428 e 530 μ m, valores aceitáveis conforme parâmetros estipulados pela norma supracitada.

Figura 27 - Entalhe de 5mm de profundidade produzido em espécimen SENB, sem fissuras visíveis detectadas.

Figura 28 - Variação da largura dos entalhes, em pastas CPV com a/f igual 0,30, corrente entre 0,43 e 0,53mm. A legenda indica a identificação dos corpos de prova de teste.

Conforme discutido no item 1.5, o raio do defeito impacta na concentração de tensão na sua ponta, de forma que quanto menor o raio, maior a tensão. Assim, quanto maior a variação de raio, maior a variação da tensão na ponta, para mesmas composições, e quanto maior o raio, mais fácil é a formação de uma trinca de forma aleatória na circunferência da ponta. Para verificar a necessidade de um refinamento nos entalhes produzidos, foi feita avaliação da variação do

diâmetro da ponta do entalhe, por análise digital de imagem, e registro de imagem de perfis de seções fraturadas em corpos de prova onde o entalhe foi mantido igualmente à forma após sua produção pelo disco de corte. A Figura 29 indica que o diâmetro das pontas de entalhe varia entre 428,5 e 506,8 μm , representando uma variação de mais de 18% em relação à medida mínima. Ainda nestes mesmos tipos de entalhe, foram observadas variações no ponto onde se iniciava as fissuras, ocorrendo de forma aparentemente aleatória na circunferência da ponta, conforme pode ser observado na Figura 30.

Figura 29 – Variação, de 429 a 507 μm , do diâmetro na ponta do entalhe de corpos de prova com diferentes profundidades de entalhe.

Figura 30 – Entalhe, de profundidade nominal de 4mm, sem refinamento e fissura iniciada e propagada na circunferência da ponta.

Para que os entalhes apresentassem diâmetro de ponta próximo e as fissuras iniciassem e propagassem sempre de um mesmo ponto, foi utilizada lâmina de aço de 400μm de espessura, com ponta em formato de 'V', para refinamento do entalhe, de modo que as concentrações de tensão fossem maiores na sua ponta. A produção deste refinamento da ponta foi feita manualmente em 10 movimentos cíclicos de ida e volta da lâmina por um mesmo operador. Desta forma a propagação das fissuras ocorreu de forma homogênea, na ponta do entalhe, conforme indicado na Figura 31. Este modelo de refinamento foi adotado para todos os corpos de prova *SENB*.

Figura 31 – Entalhe, de profundidade nominal de 2mm, com refinamento e fissura iniciada e propagada na ponta do entalhe.

Antes da produção do entalhe, cada amostra foi marcada a tinta onde corresponderia à profundidade do entalhe pretendida para facilitar posicionamento e corte, porém a real medição de profundidade foi feita após o ensaio de flexão.

A profundidade do entalhe, a_0 , foi calculada pela média de cinco medidas de profundidade de entalhe, obtidas em cinco pontos equidistantes na seção fraturada. Para avaliar a variação de profundidade em um mesmo corte, foram calculados o desvio padrão, DP , e o coeficiente de variação, CV , em um mesmo entalhe. Os resultados desta análise são apresentados na Figura 32, onde pode-se observar relativa constância em função da profundidade nominal do entalhe, mas dispersão, que representa variação entre 0,08 e 0,39mm. Entretanto, essas variações são mais significativas quanto maior a profundidade do entalhe. Desta forma, os entalhes de profundidade nominal de 1mm são os entalhes que apresentam maior coeficiente de variação, com média de 17,5%, enquanto os entalhes nominais de 10mm apresentaram média do coeficiente de variação de 1,5%. Ainda, os maiores desvios padrão, mais frequentes nas menores profundidades são consequência do processo manual de corte, pois, para a

produção destes entalhes, a dificuldade de controle de penetração do disco de corte foi maior.

Figura 32 - Variações de profundidade de entalhe, onde correspondem a: (a) desvio padrão; e (b) coeficiente de variação.

A produção destes entalhes ocorreu aos 21 dias de hidratação da pasta, ou seja, uma semana antes da execução do ensaio de flexão. Em seguida as amostras voltaram a submersão em água saturada com Ca(OH)_2 até o instante de execução dos ensaios.

2.4. METODOLOGIA

As argamassas foram avaliadas através de ensaios mecânicos de resistência à flexão e compressão. Foi também avaliada a capacidade de redução de consumo de água que a substituição de CPV por *filler* calcário pode proporcionar.

Para a avaliação das pastas de cimento, os ensaios base feitos foram a flexão por carregamento em três pontos dos corpos de prova e o módulo elástico dinâmico. Estes apresentam forma de prismas com entalhe de profundidade variável, produzido com disco diamantado. Os resultados obtidos pelo ensaio de flexão permitem a medição da energia de fratura, G_F , desde que com propagação estável de defeito, da resistência à flexão, σ_f , também conhecida como resistência à tração na flexão, e do fator de intensidade de tensão crítico, K_{IC} .

Após a conclusão do ensaio, foram feitos ensaios para avaliação dos parâmetros de superfície da seção fraturada. Em produção adjacente, espécimes semicilíndricos foram moldados para medição da porosidade das pastas, sua distribuição de tamanhos e maiores diâmetros de poro, através de porosimetria por intrusão de mercúrio.

2.4.1. REDUÇÃO DO CONSUMO DE ÁGUA

A avaliação da capacidade de redução de água foi feita apenas para argamassas com base na avaliação do espalhamento das misturas produzidas. O método consiste no preenchimento de um molde cônico com argamassa recém misturada, em mesa circular de quedas, para aplicação de energia para espalhamento, conforme NBR 13276 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005b). O preenchimento do molde correu em três camadas de preenchimento, sendo, em cada uma delas, aplicados 15, 10 e 5 golpes, respectivamente.

Assim, o molde era removido e aplicadas 30 quedas em um período de 30 segundos. Após esta etapa, eram medidos três diâmetros no material espalhado e registrada fotografia para análise visual dos parâmetros de segregação, exsudação e coesão do material fresco.

Para o estudo da capacidade de redução de água nas argamassas, foi necessário adotar um espalhamento considerado adequado para moldagem, onde o material apresentasse o mínimo de segregação e exsudação e a massa se mantivesse coesa ao final do ensaio.

Nos testes produzidos, foi possível notar dois comportamentos limites no material: (i) falta de coesão, onde parcela do material separava-se do restante da massa e era lançado pelo movimento de queda da mesa, representada pela Figura 33-a; e (ii) segregação e exsudação, onde era possível observar a concentração de areia no centro da circunferência e a separação de água nas extremidades, representada pela Figura 33-b. Na avaliação das diferentes composições, foi observado que as aberturas de $265\text{mm} \pm 10\text{mm}$ não apresentaram segregação visível ou falta de coesão, enquanto a exsudação praticamente não ocorreu, conforme pode ser observado na Figura 33-c.

Figura 33 - Testes de espalhamento para argamassas, onde as composições são: (a) CPV, sem aditivo, de a/f 0,48; (b) CP MF, com aditivo, de a/f 0,48; e (c) CPV, com aditivo, de a/f 0,42.

Desta forma a capacidade de redução de água foi avaliada utilizando como referência os espalhamentos de $265\text{mm} \pm 10\text{mm}$. Nesta etapa, apenas, foram comparadas composições, com e sem aditivo dispersante, em relação à composição referência -CPV - para verificar a necessidade ou não de uso deste tipo de produto na mistura. A redução de água, RA , foi calculada através da equação (32).

$$RA = 1 - \left(\frac{\left(\frac{a}{f} \right)_{i,j}}{\left(\frac{a}{f} \right)_{CPV,j}} \right) \quad (32)$$

Onde, i representa o tipo de composição; e j representa a condição se há ou não aditivo dispersante.

2.4.2. POROSIDADE DAS COMPOSIÇÕES

As características dos poros capilares das pastas e argamassas foram avaliadas de diferentes formas: (i) cálculo da porosidade capilar total teórica e (ii) porosimetria por intrusão de mercúrio, apenas para as pastas.

2.4.2.1. POROSIDADE CAPILAR TOTAL TEÓRICA

A porosidade capilar total teórica foi calculada para argamassas e pastas utilizando o modelo de Powers, conforme indicado no item 2.2.3, que considera a porosidade produzida pela água utilizada na mistura da composição, e considerando o ar incorporado durante a mistura.

A parcela de ar incorporado, Ar_{inc} , foi calculada utilizando a relação da densidade real, ρ_{real} , da mistura fresca e densidade teórica, $\rho_{teórica}$, que considera as massas específicas de cada matéria prima, conforme equação (33). A densidade real foi calculada pela relação da massa das misturas frescas, m_{real} , medida em recipientes padrão para argamassas e padrão para pastas, e o volume destes recipientes, V_{recip} , de 400cm³ e 50cm³, respectivamente, conforme equação (34). A densidade teórica corresponde a relação das massas da composição e volumes dos respectivos materiais, conforme equação (35).

$$Ar_{inc} = 1 - \frac{\rho_{real}}{\rho_{teórica}} \quad (33)$$

$$\rho_{real} = \frac{m_{real}}{V_{recip}} \quad (34)$$

$$\rho_{teórica} = \frac{\sum m_i}{\sum \frac{m_i}{\rho_i}} \quad (35)$$

Onde, m e ρ representam a massa e massa específica de cada matéria prima, respectivamente; e i é o índice que representa cada matéria prima nas somatórias.

Os procedimentos de pesagem das argamassas e pastas foram padronizados para diminuir, no intuito de reduzir a variação de resultados de ar incorporado. Logo após a mistura, cada argamassa foi adicionada ao recipiente em três camadas, sendo que em cada camada foram aplicados 20 golpes com espátula, conforme NBR 13278 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005c). Então, o recipiente foi lançado três vezes de altura de aproximadamente 3cm e rasado, para remover material excedente ao volume do recipiente. Em seguida o conjunto foi pesado e o material devolvido ao restante da argamassa.

Para as pastas, logo após a mistura, o material foi adicionado ao recipiente correspondente, em uma única camada, e levado para vibração por 1 minuto, em mesmo equipamento e potência utilizado no processo de moldagem. Em seguida o conjunto foi pesado e o material devolvido ao restante da pasta não utilizada.

Assim, a porosidade capilar total, $Por_{cap_{tot}}$, que compreende a porosidade capilar calculada no modelo de Powers e o ar incorporado, foi calculada pela equação (36).

$$Por_{cap_{tot}} = Ar_{inc} + (1 - Ar_{inc})Por_{cap_{pow}} \quad (36)$$

Para as argamassas, $Por_{cap_{pow}}$ foi calculado igualmente ao método para as pastas, porém relativo ao volume total de argamassa, conforme equação (37).

$$Por_{cap_{pow}} = \frac{V_{por_{cap_{pow}}}}{V_{arg}} \quad (37)$$

Onde, V_{arg} é o volume total de argamassa.

2.4.2.2. POROSIMETRIA POR INTRUSÃO DE MERCÚRIO

A porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP) é uma técnica muito útil para a caracterização da porosidade de um material poroso. Pode fornecer informações como: distribuição do tamanho dos poros; volume total de poros, massa aparente e área específica da amostra.

O método baseia-se no cálculo do tamanho e frequência dos poros pelo volume de mercúrio introduzido na amostra em função da pressão aplicada. É assumido que todos os poros capilares são cilíndricos e o cálculo do raio do poro é dado pela equação (38) (GIESCHE, 2006).

$$r_{poro} = \frac{2\gamma\cos\theta}{\Delta P} \quad (38)$$

Onde, r_{poro} é o raio do poro; γ é a tensão superficial do mercúrio, que é conhecida, equivalente a $0,485\text{N.m}^{-1}$ a 25°C ; θ é o ângulo de contato do mercúrio com a pasta de cimento, assumido 130° (SHI; WINSLOW, 1985); e ΔP é a variação de pressão medida pelo equipamento.

Assim, é possível correlacionar o tamanho de poro com o volume introduzido de mercúrio e, logo, a distribuição de tamanho de poros na estrutura do material e respectiva porosidade capilar. Porém o método possui algumas limitações. A estrutura também pode ser composta parcialmente por poros fechados, inacessíveis ao mercúrio, conforme indicado na Figura 34, e, portanto, não

considerados nos cálculos. Poros “cegos” também podem ser fonte de erro no método, pois parte interna do capilar pode ser constituído de maior raio.

Figura 34 - Esquema de estrutura de poros (GIESCHE, 2006).

Os espécimes utilizados compreendem as composições utilizadas nos ensaios de flexão, porém em formato de disco semicilíndrico de espessura de 2mm. As amostras foram preparadas conforme as indicações para pasta de cimento no item 2.3.1.

Para caracterizar o sistema de poros através de porosimetria por intrusão de mercúrio, deve-se interromper a hidratação do cimento e remover a solução dos poros, sem remover a água quimicamente combinada (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016). Existem muitas técnicas de paralisação que cumprem esta função, porém elas apresentam diferentes tipos de impacto nos espécimes. Gallé (2001) fez estudo comparativo entre alguns métodos de paralisação de pastas de cimento e demonstrou que a secagem por vácuo, aquecimento e congelamento provocam alterações na microestrutura dos poros. Alternativas comuns também envolvem o uso de solventes orgânicos como material de substituição da solução nos poros e que podem ser mais facilmente removidas do que a água. Snoeck et al. (2014) e Beaudoin e Tamtsia (2004) fizeram estudos comparativos entre procedimentos de paralisação, observando que o uso de isopropanol e metanol como solventes não proporcionou danos à microestrutura da pasta de cimento, diferentemente das secagens ao ar, a vácuo ou por aquecimento. A remoção da água por secagem ou vácuo pode provocar eventual colapso no sistema de poros devido às forças capilares que surgem no processo, alterando os resultados obtidos por MIP (COLLIER et al., 2008). Estas forças são proporcionais à tensão superficial do líquido nos poros. Assim, foi utilizado para paralisação apenas o solvente isopropanol, que apresenta uma

das menores tensões superficiais entre os solventes utilizados para este mesmo objetivo (ZHANG; SCHERER, 2011).

A técnica adotada para paralisação implicou nas etapas: (i) imersão de cada espécimen, separadamente, em solução de isopropanol em relação de 1:50 (espécimen:solvente) a 1:100, em massa e renovação do volume de solvente a cada 24 horas, nos três dias seguintes; (ii) no quinto dia, as amostras são removidas da solução e mantidas em dessecador, para remoção do solvente nos poros, por 3 dias; e (iii) as amostras são deslocadas para dessecador a vácuo até execução do ensaio MIP.

Os ensaios foram executados no equipamento AutoPore III – Micromeritics, em ambiente com temperatura e umidade controladas. Para dar início a cada um, o respectivo espécimen foi pesado, depositado no penetrômetro e a seção de entrada selada para permitir acesso apenas para a entrada de mercúrio, seguida da pesagem do conjunto. Em seguida, o penetrômetro é adicionado no equipamento para preenchimento inicial com mercúrio e estabilização por 30 segundos.

O processo compreende a utilização das duas câmaras de pressão do equipamento devido ao limite de injeção de pressão de cada uma delas, em modo incremental, totalizando 51 etapas de incremento. Na primeira a pressão varia de 0,50psia a 30psia e, na segunda etapa, onde o penetrômetro é movido para a segunda câmara, a pressão varia de 30psia a 60.000psia. Antes desta etapa, o conjunto penetrômetro/amostra é novamente pesado, sem remover mercúrio.

Pelo ensaio de MIP foram obtidos: (i) relações entre a fração de poros de cada amostra e os diâmetros dos respectivos poros; (ii) o percentual de poros capilares de cada composição; e (iii) o diâmetro máximo do sistema de poros.

O percentual de poros capilares corresponde à fração de poros que apresenta diâmetro igual ou maior a 10nm (PIPILIKAKI; BEAZI-KATSIOTI, 2009). Assim, a porosidade capilar, P_{cap_MIP} , de uma composição pode ser calculada através do produto entre a porosidade acumulada do material, até este diâmetro de poros, P_{acum_010nm} , e a sua respectiva densidade, ρ_{a_MIP} , conforme as equações (39) e (40).

$$P_{cap_MIP}(\%) = P_{acum_010nm} \cdot \rho_{a_MIP} \cdot 100 \quad (39)$$

$$\rho_{a_MIP} = \frac{m_a}{V_a} \quad (40)$$

$$V_a = V_p - V_{Hg} \quad (41)$$

$$V_{Hg} = \frac{(m_{p,a,Hg} - m_a - m_p)}{\rho_{Hg}} \quad (42)$$

Onde, m_a é a massa do espécimen; V_a é o volume do espécimen, calculado pela equação (41); V_p é o volume do penetrômetro; V_{Hg} é o volume de mercúrio no penetrômetro, calculado conforme equação (42); $m_{p,a,Hg}$ é a massa do conjunto penetrômetro/ espécimen/ mercúrio; m_p é a massa do penetrômetro vazio; ρ_{Hg} é a densidade do mercúrio na temperatura ambiente.

O diâmetro máximo limite do sistema poroso foi obtido através de análise da curva de porosidade acumulada em função do diâmetro dos poros. A Figura 35 indica o processo, onde é obtido o diâmetro máximo através da intersecção de duas tangentes na curva cumulativa de porosidade (LOTTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016).

Figura 35 - Modelo de medição do diâmetro máximo de poro no ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio. O resultado corresponde a uma amostra de CP HF. As linhas vermelhas indicam as tangentes para obtenção do diâmetro máximo.

Foram produzidos 3 corpos de prova, correspondentes às três composições com uma relação a/f cada, porém mesma porosidade capilar teórica. Para cada amostra foi cortada duas fatias de 2mm de espessura para o ensaio.

