

ANDRESSA CAROLINE DE ASSUNÇÃO REGO

**Sistema ternário cimento portland – aluminato de cálcio – anidrita aplicado
em argamassas autonivelantes: uma análise comparativa entre teores,
cimentos portland e produtos comerciais**

São Paulo

2023

ANDRESSA CAROLINE DE ASSUNÇÃO REGO

Sistema ternário cimento portland – aluminato de cálcio – anidrita aplicado em argamassas autonivelantes: uma análise comparativa entre teores, cimentos portland e produtos comerciais

Versão Revisada

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

Professor orientador:

Prof. Dr. Rafael Giuliano Pileggi

Co-orientador:

Dr. Fábio Alonso Cardoso

São Paulo

2023

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.

São Paulo, 05 de setembro de 2023

Assinatura do autor: Andressa Rego

Assinatura do orientador: Rafael G. Pellegrini

Catlogação-na-publicação

Rego, Andressa Caroline de Assunção

Sistema ternário cimento portland – aluminato de cálcio – anidrita aplicado em argamassas autonivelantes: uma análise comparativa entre teores, cimentos portland e produtos comerciais / A. C. A. Rego -- versão corr. -- São Paulo, 2023.

203 p.

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

1.Argamassa autonivelante 2.sistema ternário Portland, Aluminato de cálcio, Anidrita 3.Compensação da retração 4.Resistência inicial 5.Etringita I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Construção Civil II.t.

REGO, A. C. A. **Sistema ternário cimento Portland – aluminato de cálcio – anidrita aplicado em argamassas autonivelantes**: uma análise comparativa entre teores, cimentos portland e argamassas comerciais. 2023. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Construção Civil) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 2023.

Aprovado em:

Banca Examinadora

Prof. Dr. Rafael Giuliano Pileggi

Instituição: EP – USP

Julgamento: Aprovada

Prof. Dr. Angela Borges Masuero

Instituição: UFRGS - Externo

Julgamento: Aprovada

Prof. Dr. Sandro Marden Torres

Instituição: UFPB

Julgamento: Aprovada

*Dedico este trabalho à minha primeira filha única de quatro patas, a gatinha frajola Pepeta,
que mesmo em um período curto de tempo mudou a minha vida.*

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi resultado de um extenso processo de aprendizado o qual foi equilibrado com muita persistência entre o mundo acadêmico e o profissional. No âmbito acadêmico sou grata ao meu orientador Prof. Dr. Rafael Pileggi por todas as palavras de incentivo que me fizeram acreditar no meu potencial, ao meu co-orientador Dr. Fábio Cardoso por estar presente no dia a dia de discussões e testes, o qual agradeço por todos os insights técnicos que me fizeram alinhar meus pensamentos. Aos professores Dr. Antônio Figueiredo, Dr. Antônio Coelho, Dr. Sérgio Angulo, Dr. Douglas Gouvêa, Dr. Roberto Cesar Romano, Dr. Marco Quattrone e a eterna Prof. Dr. Maria Alba Cincotto. Aos pesquisadores que me auxiliaram de diversas formas, como o Marcel, Estevão, Vavá, Jenicio, Adilson e Mário, e ao suporte administrativo como a Wandréa, Engrácia e Milton, mas principalmente ao Pedro Abraão pelas essenciais trocas de conhecimento, o Thiago Nobre pela ajuda em me introduzir ao DRX e à Daniele Pessutto por ter tamanha competência e generosidade. Na universidade também tive a oportunidade de fazer amigos incríveis que apesar do afastamento físico, devido a um período de distanciamento social, continuam sendo constantemente lembrados e queridos. No âmbito profissional agradeço à antiga Kerneos e hoje Imerys pelo tempo despendido e fornecimento de matérias primas para viabilizar o trabalho, e também pela compreensão de todos que entenderam a importância do mestrado e me auxiliaram nesse grande universo dos cimentos aluminosos, como os meus colegas Paulo Evangelista, Samuel Oliveira, Charles Alt, Pascal Taquet, Bárbara Benevenuti, Laure Martin, Thomas Tolive, Matthew Duarte e Joseph Ross. Também agradeço à Votorantim cimentos pelo fornecimento de material para estudo. Essa conquista também é resultado do apoio de uma família sempre presente e que acreditou em mim, meus pais Humberto e Solange e meus irmãos Renata e Vitor, além de amigos hoje presentes ou que de alguma forma fizeram parte da minha trajetória, como as minhas melhores amigas, Raíssa Loureiro que sempre me acolheu em momentos de crise, e Tamiris Molina que mesmo de longe sempre soube dizer as palavras certas. E à minha psicóloga Priscila Nascimento que com muita paciência e profissionalismo sempre me apresentou as evidências e me ajudou a ir no caminho certo.

RESUMO

REGO, A. C. A. **Sistema ternário cimento Portland – aluminato de cálcio – anidrita aplicado em argamassas autonivelantes**: uma análise comparativa entre teores, cimentos portland e produtos comerciais. 2023. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Construção Civil) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2023.

A crescente busca por agilidade na construção civil impulsiona uma tendência de produtos que precisam garantir que os sistemas construtivos atendam a expectativa de alta produtividade, rápida liberação da obra e longa durabilidade. O desenvolvimento da argamassa autonivelante é uma resposta a isto, a qual agiliza o processo de regularização de contrapisos devido a sua auto fluidez, pouco volume de material, fácil transporte e a aplicação que exige pouca mão-de-obra. Porém, o controle durante todo o ciclo de produção até a execução deve ser acurado, principalmente em relação aos tipos e dosagens de matérias primas que devem atender ao requisito de manter a fluidez e também a estabilidade dimensional, uma combinação que exige elevado controle no teor de água e no fator área/espessura de modo a evitar elevados níveis de retração e fissuras. Por isso, este trabalho tem o objetivo de avaliar argamassas autonivelantes com sistemas que compensam a retração pelo mecanismo de expansão devido a formação da etringita, desde o estado fresco até o endurecido. Para isso, a avaliação foi dividida em dois grupos: (i) Argamassas autonivelantes comerciais com a finalidade de gerar parâmetros de referência do mercado; (ii) Argamassas autonivelantes com sistema ternário cimento Portland – cimento Aluminato de cálcio – Anidrita (OPC-CAC-CaSO₄), com a análise de como o fabricante do OPC e o teor de substituição deste por CAC+CaSO₄ afeta as suas propriedades. A análise consiste na avaliação do comportamento reológico, cinética de consolidação e reação, desenvolvimento da resistência mecânica, variação dimensional no estado fresco e endurecido e evolução da formação de fases e água combinada por DRX e TG. O estudo demonstrou que de forma geral as argamassas autonivelantes são da mesma família reológica em relação à baixa tensão de escoamento e aos níveis de viscosidade e, para o sistema OPC-CAC-CaSO₄, o aumento do teor de substituição acelera a cinética de consolidação, de reação e o desenvolvimento da resistência mecânica, assim como o início e nível da expansão na compensação da retração. Porém, dentre os fabricantes de OPC analisados, para o que contém dihidrato em sua composição, a argamassa apresentou reduzido tempo de trabalhabilidade e diminuição da resistência mecânica a longo prazo com o aumento do teor de substituição, uma possível consequência do rápido consumo observado do dihidrato e da baixa dissolução das fases silicatos de cálcio, pois estas permaneceram em elevados níveis de intensidade mesmo após 28 dias. Assim, os resultados demonstraram que, de modo geral, as argamassas autonivelantes com sistema OPC-CAC-CaSO₄ atendem aos parâmetros do mercado observados nas Comerciais, mas que a dosagem de CAC+CaSO₄ não é a mesma para fabricantes diferentes de OPC, a qual deve ser otimizada de acordo com os requisitos impostos.

Palavras-chave: Argamassa autonivelante; Sistema ternário Cimento Portland – Cimento de Aluminato de cálcio - Sulfato de cálcio; Origem do cimento Portland; Teor de substituição do Portland; Cinética de consolidação; Compensação de retração; Resistência mecânica.

ABSTRACT

REGO, A. C. A. **Ternary system Portland cement – calcium aluminate – anhydrite applied in self leveling mortars**: a comparative analysis between contents, portland cements and commercial products. 2023. Thesis (Master's degree in Civil Construction Engineering) – Polytechnic School, University of São Paulo, São Paulo, 2023.

The growing search for agility in civil construction drives a trend of products that need to ensure that construction systems meet the expectation of high productivity, quick release of the work and long durability. The development of self-levelling mortar is a response to this, which speeds up the process of smoothing subfloors due to its self-flow, low volume of material, easy transport and the application requires little manpower. However, the control throughout the production cycle until execution must be accurate, mainly in relation to the types and dosages of raw materials that must meet the requirement of maintaining fluidity and also dimensional stability, a combination that requires high control in the content of water and in the area/thickness factor in order to avoid high levels of shrinkage and cracking. Therefore, this work aims to evaluate self-leveling mortars with systems that compensate for shrinkage by the expansion mechanism due to the formation of ettringite, from the fresh to the hardened state. For this, the evaluation was divided into two groups: (i) Commercial self-levelling mortars with the purpose of generating market reference parameters; (ii) Self-levelling mortars with a ternary system Portland cement – Calcium aluminate cement – Anhydrite (OPC-CAC-CaSO₄), with an analysis of how the OPC manufacturer and the level of replacement of this by CAC+CaSO₄ affects its properties. The analysis consists of evaluating the rheological behavior, consolidation and reaction kinetics, development of mechanical resistance, dimensional variation in the fresh and hardened state and evolution of the formation of phases and combined water by XRD and TG. The study demonstrated that, in general, self-leveling mortars belong to the same rheological family in terms of low yield stress and viscosity levels and, for the OPC-CAC-CaSO₄ system, the increase in the substitution content accelerates the consolidation kinetics, of reaction and the development of mechanical strength, as well as the onset and level of expansion in compensating for shrinkage. However, among the analyzed OPC manufacturers, for those containing dihydrate in their composition, the mortar showed a reduced workability time and a decrease in long-term mechanical resistance with the increase in the replacement content, a possible consequence of the observed rapid consumption of dihydrate and the low dissolution of the calcium silicate phases, as these remained at high intensity levels even after 28 days. Thus, the results showed that, in general, the self-levelling mortars with OPC-CAC-CaSO₄ system meet the market parameters observed in Commercial, but that the dosage of CAC+CaSO₄ is not the same for different manufacturers of OPC, which must be optimized according to the imposed requirements.

Keywords: Self-leveling mortar; Ternary system Portland cement – Calcium Aluminate Cement – Calcium Sulfate; Origin of Portland cement; Portland substitution ratio; Consolidation kinetics; Shrinkage compensation; Mechanical strength.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (a) Contrapiso cimentício semi-seco tradicional (b) Argamassa autonivelante.	31
Figura 2 - Exemplos de aplicações de argamassas autonivelantes: (a) Piso industrial; (b) Piso decorativo.	35
Figura 3 - Sistema de pisos composto por laje de concreto, argamassa contrapiso autonivelante (SLS), Argamassa autonivelante subcamada (SLU) e argamassa colante com cerâmica ou porcelanato.	36
Figura 4 - Exemplos de fissuras encontradas em argamassas autonivelantes.	37
Figura 5 - Esquema da retração que sistemas cimentícios estão sujeitos.	38
Figura 6 - Diagrama de propriedades, ações necessárias para alcançá-las e consequências que podem causar manifestações patológicas em argamassas autonivelantes.	38
Figura 7 - Figura esquemática da variação dimensional de argamassas autonivelantes cimentícias com e sem compensação da retração com rápido tempo de pega e expansão, em condições ambientais até 160 dias.	39
Figura 8 - Sistema ternário OPC-CAC-CaSO ₄ com área destacada para sistemas ricos em cimento Portland e tipo considerando CAC/CaSO ₄ igual a 2. Onde os tipos usuais são: OPC é o cimento Portland com menor teor de adições e, portanto, maior teor das fases C ₃ S e C ₂ S, como o CP V ARI no Brasil, CEM I na Europa e ASTM – tipo I nos Estados Unidos; CAC é o cimento aluminato de cálcio com Al ₂ O ₃ na faixa 40-50% podendo ou não conter Fe ₂ O ₃ ; e CaSO ₄ o sulfato de cálcio do tipo anidrita.	41
Figura 9 - Taxa de evolução do calor durante a hidratação do cimento Portland e do cimento Aluminato de cálcio, com as reações destacadas.	44
Figura 10 - O diagrama de fases do sulfato de cálcio na água utilizando o modelo Eletrólito solvente misto (MSE). As curvas sólida e pontilhada indicam as fases estável e	

metaestável para cada temperatura, respectivamente. A área destacada é a temperatura ambiente em que o material usualmente é aplicado, 5 a 40°C..... 49

Figura 11 - Ilustração esquemática de como a razão $CAC/(CAC + OPC)$ influencia o tempo de pega do sistema binário OPC/CAC. 51

Figura 12 - Calor de hidratação e desenvolvimento de C-S-H e etringita em pastas com Portland puro, binário OPC/CAC/ $CaSO_4$ 85/15/0 e o ternário 80/13/7. 53

Figura 13 - Calor de hidratação para o sistema puro e ternários OPC/CAC/ $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ com diferentes dosagens de sulfato de cálcio (hemidrato): OPC puro, 75/25/0, 73/24/3, 71/24/5. 53

Figura 14 - Comportamento reológico demonstrado por curvas torque versus velocidade de rotação de alguns tipos de argamassas: argamassas de fabricação brasileiras como Revestimento e/ou assentamento de alvenaria (Render-A), Revestimento decorativo monocamada (Render-B), Revestimento interno (Render-C); Argamassas colantes cimentícias dos tipos ACI (CTA-A) e ACIII (CTA-B); Argamassas autonivelantes BASF-Alemanha contendo aluminato de cálcio com diferentes combinações de aditivos, como SLM-A, SLM-B e SLM-C. A figura (a) mostra os resultados de todas as argamassas, e a tabela dentro da figura detalha os valores de torque de escoamento e viscosidade plástica (* equivalente à viscosidade plástica com base nas curvas de torque x rotação (DE FRANÇA et al., 2019)) e (b) linhas de tendência linear das argamassas CTA e SLM com ampliação da região com valores de torque até 0.5 N.m e velocidade de rotação até 100 RPM. Todos os testes foram feitos no reômetro rotacional da Poli-USP com configuração planetária e raquete do tipo atritor, ciclo de cisalhamento em etapas com rotação até 190RPM (DE FRANÇA et al., 2019)..... 55