2.4.3. FLEXÃO POR CARREGAMENTO EM TRÊS PONTOS

Ensaio de flexão são utilizados e normatizados na construção civil como método de controle de resistência à tração de argamassas (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a) e concretos (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE

NORMAS TÉCNICAS, 2010). Também é comumente utilizado para análise de propriedades de fratura em cerâmicas (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016). O ensaio consiste basicamente na aplicação de carga no centro de um corpo de prova bi-apoiado, conforme indicado na Figura 36, medindo continuamente os esforços aplicados e o deslocamento vertical do atuador.

Figura 36 - Esquemática do ensaio de flexão por carregamento em três pontos, onde F corresponde à carga aplicada e as figuras (a) e (b) à visão frontal e lateral, respectivamente.

O parâmetro S_0 representa a distância entre os apoios.

Este ensaio foi feito para argamassas com aditivo dispersante apenas, para caracterização das composições, e para pastas de cimento, para avaliar os parâmetros de fratura, especificamente energia de fraturamento e fator de intensidade de tensão crítico. Pelo objetivo de ensaio dos dois tipos de materiais serem diferentes, os parâmetros físicos e de execução de ensaio foram diferentes.

2.4.3.1. ARGAMASSAS

Os ensaios feitos para os corpos de prova de argamassa com aditivo dispersante foram feitos conforme a NBR13279 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a). Os ensaios foram executados com controle por taxa de carregamento de 50N/s em uma máquina universal de ensaios EMIC. O vão livre entre apoios utilizado é de S_0 igual a 100mm.

Após a ruptura, os corpos de prova fraturados tornam-se duas partes semelhantes que, conforme NBR13279 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a), podem ser ensaiados para avaliação da resistência à compressão da composição. Para cada composição, foram

produzidos três corpos de prova, com três relações a/f , totalizando 27 corpos de prova.

2.4.3.2. PASTA

Embora na literatura sejam encontradas faixas de variação do vão livre relativo de $4 \leq S_0/W \leq 10$ para ensaios com objetivo de avaliar propriedades de fratura (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016), foi adotado o mais comumente utilizado e recomendado na literatura, $S_0 = 4W$ (ANDERSON, 2004; FERREIRA, 2015; SHAH, 1990).

O equipamento utilizado nestes ensaios foi uma máquina de ensaios universal *INSTRON* – 5569, com célula de carga de 1kN. Foi utilizada configuração pré-teste para carregamento inicial de 10N e o ensaio foi feito através de baixa taxa de deslocamento vertical, pois, quanto mais alta esta taxa, mais facilmente a propagação da fissura pode ocorrer de modo instável, com descontinuidades e de forma abrupta, conforme perfis indicados na Figura 37 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016). Taxas de deslocamento maiores promovem a propagação instável e sem controle da fissura, caracterizando um comportamento frágil, como observado na Figura 37-a. Mesmo em uma propagação mais controlada, podem ocorrer descontinuidades, conhecidas como *pop-in*, conforme apresentado na Figura 37-b, que podem ser atribuídas a fissuras frágeis no plano entalhe (DAWES; PISARSKI; SQUIRRELL, 1988). Assim, testes de taxa de carregamento foram feitos com o objetivo de se obter curvas que caracterizam em uma propagação controlada de fissura a partir do entalhe, mesmo que apresentando *pop-in*, conforme Figura 37-b. Os testes para esta determinação ocorreram utilizando taxas iniciais entre 0,03 e 6,0mm/min (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016) e amostras com as profundidades de entalhe críticos, ou seja, utilizando limites superiores e inferiores.

Figura 37 - Tipos de comportamento para materiais cerâmicos quase-frágeis durante ensaios de flexão por carregamento em três e quatro pontos (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016).

O tipo de ensaio à flexão é denominado ensaio controlado quando é feito sob condições de controle de deformação, seja pelo deslocamento vertical ou pela abertura da “boca” do entalhe, conhecido como CMOD (do inglês, *crack mouth open displacement*) (FERREIRA, 2015). Nos testes feitos, foi utilizado apenas o controle por deslocamento vertical pelo uso de um transformador diferencial variável linear, LVDT (do inglês, *Linear variable differential transducer*). Seu funcionamento é baseado, fundamentalmente, na conversão do deslocamento em sinais elétricos. Assim, este acessório permite capturar dados de flecha dos espécimes no centro do vão livre com maior precisão do que os medidos pelo equipamento de ensaio, pois no conjunto de dados capturados por este último, inclui-se as deformações correntes em todo o equipamento, enquanto nos dados do LVDT os deslocamentos medidos correspondem apenas à flecha sofrida pelo corpo de prova. Esta precisão melhora a confiabilidade dos resultados de módulo de elasticidade estático e energia de fratura.

O arranjo dos corpos de prova é ilustrado na Figura 38, onde pode-se observar um corpo de prova de pasta de cimento preparado para ensaio de flexão três pontos. Em contato com o LVDT está uma chapa de alumínio de 2x1 cm² e espessura de 1mm e com furo de 1mm de diâmetro no seu centro, utilizada para orientar a posição do acessório. Esta chapa foi colada nos corpos de prova, apenas em uma seção lateral ao entalhe.

Figura 38 – Ensaio de flexão três pontos, com uso de LVDT, em corpo de prova CPHF, com $a/f=0,20$.

Os testes de taxa de deslocamento resultaram em comportamento frágil, com ruptura abrupta, em todos os corpos de prova de pasta CPV testados, independentemente da profundidade do entalhe. Enquanto os melhores resultados se apresentaram na menor taxa de deslocamento possível, limitada pelo equipamento, de 0,03mm/min, com curvas tendendo a um comportamento quase-frágil, onde houve resistência remanescente após o pico máximo de carregamento, apenas para a composição CP MF. Desta forma, foi adotada para os ensaios a taxa de deslocamento de 0,03mm/min. Foram ensaiados 15 corpos de prova para cada composição, totalizando 45 espécimes.

Conforme indicado no estudo de Beaudoin (1986), forças de meniscos são geradas por secagem em pastas de cimento Portland, contribuindo para o processo de crescimento de fissuras e microfissuras no sistema. Assim, as amostras permaneceram submersas em água saturada com Ca(OH)_2 até o momentos antes do teste. Ainda, antes de cada ensaio, os corpos de prova foram secos superficialmente de forma mecânica, com uso de tecidos, e tiveram suas dimensões medidas com paquímetro e massas pesadas, processo que durou aproximadamente 5 minutos. Em seguida foram ensaiadas, processo que levou até 12 minutos.

Os resultados obtidos pelo ensaio foram inicialmente tratados com o objetivo de remover deformações relacionadas ao acomodamento das amostras nos roletes de apoio e deslocamentos medidos pós ruptura, onde o corpo de prova fraturado apoia-se no LVDT. A Figura 39-a indica uma curva de *carga x deslocamento*, sem tratamento, de um corpo de prova de composição CP MF. Em todos os resultados, pode-se observar uma mudança significativa na ordem de grandeza da taxa de deslocamento registrada pelo LVDT, consequência do apoio integral do corpo de prova, que então já sofreu colapso, no acessório. Desta forma, este trecho foi removido das curvas em análise.

Na curva remanescente, indicada na Figura 39-b, nota-se um patamar sem aumento de carga, correspondente à acomodação do sistema apoios/corpo de prova. Este patamar, bem como todo o trecho anterior, foi removido e substituído por uma reta de inclinação equivalente à registrada no mesmo ensaio, em região de comportamento elástico-linear. Desta forma esta curva, agora corrigida, foi utilizada para análise e é indicada na Figura 40. Todas as curvas obtidas em ensaio de flexão das pastas passaram por este tratamento.

Figura 39 - Modelo de correção de um corpo de prova de pasta CP MF em ensaio de flexão, onde o eixo horizontal representa o deslocamento registrado pelo LVDT. Em (a) é indicada a curva completa e o trecho de remoção referente ao momento após a fratura. Os marcadores e valores indicam a taxa de deslocamento registrada pelo LVDT. Em (b) a curva é parcialmente corrigida, com indicação da região referente ao acomodamento do sistema e à região de onde foi obtida a inclinação para substituição do trecho.

Figura 40 - Curva modelo corrigida para uma composição CP MF de pasta em ensaio de flexão. A marcação em verde indica o trecho substituído.

2.4.4. RESISTÊNCIA À FLEXÃO

A resistência à flexão é o parâmetro que indica a capacidade do material ou compósito de suportar determinada carga de flexão. O cálculo foi feito através da utilização da carga máxima suportada no ensaio de flexão e dos parâmetros geométricos da amostra, conforme indicado na equação (43) e será avaliado em função do tamanho do entalhe.

$$\sigma = \frac{3P_{m\acute{a}x}S_0}{2B(W - a_0)^2} \quad (43)$$

Onde, σ é a resistência à flexão; $P_{m\acute{a}x}$ é a carga máxima suportada no ensaio.

No caso das argamassas, onde não é produzido entalhe algum, a_0 é igual a zero, enquanto para as pastas, a profundidade do entalhe é variável. Desta forma, a mesma equação pode ser aplicada para ambos.

2.4.5. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Este parâmetro foi avaliado para as argamassas, com aditivo dispersante, de modo a avaliar as composições conforme os cimentos comerciais normalmente são, e para as pastas, para análise conjunta aos ensaios de flexão. Os corpos de prova são residuais, oriundos do ensaio de flexão por carregamento três pontos.

Para as argamassas, os ensaios foram feitos conforme norma de avaliação de resistência mecânica de cimento Portland, NBR13279 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005a). Cada metade foi ensaiada em uma máquina universal de ensaios SHIMADZU com célula de carga de 2000kN,

com controle por carregamento, em taxa de 500N/s. Os ensaios foram feitos imediatamente após o ensaio de flexão.

A área de compressão do acessório que solicita o corpo de prova é de 40x40 mm². Desta forma, o corpo de prova é testado como um cubo de 40x40x40 mm³, também correspondendo à mesma metodologia adotada por normalização europeia (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005). Desta forma, foram utilizados para avaliação 6 corpos de prova por composição e relação *a/f* e o cálculo utilizado para o cálculo da resistência à compressão, R_c , é indicado na equação (44).

$$R_c = \frac{P_c}{lb} \quad (44)$$

Onde, P_c é a carga máxima obtida no ensaio de compressão; l é a largura da área de contato de aplicação de carga, equivalente neste caso a 40mm; e b é a dimensão da base do corpo de prova, de forma que: para base maior ou igual a 40mm, b de cálculo é 40mm e, para base menor que 40mm, b é a medida da base. Nesta etapa, para argamassa, foram ensaiados 54 corpos de prova.

Para as pastas de cimento, uma das metades de corpo de prova ensaios em flexão foram cortados, em mesmo equipamento utilizado para produzir os entalhes, para manter uma largura de 15mm. Desta forma, cada corpo de prova apresentou dimensões de 15x15x30 mm³ (*base x largura x altura*), mantendo uma relação *altura : base* de 2:1. O método de cálculo para obter a resistência à compressão é o mesmo feito para argamassa, utilizando a equação 27, porém utilizando l e b correspondendo às dimensões do corpo de prova de pasta.

Devido aos ensaios para pastas serem feitos para análise conjunta aos ensaios de flexão e não originalmente programados em plano do projeto, os testes foram feitos em idades de hidratação avançadas em relação aos ensaios de flexão, onde as idades variaram entre 63 e 80 dias. Para análise, as porosidades recalculadas para as idades correspondentes. Foram utilizados nesta etapa de estudo 46 corpos de prova saturados e o equipamento utilizado foi uma máquina universal de ensaios INSTRON 5569, de célula de carga de 50KN, com teste controlado por taxa de carregamento de 0,25MPa/s (ASSOCIAÇÃO

BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996; EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005).

2.4.6. MÓDULO DE YOUNG

O módulo de Young, também conhecido como módulo de elasticidade ou módulo elástico, é a propriedade do material, ou compósito, que representa seu índice de rigidez na região de deformação elástica. É resultado da relação entre variação da tensão e da deformação nesta região (CALLISTER; JR, 2000). Pode ser obtido por ensaios destrutivos e não-destrutivos. Os ensaios destrutivos, embora mais práticos, devido a serem aproveitados de ensaios de resistência mecânica, apresentam menor confiabilidade, pois suas variações são significativas. Ensaios não-destrutivos permitem que a amostra não sofra prejuízos e são estatisticamente mais confiáveis (Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites III, 2007).

Este parâmetro foi calculado apenas para as pastas de cimento, como componente necessário para a avaliação dos parâmetros de fratura. Foi utilizado método dinâmico, não-destrutivo, onde foi medida a propagação de ondas de ultrassom em cada amostra. Este método, adaptado da NBR 15630 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2008), foi feito após o ensaio de flexão, aos 66 dias de hidratação. Nele, foi medido o intervalo de tempo para que ondas longitudinais sejam propagadas ao longo da largura do corpo de prova (VELEZ et al., 2001). O parâmetro relaciona a velocidade de propagação das ondas, o módulo de Poisson, μ , adotado 0,2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2008; NARAYAN SWAMY, 1971) e a densidade do material, medida utilizando o princípio de Arquimedes (STANFORD; TANNER, 1985) e a equação (45).

$$\rho_{sat} = \frac{m_{sat}}{m_{sat} - m_{sub}} \quad (45)$$

Onde: ρ_{sat} é a densidade saturada do corpo de prova; m_{sat} e m_{sub} são a massa saturada e massa submersa em água, pesadas em balança.

O equipamento utilizado, após calibração, foi um aparelho de ultrassom PUNDIT - CNS *eletronics*, com transdutores piezoelétricos de frequência de 200KHz, face

plana circular de 3,14cm². O cálculo utilizado para obter o módulo de Young dinâmico, E_d , é apresentado na sequência das equações (46) e (47).

$$E_d = v^2 \rho \frac{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}{1 - \mu} \quad (46)$$

$$v = \frac{l}{t} \quad (47)$$

Onde, v é a velocidade de propagação de onda de ultrassom; e ρ corresponde à ρ_{sat} ; l é a largura do corpo de prova; e t é o tempo de propagação das ondas de ultrassom, medido pelo equipamento.

Inicialmente foram feitas medições na dimensão de espessura dos corpos de prova, logo após a fratura em flexão, e em seguida secos em estufa, estabilizada a 40°C, para medição em condição seca. Estes resultados apresentaram baixa precisão de medida pelo equipamento devido à pequena distância entre o emissor e receptor de ondas. Desta forma, depois de identificada esta falha, as medições foram refeitas nas dimensões de largura, apenas para a condição saturada, resultando em ensaios feitos em idades mais avançadas. As composições CPV, CP MF e CP HF foram ensaiadas em 70, 61 e 60 dias de idade de hidratação, sendo que os corpos de prova foram mantidos em ambiente de laboratório até 5 dias antes da execução dos ensaios, onde as amostras foram submersas em água para saturação.

Embora estas idades sejam avançadas em relação às idades no momento dos ensaios de flexão, os resultados foram considerados válidos para as comparações feitas pois, conforme indicado em estudo de Sanahuia, Dormieux e Chanvillard (2007), onde os resultados de pastas de cimento, de mesma composição, entre 85% e 100% de grau de hidratação apresentaram variação média do módulo de Young de até aproximadamente até 4,1%. Através do cálculo de porosidade adotado das pastas produzidas, descrito com detalhes no item 2.4.2.1, considerando as idades de hidratação corrigidas, também não foi observada variação absoluta significativa nas amostras, correspondente a até 3%, assim reforçando a consideração de uso dos resultados de módulo de Young mesmo nas idades avançadas supracitadas.

Este parâmetro foi avaliado e comparado em função do teor de *filler* calcário utilizando todos os corpos de prova ensaiados à flexão, totalizando 44 amostras.

Devido aos efeitos de retração e fissuração, mais intensos em composições com maior teor de ligantes (BISSONNETTE; PIERRE; PIGEON, 1999), foi feita comparação do módulo de Young medido para o CPV e módulo obtido pelo sistema de duas equações e duas incógnitas, conforme equação (48) (CALLISTER; JR, 2000), que relacionam os módulos das composições com maior teor de *filler* e que supostamente sofreram menos impactos da retração.

$$E_i = E_{pasta} \cdot V_{pasta} + E_{filler} \cdot V_{filler} + 0 \cdot V_{poros_cap} \quad (48)$$

Onde, E_i é o módulo de Young da composição i ; E_{pasta} é o módulo da pasta de cimento puro, sem poros capilares; V_{pasta} é o volume da pasta sem poros capilares, obtido pelo modelo de Powers (NEVILLE, 2015); E_{filler} e V_{filler} correspondem ao módulo elástico e volume de *filler* calcário na composição, respectivamente; e V_{poros_cap} é o volume de poros capilares na composição, incluindo o ar incorporado.

2.4.7. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO

O fator de intensidade de tensão é uma constante local do plano de tensões e, a partir dele, é possível caracterizar a ponta da fissura. É assumido que quando um material entra em colapso localmente pela combinação de tensões e deformações no plano, então o fratura ocorreu no estado crítico de intensidade de tensão, K_C , e assim também é considerado um parâmetro de avaliação de resistência ao fraturamento (ANDERSON, 2004).

Dentre os modos de aplicação de tensão, o ensaio de flexão por carregamento em três pontos enquadra-se no primeiro (modo I), que corresponde ao modelo de abertura. Para cálculo do parâmetro, foram utilizadas as equações (49) e (50) (TADA, 2000). Os dados utilizados foram obtidos dos ensaios de flexão, em que o objetivo foi atingir comportamento quase frágil. Os resultados foram relacionados e comparados em função das diferentes profundidades de entalhe de cada espécimen. Devido ao comportamento elástico-frágil da pasta de cimento (MEHTA et al., 2008), foi considerada, para cálculo, a mecânica da fratura elástica-linear (MFEL).

$$K_{IC} = \left(\frac{3P_{m\acute{a}x}S_0}{2BW^2} \right) \sqrt{\pi a} f\left(\frac{a_0}{W}\right) \quad (49)$$

$$f\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{1,99 - \frac{a_0}{W} \left(1 - \frac{a_0}{W}\right) \left[2,15 - 3,93 \frac{a_0}{W} + 2,7 \left(\frac{a_0}{W}\right)^2 \right]}{\left(1 + 2 \frac{a_0}{W}\right) \left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{3/2}} \quad (50)$$

Onde, K_{IC} é o fator de intensidade de tensão crítico; e $f(a_0/W)$ é o fator de correção adimensional, adotado para uma relação $S_0=4W$, e para consideração da geometria da amostra.