Figura 15 - Ilustração esquemática do comportamento reológico em regiões com diferentes desempenhos em composições autoadensáveis de acordo com a tensão de escoamento e a viscosidade 56

Figura 16 - Comparação entre fluxo máximo de calor após 5 min de mistura e diâmetro do flow inicial em argamassas autonivelantes com sistema ternário OPC/CAC/ $CaSO_4 \cdot xH_2O$ 50/32/18 (x=0, 0,5 ou 2). 57

Figura 17 - Fluxo de calor acumulado em função do tempo nas primeiras 10 horas para composições de pastas OPC / CAC / $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. (a) Influência do aumento do CAC em Portland puro e binários 85/15/0 e 75/25/0. (b) Influência do aumento de $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ em 75/25/0, 73/24/3 e 71/24/5.....58

Figura 18 - Variação do conteúdo de dispersante à base de policarboxilato através do aumento da quantidade do aditivo expansivo à base de CSA de modo a permanecer constante o teste de espalhamento em concretos auto adensáveis de alto desempenho.59

Figura 19 - (a) Viscosidade aparente na taxa de cisalhamento 15s^{-1} em função do tempo e (b) em função do fluxo de calor acumulado de quatro argamassas autonivelantes, duas formulações ricas em CAC com composição de ligantes OPC / CAC / $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ como 4/20/7 comparando os ácidos cítrico e tartárico (durante 30 minutos) e duas ricas em OPC com composições de ligantes OPC / CAC / CaSO_4 como 16/8/4 e 19/12/7 comparando o teor de ácido cítrico (durante 60 minutos).60

Figura 20 - Desenvolvimento de resistência mecânica em materiais cimentícios com sistemas binários OPC/CAC 92.5/7.25 e 80/20.61

Figura 21 - Resistências mecânicas 24 horas e 28 dias para argamassas autonivelantes pelo aumento do teor de anidrita adicionado no sistema ternário OPC/CAC/ CaSO_4 nas proporções 72/28/0 , 68/26/5 , 65/25/10 , 62/24/14 , 59/23/18 , 58/22/20; 57/22/22; 55/21/23, 54/21/25.....62

Figura 22 - Ilustração esquemática da variação dimensional de um sistema binário OPC / CAC e de um sistema ternário OPC / CAC / CaSO_4 em condições de temperatura e umidade ambiente.....62

Figura 23 - Variação dimensional de argamassas autonivelantes com sistema ternário OPC / CAC / CaSO_4 nas dosagens 85/10/5, 80/10/10, 75/10/15, umidade relativa do ar 95%, temperatura de 22°C até 24 horas e umidade ambiente após 24 horas.....63

Figura 24 - Fluxo de calor e variação dimensional inicial de sistemas ternários com fíler calcário ou de quartzo durante as primeiras 24 horas de hidratação.64

Figura 25 - Ilustração esquemática da variação dimensional e fluxo de calor de um material cimentício com compensação de retração por formação de etringita e correlação com tempos de pega..... 65

Figura 26 - (a) Etringita em forma de agulha fina/alongada; (b) Forma prismática da etringita..... 66

Figura 27 - Variação dimensional e resistência à compressão 6 horas e 24 horas de argamassas autonivelantes com diferentes tipos de sulfato de cálcio adicionados na proporção de ligantes no sistema ternário OPC / CAC / CaSO₄ = 50 / 32 / 18..... 68

Figura 28 - Variação dimensional de um “SHCC - strain-hardening cement composite” (compósito de cimento reforçado por tensão) convencional com 0,75% de fibra de polietileno (FP) e 0,75% de fibra de aço enganchada (FA) em volume, e outro também com essas fibras, mas com 10% de cimento Portland substituído pelo aditivo expansivo de base CSA. Temperatura 20°C e umidade relativa do ar 50%..... 69

Figura 29 - Variação dimensional de um sistema cimentício com 7% de superplastificante de poliácrlato que possui efeitos redutores de retração por secagem (SRA + SP), e outro com 7% de SRA + SP mais 25% do aditivo expansor de base CaO, em kg/m³, e um OPC puro como controle. Condições de cura: 20°C com cobertura de polietileno por 1 dia e depois exposição permanente ao ar com umidade relativa do ar de 55%. 70

Figura 30 - Variação dimensional dos sistemas cimentícios: cimento Portland puro; 15% de Portland substituído por aditivo expansivo baseada em CSA; 6% de Portland substituído pelo aditivo expansor à base de CaO. As amostras foram desmoldadas após 6 horas e imersas em água de cal saturada por 7 dias e posteriormente expostas a condições ambientais de 23°C e 50% de umidade relativa do ar. 71

Figura 31 - Artigos publicados e acumulados ao longo do tempo para combinações de palavras-chave: Self-leveling mortar, Shrinkage, Portland-Calcium Aluminate-Anhydrite. A plataforma usada como fonte foi <www.sciencedirect.com> através dos tipos “Artigos de revisão, Artigos de pesquisa, Resumos de conferências, Informações sobre conferências, Mini revisões, Artigos de dados e Revisões de produtos” em (**) 28 de maio de 2023, não

considerando o ano completo. (*) “Self-leveling mortar” inclui também: self-leveling underlayment, self-leveling screed e self-leveling compound.....	74
Figura 32 – Métodos de análise das características das matérias primas.....	77
Figura 33 – Métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes.....	77
Figura 34 – (a) Reômetro HAAKE™ MARS™ 60, (b) geometria cilindro concêntrico, (c) Cobertura de plástico para evitar evaporação.....	83
Figura 35 – Esquema da geometria cilindro concêntrico com superfície ranhurada e gap entre cilindros de 3mm, onde $A_e = 52,8\text{mm}$, $A_i = 34,5\text{mm}$, $R_i = 10\text{mm}$, $R_e = 13\text{mm}$	83
Figura 36 – Ilustração dos ensaios de fluxo (a) e oscilatório (b).....	84
Figura 37 – Demonstração do teste para obtenção do tempo de trabalhabilidade de argamassas autonivelantes (Healing time) onde cortes são feitos a cada 5 minutos.	85
Figura 38 – Equipamento de medição de retração ou expansão Walter & Bai do tipo SWG-H-400, com destaque para molas sensíveis à movimentação e a argamassa no estado fresco na figura a esquerda e os pinos na figura a direita.	87
Figura 39 - Distribuição discreta do tamanho de partículas dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.	93
Figura 40 - Distribuição acumulada abaixo do tamanho de partículas dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.	94
Figura 41 - Sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 com área destacada em azul para sistemas ricos em cimento Portland e razão $\text{CAC}/\text{CaSO}_4=2$, e em laranja os teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30% utilizados nas argamassas formuladas em laboratório, onde OPC é o cimento Portland CP V ARI, CAC é o cimento aluminato de cálcio com Al_2O_3 50% e CaSO_4 anidrita.	99
Figura 42 – Curva de volume na classe do tamanho de partículas dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO_4 , fíler e areia.	100
Figura 43 – Distribuição discreta do tamanho de partículas dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO_4 , fíler e areia.	101

Figura 44 - Difratoograma dos cimentos PA, PB e PC, com principais picos identificados. As siglas e nome das fases estão na Tabela 13.....	103
Figura 45 - Difratoograma do cimento PD, com principais picos identificados. As siglas e nome das fases estão na Tabela 13.	104
Figura 46 – Diâmetros do flow em relação ao tempo das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.....	107
Figura 47 – Tempo de passagem pelo flow cup em relação ao tempo das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.....	108
Figura 48 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento para as argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.....	109
Figura 49 – Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento para as argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D. Curvas plotadas através do resultado da equação e variáveis obtidas pelo software Origin.	110
Figura 50 – Relação entre a componente elástica G' e o tempo para as argamassas comerciais A, B, C e D, incluindo o tempo de trabalhabilidade.....	111
Figura 51 – Relação entre a componente viscosa G'' e o tempo para as argamassas comerciais A, B, C e D.....	112
Figura 52 – Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.....	113
Figura 53 – Fluxo de calor por massa de finos até 72 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.....	113
Figura 54 - Fluxo de calor por massa de finos até 9 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.	114
Figura 55 - Fluxo de calor acumulado por massa de finos até 72 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.....	115

Figura 56 – Curva calor acumulado versus componente elástica G' das argamassas comerciais A, B, C e D.	116
Figura 57 – Curvas de Componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais A, B, C e D e tempos de trabalhabilidade.	117
Figura 58 – Variação dimensional em relação ao tempo nas primeiras 24 horas após a mistura das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.....	118
Figura 59 – Resistência à compressão em relação ao tempo das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.....	119
Figura 60 – Resistência à tração na flexão em relação ao tempo das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.....	119
Figura 61 – Variação dimensional e resistência à compressão 4 horas e 24 horas das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.	120
Figura 62 - Variação dimensional em relação ao tempo de 24 horas até 28 dias das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D quando as barras foram mantidas ao ar.	121
Figura 63 - Variação dimensional em relação ao tempo de 24 horas até 28 dias das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D quando as barras foram mantidas submersas em água.	121
Figura 64 - Variação dimensional em relação ao tempo até 28 dias das argamassas comerciais A, B, C e D, mantidas ao ar considerando valor inicial 24 horas o obtido pelo equipamento Walter&Bai ao estabilizar.	122
Figura 65 – Difrátogramas dos anidros e hidratados das pastas das argamassas comerciais (a) A, (b) B, (c) C e (d) D nas idades anidro, 4 horas, 24 horas e 28 dias, com foco no consumo das fases anidras e formação dos hidratos.	125
Figura 66 – Intensidade da etringita nas argamassas comerciais ao longo do tempo.	126

Figura 67 – DTG dos finos das argamassas autonivelantes comerciais (a) A, (b) B, (c) C e (d) D dos materiais anidro e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.....	130
Figura 68 – Perdas de massa dos finos das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D pela TG nas faixas de temperatura (a) 0-145°C, (b) 145-200°C e (c) 200-380°C dos materiais anidros e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.....	131
Figura 69 - Perdas de massa dos finos das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D pela TG nas faixas de temperatura (a) 380-500°C, (b) 80-1000°C e (c) 500-870°C dos materiais anidros e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.....	131
Figura 70 – Curvas de evolução do fluxo de calor dos cimentos PA, PB, PC, PD e CAC até 72 horas de hidratação.	134
Figura 71 - Curvas de evolução do fluxo de calor dos cimentos PA, PB, PC e PD até 24 horas de hidratação.	135
Figura 72 - Curvas do calor acumulado dos cimentos PA, PB, PC, PD e CAC até 72 horas de hidratação.	135
Figura 73 – Diâmetros do flow 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PA e PD.....	136
Figura 74 - Diâmetros do flow 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PB e PC.	136
Figura 75 – Tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PA e PD.	137
Figura 76 - Tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PB e PC.....	137
Figura 77 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento e diâmetro do flow 6 minutos das argamassas autonivelantes com PA e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO4)	138
Figura 78 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento e diâmetro do flow 6 minutos das argamassas autonivelantes com PD e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO4)	138

- Figura 79 - Relação entre o módulo elástico G' e o tempo e os tempos de trabalhabilidade das argamassas contendo PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄). 140
- Figura 80 - Relação entre o módulo elástico G' e o tempo das argamassas contendo PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade..... 140
- Figura 81 - Relação entre o módulo viscoso G'' e o tempo das argamassas contendo PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade..... 141
- Figura 82 - Relação entre o módulo viscoso G'' e o tempo das argamassas contendo PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade..... 141
- Figura 83 - Tempo de trabalhabilidade, de pega inicial e final das argamassas autonivelante formuladas em laboratório com cimento PA e PD e teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄). 142
- Figura 84 - Tempo de trabalhabilidade, de pega inicial e final das argamassas autonivelante formuladas em laboratório com cimento PB e PC e teores de substituição 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄). 143
- Figura 85 – Placas das argamassas autonivelantes com cimentos PA e PD com CAC+CaSO₄ em 20%, 25% e 30% após 24 horas do teste de tempo de trabalhabilidade. 143
- Figura 86 - Placa da argamassa autonivelante com cimento PA e com CAC+CaSO₄ em 0% após 24 horas do teste de tempo de trabalhabilidade. 144
- Figura 87 – Evolução do fluxo de calor das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas. Tempo de pega do PA_0%(CAC+CaSO₄) é apresentado..... 145
- Figura 88 – Evolução do fluxo de calor das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 10 horas com tempos de pega de 20%, 25% e 30%. 145
- Figura 89 – Evolução do calor acumulado das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas. 146

Figura 90 - Evolução do fluxo de calor das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) até 72 horas. Tempo de pega do PD_0%(CAC+CaSO ₄) é apresentado.	147
Figura 91 - Evolução do fluxo de calor das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) até 10 horas com tempos de pega de 20%, 25% e 30%.	147
Figura 92 - Evolução do calor acumulado das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) até 72 horas.	148
Figura 93 – Curvas do calor acumulado versus a componente elástica G' das argamassas contendo PA com teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30% (CAC+CaSO ₄).	149
Figura 94 – Curvas do calor acumulado versus a componente elástica G' das argamassas contendo PD com teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30% (CAC+CaSO ₄).	149
Figura 95 - Curvas da componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais contendo PA e teor de substituição do Portland de 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	150
Figura 96 - Curvas da componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais contendo PD e teor de substituição do Portland de 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	151
Figura 97 - Variação dimensional de até 12 horas das argamassas com PA, PB, PC e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄). Apenas para observação da estabilidade após 4 horas de hidratação. Detalhamento será realizado nas figuras seguintes.	152
Figura 98 – Variação dimensional de até 4 horas das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	152
Figura 99 - Variação dimensional de até 12 horas das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	153