Está solução foi escolhida por permitir qualquer variação da profundidade do entalhe, correspondendo à $0 \leq a/W \leq 1$.

2.4.8. ENERGIA DE FRATURAMENTO

A energia de fraturamento, G_F é um parâmetro de resistência do material. É uma medida de tenacidade do material ao fraturamento (FERREIRA; HANAI, 2007), e pode ser calculado utilizando a área abaixo da curva *carga x deslocamento*, obtido do ensaio de flexão.

Conforme apresentado por Elices, Guinea e Planas (1992), existem muitas fontes de dissipação de energia que, quando consideradas, diminuem a variação da energia de fraturamento entre amostras com diferentes comprimentos de entalhes. Assim, para facilitar sua obtenção e reduzir possíveis erros causados pela dissipação, o parâmetro foi calculado conforme equação (51), que considera a massa da amostra e de acessórios apoiados no espécimen.

$$G_F = \left(\frac{1}{A_L} \int_0^{\delta_F} P(\delta) d\delta \right) + 2(m_1 + m_2)g\delta_F \quad (51)$$

Onde, G_F é a energia de fraturamento; δ_F é a deflexão final da amostra; m_1 é a massa da amostra entre os suportes; m_2 é a massa do acessório apoiado no espécimen; e g é a aceleração da gravidade, considerada igual a 9,81m/s².

Ainda, a energia de fraturamento crítico é uma relação entre o módulo elástico e do fator de intensidade de tensão crítico (ANDERSON, 2004), quando a propagação da fratura ocorre por controle de deslocamento e de forma controlada (HARDER, 1992). Com estes dados medidos e considerando comportamento que tende ao estado plano de deformações (GRISHIN, 2011),

foi possível calcular G_C através da equação (52) e comparar com os resultados calculados pela equação (51).

$$G_C = \frac{K_{IC}^2}{E_d'} \quad (52)$$

Onde, $E_d' = E_d / (1 - \mu)$ e μ é o módulo de Poisson, adotado 0,2, conforme discutido no item 3.3.1.

2.4.9. INTERFEROMETRIA

A interferometria é um conjunto de técnicas de medida e análise de superfície, com base em fenômenos ópticos de interferência. Um feixe de luz é emitido e dividido em dois: (i) feixe de referência; e (ii) feixe refletido pela amostra. Ao serem refletidos, os feixes são recombinados e ao redor de reflexões em mesmas condições são produzidas franjas. Este tipo de condição é obtido para cada pixel da câmera de detecção, correspondente a uma área local específica na superfície de análise (VORBURGER et al., 2007). O sequencial ajuste do campo de profundidade e nova coleta de dados na seção, nos limites de profundidade pré especificados, e posterior combinação de cada pixel permite a projeção de uma imagem topográfica tridimensional. As regiões fora do plano de foco não são registradas.

Figura 41 - Superfície tridimensional reconstruída obtida por interferometria de uma fratura de composição de pasta de cimento CPV, com relação a/f 0,30.

Nesta etapa do estudo, foram avaliados parâmetros de rugosidade em dois tipos de seção: (i) entalhe e (ii) fratura. A primeira corresponde a área do entalhe

produzido pelo disco de corte. A segunda corresponde à área fraturada pelo ensaio de flexão por carregamento em três pontos.

Utilizando o software Vision64, que combina algoritmos de interpretação e compilação dos dados coletados, foram feitas as reconstruções das superfícies tridimensionais mapeadas, conforme modelo na Figura 41. O equipamento utilizado é um interferômetro óptico (NPFLEX – Bruker), de lente de magnificação de 5x, 20x e 50x, com base anti-vibração, e é apresentado na Figura 42. O plano de referência é medido automaticamente, enquanto o plano de início de varredura é encontrado através da visualização de *franjas* (sinais visuais de foco), indicadas pelo software, que são localizadas por ajuste da profundidade z. Em seguida foram feitas verificações se os pontos mais baixos e mais altos, de modo que se verifique se a profundidade de varredura (*length*) é adequada, padronizada para as amostras para valor entre 300 e 700µm, o que dependia da macrorrugosidade e inclinação da seção. Então, a lente foi posicionada para apresentar foco na região de maior nível e iniciar a varredura. A distância de recuo vertical antes de iniciar a varredura, *backscan*, utilizada variou entre 200 e 400µm. Pontos eventualmente não medidos, foram interpolados para avaliação integral da seção. Para cada seção fraturada analisada, foram feitas, no mínimo, 5 medições, em áreas de 1x1 mm², sendo uma central e as outras nas quatro extremidades superiores e inferiores, conforme Figura 43.

Figura 42 - Interferômetro óptico utilizado para avaliação topográfica das amostras. O detalhe a direita indica uma das lentes disponíveis para utilização.

Figura 43 – (Esquerda) esquematização das seções medidas na seção fraturada e (direita) detalhamento do sentido de deslocamento de medição na seção de análise: da esquerda para direita, da linha 1 à linha n.

O tamanho das linhas de grade na obtenção de dados pelo equipamento impacta nos resultados da rugosidade dos materiais. Lange, Jennings e Shah (1993b) demonstraram, utilizando seções fraturas de pasta de cimento e argamassa, que o aumento dessas linhas pode resultar em redução do índice de rugosidade, RN (do inglês, *roughness number*), devido à limitação da capacidade de percepção de textura da superfície, resultante da utilização de menores ampliações de lente. Desta forma, é preferível a lente de maior magnificação possível, correspondente a 50x. Entretanto, a medição em condição de zoom de 1x e velocidade 5x, padrão do equipamento, o tempo hábil de medição é de 2,5 horas/mm², tornando inviável o tempo de medição de todas as amostras. Assim, foi adotada a lente de magnificação imediatamente menor, 20x, e mesmas condições de zoom e velocidade. O tempo de medição com estes parâmetros é de 0,5 h/mm². Nessas condições, cada pixel apresentou resolução de 490 nm.

Tatone e Grasselli (2009) demonstraram que há variação da medição da rugosidade em função do sentido de análise do microscópio confocal. Assim, para reduzir possíveis variações de medição, foi padronizado a posição da amostra no interferômetro e sentido de deslocamento de captura de seção, conforme detalhe da Figura 43.

Em estudo avaliando a rugosidade de superfícies fraturadas de pasta de cimento e argamassas, com e sem adições pozolânicas, Lange, Jennings e Shah (1993a) foram os primeiros a apresentar o método de avaliação utilizando um índice de rugosidade para avaliação de seções fraturadas de pasta de cimento e argamassa.

O índice de rugosidade é um parâmetro que corresponde à relação da soma de vários elementos de área limitados, determinados de acordo com a precisão do equipamento e desejo do operador, que totaliza uma área mais próxima da realidade, A_R , e a área projetada, A_P (LANGE; JENNINGS; SHAH, 1993a), conforme a equação (53).

$$RN = \frac{A_R}{A_P} \quad (53)$$

Este é um parâmetro microestrutural da superfície e apresenta relação direta com parâmetros de fratura de pastas de cimento. O estudo de Lange, Jennings e Shah (1993b) indicam que quanto maior a rugosidade da superfície fraturada, em pasta de cimento e argamassas, maior tende ser o fator de intensidade de tensão crítica, K_{IC} , pois maior e mais tortuoso o caminho de propagação da fissura. Do mesmo modo, quanto maior a rugosidade da superfície de fratura, maior tende ser a profundidade crítica da fissura, a_c , ou seja, a extensão máxima do defeito antes da falha catastrófica, pois maiores são a atenuação, o controle e os desvios no mecanismo de propagação, promovendo maior absorção de energia e facilidade de manter a propagação estável da fissura.

Outro parâmetro de avaliação da textura superficial é a raiz quadrática da rugosidade, Sq , que, embora seja insensitivo a variação de picos e vales, permite avaliar diferenças entre rugosidade de diferentes superfícies (LLC, 2014). Este parâmetro corresponde à média geométrica dos componentes de irregularidades medidas a partir de uma linha média no comprimento da amostra (AYAD; ROSENSTIEL; HASSAN, 1996) e é calculado através da equação (54).

$$Sq = \sqrt{\iint_a (Z(x,y))^2 dx dy} \quad (54)$$

Onde: a corresponde aos limites da área medida; x e y são coordenadas cartesianas no plano xy ; e Z é a altura em um ponto no plano xy .

Parâmetros que avaliam as variações de picos e vales na superfície também podem ser utilizados para estudos em materiais cimentícios. Ficker, Martisek e Jennings (2010) demonstrou, em pastas de cimento, que a amplitude entre vales e picos, Rz , nas seções fraturadas de pasta de cimento é fortemente influenciada

pela relação água/cimento (a/c), apresentando maiores valores quanto maiores estas relações.

Desta forma, conforme boa correlação com o volume de água de composição e com os parâmetros de fratura e resistência do material, indicados na literatura, foram utilizados para avaliação da superfície índices relacionados a rugosidade, R_N , S_q , e R_z , sendo este último correspondente a amplitude entre a média dos 10 maiores picos, R_{pm} ; e a média dos 10 mais baixos vales, R_{vm} . Não foram considerados no cálculo pelo software vales ou picos dentro da área de 11x11pixels ao redor de um pico ou vale já considerado anteriormente, evitando duplicidade de dados.

Todos os parâmetros foram analisados utilizando os critérios estatísticos: medidas de tendência central, desvio padrão e análise de variância (ANOVA). Para este último, foi aplicado ao método nível de probabilidade de 0,05.

Confirmada que há diferença entre as amostras, foi utilizado, para avaliar amplitude de diferenças entre os grupos, o procedimento de comparações múltiplas - teste de Tukey, com nível de probabilidade de 0,05. Este procedimento utiliza distribuição de probabilidade denominada como Distribuição de amplitude studentizada (q) e compara dois grupos individualmente.

A quantidade total de medições neste estudo foi de 76 e 239 para região de entalhe e fratura, respectivamente. Todas as superfícies foram limpas, imediatamente antes do ensaio, com tecido de algodão, com o objetivo de remover material pulverulento na superfície. O número mínimo de medidas por composição equivale a 24 para o estudo nos entalhes e 70 para as seções fraturadas, em, em ambos os casos, foram evitadas regiões onde pode-se observar grandes poros. E o software utilizado para análise estatística de variância e aplicação de teste de comparações múltiplas foi o Origin 2019.

3. RESULTADOS

Foram avaliadas diferentes propriedades das composições de finos, variando o teor de *filler* calcário, para argamassas e pastas de cimento. As argamassas foram avaliadas em relação à resistência mecânica de modo a caracterizar estas propriedades conforme normatização brasileira. As pastas de cimento foram avaliadas para análise dos parâmetros de fratura.

3.1. REDUÇÃO DE ÁGUA PELA SUBSTITUIÇÃO DE CIMENTO POR *FILLER* CALCÁRIO

A capacidade de redução de água, com a adição de *filler* calcário, foi calculada através de comparação do espalhamento de argamassas com o espalhamento da argamassa de referência, CPV. Os resultados de espalhamento das composições, sem aplicação de aditivo superplastificante, são apresentados na Figura 44 e indicam que o aumento do volume de água na composição aumenta o espalhamento. Nota-se que para argamassas com maiores volumes de água, o espalhamento, é maior para as composições com substituição parcial do cimento por *filler*, dentro das faixas estudadas.

Figura 44 - Espalhamento das argamassas sem aditivo superplastificante para composições com diferentes teores de água, em volume.

A capacidade de redução de água das argamassas é apresentada na Figura 45. Os resultados indicam que a composição CP HF apresentou capacidade de redução de água para todas as consistências estudadas, enquanto a composição CP MF apresentou redução apenas para espalhamentos acima de 210mm. Para espalhamentos menores que 210mm, esta composição consumiu mais água que a referência. Ainda, para o comportamento reológico fixado,

equivalente ao espalhamento de 265mm, as reduções de água equivalem a 4,8% e 7,7% para as composições CP MF e CP HF, respectivamente.

Figura 45 - Capacidade de redução de água das argamassas sem aditivo superplastificante, em relação ao CPV, que varia em função da sua consistência.

Analisando as mesmas composições de finos, porém com uso de aditivo dispersante, as tendências de comportamento se mantiveram, entretanto de forma mais intensa, conforme Figura 46. As argamassas de composição CPV apresentaram menor espalhamento para um mesmo volume relativo de água, seguida da composição CP MF. Pode-se também observar um comportamento semelhante entre as composições com *filler*, CP MF e CP HF, onde há relativo paralelismo entre as tendências.

Figura 46 - Espalhamento das argamassas com aditivo superplastificante para composições com diferentes teores de água, em volume.

Ao comparar a capacidade de redução de água que o *filler* calcário, substituinte ao cimento, proporcionou, nota-se que houve redução de água, para uma mesma consistência, em toda a faixa de espalhamentos estudados e para as duas composições. Ao fixar o comportamento reológico de espalhamento em 265mm, as reduções de água para as composições CP MF e CP HF foram de 13,5% e 17,8%, respectivamente, conforme pode ser observado na Figura 47.

Figura 47 - Capacidade de redução de água das argamassas com aditivo superplastificante, em relação ao CPV, que varia em função da sua consistência.

Este comportamento era esperado, pois o *filler*, quando mais fino, comumente apresenta função de preenchimento entre os grãos maiores, melhorando o empacotamento (KNOP; PELED, 2016) reduzindo a demanda de água (BURGOS-MONTES; ALONSO; PUERTAS, 2013; LANGE; MÖRTEL; RUDERT, 1997). Este efeito é ainda maior quando as partículas não estão aglomeradas, situação que pode ser mais facilmente obtida com o uso de aditivos dispersantes (PROSKE et al., 2013) e com mistura produzida com maior energia (DAMINELLI, 2013). O efeito do aditivo dispersante pode ser observado na comparação feita na Figura 48. Sua aplicação permitiu que a redução de água, para um mesmo espalhamento, subisse em 181% e 129% para as composições CP MF e CP HF, respectivamente, em relação à redução sem aditivo.

Figura 48 - Comparação entre as capacidades de redução de água que o uso de filler calcário proporciona, para espalhamento de 265mm em mesa de consistência, em argamassas com e sem aditivo superplastificante.

3.2. POROSIDADE DAS COMPOSIÇÕES

As análises de porosidade das composições de pastas e argamassas foram feitas utilizando diferentes métodos. As argamassas, apenas com aditivo

dispersante, foram analisadas utilizando o método de Powers em conjunto com os dados de ar incorporado, enquanto para as pastas foram utilizados o método supracitado e análise por porosimetria por intrusão de mercúrio.

3.2.1. POROSIDADE DAS ARGAMASSAS

A porosidade é um parâmetro importante para avaliação, pois apresenta relação direta com a resistência mecânica do material (NEVILLE, 2015). Ela foi medida nas argamassas com aditivo superplastificante através da medição do ar incorporado no estado fresco e do cálculo teórico de porosidade capilar. Os resultados de ar incorporado são apresentados na Figura 49-a e indicam que o ar incorporado tende a se reduzir quanto maior o volume de água na composição, para as composições estudadas e nas faixas de a/f estudadas. Ainda, as composições CPV apresentaram maior tendência em incorporar ar, quando relacionadas ao volume de água na composição, seguidas das composições CP HF e CP MF, respectivamente.

Figura 49 – Porosidade capilar medida e calculada para argamassas, produzidas com aditivo em teor ótimo, onde são: (a) ar incorporado no estado fresco; e (b) porosidade capilar total, correspondente a porosidade calculada pelo modelo de Powers e o ar incorporado.

Entretanto, conforme pode ser observado na Figura 49-b, as composições com maiores teores de *filler* apresentam maiores porosidades, quando comparadas misturas com mesma relação a/f . Isto justifica-se pela redução de ligantes ou

material reativo na composição, pois, mantendo-se o volume de água, e reduzindo este tipo de material, menos água é combinada quimicamente, formando, assim, mais poros capilares na argamassa. Desta forma e nestas condições, quanto maior o teor de *filler* na composição, maior tende a ser a porosidade capilar total.

3.2.2. POROSIDADE DAS PASTAS

O sistema de poros foi avaliado para as pastas com diferentes relações a/f , mas que apresentam porosidade capilar teórica semelhante, calculada pelo modelo de Powers, diferenciando-se apenas pelas variações de ar incorporado de cada composição. As porosidades calculadas são indicadas na Tabela 5. As pastas do tipo CPV e CP HF apresentaram os maiores índices de ar incorporado, correspondendo à média de 0,73% para ambos. Isto pode ser explicado pela diferença do comportamento reológico destas pastas, dado que foi observada, visualmente, maior viscosidade nelas em relação à composição CP MF. Han et al. (2015) estudou a influência da viscosidade em argamassas na ascensão de bolhas durante a vibração e demonstrou que quanto maior a viscosidade, menores seus deslocamentos para a superfície. Desta forma, quanto mais viscosa a mistura, mais difícil o colapso das bolhas (ROMANO, 2013). O teor de ar incorporado para a composição CP MF apresentou menor incorporação de ar possivelmente devido ao seu comportamento reológico, visual, menos viscoso.

Tabela 5 - Porosidade e ar incorporado das pastas de cimento em função da composição.

Composição	a/f (massa)	Por_{wg} média (%)	Por_{cap_pow} (%)	Ar_{inc} médio (%)	Por_{cap_tot} média (%)
CPV	0,46	22,10	16,82	0,73 ± 0,52	17,37
CP MF	0,30	16,13	16,80	0,12 ± 0,08	16,81
CP HF	0,20	10,16	16,92	0,73 ± 0,64	17,39

Por_{wg} média é a porosidade gel média, correspondente à relação entre o volume de poros gel e o volume total de pasta.