Figura 100 – Relação entre o teor de substituição do Portland (CAC+CaSO ₄) e (a) a altura da expansão da curva da compensação da retração e (b) o início a expansão da compensação da retração para ar argamassa contendo PA, PB, PC e PD.....	154
Figura 101 – Resistência à compressão 4 horas, 24 horas, 7 dias e 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	155
Figura 102 - Resistência à compressão 4 horas, 24 horas, 7 dias e 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).....	155
Figura 103 – Resistência à compressão 4 horas por teor de substituição do Portland para as argamassas contendo cimento PA, PB, PC e PD.	156
Figura 104 - Resistência à tração na flexão 24 horas e 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	157
Figura 105 - Resistência à tração na flexão 24 horas e 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).....	157
Figura 106 – Resistência à compressão e à tração na flexão 28 dias para as argamassas contendo os cimentos PA, PB, PC e PD e teores de substituição CAC+CaSO ₄ de 0%, 20%, 25% e 30%.	158
Figura 107 – Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar.	159
Figura 108 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar.	159
Figura 109 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄) quando corpos de prova são submersos em água.	160

Figura 110 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são submersos em água..... 160

Figura 111 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar considerando valor inicial 24 horas como o obtido pelo equipamento Walter&Bai no momento que a variação dimensional estabiliza. 161

Figura 112 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar considerando valor inicial 24 horas como o obtido pelo equipamento Walter&Bai no momento que a variação dimensional estabiliza. 162

Figura 113 – Difractogramas das pastas das argamassas autonivelantes com PA anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄)..... 164

Figura 114 - Difractogramas das pastas das argamassas autonivelantes com PD anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄)..... 165

Figura 115 – Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 0-145°C..... 167

Figura 116 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 145-200°C..... 167

Figura 117 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 200-380°C..... 168

Figura 118 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 380-500°C..... 169

Figura 119 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 500-870°C..... 170

Figura 120 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 870-1000°C..... 170

- Figura 121 – DTG das pastas das argamassas autonivelantes com PA anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄)..... 171
- Figura 122 – DTG das pastas das argamassas autonivelantes com PD anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄)..... 172
- Figura 123 – Variação dimensional do estado fresco para o endurecido em função do tempo para as argamassas autonivelante Comercial C, PA_0%(CAC+CaSO₄) e PD_0%(CAC+CaSO₄)..... 178
- Figura 124 – Variação dimensional em relação ao tempo até 28 dias das argamassas Comercial C, PA_0%(CAC+CaSO₄) e PD_(CAC+CaSO₄), mantidas ao ar considerando valor inicial 24 horas o obtido pelo equipamento Walter&Bai ao estabilizar..... 179
- Figura 125 – Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas Comerciais A, B, C e D. 180
- Figura 126 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PA_0%, PA_20%, PA_25% e PA_30%(AC+CaSO₄)..... 181
- Figura 127 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PD_0%, PD_20%, PD_25% e PD_30%(AC+CaSO₄) 181
- Figura 128 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PB_20%, PB_25% e PB_30%(AC+CaSO₄)..... 182

Figura 129 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PC_20%, PC_25% e PC_30%(AC+CaSO₄). 182

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do cimento Portland e tipos de aluminatos de cálcio com teores de alumina de 40%, 50%, 60%, 70%, 80% e clínquer rico em $C_{12}A_7$. (+: quantidade indica intensidade na dosagem; -: presente, mas não significativo).....	46
Tabela 2 - Composição mineralógica do cimento Portland e tipos de aluminatos de cálcio com teores de alumina de 40%, 50%, 60%, 70%, 80% e clínquer rico em $C_{12}A_7$	47
Tabela 3 - Formulação geral de argamassas autonivelantes com faixas de teores usuais. <i>Adaptado de</i> (DE GASPARO et al., 2009),(ONISHI; BIER, 2010),(ZHANG et al., 2018))	50
Tabela 4 - Soluções para estabilidade dimensional e influências nas propriedades da argamassa autonivelante. (—: sem influência significativa; ▲: melhora o desempenho; ▼: piora o desempenho)]	72
Tabela 5 – Informações obtidas nas fichas técnicas, de segurança e embalagens das comerciais A, B, C e D.	92
Tabela 6 – Teores de finos e areia, densidade real, diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada do tamanho de partículas em 10%, 50% e 90% e área superficial específica dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.	93
Tabela 7 – Composição química das parcelas finas menores que $90\mu m$ das argamassas comerciais A, B, C e D.	94
Tabela 8 – Valores estimados de teor de material reativo das argamassas comerciais A, B, C e D.....	96
Tabela 9 – Formulações das argamassas autonivelantes formuladas em laboratório contendo os cimentos Portland PA, PB, PC e PD com teores de substituição em 0%, 20%, 25% e 30% de CAC+ $CaSO_4$	98
Tabela 10 - Densidade real, diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada do tamanho de partículas em 10%, 50% e 90% e área superficial específica dos cimentos Portland CP V ARI PA, PB, PC e PD e do CAC, $CaSO_4$, fíler e areia.	100

Tabela 11 - Composição química dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC e CaSO ₄	102
Tabela 12 – Porcentagem em massa de CaSO ₄ dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD.	102
Tabela 13 – Composição mineralógica dos cimentos Portland PA e PD, CAC e CaSO ₄	103
Tabela 14 – Faixas de temperatura, picos de DTG, perdas de massa e teor do material considerado para os cimentos PA, PB, PC e PD e CAC, CaSO ₄ e Fíler.	106
Tabela 15 – Valores de Tensão de escoamento - γ_0 , Índice de consistência – K, Índice de potência – n e Adj. R-Square das argamassas comerciais A, B, C e D obtidos através do software Origin.	110
Tabela 16 – Concentração de sólidos, fração água/finos e massa de água utilizada na mistura de 50g de pó nas pastas das Comerciais A, B, C e D.....	123
Tabela 17 – Fases consideradas nas análises mineralógicas qualitativas dos finos das argamassas comerciais A, B, C e D (e também nas formuladas em laboratório com PA e PB e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄), como será visto a nos próximos itens), com nome, fórmula química simplificada, sigla nos difratogramas e número da ficha considerada.	124
Tabela 18 - Valores de Tensão de escoamento - γ_0 , Índice de consistência – K, Índice de potência – n e Adj. R-Square das argamassas comerciais A, B, C e D obtidos através do software Origin para as argamassas comerciais com PA e PB considerando teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	139
Tabela 19 – Concentração de sólidos, fração água/finos e massa de água utilizada na mistura de 50g de pós para as pastas contendo PA e PD com teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO ₄).	162
Tabela 20 – Resumo dos limites considerados de cada propriedade considerando a base 10.....	179

Tabela 21 – Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas comerciais A, B, C e D.	195
Tabela 22 – Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas comerciais A, B, C e D.	195
Tabela 23 – Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas comerciais A, B, C e D.	195
Tabela 24 – Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas comerciais A, B, C e D. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas comerciais A, B, C e D. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido. ...	196
Tabela 25 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.	197
Tabela 26 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.	197
Tabela 27 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.	197
Tabela 28 – Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.	198

Tabela 29 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%..... 199

Tabela 30 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. 199

Tabela 31 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%..... 199

Tabela 32 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido. 200

Tabela 33 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%. 201

Tabela 34 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%. 201

Tabela 35 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%. 201

Tabela 36 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das

argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.....202

Tabela 37 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%.203

Tabela 38 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%.203

Tabela 39 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 20%, 25% e 30%.203

Tabela 40 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO₄ 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.....204

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	30
1.1 OBJETIVO	33
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	34
2.1 ARGAMASSA AUTONIVELANTE	34
2.1.1 <i>Retrações na argamassa autonivelante cimentícia</i>	36
2.1.2 <i>Compensação da retração por formação da etringita</i>	38
2.2 SISTEMA TERNÁRIO OPC-CAC-CASO ₄	41
2.2.1 <i>Matérias primas do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄</i>	42
2.2.2 <i>Dosagens e propriedades dos materiais</i>	49
2.3 COMPARAÇÃO ENTRE AS SOLUÇÕES PARA ESTABILIDADE DIMENSIONAL	68
2.3.1 <i>Cimento expansivo à base de CSA vs Polietileno e fibras de aço</i>	69
2.3.2 <i>Aditivo expensor à base de CaO vs redutor de contração (SRA)</i>	69
2.3.3 <i>Cimento expansivo à base de CSA vs aditivo expensor à base de CaO</i>	70
2.3.4 <i>Análise comparativa das soluções com o sistema ternário OPC-CAC-CASO₄</i>	71
2.3.5 <i>Resumo das soluções para atingir a estabilidade dimensional</i>	72
2.4 LITERATURA AO LONGO DO TEMPO	73
2.5 CONSIDERAÇÕES FINAIS E PERSPECTIVAS FUTURAS	75
3. EXPERIMENTAL	77
3.1 MÉTODOS DE ANÁLISE DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DOS MATERIAIS	78
3.1.1 <i>Densidade real</i>	78
3.1.2 <i>Distribuição de tamanho de partículas por difração a laser</i>	78
3.1.3 <i>Distribuição de tamanho de partículas por análise de imagens dinâmica (AID)</i>	78
3.1.4 <i>Área superficial específica</i>	78
3.2 MÉTODOS DE ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DOS MATERIAIS	79

3.2.1	<i>Composição química por fluorescência de raios X.....</i>	79
3.2.2	<i>Composição mineralógica por difração de raio X.....</i>	79
3.2.3	<i>Termogravimetria.....</i>	80
3.3	MÉTODO DE ANÁLISE DA CINÉTICA DE REAÇÃO DOS MATERIAIS.....	80
3.3.1	<i>Calorimetria.....</i>	80
3.4	MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS AUTONIVELANTES NO ESTADO FRESCO.....	81
3.4.1	<i>Fluidez por fluxo livre e monoponto</i>	81
3.4.2	<i>Tempo de passagem pelo flow cup</i>	82
3.4.3	<i>Reometria Rotacional e Oscilatória das pastas.....</i>	82
3.5	MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS AUTONIVELANTES NA TRANSIÇÃO DO ESTADO FRESCO PARA O ESTADO ENDURECIDO	84
3.5.1	<i>Tempo de trabalhabilidade</i>	84
3.5.2	<i>Tempo de pega.....</i>	85
3.5.3	<i>Cinética de reação por calorimetria</i>	86
3.5.4	<i>Varição dimensional nas primeiras 24 horas</i>	86
3.6	MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS AUTONIVELANTES NO ESTADO ENDURECIDO ..	87
3.6.1	<i>Varição dimensional até 28 dias</i>	87
3.6.2	<i>Resistência mecânica até 28 dias.....</i>	87
3.6.3	<i>Composição mineralógica até 28 dias.....</i>	88
3.7	ARGAMASSAS COMERCIAIS	91
3.7.1	<i>Informações técnicas fornecidas pelos fabricantes.....</i>	91
3.7.2	<i>Características físicas das argamassas comerciais</i>	93
3.7.3	<i>Composição química e mineralógica das argamassas comerciais.....</i>	94
3.8	ARGAMASSAS FORMULADAS EM LABORATÓRIO	96
3.8.1	<i>Matérias primas e formulações.....</i>	96
3.8.2	<i>Características físicas das matérias primas.....</i>	99
3.8.3	<i>Composição química e mineralógica das matérias primas</i>	101

4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	107
4.1	ARGAMASSAS AUTONIVELANTES COMERCIAIS.....	107
4.1.1	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco.....</i>	<i>107</i>
4.1.2	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o endurecido.....</i>	<i>112</i>
4.1.3	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido.....</i>	<i>118</i>
4.2	ARGAMASSAS AUTONIVELANTES FORMULADAS EM LABORATÓRIO.....	133
4.2.1	<i>Cinética de reação dos ligantes.....</i>	<i>134</i>
4.2.2	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco.....</i>	<i>135</i>
4.2.3	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o endurecido.....</i>	<i>142</i>
4.2.4	<i>Propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido.....</i>	<i>154</i>
4.3	ANÁLISE COMPARATIVA DE PROPRIEDADES ENTRE ARGAMASSAS AUTONIVELANTES COMERCIAIS E FORMULADAS EM LABORATÓRIO.....	174
5.	CONCLUSÃO.....	183
5.1	SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS.....	185
6.	REFERÊNCIAS.....	187
	APÊNDICE.....	195

1. INTRODUÇÃO

A modernização e industrialização dos sistemas construtivos exigem cada vez mais produtos que agilizem os processos e aumentem a produtividade, reduzindo custos, transporte de matérias-primas e tempo de mão de obra durante a aplicação do produto. O método da argamassa autonivelante e sua regularização são fatores determinantes na eficiência de todo o processo construtivo (RUBIN, 2015). Tradicionalmente, no Brasil, o tipo de contrapiso cimentício semi-seco, conhecido como “farofa”, é o mais utilizado (PEREIRA; CAMARINI, 2018). Sua consistência requer compactação mecânica de alta energia e pode atingir uma produtividade de 150 m²/dia (EGLE, 2010). No entanto, como consequência das exigências de racionalização nos processos construtivos, a argamassa autonivelante é requisitada porque pode aumentar a produtividade potencial em até 2400 m²/dia por trabalhador (NAKAKURA; BUCHER, 1997), permitindo assim uma melhoria substancial da produtividade e da qualidade, principalmente para grandes áreas. Esta argamassa define-se pela sua propriedade autonivelante, fluindo por efeito da gravidade sem a necessidade de vibração ou compactação, o que permite a sua aplicação por um único operador de forma ergonomicamente segura (que pode ser transportada por bombeamento), substituindo o contrapiso tradicional ou regularizando a superfície do contrapiso já existente. A argamassa autonivelante pode ser utilizada em garagens, estacionamentos, áreas industriais, shopping centers com tráfego de pedestres intenso a moderado, ou como piso decorativo para áreas residenciais internas e externas (RUBIN, 2015). A Figura 1 mostra ambas as tecnologias, contrapiso cimentício semi-seco tradicional e argamassa autonivelante.