As estimativas de porosidade capilar total, que compreendem os cálculos de porosidade pelo modelo de Powers e o ar incorporado, indicam variação entre, 16,8% e 18,0%, conforme indica a Figura 50, o que representa variação de até 6,7%.

Figura 50 - Porosidade capilar total, que compreende a porosidade estimada pelo modelo de Powers e o ar incorporado, das pastas estudadas.

Os resultados de porosidade obtidos pelo ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio são indicados na Figura 51. As curvas entre todas as amostras são semelhantes e apresentam pouca variação, sendo está mais clara ao comparar a porosidade total medida, que variou entre 26,1% e 34%. Esta semelhança é devida possivelmente à porosidade capilar ser aproximada entre as amostras. Entretanto a média de porosidade total medida das amostras foi de 30,1%, 29,4% e 27,2% para as composições CPV, CP MF e CP HF, respectivamente. Ainda, conforme Figura 51-b, as curvas indicam que a porosidade capilar medida para CP MF é mais grosseira, ou seja, de maior diâmetro do que as outras composições, enquanto CPV e CP HF apresentaram tamanhos de poros capilares mais aproximados.

Figura 51 - Resultados de porosimetria por intrusão de mercúrio, onde correspondem a: (a) porosidade acumulada; e (b) derivativo do volume de poros. Os números na legenda indicam apenas o número de ordem de cada amostra.

A composição das porosidades, separadas em poros capilares e poros gel, é indicada na Tabela 6. Estes dados podem ser comparados com as porosidades calculadas pelo modelo de Powers. A porosidade capilar média dos dois métodos foi relativamente semelhante, onde a porosidade capilar por porosimetria foi maior em 2%, 1,2% e 0,9%, em valores absolutos, para CPV, CP MF e CP HF, respectivamente. Entretanto, a porosidade gel medida apresentou diferença significativa em relação à calculada pelo modelo de Powers. Os resultados por porosimetria foram menores, em valores absolutos, em 11,4%, 4,8% e 1,25%. Esta incompatibilidade de resultados era esperada, pois, conforme indicado por Cook e Hover (1999), é esperado que o diâmetro dos poros gel sejam entre 1 e 2nm (POWERS, 1958; TAYLOR, 1997), valor abaixo do limite medido pelo equipamento, correspondente a 3,4nm. Ainda, nota-se que o erro é maior quanto maior o teor de ligantes na composição, responsáveis pela formação da porosidade gel quando hidratados.

Tabela 6 - Porosidade das pastas e diâmetro limite de poros, obtidos por porosimetria por intrusão de mercúrio. Os números na legenda indicam apenas o número de ordem de cada amostra.

Composição	Porosidade capilar (%)	Porosidade gel (%)	Porosidade total (%)	Diâmetro máximo de poro (μm)
CPV 0,46 (1)	20,27	13,72	34,00	0,023
CPV 0,46 (2)	18,53	7,74	26,28	0,030
CP MF 0,30 (3)	17,12	10,12	27,24	0,038
CP MF 0,30 (5)	19,00	12,55	31,55	0,034
CP HF 0,20 (1)	18,02	10,23	28,25	0,022
CP HF 0,20 (2)	18,49	7,59	26,09	0,030

O ensaio de porosimetria também permite medir o tamanho máximo dos poros onde foi intrudido mercúrio. Ainda conforme Tabela 6, as amostras das composições apresentaram diâmetros máximos de poros equivalentes a até 30nm para CPV e CP HF e 38nm para CP MF. Entretanto, ao analisar as seções fraturadas, como indicadas nos modelos da Figura 52 e Figura 53, foram identificados poros de até 1,26mm, 0,21mm e 1,15mm para as composições CPV, CP MF e CP HF, respectivamente, demonstrando que o método de porosimetria não conseguiu registrar estes tamanhos de poro. Segundo Diamond (2000), o diâmetro de defeitos equivalentes às bolhas incorporadas não pode ser medido por este ensaio. A princípio, isto pode ocorrer devido ao fato de poros maiores serem acessíveis através de capilares de diâmetro menor. Desta forma, é atingida pressão de intrusão para o capilar de menor diâmetro, que é preenchido. Em seguida o poro maior é preenchido com mesma pressão, sendo interpretado pelo método como um poro de diâmetro menor (LOTHENBACH; SCRIVENER; SNELLINGS, 2016). Estes poros são denominados “poros cegos” ou *ink-bottle pores* (gargalo de garrafa). Outro possível motivo a ser somado para o não registro do tamanho de poros maiores é que, neste estudo, estes defeitos apresentam mesma ordem de grandeza que a espessura das amostras, para CPV e CP HF. Neste caso, estes defeitos podem ser encontrados muito mais facilmente na superfície e não serem identificados pelo método como poros, mas como parte da superfície da amostra.

Figura 52 - Modelo de defeitos nas seções fraturas em cada composição. As letras indicativas correspondem aos detalhes indicados na Figura 53. Os entalhes nominais das composições CPV, CP MF e CP HF correspondem a 4mm, 4mm e 7mm, respectivamente.

Figura 53 - Detalhamento das indicações da Figura 52, representando os maiores diâmetros de defeito encontrados nessas seções. As circunferências pontilhadas circulam os poros de diâmetro medido e indicado nas proximidades.

3.3. PROPRIEDADES MECÂNICAS

O módulo de Young dinâmico foi avaliado apenas para pastas, enquanto as resistências mecânicas foram avaliadas para argamassas e pastas.

3.3.1. MÓDULO DINÂMICO DE YOUNG

As medições feitas no ensaio de propagação de ondas de ultrassom e densidade permitiram calcular o módulo de Young para as três composições de pasta de cimento estudadas. As composições CPV, CP MF e CP HF apresentaram módulo elástico médio de $(23,5 \pm 1,1)$ GPa, $(29,7 \pm 1,1)$ GPa e $(33,4 \pm 1,8)$ GPa, respectivamente. Desta forma, os resultados indicaram que o aumento do teor de *filler* calcário, em pastas de porosidade capilar semelhante, aumenta o

módulo elástico, conforme pode ser observado na Figura 54. Esta relação está de acordo com os resultados do estudo em concreto de Rozière et al. (2007), que identificou aumento do módulo de elasticidade com a adição de *filler* calcário na composição da pasta.

Figura 54 - Módulo elástico dinâmico das pastas saturadas em função do teor de filler.

Para verificar se houve alteração de resultados na composição com maior teor de ligante, onde os riscos de fissuração por retração são maiores e poderiam afetar os resultados, os resultados experimentais das composições CP MF e CP HF foram comparados com os valores estimados pela equação (48). Desta forma, um sistema de duas equações e duas incógnitas foi formado com os dados destas composições. As estimativas são descritas na Tabela 7 e indicam que a pasta de cimento teórica e sem poros capilares apresenta módulo elástico de 31,22GPa, que corresponde a um módulo elástico 33% maior que a pasta de referência, enquanto o *filler* calcário apresenta módulo de 48,15GPa, valor dentro do estimado para rochas calcárias no Brasil (NETO, 2011). A estimativa para a composição CPV foi de 25,78GPa, representando uma variação de 9,8% em relação ao valor medido pelo método de propagação de ondas. Desta forma, pode-se considerar que os efeitos de retração para o CPV não apresentaram impacto significativo no módulo elástico e que os valores obtidos são válidos.

Tabela 7 - Módulo elástico dinâmico médio das composições de porosidade capilar semelhante e estimativa dos módulos das fases das composições e do CPV.

	Tipo	E_d médio medido (GPa)
Composito	CPV	23,48
	CP MF	29,68
	CP HF	33,36
Estimado	Pasta	31,22
	Filler	48,15
	CPV	25,78

3.3.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA

A resistência mecânica das pastas e argamassas foi avaliada pela resistência à flexão e compressão dos corpos de prova.

3.3.2.1. ARGAMASSA

Os resultados de resistência à flexão, σ_f , e à compressão, σ_c , indicam que para mesmas relações a/f , ambas as resistências são menores quanto maior o teor de *filler* calcário, conforme pode ser observado na Figura 55. Isto ocorre, pois, mantendo a quantidade de água da composição e reduzindo o teor de ligantes, menos água é combinada, formando mais poros capilares.

Figura 55 - Resistências à flexão (a) e à compressão (b) das argamassas em função da relação a/f .

Desta forma, quando as resistências são avaliadas em função da relação água/ligante, a/l , os comportamentos tornam-se diferentes, conforme indicado na Figura 56. Para a resistência à compressão, na Figura 56-b, nota-se que todas as composições enquadraram-se relativamente bem em um ajuste exponencial, que representa uma curva de Abrams (NEVILLE, 2015). Desta forma, é esperado que quando a relação a/l das argamassas com essas composições for igual, a resistência à compressão delas seja semelhante. Entretanto, ao analisar a resistência à flexão, conforme Figura 56-a, observa-se o deslocamento das curvas de resistências das composições. Foram produzidas argamassas de composição CPV e CP MF com resistências à flexão em uma faixa entre 7 e 8MPa. As referidas argamassas CP MF apresentaram maior relação a/l do que as argamassas CPV, o que indica que a presença de *filler* calcário, em uma dosagem de mesma relação a/l poderia proporcionar aumento da resistência à flexão.

Figura 56 - Resistências à flexão (a) e à compressão (b) das argamassas em função da relação a/l . A linha tracejada vermelha corresponde ao ajuste exponencial de todos os pontos.

Como há uma relação muito próxima entre a/l e a porosidade de materiais cimentícios, as curvas de resistência em função da porosidade capilar apresentaram formas semelhantes, conforme pode ser observado na Figura 57. Na Figura 57-a pode-se observar novamente composições de argamassa CPV

e CP MF com aproximadamente 8MPa de resistência, entretanto com porosidades capilares distintas. Os resultados de resistência à compressão apresentaram boa correlação, entre todas as composições, com a porosidade capilar das amostras, como indicado na Figura 57-b.

Figura 57 - Resistências à flexão (a) e à compressão (b) das argamassas em função da porosidade capilar total, que contempla a porosidade capilar calculada pelo modelo de Powers e o ar incorporado. A linha tracejada vermelha indica um ajuste exponencial de todos os pontos.

Conforme indicado na Figura 58, as relações entre a resistência à compressão e à flexão variaram entre 11%, para CPV, e 20%, para CP HF, valores comumente encontrados para materiais cimentícios (ATIŞ; KILIÇ; SEVİM, 2004; CHEN; WU; ZHOU, 2013). Entretanto, embora possa ser observada a redução desta relação com o aumento da resistência, resultado alinhado com a literatura (ATIŞ; KILIÇ; SEVİM, 2004) e indicado na Figura 58-a, não foi possível observar o impacto do teor de *filler* neste parâmetro. Os resultados indicam aumento de σ_f/σ_c com o aumento da porosidade capilar e são indicados na Figura 58-b, fato também em acordo com a literatura (CHEN; WU; ZHOU, 2013), porém sem ser possível identificar o efeito do teor de *filler* na composição.

Figura 58 - Relação da resistência à compressão e à flexão, em função da (a) resistência à compressão e da (b) porosidade capilar total.

3.3.2.2. PASTAS

Os ensaios de flexão nas pastas foram feitos com controle de deslocamento, com a menor taxa possível pelo equipamento, objetivando obter como resultado curvas de *carga x deslocamento (flecha)* que apresentassem comportamento quase-frágil. Entretanto, conforme modelos de resultado na Figura 59, na maioria dos ensaios não foi observado este comportamento, resultados que caracterizaram uma propagação instável do defeito crítico. Para mais detalhes, todas as curvas de ensaios de flexão são apresentados no ANEXO, nas Figura A 1, Figura A 2 e Figura A 3. Desta forma, o comportamento desejado para os ensaios, comportamento quase frágil devido à propagação estável dos defeitos, não foi obtido em nenhum caso, o que inviabiliza o cálculo adequado da energia de fraturamento. Assim, este último parâmetro é utilizado apenas para análise, justificativa e confirmação da não qualidade destes resultados e não tem validade para análise das propriedades dos materiais estudados.

As amostras que mais se aproximaram de um comportamento quase-frágil foram as amostras referentes às composições CP MF, onde apenas duas delas, com entalhes nominais de 10mm, apresentaram curvas mais completas. Isto pode ser consequência das menores cargas necessárias para atingir o pico máximo de carregamento destas composições, de forma que a energia elástica acumulada seja menor e, como resposta, a propagação instável do defeito crítico possa ser mais facilmente controlada. Meios para correção do método envolvem o controle de ensaio com menores taxas de deslocamento, a utilização de controle do teste por taxa de abertura da boca de entalhe (FERREIRA, 2015) ou correção das dimensões do corpo de prova ou da geometria do entalhe produzido, como o

Chevron (ALEXANDER; MINDESS, 1995), por exemplo. Outro fator que também pode ter influenciado nas cargas máximas obtidas, além da própria variação de composição da matriz, é a área de fratura, que, embora não medida, é visualmente maior para CP MF do que para as composições CPV e CP HF, conforme Figura 60, obtida por escaneamento dos corpos de prova pelo equipamento scanner 3D MDS500 – Maestro. Este tipo de fratura não plana também não é adequada para os ensaios de energia de fraturamento, pois, para o seu cálculo, considera-se a área plana, inserindo erro nas análises deste parâmetro.

Figura 59 - Exemplos de resultado dos ensaios de flexão das pastas, em função do tamanho nominal do entalhe produzido, onde correspondem às composições.

Figura 60 - Fraturas típicas de cada composição obtidas dos ensaios de flexão, onde correspondem a: CPV, a_0 nominal de 4mm; CP MF, a_0 nominal de 2mm; e CP HF, a_0 nominal de 4mm.

Os resultados de carga máxima, $P_{m\acute{a}x}$, dos ensaios é apresentado em função da profundidade de entalhe normalizada, a_0/W , na Figura 61. Como esperado, as cargas máximas de solicitação são menores quanto maiores forem as profundidades de entalhe dos corpos de prova, fenômeno devido à redução de seção resistente (ou área de ligamento).

Figura 61 - Carga máxima solicitada nas pastas, sob esforço de flexão, em função da profundidade de entalhe e de cada composição.

Como apontado nos estudos de pasta de cimento de Higgins e Bailey (1976) e Kendall, Howard e Birchall (1983), a resistência à flexão deste tipo de material é reduzida com o aumento do tamanho do defeito crítico na seção de fratura conforme apresentado na Figura 62, o que corresponde ao modelo apresentado por Griffith (1921). Nestes casos, o defeito crítico corresponde ao maior defeito na seção, podendo ele ser o entalhe produzido ou algum outro defeito, como um poro. Entretanto, ao serem analisados os resultados de resistência à flexão, nota-se pouca variação em função da profundidade do entalhe (Figura 63),

indicando que estas composições, sob as configurações e condições de ensaio, são insensíveis ao entalhe.

Figura 62 - Resistência à flexão de pastas de cimento em função da profundidade de entalhe. Adaptado de Higgins e Bailey (HIGGINS; BAILEY, 1976).

Figura 63 - Resistência à flexão das pastas em função da profundidade do entalhe e da composição.

Este tipo de resultado não é inédito, mas pastas de cimento são comumente relatadas como sensíveis à profundidade do entalhe, diferentemente de argamassas e concretos, que apresentam resultados mais contraditórios (MINDESS, 1984). Desta forma, é possível que os resultados sofreram influência dos métodos e condições de ensaio como a condição de saturação dos corpos de prova.

Nos ensaios de flexão com objetivo de medir parâmetros de fratura é comum o cuidado com a umidade das amostras, pois há forte influência nos resultados, como aponta Beaudoin, Feldman e Tumidajski (1994). Ainda, é preferencial que estes ensaios sejam feitos com os corpos de prova submersos em água, de modo que não haja variação de umidade (HIGGINS; BAILEY, 1976), pois, conforme apontado por Alexander (1959), pastas de cimento podem sofrer redução de resistência à flexão em ambiente de laboratório a partir de 1 minuto

de exposição. Desta forma, os corpos de prova, embora saturados pouco tempo antes do teste, foram ensaiados aproximadamente 5 minutos após serem secos superficialmente e sofreram secagem em ambiente de laboratório durante o próprio ensaio, que durou até 12 minutos.

Ainda, os resultados indicaram que a composição de maior resistência média à flexão é a composição CP HF, que apresenta maior teor de *filler*, correspondendo à média de 2,9MPa e equivalente a 76% maior que a referência CPV, de resistência média 1,7MPa. A composição CP MF apresentou menor resistência à flexão, de média 1,3MPa, 20% menor que a referência.

Para confrontar as tendências observadas nos testes de resistência à flexão, foram feitos ensaios de compressão nas mesmas pastas, entretanto com idades entre 62 e 80 dias. Ao comparar a resistência entre as composições, relação indicada na Figura 64, nota-se uma grande dispersão, e que a composição referência, CPV, apresentou menor resistência média à compressão, equivalente a $39,4 \pm 5,8$ MPa, seguida de CP HF e CP MF, de médias $47,7 \pm 5,1$ MPa e $55,4 \pm 4,3$ MPa, respectivamente. A Figura 65 correlaciona a resistência à compressão com a porosidade capilar das amostras. Pode-se observar que há correlação entre as pastas CP MF e CP HF, onde o aumento da porosidade capilar causou a redução da resistência. Entretanto, os resultados de resistência à compressão correspondentes à composição CPV são as menores, contrariando a tendência de redução de resistência com o aumento de porosidade.