Figura 1 - (a) Contrapiso cimentício semi-seco tradicional (b) Argamassa autonivelante.



Fonte: (REGO, 2017)

Para atingir a fluidez desejada, a argamassa cimentícia autonivelante necessita de uma quantidade significativa de água. Mesmo com o emprego de aditivos dispersantes, como naftaleno sulfonato formaldeído (SNFs), policarboxilato (PC) ou policarboxilato éter (PCE) (GOŁASZEWSKI, 2012), e técnicas de empacotamento de partículas, o teor de água ainda pode atingir valores entre 19% e 24% por massa da mistura seca, dependendo do tipo e função do produto autonivelante (DE GASPARO et al., 2009) (ONISHI; BIER, 2010) (ZHANG et al., 2018) (GEORGIN et al., 2008). Portanto, o material cimentício é suscetível à retração por secagem devido à evaporação da água livre ou sua absorção pelo substrato, situação que é maximizada pela alta relação área/volume usual de argamassas autonivelantes quando aplicadas (SCHAEFER, 2013). A retração pode causar fissuras, o que compromete a resistência do material, a estética deste e expõe o produto e as camadas mais profundas a agentes agressivos, consequentemente reduzindo a vida útil do sistema (GIROTTI; BARBOSA; MACIEL, 2014). Como a estabilidade dimensional e a necessidade de acelerar o desenvolvimento da resistência mecânica são muito importantes neste tipo de aplicação, diversas soluções são implementadas, como: sistemas ricos em cimento Portland com adição de aluminato de cálcio e sulfato de cálcio (anidrita) (ONISHI; BIER, 2010), cimento sulfoaluminato de cálcio belítico ou com elevado teor de Ye'elimite (PÉRA; AMBROISE, 2004), aditivo expansor tipo K (TBT COMMITTEE, 2018), aditivo expansor tipo G de base CaO (PENNA FIRME RODRIGUES, 2019), aditivo expansor MEA de base MgO (JIANG; MAO; YU, 2022), aditivo redutor de retração (DEMIR; SEVIM; TEKIN, 2018), fibras de polietileno (DA SILVA, 2016), adição de minerais como substituto de parte do cimento Portland (QORLLARI et al., 2017), ou tornar o sistema rico em cimento aluminato de cálcio com adição de sulfato de cálcio (hemidrato) com ou sem adição de Portland como terceiro elemento de menor teor (ONISHI; BIER, 2010) (REGO, 2017). Este trabalho tem como foco uma das principais estratégias que é a substituição parcial do cimento Portland (OPC) por cimento aluminato de cálcio (CAC) e sulfato de cálcio (CaSO_4), resultando no sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 , com a vantagem de tornar o sistema expansivo através da formação otimizada e eficiente do hidrato etringita ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$). Este sistema é utilizado em argamassas autonivelantes de modo a garantir propriedades como estabilidade dimensional por meio da compensação de retração, aceleração do tempo de pega e aumento da resistência mecânica nas primeiras horas e ao longo do período de

hidratação. A compensação ocorre devido à formação da etringita incorporando 32 moléculas de água em sua estrutura, 46% em peso, e causando expansão compensatória pelo aumento significativo do volume da pasta durante o período de endurecimento logo após o tempo de pega (KWASNY-ECHTERHAGEN; AMATHIEU; ESTIENNE, 2003).

Porém, a dosagem entre os três principais componentes (OPC-CAC- CaSO_4) ainda é um dos principais fatores de dificuldade para implementação desta solução pelos formuladores de argamassas autonivelantes. Apesar de usualmente a proporção CAC/ CaSO_4 estar próximo de 2, devido à reatividade otimizada entre os elementos aluminato de cálcio e sulfato de cálcio na equação estequiométrica de formação da etringita e os respectivos teores dessas fases na composição mineralógica dos cimentos (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a) (BIER; AMATHIEU, 1997), o teor de substituição do Portland pode afetar o comportamento reológico, a cinética de reação e o desenvolvimento das propriedades ao longo do tempo de formas ainda pouco compreendidas, sendo este, portanto, o objetivo deste trabalho. Assim, utilizando como referência a ASTM C1708 / C1708M-19 “Métodos de teste para argamassas autonivelantes contendo cimentos hidráulicos”(C09 COMMITTEE, 2019) para análise das propriedades, os testes irão considerar os teores de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30% na análise, além de também alternar o fabricante do cimento Portland, considerando o mesmo tipo CP V ARI (ABNT, 2018), com o objetivo de analisar como isso pode influenciar os valores das propriedades obtidos. Dois desses fabricantes serão escolhidos para compreensão mais detalhada, através da análise do comportamento reológico, cinética de consolidação, cinética de reação e análise mineralógica nas idades de hidratação 4 horas, 24 horas e 28 dias. Além disso, outro fator importante é entender o que a indústria já comercializa como solução para garantia da estabilidade dimensional e aceleração do desenvolvimento da resistência mecânica, por isso quatro argamassas autonivelantes comerciais, duas fabricadas nos Estados Unidos e duas no Brasil, foram inseridas na análise completa para posterior comparação entre características, propriedades e desempenho.

1.1 Objetivo

O objetivo geral deste trabalho é avaliar de forma detalhada argamassas autonivelantes formuladas com sistemas de ligantes que compensam a retração e aceleram o ganho de resistência nas primeiras horas.

Os objetivos específicos do trabalho são:

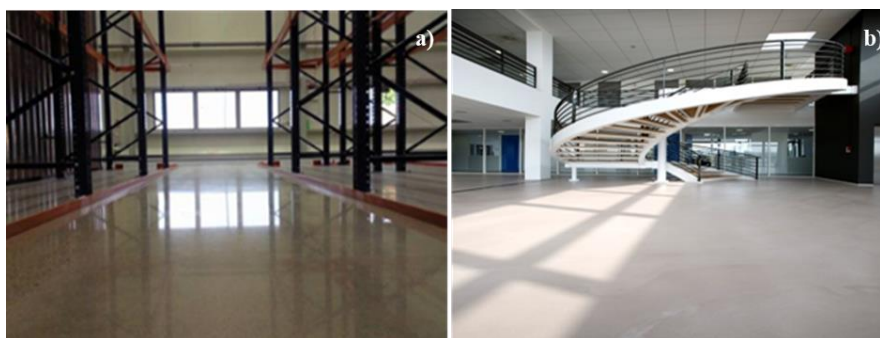
- i. Avaliar argamassas autonivelantes comerciais brasileiras e norte americanas com a finalidade de criar parâmetros de referência do mercado;
- ii. Avaliar a influência do fabricante do cimento CP V ARI em argamassas autonivelantes com sistema OPC-CAC-CaSO₄ e também do teor de substituição do CP V ARI nos valores 20%, 25% e 30% (proporção CAC/CaSO₄ = 2).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Argamassa Autonivelante

As argamassas autonivelantes aplicadas em pisos industriais, comerciais ou residenciais caracterizam-se principalmente pelo fácil nivelamento e regularização de grandes áreas, com espessura me altura baixa e em um curto período de tempo. Porém, além do desempenho adequado no estado fresco, a argamassa endurecida também deve atender aos requisitos de resistência mecânica e propriedades superficiais, ou seja, superfície resistente à abrasão, sem fissuras, ondulações ou manchas. A Figura 2 mostra dois exemplos diferentes de aplicações de argamassas autonivelantes, piso industrial e decorativo.