Assim como observado nas análises de resistência mecânica das argamassas, pode ocorrer das composições com maior teor de *filler* e porosidade semelhantes apresentarem maior resistência. Rezvani e Proske (2017) avaliaram pastas de cimento com variadas mineralogias e teores de *fillers* calcário e, para composições de mesma relação água/clínquer, indicaram aumento da resistência à compressão com o uso destas adições. Ainda, efeitos de retração e fissuração podem afetar a resistência mecânica de compósitos cimentícios. Desta forma, devido às condições ambientais impostas às amostras durante o período entre o ensaio de flexão e o ensaio de compressão, duas hipóteses podem ser levantadas: (i) efeitos de retração e microfissuração, mais intensos na composição CPV devido ao maior teor de ligante (BISSONNETTE; PIERRE;

PIGEON, 1999; ROZIÈRE et al., 2007) e maior concentração de poros-gel (SOUZA, 2013), causaram a redução da resistência à compressão, impedindo a comparação deste parâmetro no estudo; e (ii) a substituição de cimento CPV pela composição de *filler* calcário proporcionaram aumento da resistência à compressão em relação à referência, que apresenta maior teor de ligante, conforme apontam os estudo de Rezvani e Proske (2017) e Palm et al. (2016).

Figura 64 - Comparação da resistência à compressão das composições em pasta, com idades entre 62 e 80 dias.

Figura 65 - Resistência à compressão das pastas, com idades entre 62 e 80 dias, em função da porosidade capilar. O ajuste linear não considera os dados da composição CPV.

Ao comparar as tendências de resistência à compressão, das composições com *filler*, e flexão, nota-se que as composições de maior resistência à compressão não apresentam maior resistência à flexão necessariamente, sob as condições deste estudo, onde foram avaliadas pastas de porosidade semelhante. Ainda, outra possível fonte de variação é a área real de fratura à flexão, não medida, mas indicada na Figura 60, que apresenta correlação com a resistência à tração da pasta, conforme indicado por Li e Li (2015).

3.4. PARÂMETROS DE FRATURA DAS PASTAS

O estudo de propriedades de fratura avaliou as composições em pasta através da análise de três parâmetros: (i) fator de intensidade de tensão; (ii) a energia de fraturamento; e (iii) fatores de rugosidade de superfície.

3.4.1. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICO

Os resultados de fator de intensidade de tensão crítico para cada composição de pasta de cimento são indicados na Figura 66, onde pode-se observar seu aumento com o aumento da profundidade do entalhe a_0 produzido, embora com baixa correlação. Resultados semelhantes para pastas de cimento foram observados por Higgins e Bailley (1976), que registraram menores valores de K_{IC} para a_0/W menores que 0,1 e valores estabilizados para a_0/W maiores que 0,1, e por Mindess, Lawrence e Kesler (1977), que identificaram relação do K_{IC} com a profundidade de entalhe. Entretanto, outros autores indicaram independência de K_{IC} com relação à profundidade do entalhe produzido (BROWN, 1972; BROWN; POMEROY, 1973; GJØRV; SØRENSEN; ARNESEN, 1977).

Figura 66 - Fator de intensidade de tensão crítico das composições em função da profundidade normalizada nos corpos de prova.

As mesmas tendências, em relação ao teor de *filler* na composição, observadas nos resultados de resistência à flexão são observados para K_{IC} , pois estes parâmetros são linearmente interdependentes e o padrão de produção de entalhes entre as amostras de diferentes composições foi o mesmo. Desta forma, as composições CP HF apresentaram os maiores resultados de tenacidade ao fraturamento, seguidas de CPV e CP MF, respectivamente, conforme indicado na Figura 67. A composição CP HF apresentou K_{IC} médio de $0,23 \pm 0,05 \text{ MPa.m}^{0,5}$, valor 70% maior que a média da referência CPV, que apresentou K_{IC} de $0,13 \pm 0,03 \text{ MPa.m}^{0,5}$, enquanto a composição CP MF

apresentou média de $0,10 \pm 0,04 \text{ MPa.m}^{0,5}$, valor 24% menor que a referência, embora, considerando os desvios padrão, não seja possível observar diferença significativa entre estas duas últimas composições.

Figura 67 - Fator de intensidade de tensão crítico médio em função do teor de filler.

Ainda, deve-se considerar que há arredondamento dos picos nas curvas *carga x deslocamento*, principalmente nas amostras referentes ao CPV e ao CP MF. Este arredondamento do pico indica uma condição onde há propagação interna de defeitos ou propagação de fissura no entalhe, tornando o defeito a_0 maior do que o adotado para cálculo. Desta forma, principalmente para estas duas composições, há uma possível fonte de erro nos resultados, que foi desprezado pelos métodos adotados.

3.4.2. ENERGIA DE FRATURAMENTO

Devido ao fato do comportamento das amostras no ensaio de flexão não ter sido adequado para avaliação deste parâmetro, conforme discutido no item 3.3.2.2, este item justifica os erros e diferenças entre os dois modelos de cálculo propostos. A não propagação de defeito de forma estável e controlada impede o cálculo correto da energia de fraturamento, G_F , pelo modelo de Hillerborg (1985), enquanto a propagação do defeito crítico foi considerada instável pois as curvas, principalmente das amostras CPV e CP MF, não apresentaram comportamento elástico-linear devido ao arredondamento dos picos observado nas curvas *carga x deslocamento*, inserindo erro nos cálculos de G_C .

Os resultados de G_F são apresentados na Figura 68, e indicam que para o colapso dos corpos de prova de composição CP MF é necessária mais energia do que para os corpos de prova referência, CPV, enquanto para a composição CP HF, foi necessária menor energia para a fratura do que a referência.

Figura 68 - Energia de fraturamento das pastas, medida pela área sob o gráfico carga x deslocamento, em função da profundidade normalizada do entalhe. A indicação * em vermelho faz referência ao ensaio do corpo de prova CP HF, profundidade de entalhe de 10mm, indicado na Figura 69.

Nota-se que um corpo de prova da composição CP MF apresentou energia de fraturamento muito superior a todas as demais amostras e é indicado com o símbolo *. Este resultado é devido a curva deste espécime apresentar o comportamento mais próximo a um regime quase-frágil, a deflexão registrada foi muito maior que nos demais corpos de prova, conforme resultado do CP MF, a_0 igual a 10mm, indicado na Figura 69. Ainda, os resultados de energia de fratura, G_F , sofreram aumento com o aumento da profundidade. Segundo Watson (1978), a energia de fraturamento não sofre influência da profundidade de entalhe, desde que a propagação do defeito crítico ocorra sob controle. George (1970) estudou a fratura em solo-cimento e também não identificou variação da energia de fratura em função da profundidade do entalhe, em caso de propagações controladas. Assim, pode-se observar que a variação, obtida como resultado, pode ser mais uma consequência dos erros inseridos pela condição de propagação instável do defeito crítico.

Figura 69 - Modelos de curvas, utilizadas para cálculo de G_F , das composições estudadas e com entalhes de 1 e 10mm.

Ao analisar a taxa de liberação de energia elástica, neste caso, considerada a energia de fraturamento crítica, G_C , com resultados indicados na Figura 70, pode-se observar que a composição que apresentou os maiores índices foi a CP HF, seguida das composições CPV e CP MF, respectivamente. Ainda, é possível observar aumento deste parâmetro em função do aumento da profundidade de entalhe produzido. Estas tendências refletem os resultados de fator de intensidade de tensão, pois, os maiores valores deste índice foram registrados para CP HF e CPV, respectivamente, bem como o aumento em função do aumento da profundidade de entalhe, enquanto o módulo elástico permaneceu relativamente constante em uma mesma composição. Entretanto, como citado anteriormente, estes resultados não são válidos como avaliação de propriedade de fratura do material, pois o comportamento obtido no ensaio de flexão não foi totalmente elástico-linear, necessária para esta análise.

Figura 70 - Energia de fraturamento crítica das pastas, calculada em função de K_{IC} , em função da profundidade normalizada do entalhe.

Os dois parâmetros de energia de fraturamento foram comparados em função da profundidade de entalhe na Figura 71. Para a comparação foi utilizada energia de fraturamento G_{F_PICO} , que considera a área sob a curva *carga x deslocamento* até o pico de carregamento, ao invés de G_F , que considera a curva completa. Esta mudança de referência foi feita para tornar os resultados comparáveis, pois que G_C apenas considera apenas comportamento elástico-linear. Nota-se que as relações se mantêm com mesmo comportamento médio com o aumento da profundidade, entretanto, diferentes entre composições. Ao observar as curvas de *carga x deslocamento*, conforme modelo indicado na Figura 69, nota-se que as composições CPV e CP HF, apresentaram ruptura abrupta, com ausência da cauda da curva. Desta forma, conforme Harder (1992) e os resultados das

relações apontaram, G_C foi maior para essas composições, indicando que a propagação dos defeitos em cada amostra ocorreu de forma dinâmica. Ainda, embora a composição CPV tenha uma tendência a apresentar relação próxima de 1, os valores de G_F , considerando que existem dissipações de energia, são menores, o que reduz a relação, levando-a para um valor menor. Para a composição CP MF, o resultado foi invertido. Uma das possíveis causas para este comportamento é o tipo de fratura que ocorreu para os corpos de prova desta composição, que foram predominantemente irregulares e não planas, conforme apontado no item 3.3.2.2, o que aumenta a área de fratura e, consequentemente, a energia de fraturamento, G_F e G_{F_PICO} , e a relação G_{F_PICO}/G_C .

Figura 71 - Relação entre a energia de fraturamento medida até o pico de carregamento, G_{F_PICO} , obtida pela relação com a área do gráfico carga x deslocamento, e a energia de fraturamento crítica, G_C , calculada utilizando correlação com K_{IC} . A linha vermelha indica relação dos parâmetros igual a 1.

Nikbin et al. (2016), em seu estudo em concretos auto adensáveis, demonstrou que o aumento do teor de *filler* mineral na composição proporcionou aumento na energia de fraturamento do compósito e na fragilidade do compósito. Assim, supõe-se que as altas cargas necessárias para colapsar os corpos de prova de CP HF e sua possível maior fragilidade proporcionaram as respostas observadas no ensaio de flexão, onde ocorreu a propagação instável dos defeitos. Logo, a divergência das relações G_F/G_C em 1, as curvas incompletas e as propagações instáveis, nas amostras de pasta, permitem deduzir que o método adotado não apresentou as condições adequadas, sendo necessário ajuste, de forma a controlar a propagação dos defeitos e obter comportamento quase-frágil no ensaio de flexão.

3.4.3. PARÂMETROS DE SUPERFÍCIE DA FRATURA

As superfícies de fratura foram avaliadas através da análise de parâmetros relacionados à rugosidade, sendo estes, respectivamente: (i) índice de rugosidade (*RN*); (ii) raiz quadrática da rugosidade (*Sq*); e (iii) amplitude entre vales e picos (*Rz*).

3.4.3.1. ENTALHE PRODUZIDO

Conforme indicado na Tabela 8, todas as médias dos parâmetros de rugosidade *RN*, *Sq* e *Rz*, na região de entalhe, foram maiores para a composição CP HF, seguido das composições CPV e CP MF, respectivamente. Entretanto, para todas as composições e parâmetros, a dispersão de resultados e coeficiente de variação foi muito alto, como pode ser observado na Figura 72.

Tabela 8 - Estatística básica dos parâmetros RN, Sq e Rz para as regiões de entalhe das pastas de cimento.

Parâmetro	Estatística	CPV	CP MF	CP HF
RN	Média	1,553	1,505	1,591
	DP	0,085	0,075	0,124
	CV	0,055	0,050	0,078
Sq	Média	2,370	1,835	2,891
	DP	1,746	0,489	2,443
	CV	0,737	0,266	0,845
Rz	Média	43,122	25,618	53,300
	DP	31,339	7,696	40,013
	CV	0,727	0,300	0,751

Legenda: DP – Desvio padrão; CV – Coeficiente de variação.

Figura 72 - Distribuição dos parâmetros de superfície nos entalhes produzidos, em função do teor de filler, onde são: (a) índice de rugosidade; (b) raiz quadrática da rugosidade; e (c) amplitude entre vales e picos.

Através da análise de variância (ANOVA), com os resultados indicados na Tabela 9, foi possível identificar que duas composições, ao menos, apresentam diferença significativa entre elas para os parâmetros *RN* e *Rz*, enquanto para *Sq* não foi identificada diferença significativa. Assim, para identificar quais composições apresentaram diferenças, foi aplicado o teste de Tukey para *RN* e *Rz*. Os resultados são apresentados na Tabela 10, e indicam que, para ambos os parâmetros, apenas há diferença significativa quando comparados os CP MF e CP HF.

Tabela 9 - Análise de variância feita para o índice de rugosidade (*RN*), raiz quadrática da rugosidade (*Sq*) e amplitude entre picos e vales (*Rz*) nas áreas de entalhe.

Parâmetro	GL	Parâmetro	SQ	MQ	F	P	Resultado
RN	Modelo	2	0,092	0,046	4,863	0,010	Significativo
	Erro	73	0,693	0,009	-	-	
	Total	75	0,786	-	-	-	
Sq	Modelo	2	13,927	6,963	2,202	0,118	Não significativo
	Erro	73	230,87	3,163	-	-	
	Total	75	224,797	-	-	-	
Rz	Modelo	2	9728,577	4864,288	5,385	0,007	Significativo
	Erro	73	65941,241	903,305	-	-	
	Total	75	75669,818	-	-	-	

Legenda: GL - grau de liberdade; SQ – soma dos quadrados; MQ – média dos quadrados; F e P – parâmetros de Fisher para o teste de significância.

Tabela 10 - Teste Tukey para identificação de diferenças entre grupos, aplicado para os parâmetros RN e Rz na região de entalhe.

Parâmetro	Grupo	Diferença entre médias	Intervalo de confiança		q	P	Resultado
			Inf.	Sup.			
RN	CP HF - CPV	0,038	-0,027	0,103	1,987	0,344	Não significativo
	CP MF - CPV	-0,048	-0,114	0,018	2,460	0,198	Não significativo
	CP MF - CP HF	-0,086	-0,152	-0,020	4,406	0,007	Significativo
Rz	CP HF - CPV	10,177	-9,765	30,120	1,727	0,444	Não significativo
	CP MF - CPV	-17,504	-37,858	2,850	2,910	0,106	Não significativo
	CP MF - CP HF	-27,682	-48,036	-7,328	4,601	0,005	Significativo

Legenda: q e P são parâmetros para testar a significância de diferença entre grupos no teste Tukey.

Os comportamentos identificados pela análise de variância podem ser observados nos histogramas acumulados, indicados na Figura 73, Figura 74 e Figura 75. Nota-se que, de fato, os parâmetros RN e Rz para a composição CP HF apresentam-se significativamente mais distantes da curva CP MF do que CPV. Da mesma forma, pode-se observar também, nas mesmas três figuras, que a rugosidade nas regiões de entalhe da composição CP MF é menor, seguida pelas composições CPV e CP HF, esta última com as maiores rugosidades.

Figura 73 - Histograma acumulado das medidas de índice de rugosidade feitas nas áreas de entalhe.

Figura 74 - Histograma acumulado das medidas de raiz quadrática da rugosidade feitas nas áreas de entalhe.

Figura 75 - Histograma acumulado das medidas da altura média dos picos feitas nas áreas de entalhe.

Para melhor comparação entre os resultados, foram comparados os parâmetros em mesmas frequências acumuladas, sendo estas 10, 50 e 90%, e são indicados na Tabela 11. Nota-se que, assim como anteriormente mencionado, as rugosidades de todos os parâmetros e na maioria das frequências acumuladas são menores para a composição CP MF. Para as frequências acumuladas supracitadas e em relação à composição de referência, CPV, CP MF apresentou índices de até 3,3%, 39,1% e 57,8% menores, para R_N , Sq e R_z , respectivamente. Para a composição CP HF, estes parâmetros foram maiores em até 6,8%, 27,6% e 34,4%, respectivamente, em relação à referência.

Tabela 11 - Comparação entre composições para R_N , Sq e R_z , da região de entalhe nas frequências acumuladas de 10, 50 e 90%.

Composição	$R_{N_{10}}$	$R_{N_{50}}$	$R_{N_{90}}$	Sq_{10}	Sq_{50}	Sq_{90}	$R_{z_{10}}$	$R_{z_{50}}$	$R_{z_{90}}$
CPV	1,43	1,55	1,64	0,99	1,87	4,17	18,24	28,99	85,66
CP MF	1,39	1,49	1,61	1,24	1,76	2,54	16,79	23,16	36,11
CP HF	1,42	1,58	1,75	1,26	2,13	4,56	19,60	38,51	115,12

Os índices subscritos indicam a posição na frequência acumulada de cada parâmetro.

A possível justificativa para o aumento da rugosidade nas composições com alto teor de *filler* calcário é que esta adição age como agregado fino, pois praticamente não há reação. Durante o corte, o disco possivelmente arranca ou remove parcela dos grãos da matriz, formando micro cavidades que aumentam a micro rugosidade da superfície. Este efeito deve ser maior quanto maior o teor de *filler* mineral na composição. Neste caso, só foi possível observar a variação no caso extremo de adição de *filler*, onde a maior parte da substituição corresponde ao *filler* mais grosso.

3.4.3.2. SEÇÃO FRATURADA

As estatísticas básicas dos resultados de rugosidade, apresentados na Figura 76, das superfícies fraturadas são apresentadas na Tabela 12. Da mesma forma como ocorreu nas medições das regiões de entalhe, todos os parâmetros médios de rugosidade foram maiores para a composição CP HF do que para as composições CPV e CP MF, que apresentaram médias aproximadas. Porém as variações desses parâmetros foram, também, ainda maiores, impossibilitando uma avaliação definitiva com base apenas nestas estas estatísticas.

Tabela 12 - Estatística básica dos parâmetros RN, Sq e Rz para as regiões de entalhe das pastas de cimento.

Parâmetro	Estatística	CPV	CP MF	CP HF
RN	Média	1,963	2,018	2,653
	DP	0,327	0,380	0,986
	CV	0,167	0,188	0,372
Sq	Média	15,494	15,009	16,921
	DP	5,77	5,483	4,940
	CV	0,372	0,365	0,292
Rz	Média	127,219	119,492	150,311
	DP	51,82	42,145	73,320
	CV	0,407	0,353	0,488

Figura 76 - Distribuição dos resultados, em função do teor de filler, das superfícies fraturadas, onde são: (a) índice de rugosidade; (b) raiz quadrática da rugosidade; e (c) amplitude entre vales e picos.

Através da análise de variância, foi possível identificar que há diferença de resultados de índice de rugosidade e amplitude entre vales e picos. Em relação à raiz quadrática da rugosidade, não foi observada diferença significativa. Portanto, foi aplicado o teste de Tukey apenas para *RN* e *Rz*.

Tabela 13 - Análise de variância aplicada para os resultados de *RN*, *Sq* e *Rz* das superfícies fraturadas.

Parâmetro	GL	Parâmetro	SQ	MQ	F	P	Resultado
RN	Modelo	2	23,010	11,505	29,575	0,000	Significativo
	Erro	236	91,808	0,389	-	-	
	Total	238	114,818	-	-	-	
Sq	Modelo	2	146,909	73,455	2,485	0,086	Não significativo
	Erro	236	6976,760	29,563	-	-	
	Total	238	7123,669	-	-	-	
Rz	Modelo	2	38238,578	19119,289	5,859	0,003	Significativo
	Erro	236	770096,451	3263,121	-	-	
	Total	238	808335,029	-	-	-	

Legenda: GL - grau de liberdade; SQ – soma dos quadrados; MQ – média dos quadrados; F e P – parâmetros de Fisher para o teste de significância.

Para ambos os parâmetros, o teste Tukey indicou que há diferença significativa entre os resultados obtidos das composições CPV-CP HF e CP MF-CP HF, enquanto para o grupo CPV-CP MF não foi encontrada diferença.

Tabela 14 - Teste Tukey para avaliação de diferença em grupos aplicado para os resultados de RN e Rz das superfícies fraturadas.

Parâmetro	Grupo	Diferença entre médias	Intervalo de confiança		q	P	Resultado
			Inferior	Superior			
RN	CP HF - CPV	0,690	0,463	0,918	10,111	0,000	Significativo
	CP MF - CPV	0,055	-0,177	0,287	0,792	0,841	Não significativo
	CP HF - CP MF	0,635	0,391	0,880	8,667	0,000	Significativo
Rz	CP HF - CPV	23,093	2,232	43,953	3,693	0,0259	Significativo
	CP MF - CPV	-7,727	-28,997	13,544	1,212	0,668	Não significativo
	CP HF - CP MF	30,819	8,428	53,21	4,591	0,004	Significativo

Legenda: q e P são parâmetros para testar a significância de diferença entre grupos no teste Tukey.

Assim como observado para as análises nos entalhes, a rugosidade para as fraturas das pastas de composição CP HF foi superior às medidas das outras duas composições, mesmo para Sq, conforme pode ser apresentado nas Figura 77, Figura 78 e Figura 79. Da mesma forma que indicado pelo teste Tukey, nota-se pouca diferença entre as rugosidades das seções fraturadas para as composições CPV e CP MF.

Figura 77 - Histograma acumulado das medidas de índice de rugosidade feitas nas áreas de fratura.

Figura 78 - Histograma acumulado das medidas de raiz quadrática de rugosidade feitas nas áreas de fratura.

Figura 79 - Histograma acumulado das medidas de altura média dos picos feitas nas áreas de fratura.

Entre as frequências de análise utilizadas para comparação, 10%, 50% e 90%, a rugosidade, em todos os parâmetros, foram maiores para CP HF. Em relação à referência, a composição CPV, a composição CP MF apresentou variação máxima de, em módulo, 0,5%, 7,7% e 3,8% para R_N , S_q e R_z , respectivamente. Para CP HF, em relação à referência, os fatores foram maiores em até 74,7%, 26,5% e 16,8% para os mesmos parâmetros, respectivamente.

Tabela 15 - Comparação entre composições para R_N , S_q e R_z , das seções fraturadas nas frequências acumuladas de 10, 50 e 90%.

Composição	R_{N10}	R_{N50}	R_{N90}	S_{q10}	S_{q50}	S_{q90}	R_{z10}	R_{z50}	R_{z90}
CPV	1,70	1,89	2,30	9,52	14,47	22,58	82,18	116,17	180,42
CP MF	1,71	1,90	2,29	9,91	13,35	21,70	80,88	111,79	181,12
CP HF	1,96	2,25	4,02	12,03	15,56	23,28	95,99	128,64	208,99

Os índices subscritos indicam a posição na frequência acumulada de cada parâmetro.

O aumento da rugosidade para o caso mais extremo, com alto teor de *filler* calcário, pode ser justificado devido à propagação da fissura ocorrer contornando grãos de cimento anidro e *filler*, que age como um agregado fino

(GRUDEMO, 1979). Com o grau de hidratação aos 28 dias semelhante entre as composições, o maior teor de *filler* aumenta a tendência de contornos na propagação da fissura e, deste modo, maior deve ser a micro rugosidade.

Lange, Jennings e Shah (1993b) apresentaram estudo, onde relacionam superfícies de fratura e suas propriedades, e demonstraram que há relação direta entre o fator de intensidade de tensão crítico e o índice de rugosidade das superfícies fraturadas. Assim, todos os parâmetros de rugosidade foram comparados com os resultados de K_{IC} de cada corpo de prova ensaiado à flexão, conforme indicado na Figura 80. Os resultados indicam que as amostras resultantes em maiores K_{IC} apresentaram maiores índices de rugosidade, RN , embora a correlação obtida seja baixa. Entretanto, não foi identificada correlação com os outros dois parâmetros, Sq e Rz .

Figura 80 - Efeito da variação do fator de intensidade de tensão crítico nos parâmetros de fratura: (a) índice de rugosidade; (b) raiz quadrática da rugosidade; e (c) amplitude entre vales e picos.

Ainda, Lange, Jennings e Shah (1993b) e Ficker, Martisek e Jennings (2010) indicaram relações de parâmetros de rugosidade da fratura com a resistência à compressão da pasta de cimento. Os primeiros indicaram que menores resistência à compressão apresentam maior índice de rugosidade, RN , enquanto os segundos indicaram que não há correlação clara entre estes parâmetros. Entretanto, estes indicaram boa relação com parâmetros que medem a “pseudo altura” da fratura, equivalentes ao parâmetro Sq , e parâmetros de amplitude do plano, semelhante ao Rz . Assim, foram comparados os resultados de resistência à compressão, obtidos em idades mais avançadas, e os parâmetros de superfície de fratura medidos após os ensaios de flexão, conforme Figura 81. As análises não indicam nenhuma relação clara entre RN e a resistência à

compressão. Entretanto, embora os resultados apresentem alta dispersão, relacionados à compressão, é possível notar redução de Sq e Rz com o aumento da resistência.

Figura 81 - Impacto da resistência à compressão nos parâmetros de fratura: (a) índice de rugosidade; (b) raiz quadrática da rugosidade; e (c) amplitude entre vales e picos.

3.4.3.3. COMPARAÇÃO ENTRE SEÇÕES DE ANÁLISE

Os resultados das regiões de entalhe e fratura foram comparados para avaliar se há diferença na rugosidade de cada composição em função do tratamento da superfície. Uma comparação das médias dos parâmetros de rugosidade estudados é apresentada na Figura 82. A média dos resultados relacionados à área fraturada apresentaram-se até 1,7, 8,2 e 4,7, para RN , Sq e Rz , respectivamente, em relação aos resultados nos entalhes.

Figura 82 – Comparação dos resultados médios de rugosidade em função da região analisada e da composição, onde são: (a) índice de rugosidade; (b) raiz quadrática da rugosidade; e (c) amplitude entre vales e picos.

Entretanto, devido aos altos desvios-padrão, foi verificada a significância de diferenças para todas as composições por análise de variância. A análise resumida pode ser observada na Tabela 16, onde todas as comparações para uma mesma composição e para cada parâmetro indicaram diferença significativa de resultados entre a região de entalhe e fratura. Todos os dados da análise de variância são indicados na Tabela A 1, no Anexo.

Tabela 16 - Análise de variância resumida comparando resultados de rugosidade para as regiões de fratura e entalhe em função da composição e parâmetro. Os dados completos da análise são indicando no Anexo, na Tabela A 1.

Composição	Parâmetro	P	Resultado
CPV	RN	$5,24.10^{-9}$	Significativo
	Sq	$8,37.10^{-21}$	Significativo
	Rz	$1,88.10^{-12}$	Significativo
CP MF	RN	$3,34.10^{-9}$	Significativo
	Sq	$6,22.10^{-20}$	Significativo
	Rz	$4,53.10^{-18}$	Significativo
CP HF	RN	$3,53.10^{-7}$	Significativo
	Sq	$5,99E-25$	Significativo
	Rz	$4,98E-09$	Significativo

Legenda: P corresponde a um parâmetro de Fisher para o teste de significância.

É possível identificar com mais clareza a superioridade de rugosidade, avaliada pelos três parâmetros, comparando os histogramas acumulados de cada composição em função da região de análise. Os resultados foram compilados nas Figura 83, Figura 84 e Figura 85 e indicam, em todas análises, que a rugosidade nas superfícies de fratura é maior do que nas seções de entalhe. Nota-se que Sq é o parâmetro que apresentou maior sensibilidade a variação de seção analisada, seguido de Rz e Rn , como já discutido anteriormente.

Figura 83 - Compilação de resultados do Índice de rugosidade em função das composições e seções de análise. Marcadores vazados e preenchidos correspondem às seções de entalhe e fratura, respectivamente.

Figura 84 - Compilação de resultados da raiz quadrática da rugosidade em função das composições e seções de análise. Marcadores vazados e preenchidos correspondem às seções de entalhe e fratura, respectivamente.

Figura 85 - Compilação de resultados da altura média dos picos em função das composições e seções de análise. Marcadores vazados e preenchidos correspondem às seções de entalhe e fratura, respectivamente.

O aumento da rugosidade para a superfície de fratura pode ser justificado pelo contorno dos grãos de *filler* durante a propagação da fissura que ocorre durante a fratura. No caso da superfície de entalhe, onde não há esse contorno, mas há corte dos produtos de hidratação e *filler* e eventuais arrancamentos, a superfície tende a ser mais lisa.

4. CONCLUSÕES

Este estudo avaliou as propriedades de fratura de pastas de cimento, de porosidade capilar média de 17%, com variações do teor de *filler* calcário como substituído ao cimento. Para isto, foi caracterizada a capacidade de redução de água que o *filler* proporciona e a resistência mecânica de argamassas produzidas com cada composição estudada.

Nas argamassas o aumento do teor de *filler* proporcionou redução da demanda de água para o espalhamento, em mesa de consistência, de 265mm, atingindo até 7,7% para a composição de alto teor de *filler* em relação à referência. O efeito de redução foi ainda maior quando o sistema foi mais bem disperso com uso de aditivo superplastificante, atingindo redução da demanda em até 17,8%. As composições de argamassa com teor mediano de *filler* calcário podem apresentar mesma resistência à flexão que as composições de cimento CPV, mesmo apresentando maior porosidade capilar. O mesmo não foi observado em análise da resistência à compressão, onde todas as composições apresentaram boa correlação em função da porosidade capilar, conforme esperado.

O estudo das propriedades de fratura de pastas de cimento envolveu a caracterização da porosidade e do módulo elástico das composições. O ensaio de propagação de ondas de ultrassom possibilitou obter o módulo elástico de cada amostra, correspondente a 23,5, 29,7 e 33,4GPa para as composições CPV, CP MF e CP HF, respectivamente. Estes resultados indicaram que o aumento do teor de *filler* calcário proporciona aumento do módulo elástico das pastas de cimento quanto maior for seu volume na composição, desde que seja mantida a mesma porosidade capilar do sistema. O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio mediu a porosidade das amostras e identificou porosidade capilar próxima à calculada pelo modelo de Powers, entretanto o método não apresentou capacidade de medir o tamanho crítico de defeitos internos nas amostras.

As pastas de cimento produzidas com porosidades similares foram avaliadas principalmente através de ensaios de flexão por carregamento em 3 pontos, com controle por taxa de deslocamento. A taxa de deslocamento de 0,03mm/min utilizada é a mínima do equipamento. Os resultados dos ensaios indicaram

ruptura instável para todas as composições, com algumas poucas exceções para a composição CP MF, de médio teor de *filler*. Desta forma, o comportamento quase-frágil, necessário para avaliação dos parâmetros de fratura, não foi obtido. Possíveis alternativas para correção do método de modo a se obter este comportamento envolvem a utilização de taxas de deslocamento ainda menores para controle de ensaio, de controle por taxa de abertura de boca de entalhe e mudança da geometria dos corpos de prova ou do entalhe produzido.

As composições de pasta não apresentaram sensibilidade à profundidade de entalhe produzido, indicado pelos resultados de resistência à flexão, embora os resultados apresentem alta dispersão e esse seja um resultado incomum na literatura. Ainda, as maiores resistências a flexão foram observadas para as composições de alto teor de *filler*, de média 2,9MPa e 76% maior que a referência, seguidas da referência, de média 1,7MPa, e médio teor de *filler*, de média 1,3MPa e 20% menor que a referência. Os resultados de compressão da pasta indicaram diferenças nas tendências, onde a composição de médio teor de *filler* apresentou maior resistência, de média 54,3MPa, seguida da composição de alto teor de *filler* e cimento puro, de médias 47,7 e 39,4MPa, respectivamente. Neste último tipo de teste, os resultados podem ter sido influenciados pelas condições de secagem e saturação, ocorridos depois dos ensaios à flexão.

Conforme a tendência dos resultados de resistência à flexão, as composições de alto teor de *filler* apresentaram os maiores fatores de intensidade de tensão críticos, correspondente à média de $0,23\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$, seguidos da referência e das composições de médio teor de *filler*, de média 0,13 e $0,10\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Embora os resultados também apresentem alta dispersão, o comportamento do parâmetro sugere influência da profundidade do entalhe, resultado semelhante ao encontrado para argamassas e concretos na literatura e do comportamento de propagação de defeitos, que foi instável, inserindo erros nos resultados.

O comportamento inadequado para cálculo da energia de fraturamento e da taxa de energia liberada, obtido no ensaio de flexão, impediu a avaliação destes parâmetros como propriedade do material. Desta forma, as análises feitas indicaram e justificaram apenas a diferença entre os dois métodos de avaliação deste parâmetro e as condições inadequadas de ensaio.

Os resultados de interferometria em pastas apresentaram grande variabilidade e para verificação significância de diferenças foi necessária análise variância (ANOVA). Estas análises indicaram composições com alto teor de *filler* calcário apresentam maiores índices de rugosidade e amplitude entre picos e vales, independentemente do tratamento, devido ao aumento de desvios, na propagação da fissura, causada pelo maior teor de *filler*, que age como um agregado fino. As seções fraturadas, para todas as composições, apresentaram maiores rugosidades do que as seções de entalhe, independente do parâmetro avaliado. Ainda, foram observadas correlações entre o índice de rugosidade e o fator de intensidade de tensão crítico e entre os parâmetros raiz quadrática e amplitude entre picos e vales e a resistência à compressão da pasta. Entretanto, estas correlações são fracas para todos estes casos possivelmente devido à alta variabilidade de resultados de resistência mecânica.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o impacto do teor de *filler* calcário no fator de intensidade de tensão em pastas de cimento em um sistema que permita a ruptura catastrófica;
- Avaliar o impacto do teor de *filler* calcário na energia de fraturamento em pastas de cimento em um sistema onde o comportamento do material seja quase-frágil, ou seja, com controle de propagação de defeitos, seja ajustando a taxa de deslocamento do ensaio, a geometria das amostras, a geometria e profundidade do entalhe produzido ou outra alternativa;
- Avaliar o impacto do teor de *filler* calcário em propriedades e parâmetros de fratura em composições de pasta de cimento, variando a porosidade da composição;
- Avaliar parâmetros de tenacidade ao fraturamento de pastas de cimento com defeitos inseridos sob controle e que possam ser considerados críticos, variando o seu tamanho;
- Variar o tamanho de *fillers* utilizados na composição de pasta e avaliar os impactos nos parâmetros de superfície de fratura.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, A.; STRUBLE, L. Effects of microstructure on fracture behavior of hardened cement paste. In: DIAMOND, S.; MINDESS, S.; GLASSER, F. P.; ROBERTS, L. W.; SKALNY, J. P.; WAKELEY, L. D. (Eds.). **Microstructure of Cement-Based Systems/Bonding and Interfaces in Cementitious Materials**. Pittsburgh: Materials Research Soc, 1995. v. 370p. 99–106.

ALBUQUERQUE, M. da C. F. De; RODRIGUES, J. de A. Study of the dimensions of double-torsion test specimens. **Materials Research**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 281–288, 2008.

ALEXANDER, K. M. Errors caused by Partial Drying of Hardened Portland Cement during Testing. **Nature**, [s. l.], v. 183, n. 4665, p. 885–886, 1959.

ALEXANDER, M. G. The effects of ageing on the interfacial zone in concrete. **RILEM report**, [s. l.], v. 11, p. 150–174, 1996.

ALEXANDER, M. G.; MINDESS, S. Use of chevron-notched cylindrical specimens for paste/rock interface experiments. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 25, p. 345–352, 1995.

ALYHYA, W. S.; ABO DHAHEER, M. S.; AL-RUBAYE, M. M.; KARIHALOO, B. L. Influence of mix composition and strength on the fracture properties of self-compacting concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 110, p. 312–322, 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C1679. Standard practice for measuring hydration kinetics of hydraulic cementitious mixtures using isothermal calorimetry. . 2013, p. 14.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C348. Standard specification for flexural strength of hydraulic-cement mortars. . 2014, p. 9.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C150. ASTM C150: Standard specification for Portland Cement. . 2015, p. 9.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C1421. Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. . 2016.

ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. 3 edition ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2004.

AQEL, M.; PANESAR, D. K. Hydration kinetics and compressive strength of steam-cured cement pastes and mortars containing limestone filler. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 113, n. Supplement C, p. 359–368, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11578. NBR 11578: Cimento Portland composto. . 1991, p. 5.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215. NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro. 1996, p. 8.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13279. NBR 13279: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro. 2005 a, p. 13.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13276. NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura e determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro. 2005 b, p. 3.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13278. NBR 13278: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. . 2005 c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15630. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultra-sônica. Rio de Janeiro. 2008, p. 8.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12142. Concreto - Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos. Rio de Janeiro. 2010, p. 9.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 5733. NBR 5733: Cimento Portland de alta resistência inicial. . 1991, p. 5.

ATIŞ, C. D.; KILIÇ, A.; SEVİM, U. K. Strength and shrinkage properties of mortar containing a nonstandard high-calcium fly ash. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 34, n. 1, p. 99–102, 2004.

AYAD, M. F.; ROSENSTIEL, S. F.; HASSAN, M. M. Surface roughness of dentin after tooth preparation with different rotary instrumentation. **Journal of Prosthetic Dentistry**, [s. l.], v. 75, n. 2, p. 122–128, 1996.

BAŽANT, Z. P.; KAZEMI, M. T. Determination of fracture energy, process zone length and brittleness number from size effect, with application to rock and concrete. **International Journal of Fracture**, [s. l.], v. 44, n. 2, p. 111–131, 1990.

BAŽANT, Z. P.; OH, B. H. Crack band theory for fracture of concrete. **Matériaux et Construction**, [s. l.], v. 16, n. 3, p. 155–177, 1983.

BEAUDOIN, J. Meniscus Effects and Fracture in Portland-Cement Paste. **Journal of Materials Science Letters**, [s. l.], v. 5, n. 11, p. 1107–1108, 1986.

BEAUDOIN, J. J.; FELDMAN, R. F.; TUMIDAJSKI, P. J. Pore structure of hardened portland cement pastes and its influence on properties. **Advanced Cement Based Materials**, [s. l.], v. 1, n. 5, p. 224–236, 1994.

BEAUDOIN, J. J.; TAMTSIA, B. T. Effect of Drying Methods on Microstructural Changes in Hardened Cement Paste: an A. C. Impedance Spectroscopy Evaluation. **Journal of Advanced Concrete Technology**, [s. l.], v. 2, n. 1, p. 113–120, 2004.

BEDERINA, M.; MAKHLOUFI, Z.; BOUZIANI, T. Effect of Limestone Fillers the Physic-Mechanical Properties of Limestone Concrete. **Physics Procedia**, Seventh International Conference on Material Sciences. [s. l.], v. 21, Seventh International Conference on Material Sciences, p. 28–34, 2011.

BENACHOUR, Y.; DAVY, C. A.; SKOCZYLAS, F.; HOUARI, H. Effect of a high calcite filler addition upon microstructural, mechanical, shrinkage and transport properties of a mortar. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 38, n. 6, p. 727–736, 2008.

BENHELAL, E.; ZAHEDI, G.; SHAMSAEI, E.; BAHADORI, A. Global strategies and potentials to curb CO₂ emissions in cement industry. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 51, p. 142–161, 2013.

BENTZ, D. P. Replacement of “coarse” cement particles by inert fillers in low w/c ratio concretes: II. Experimental validation. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 35, n. 1, p. 185–188, 2005.

BENTZ, D. P.; IRASSAR, E. F.; BUCHER, B. E.; WEISS, W. J. Limestone Fillers Conserve Cement; Part 1: An analysis based on Powers’ model. **Concrete International**, [s. l.], v. 31, n. 11, p. 41–46, 2009.

BISSONNETTE, B.; PIERRE, P.; PIGEON, M. Influence of key parameters on drying shrinkage of cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 29, n. 10, p. 1655–1662, 1999.

BONAVETTI, V.; DONZA, H.; MENÉNDEZ, G.; CABRERA, O.; IRASSAR, E. F. Limestone filler cement in low w/c concrete: A rational use of energy. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 33, n. 6, p. 865–871, 2003.

BROWN, J. Measuring Fracture Toughness of Cement Paste and Mortar. **Magazine of Concrete Research**, [s. l.], v. 24, n. 81, p. 185–196, 1972.

BROWN, J. H.; POMEROY, C. D. Fracture toughness of cement paste and mortars. **Cement and Concrete Research**, Special Issue on Fracture. [s. l.], v. 3, n. 4, Special Issue on Fracture, p. 475–480, 1973.

BURGOS-MONTES, O.; ALONSO, M. M.; PUERTAS, F. Viscosity and water demand of limestone- and fly ash-blended cement pastes in the presence of superplasticisers. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 48, p. 417–423, 2013.

BURGOS-MONTES, O.; PALACIOS, M.; RIVILLA, P.; PUERTAS, F. Compatibility between superplasticizer admixtures and cements with mineral additions. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 31, p. 300–309, 2012.

CALLISTER, W. D.; JR, W. D. C. **Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Interactive e . Text**. 5 edition ed. New York: Wiley, 2000.

CAO, M.; ZHANG, C.; WEI, J. Microscopic reinforcement for cement based composite materials. **Construction and Building Materials**, Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials. [s. l.], v. 40, Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials, p. 14–25, 2013.

CARLONI, C.; SANTANDREA, M.; WENDNER, R. An investigation on the “width and size effect” in the evaluation of the fracture energy of concrete. **Procedia Structural Integrity**, XXIV Italian Group of Fracture Conference, 1-3 March 2017, Urbino, Italy. [s. l.], v. 3, XXIV Italian Group of Fracture Conference, 1-3 March 2017, Urbino, Italy, p. 450–458, 2017.

CARPINTERI, A. Experimental determination of fracture toughness parameters KIC and JIC for aggregative materials. In: PROCEEDINGS OF THE 5TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON FRACTURE 1981, Cannes. **Anais...** . In: ADVANCES IN FRACTURE RESEARCH. Cannes: Pergamon Press Ltd, 1981.

CEMENT SUSTAINABILITY INITIATIVE (CSI); EUROPEAN CEMENT RESEARCH ACADEMY (ECRA). **Development of State of the Art-Techniques in Cement Manufacturing: Trying to Look Ahead**. Duesseldorf, Geneva: European Cement Research Academy, 2017.

CHEN, B.; LIU, J. Effect of aggregate on the fracture behavior of high strength concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 18, n. 8, p. 585–590, 2004.

CHEN, X.; WU, S.; ZHOU, J. Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar. **Construction and Building Materials**, Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials. [s. l.], v. 40, Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials, p. 869–874, 2013.

COLLIER, N. C.; SHARP, J. H.; MILESTONE, N. B.; HILL, J.; GODFREY, I. H. The influence of water removal techniques on the composition and microstructure of hardened cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 38, n. 6, p. 737–744, 2008.

COOK, R. A.; HOVER, K. C. Mercury porosimetry of hardened cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 29, n. 6, p. 933–943, 1999.

DAMINELI, B. L. **Conceitos para formulação de concretos com baixo consumo de ligantes: controle reológico, empacotamento e dispersão de partículas**. 2013. text - Universidade de São Paulo, [s. l.], 2013. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-19092014-103459/>>. Acesso em: 24 mar. 2016.

DAMINELI, B. L.; JOHN, V. M. Developing Low CO₂ Concretes: Is Clinker Replacement Sufficient? The Need of Cement Use Efficiency Improvement. **Key Engineering Materials**, [s. l.], v. 517, p. 342–351, 2012.

DARWIN, D. The interfacial transition zone: “Direct” evidence on compressive response. In: DIAMOND, S.; MINDESS, S.; GLASSER, F. P.; ROBERTS, L. W.; SKALNY, J. P.; WAKELEY, L. D. (Eds.). **Microstructure of Cement-Based Systems/Bonding and Interfaces in Cementitious Materials**. Pittsburgh: Materials Research Soc, 1995. v. 370p. 419–427.

DAWES, M. G.; PISARSKI, H. G.; SQUIRRELL, S. J. Fracture Mechanics Tests on Welded Joints. [s. l.], 1988. Disponível em: <http://www.astm.org/DIGITAL_LIBRARY/STP/PAGES/STP27709S.htm>. Acesso em: 29 ago. 2017.

DIAMOND, S. Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 30, n. 10, p. 1517–1525, 2000.

Draft recommendation: “Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three-point bend tests on notched beams”. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 18, n. 6, p. 484–484, 1985.

EDEN, N. B.; BAILEY, J. E. On the factors affecting strength of portland cement. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 19, n. 1, p. 150–158, 1984.

ELICES, M.; GUINEA, G. V.; PLANAS, J. Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 3—influence of cutting the P- δ tail. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 25, n. 6, p. 327–334, 1992.

ELICES, M.; PLANAS, J. Fracture mechanics parameters of concrete: An overview. **Advanced Cement Based Materials**, [s. l.], v. 4, n. 3, p. 116–127, 1996.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. BS EN 196-1. EN 196-1: Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength. . 2005, p. 29.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION (CEN). BS EN 197-1. EN 197-1: Cement - Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements. . 2011, p. 50.

FERREIRA, L. E. T. **ELEMENTOS DE MECÂNICA DA FRATURA APLICADA À ENGENHARIA ESTRUTURAL: aspectos analíticos, computacionais e experimentais**. [s.l: s.n.].

FERREIRA, L. E. T.; HANAI, J. B. Mecânica da fratura. In: ISAIA, G. C. (Ed.). **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2007. v. 1p. 36.

FETT, T. **Stress intensity factors, T-stresses, weight functions**. [s.l.] : KIT Scientific Publishing, 2009. Disponível em:

<<http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=92E58B7F71853C062CE230B75745C20C>>

FICKER, T.; MARTIŠEK, D.; JENNINGS, H. M. Roughness of fracture surfaces and compressive strength of hydrated cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 40, n. 6, p. 947–955, 2010.

GALLÉ, C. Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry: A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 31, n. 10, p. 1467–1477, 2001.

GARTNER, E.; F. YOUNG, J.; DAMIDOT, D.; JAWED, I. Hydration of Portland Cement. In: [s.l: s.n.]. p. 57–113.

GEORGE, K. P. Theory of brittle fracture applied to soil cement. **J. Soil Mech. Found. Div., Am. Soc. Civ. Eng.; (United States)**, [s. l.], v. 96:SM3, 1970. Disponível em: <<https://www.osti.gov/biblio/5028256>>. Acesso em: 16 fev. 2019.

GIESCHE, H. Mercury Porosimetry: A General (Practical) Overview. **Particle & Particle Systems Characterization**, [s. l.], v. 23, n. 1, p. 9–19, 2006.

GJØRV, O. E.; SØRENSEN, S. I.; ARNESEN, A. Notch sensitivity and fracture toughness of concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 7, n. 3, p. 333–344, 1977.

GLUCKLICH, J.; KORIN, U. Effect of Moisture Content on Strength and Strain Energy Release Rate of Cement Mortar. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 58, n. 11–12, p. 517–521, 1975.

GRIFFITH, A. A. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. **Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, [s. l.], v. 221, n. 582–593, p. 163–198, 1921.

GRISHIN, A. **MAE 323: Lecture 4_ Part 1: Plane Stress and Plane Strain**. [s.l: s.n.]

GRUDEM, A. Microcracks, Fracture Mechanism, and Strength of the Cement Paste Matrix. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 19–33, 1979.

GUINEA, G. V.; PLANAS, J.; ELICES, M. Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 1—Influence of experimental procedures. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 25, n. 4, p. 212–218, 1992.

HABERT, G.; DENARIÉ, E.; ŠAJNA, A.; ROSSI, P. Lowering the global warming impact of bridge rehabilitations by using Ultra High Performance Fibre Reinforced Concretes. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 38, p. 1–11, 2013.

HAN, D.; LEE, G.-C.; YOON, S.-J.; KIM, K.-M. Viscosity influence on rising behavior of model air bubbles in fresh mortar. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 76, p. 10–15, 2015.

HARDER, N. A. Dimensional analysis for concrete in fracture. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 24, n. 3, p. 202–209, 1991.

HARDER, N. A. Brittleness, fracture energy and size effect in theory and in reality. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 25, n. 2, p. 102–106, 1992.

HARMUTH, H.; BRADT, R. C. Investigation of refractory brittleness by fracture mechanical and fractographic methods. **Interceram Refractories**, [s. l.], 2010. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/285898040_Investigation_of_refractory_brittleness_by_fracture_mechanical_and_fractographic_methods>. Acesso em: 14 fev. 2019.

HASUI, Y. **Geologia Do Brasil**. São Paulo, SP, Brasil: Beca Especial, 2013.

HIGGINS, D. D.; BAILEY, J. E. Fracture measurements on cement paste. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 11, n. 11, p. 1995–2003, 1976.

HILLERBORG, A. The theoretical basis of a method to determine the fracture energy G_F of concrete. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 18, n. 4, p. 291–296, 1985.

HILLERBORG, A.; MODÉER, M.; PETERSSON, P.-E. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 6, n. 6, p. 773–781, 1976.

INGRAM, K.; DAUGHERTY, K. Limestone additions to Portland cement: Uptake, chemistry and effects. In: 1992, New Delhi, India. **Anais...** In: 9TH INTERNATIONAL CONGRESS ON THE CHEMISTRY OF CEMENT. New Delhi, India

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY (IEA); WOERLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT (WBCSD). **Cement Roadmap**. [s.l.] : IEA; WBCSD, 2009.

IRWIN, GEORGE RANKIN. Analysis of Stresses and Strains near the End of a Crack Traversing a Plate. **Journal of Applied Mechanics-Transactions of the ASME**, [s. l.], v. 24, p. 351–369, 1956.

JENQ, Y. S.; SHAH, S. P. Mixed-mode fracture of concrete. **International Journal of Fracture**, [s. l.], v. 38, n. 2, p. 123–142, 1988.

JENQ, Y.; SHAH, S. P. Two Parameter Fracture Model for Concrete. **Journal of Engineering Mechanics**, [s. l.], v. 111, n. 10, p. 1227–1241, 1985.

JOHN REJI; SHAH SURENDRA P. Fracture Mechanics Analysis of High-Strength Concrete. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [s. l.], v. 1, n. 4, p. 185–198, 1989.

KAPLAN, M. F. Crack Propagation and the Fracture of Concrete. **Journal Proceedings**, [s. l.], v. 58, n. 11, p. 591–610, 1961.

KARAMLOO, M.; MAZLOOM, M.; PAYGANEH, G. Effects of maximum aggregate size on fracture behaviors of self-compacting lightweight concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 123, p. 508–515, 2016.

KASTING, J. F.; CATLING, D. Evolution of a Habitable Planet. **Annual Review of Astronomy and Astrophysics**, [s. l.], v. 41, n. 1, p. 429–463, 2003.

KENAI, S.; SOBOYEJO, W.; SOBOYEJO, A. Some Engineering Properties of Limestone Concrete. **Materials and Manufacturing Processes**, [s. l.], v. 19, n. 5, p. 949–961, 2004.

KENDALL, K.; HOWARD, A.; BIRCHALL, J. The Relation Between Porosity, Microstructure and Strength, and the Approach to Advanced Cement-Based Materials. **Philosophical Transactions of the Royal Society a-Mathematical Physical and Engineering Sciences**, [s. l.], v. 310, n. 1511, p. 139- +, 1983.

KNOP, Y.; PELED, A. Packing density modeling of blended cement with limestone having different particle sizes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 102, Part 1, p. 44–50, 2016.

LANGE, D. A.; JENNINGS, H. M.; SHAH, S. P. Analysis of surface roughness using confocal microscopy. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 28, n. 14, p. 3879–3884, 1993. a.

LANGE, D. A.; JENNINGS, H. M.; SHAH, S. P. Relationship between Fracture Surface Roughness and Fracture Behavior of Cement Paste and Mortar. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 76, n. 3, p. 589–597, 1993. b.

LANGE, F.; MÖRTEL, H.; RUDERT, V. Dense packing of cement pastes and resulting consequences on mortar properties. **Cement and Concrete Research**, Materials Research Society Symposium on Structure-Property Relationships in Hardened Cement Paste and Composites. [s. l.], v. 27, n. 10, Materials Research Society Symposium on Structure-Property Relationships in Hardened Cement Paste and Composites, p. 1481–1488, 1997.

LEESE, R.; CASEY, D. **Fact sheet 18: Embodied CO₂e of UK cement, additions and cementitious material**. London, UK: Mineral Products Association, 2012.

LI, Y.; LI, J. Relationship between fracture area and tensile strength of cement paste with supplementary cementitious materials. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 79, p. 223–228, 2015.

LI, Z.; JIN, X.; LIN, C. Fracture toughness and microstructure of concrete at early-ages. **Advances in Civil Engineering Materials**, [s. l.], p. 11, 2008.

LLC, M. M. **Michigan Metrology Surface Texture Parameters Glossary**. [s.l.: s.n.].

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R. **A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials**. [s.l.] : CRC Press, 2016.
Disponível em:

<<http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=fc14b5de7b9eaab3e06e17d5ce8d9c67>>. Acesso em: 4 set. 2017.

MANTELLATO, S.; PALACIOS, M.; FLATT, R. J. Impact of sample preparation on the specific surface area of synthetic ettringite. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 86, p. 20–28, 2016.

MATSCHEI, T.; LOTHENBACH, B.; GLASSER, F. P. The role of calcium carbonate in cement hydration. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 37, n. 4, p. 551–558, 2007.

Mechanical Properties and Performance of Engineering Ceramics and Composites III. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=2e0c892a0d6cbb74c7cfc320554224da>>. Acesso em: 25 ago. 2017.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M.; HELENE, P. R. L.; PAULON, V. A. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 3 ed ed. São Paulo: Ibracon, 2008.

MINDESS, S. Fracture toughness testing of cement and concrete. In: CARPINTERI, A.; INGRAFFEA, A. R. (Eds.). **Fracture mechanics of concrete: Material characterization and testing**. Engineering Application of Fracture Mechanics Dordrecht: Springer Netherlands, 1984. p. 67–110.

MINDESS, S.; LAWRENCE, F. V.; KESLER, C. E. The J-integral as a fracture criterion for fiber reinforced concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 7, n. 6, p. 731–742, 1977.

NARAYAN SWAMY, R. Dynamic Poisson's ratio of portland cement paste, mortar and concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 1, n. 5, p. 559–583, 1971.

NAUS, D. J.; LOTT, J. L. Fracture Toughness of Portland Cement Concretes. **Journal Proceedings**, [s. l.], v. 66, n. 6, p. 481–489, 1969.

NETO, C. S. Agregados Naturais, Britados e Artificiais para Concreto. In: ISAIA, G. C. (Ed.). **Concreto: Ciência e tecnologia Vol.1**. São Paulo. v. I.

NETO, P.; BORGES, B. **Efeitos do tipo, tamanho e teor de agregado graúdo na resistência e energia de fratura do concreto**. 2004. [s. l.], 2004. Disponível em: <<http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/265011>>. Acesso em: 19 set. 2017.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 5ª edição ed. [s.l.] : Bookman Editora, 2015. Google-Books-ID: dYOPCgAAQBAJ.

NIKBIN, I. M.; DAVOODI, M. R.; FALLAHNEJAD, H.; FARAHBOD, F. Influence of Mineral Powder Content on the Fracture Behaviors and Ductility of Self-Compacting Concrete. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [s. l.], v. 28, n. 3, p. 04015147, 2016.

NKINAMUBANZI, P.-C.; AİTCIN, P.-C. Cement and Superplasticizer Combinations: Compatibility and Robustness. **Cement, Concrete and Aggregates**, [s. l.], v. 26, n. 2, p. 1–8, 2004.

NUNES, L. C. S.; REIS, J. M. L. Estimation of crack-tip-opening displacement and crack extension of glass fiber reinforced polymer mortars using digital image correlation method. **Materials & Design**, [s. l.], v. 33, p. 248–253, 2012.

OATES, J. A. H. Lime and Limestone: Chemistry and Technology, Production and Uses. In: 1 edition ed. Weinheim: Wiley-VCH, 1998. p. 16 & 81.

OLLIVIER, J. P.; MASO, J. C.; BOURDETTE, B. Interfacial transition zone in concrete. **Advanced Cement Based Materials**, [s. l.], v. 2, n. 1, p. 30–38, 1995.

PACKHAM, D. E. Surface energy, surface topography and adhesion. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, [s. l.], v. 23, n. 6, p. 437–448, 2003.

PADEVET, P.; ZOBAL, O. Changes of the fracture energy of cement paste with addition of fly ash in time. In: TREBUNA, F. (Ed.). **Modelling of Mechanical and Mechatronics Systems**. Amsterdam: Elsevier Science Bv, 2012. v. 48p. 513–519.

PALM, S.; PROSKE, T.; REZVANI, M.; HAINER, S.; MÜLLER, C.; GRAUBNER, C.-A. Cements with a high limestone content – Mechanical properties, durability and ecological characteristics of the concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 119, p. 308–318, 2016.

PANDOLFELLI, V. C.; OLIVEIRA, I. R.; STUART, A. R.; PILEGGI, R. G. **Dispersão e empacotamento de partículas: Princípios e aplicações em processamento cerâmico**. São Paulo: Fazendo Arte Editorial, 2000.

PETERSSON, P.-E. **Crack growth and development of fracture zones in plain concrete and similar materials**. 1981. Lund University, Sweden, 1981. Disponível em: <<http://lup.lub.lu.se/record/1272935>>. Acesso em: 15 jan. 2018.

PIPILIKAKI, P.; BEAZI-KATSIOTI, M. The assessment of porosity and pore size distribution of limestone Portland cement pastes. **Construction and Building Materials**, Compatibility of Plasters and Renders on Salt Loaded Substrates. [s. l.], v. 23, n. 5, Compatibility of Plasters and Renders on Salt Loaded Substrates, p. 1966–1970, 2009.

PLANAS, J.; ELICES, M.; GUINEA, G. V. Measurement of the fracture energy using three-point bend tests: Part 2—Influence of bulk energy dissipation. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 25, n. 5, p. 305–312, 1992.

POPE, A. W.; JENNINGS, H. M. The influence of mixing on the microstructure of the cement paste/aggregate interfacial zone and on the strength of mortar. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 27, n. 23, p. 6452–6462, 1992.

POWERS, T. C. Structure and Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 41, n. 1, p. 1–6, 1958.

PROSKE, T.; HAINER, S.; REZVANI, M.; GRAUBNER, C.-A. Eco-friendly concretes with reduced water and cement contents — Mix design principles and laboratory tests. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 51, p. 38–46, 2013.

QIAN, Z. **Multiscale Modeling of Fracture Processes in Cementitious Materials**. 2012. Technische Universiteit Delft, Netherlands, 2012. Disponível em: <<http://resolver.tudelft.nl/uuid:734b276c-283a-4f7a-8db2-a184453e8dac>>. Acesso em: 23 fev. 2019.

RAHHAL, V.; BONAVETTI, V.; TRUSILEWICZ, L.; PEDRAJAS, C.; TALERO, R. Role of the filler on Portland cement hydration at early ages. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 27, n. 1, p. 82–90, 2012.

RAMEZANIANPOUR, A. A.; GHIASVAND, E.; NICKSERESHT, I.; MAHDIKHANI, M.; MOODI, F. Influence of various amounts of limestone powder on performance of Portland limestone cement concretes. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 31, n. 10, p. 715–720, 2009.

REITERMAN, P.; HOLCAPEK, O.; POLOZHIY, K.; KONVALINKA, P. Fracture Properties of Cement Pastes Modified by Fine Ground Ceramic Powder. In: REITERMAN, P. (Ed.). **Special Concrete and Composites 2014**. Durnten-Zurich: Trans Tech Publications Ltd, 2014. v. 1054p. 182-+.

RELATÓRIO ANUAL 2013: Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. 2013. Disponível em: <<http://www.snec.org.br/pdf/RelatorioAnual2013final.pdf>>. Acesso em: 4 jun. 2017.

REZVANI, M.; PROSKE, T. Influence of chemical-mineralogical properties of limestone on the shrinkage behaviour of cement paste and concrete made of limestone-rich cements. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 157, p. 818–828, 2017.

ROMANO, R. C. de O. **Incorporação de ar em materiais cimentícios aplicados em construção civil**. 2013. text - Universidade de São Paulo, [s. l.], 2013. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-27122013-113747/>>. Acesso em: 17 fev. 2019.

ROZIÈRE, E.; GRANGER, S.; TURCRY, P.; LOUKILI, A. Influence of paste volume on shrinkage cracking and fracture properties of self-compacting concrete. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 29, n. 8, p. 626–636, 2007.

SAKAI, E.; KASUGA, T.; SUGIYAMA, T.; ASAGA, K.; DAIMON, M. Influence of superplasticizers on the hydration of cement and the pore structure of hardened cement. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 36, n. 11, p. 2049–2053, 2006.

SANAHUJA, J.; DORMIEUX, L.; CHANVILLARD, G. Modelling elasticity of a hydrating cement paste. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 37, n. 10, p. 1427–1439, 2007.

SCHÖLER, A.; LOTHENBACH, B.; WINNEFELD, F.; ZAJAC, M. Hydration of quaternary Portland cement blends containing blast-furnace slag, siliceous fly ash and limestone powder. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 55, p. 374–385, 2015.

SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESSEN, P. The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete. **Interface Science**, [s. l.], v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004.

SHAH, S., Ouyang. **Fracture Mechanics Of Concrete**. [s.l.] : Wiley India, 1995.

SHAH, S. P. RILEM TC 89-FMT: Determination of fracture parameters (K_{Ic} and $CTOD_c$) of plain concrete using three-point bend tests. **RILEM Publications SARL**, [s. l.], v. 23, p. 457–460, 1990.

SHI, D.; WINSLOW, D. N. Contact angle and damage during mercury intrusion into cement paste. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 15, n. 4, p. 645–654, 1985.

SNOECK, D.; VELASCO, L. F.; MIGNON, A.; VAN VLIERBERGHE, S.; DUBRUEL, P.; LODEWYCKX, P.; DE BELIE, N. The influence of different drying techniques on the water sorption properties of cement-based materials. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 64, p. 54–62, 2014.

SOUZA, R. B. De. **Estudo da retração em fibrocimento reforçado com fibra polimérica**. 2013. text - Universidade de São Paulo, [s. l.], 2013. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-22102014-095743/>>. Acesso em: 10 fev. 2019.

SOUZA, J. M.; YOSHIMURA, H. N.; PERES, F. M.; SCHÖN, C. G. Effect of sample precracking method and notch geometry in plane strain fracture toughness tests as applied to a PMMA resin. **Polymer testing**, [s. l.], p. 20, 2012.

STANFORD, A. L.; TANNER, J. M. **Physics for students of science and engineering**. [s.l.] : Academic Press, , Elsevier Inc, 1985. Disponível em: <<http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=454ee2d7087660f793e43070a79eb245>>. Acesso em: 3 fev. 2019.

STOCKER, T. F.; QIN, D.; PLATTNER, G.-K.; TIGNOR, M.; ALLEN, S. K.; BOSCHUNG, J.; NAUELS, A.; XIA, Y.; BEX, V.; MIDGLEY, P. M. **Climate change 2013: The physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change**. Cambridge, United Kingdom, and New York, NY, USA: Cambridge University Press, 2014.

STRANGE, P. C.; BRYANT, A. H. The role of aggregate in the fracture of concrete. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 14, n. 8, p. 1863–1868, 1979.

SWARTZ, S. E.; GO, C. G. Validity of compliance calibration to cracked concrete beams in bending. **Experimental Mechanics**, [s. l.], v. 24, n. 2, p. 129–134, 1984.

TADA, H. **Stress Analysis of Cracks Handbook, 3rd Third Edition**. [s.l.] : ASME, 2000.

TAIT, R. B.; FRY, P. R.; GARRETT, G. G. Review and evaluation of the double-torsion technique for fracture toughness and fatigue testing of brittle materials. **Experimental Mechanics**, [s. l.], v. 27, n. 1, p. 14–22, 1987.

TAMARI, S.; AGUILAR-CHÁVEZ, A. Optimum Design of Gas Pycnometers for Determining the Volume of Solid Particles. **Journal of Testing and Evaluation**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 12674, 2005.

TATONE, B. S. A.; GRASSELLI, G. A method to evaluate the three-dimensional roughness of fracture surfaces in brittle geomaterials. **The Review of Scientific Instruments**, [s. l.], v. 80, n. 12, p. 125110, 2009.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2 edition ed. London: Thomas Telford Publishing, 1997.

TSIVILIS, S.; CHANIOTAKIS, E.; KAKALI, G.; BATIS, G. An analysis of the properties of Portland limestone cements and concrete. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 24, n. 3–4, p. 371–378, 2002.

UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME (UNEP). Sustainable building and construction: facts and figures. **Industry and Environment: Sustainable building and construction**, [s. l.], v. 26, n. 2–3, 2003.

VARHEN, C.; DILONARDO, I.; DE OLIVEIRA ROMANO, R. C.; PILEGGI, R. G.; DE FIGUEIREDO, A. D. Effect of the substitution of cement by limestone filler on the rheological behaviour and shrinkage of microconcretes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 125, p. 375–386, 2016.

VELEZ, K.; MAXIMILIEN, S.; DAMIDOT, D.; FANTOZZI, G.; SORRENTINO, F. Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 31, n. 4, p. 555–561, 2001.

VORBURGER, T. V.; RHEE, H.-G.; RENEGAR, T. B.; SONG, J.-F.; ZHENG, A. Comparison of optical and stylus methods for measurement of surface texture. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, [s. l.], v. 33, n. 1, p. 110–118, 2007.

WATSON, K. Estimation of Fracture Surface-Energy as a Measure of Toughness of Hardened Cement Paste. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 8, n. 5, p. 651–656, 1978.

WEBB, P. A.; ORR, C.; CAMP, R. W.; OLIVIER, J. P.; YUNES, Y. S. **Analytical Methods in Fine Particle Technology**. 1st edition ed. Norcross: Micromeritics Instrument, 1997.

WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT (WBCSD). **The cement sustainability initiative: Climate actions.** [s.l: s.n.].

XU, S.; REINHARDT, H. W. Determination of double-K criterion for crack propagation in quasi-brittle fracture, Part II: Analytical evaluating and practical measuring methods for three-point bending notched beams. **International Journal of Fracture**, [s. l.], v. 98, n. 2, p. 151–177, 1999.

XU, S.; ZHU, Y. Experiment studies on fracture energy of cement paste and mortar. In: ALFAIATE, J.; ALIABADI, M. H.; GUAGLIANO, M.; SUSMEL, L. (Eds.). **Advances in Fracture and Damage Mechanics Vi.** Durnten-Zurich: Trans Tech Publications Ltd, 2007. v. 348–349p. 169-+.

XU, S.; ZHU, Y. Experimental determination of fracture parameters for crack propagation in hardening cement paste and mortar. **International Journal of Fracture**, [s. l.], v. 157, n. 1–2, p. 33–43, 2009.

ZAMPINI, D.; JENNINGS, H.; SHAH, S. The interfacial transition zone and its influence on the fracture behavior of concrete. In: DIAMOND, S.; MINDESS, S.; GLASSER, F. P.; ROBERTS, L. W.; SKALNY, J. P.; WAKELEY, L. D. (Eds.). **Microstructure of Cement-Based Systems/Bonding and Interfaces in Cementitious Materials.** Pittsburgh: Materials Research Soc, 1995. v. 370p. 357–366.

ZHANG, J.; SCHERER, G. W. Comparison of methods for arresting hydration of cement. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 41, n. 10, p. 1024–1036, 2011.

ZHENG, J. J.; LI, C. Q.; ZHOU, X. Z. Thickness of interfacial transition zone and cement content profiles around aggregates. **Magazine of Concrete Research**, [s. l.], v. 57, n. 7, p. 397–406, 2005.

ANEXO

A análise de variância comparando os grupos de resultados a região de análise, entalhe e fratura, dos parâmetros de fratura *RN*, *Sq* e *Rz* é indicada na Tabela A 1. Em comparação, os resultados da região de fratura apresentaram diferença significativa em relação aos resultados da região de entalhe.

Tabela A 1 – Análise de variância entre os resultados da região de fratura e entalhe em função de cada composição estudada.

Composição	Parâmetro		GL	SQ	MQ	F	P	Resultado
CPV	RN	Modelo	1	3,413	3,413	39,726	$5,24 \cdot 10^{-9}$	Significativo
		Erro	118	10,139	0,086	-	-	
		Total	119	13,552	-	-	-	
	Sq	Modelo	1	3507,762	3507,762	130,460	$8,37 \cdot 10^{-21}$	Significativo
		Erro	118	3172,737	26,888	-	-	
		Total	119	6680,499	-	-	-	
	Rz	Modelo	1	144036,237	144036,237	61,965	$1,88 \cdot 10^{-12}$	Significativo
		Erro	118	274289,108	2324,484	-	-	
		Total	119	418325,346	-	-	-	
CP MF	RN	Modelo	1	4,694	4,694	42,826	$3,34 \cdot 10^{-9}$	Significativo
		Erro	92	10,084	0,010	-	-	
		Total	93	14,779	-	-	-	
	Sq	Modelo	1	3101,664	3101,664	137,173	$6,22 \cdot 10^{-20}$	Significativo
		Erro	92	2080,226	22,611	-	-	
		Total	93	5181,870	-	-	-	
	Rz	Modelo	1	157495,841	157495,841	116,929	$4,53 \cdot 10^{-18}$	Significativo
		Erro	92	123917,860	1346,933	-	-	
		Total	93	281413,701	-	-	-	
CP HF	RN	Modelo	1	21,769	21,769	29,816	$3,53 \cdot 10^{-7}$	Significativo
		Erro	99	72,279	0,730	-	-	
		Total	100	94,047	-	-	-	
	Sq	Modelo	1	3800,260	3800,260	192,476	$5,99 \cdot 10^{-25}$	Significativo
		Erro	99	1954,667	19,744	-	-	
		Total	100	5754,927	-	-	-	
	Rz	Modelo	1	181701,257	181701,257	41,085	$4,98 \cdot 10^{-9}$	Significativo
		Erro	99	437830,724	4422,533	-	-	
		Total	100	619531,981	-	-	-	

Legenda: GL - grau de liberdade; SQ – soma dos quadrados; MQ – média dos quadrados; F e P – parâmetros de Fisher para o teste de significância.

Todas as curvas *carga x deslocamento*, obtidas dos ensaios de flexão por carregamento em três pontos das pastas de cimento são indicadas nas Figura A

1, Figura A 2 e Figura A 3. Os resultados foram separados em lotes de produção, que correspondem à ordem cronológica de produção dos corpos de prova. Ao comparar os resultados, pode-se observar que as composições CP HF apresentaram as maiores cargas máximas e menores deslocamento finais. As amostras referentes à composição CP MF apresentaram as menores cargas máximas e maiores deslocamentos finais, com resistências residuais em mais de 70% dos resultados, embora a propagação das fissuras, mesmo com controle por taxa de deslocamento, ocorreu sem controle. As amostras da composição de referência, CPV, apresentaram comportamento intermediário entre as outras duas composições e propagação instável dos defeitos, ou seja, abrupta e sem resistência residual. Todos os resultados indicam que o método adotado para o ensaio, que tem o objetivo de medir a energia de fraturamento, não é adequado, devendo ser revisto de forma a proporcionar comportamento quase-frágil com propagação de fissuras de forma controla.

Figura A 1 - Primeiro lote de ensaios de flexão nas pastas de cimento. O signo * indica que a ruptura não ocorreu no entalhe produzido.

Figura A 2 - Segundo lote de ensaios de flexão nas pastas de cimento.

Figura A 3 - Terceiro lote de ensaios de flexão nas pastas de cimento. O signo * indica que a ruptura não ocorreu no entalhe produzido.