Figura 2 - Exemplos de aplicações de argamassas autonivelantes: (a) Piso industrial; (b) Piso decorativo.



Fonte: (REGO, 2017)

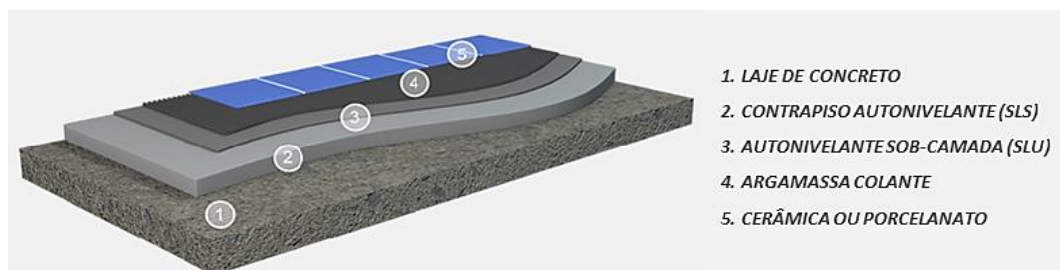
O processo de aplicação costuma envolver de quatro a cinco trabalhadores por frente de trabalho. Isso inclui as etapas de preparação da base com camada de selagem, aplicação e acabamento (CICHINELLI, 2012). Assim, tanto as combinações de matérias-primas quanto o processo de aplicação devem ser adequados para atingir as propriedades exigidas e evitar manifestações patológicas como segregação, “bleeding” exsudação, falta de adesão, superfície irregular, alta permeabilidade e fissuras.

As propriedades padrões exigidas pelas argamassas autonivelantes, como faixa de valores de espessura, tempo de auto fluidez, tempo para liberação do tráfego de pedestres, tempo de auto secagem para permitir o revestimento, desenvolvimento da resistência mecânica e variação máxima dimensional variam de acordo com as especificações de cada fabricante. Portanto, para que haja um desempenho padronizado, são necessárias normas técnicas que regularizam as propriedades do produto e indiquem quais métodos de ensaio

são importantes para a avaliação e aplicação da argamassa autonivelante. Nos EUA, a ASTM C1708 / C1708M-19 “Métodos de teste para argamassas autonivelantes contendo cimentos hidráulicos” (C09 COMMITTEE, 2019) descreve quais propriedades devem ser avaliadas e quais os métodos de teste a serem implementados como o da fluidez, do tempo de trabalhabilidade e as propriedades físicas, como o tempo de pega, a resistência à compressão e flexão e a variação dimensional.

Portanto, como não há padronização para esta aplicação no Brasil, a ASTM C1708 deve ser considerada como referência para a avaliação das propriedades. Nesta norma, as argamassas autonivelantes à base de ligantes hidráulicos são diferenciadas em dois tipos dependendo de cada aplicação: Autonivelante Subcamada (Self-leveling Underlayment - SLU) que recebe revestimentos de acabamento como cerâmica, laminado, vinílico, têxtil, madeira, resinado ou sobrelevado (C09 COMMITTEE, 2019); e Autonivelante Sobrecamada (Self-leveling Overlayment - SLO) que é utilizado como superfície de desgaste, sem a necessidade de camada protetora. Ambos os tipos são utilizados para regularização de superfícies com espessuras de 1 a 10 mm (REGO, 2017). No entanto, também é possível que o contrapiso do tipo cimentício semi-seco seja substituído por uma argamassa autonivelante, designado por Contrapiso Autonivelante (Self-leveling Screed - SLS), com espessuras que variam entre 20 - 70 mm (REGO, 2017). Composto autonivelante (SLC) é um termo também encontrado na literatura e refere-se a um nome genérico para todos os tipos descritos anteriormente. A Figura 3 mostra um sistema que apresenta SLS e SLU como componentes.

Figura 3 - Sistema de pisos composto por laje de concreto, argamassa contrapiso autonivelante (SLS), Argamassa autonivelante subcamada (SLU) e argamassa colante com cerâmica ou porcelanato.



Fonte: (REGO, 2017)

Independentemente do tipo de argamassa autonivelante, a variação dimensional é importante e deve ser controlada pois a retração em produtos cimentícios pode comprometer

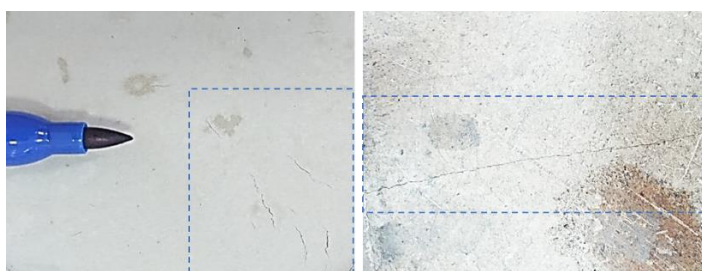
o desempenho final. A compreensão completa deste fenômeno e a busca por soluções eficientes é um passo importante para prevenir problemas a curto ou longo prazo.

2.1.1 Retrações na argamassa autonivelante cimentícia

As argamassas são suspensões cimentícias concentradas compostas por agregados miúdos, finos reativos, água e, em certos casos, cargas inertes, aditivos químicos e fibras (PILEGGI, 2006). Assim, em relação às argamassas convencionais, o tipo autonivelante ganha destaque neste contexto por incorporar aditivos dispersantes e altos teores de finos e água em sua composição, a fim de reduzir a tensão de escoamento e a viscosidade do material. Assim, a aplicação de argamassas autonivelantes deve ser realizada por gravidade de forma simples, mas também coesa e homogênea, de modo a manter uma viscosidade moderada do produto, garantir o nivelamento da superfície e evitar exsudações e segregações (RUBIN, 2015).

Independentemente do tipo de argamassa, as suspensões de cimento estão sujeitas ao fenômeno da retração em maior ou menor escala dependendo de suas características fundamentais. A argamassa autonivelante é um produto complexo principalmente por sua alta demanda de ligantes hidráulicos e água e sua geometria com considerável relação área/volume que, quando aplicada, intensifica a secagem e conseqüentemente a retração, principalmente na superfície em contato com o ar, o que pode induzir ao aparecimento de ondulação e fissuras, conforme mostrado na Figura 4.

Figura 4 - Exemplos de fissuras encontradas em argamassas autonivelantes.

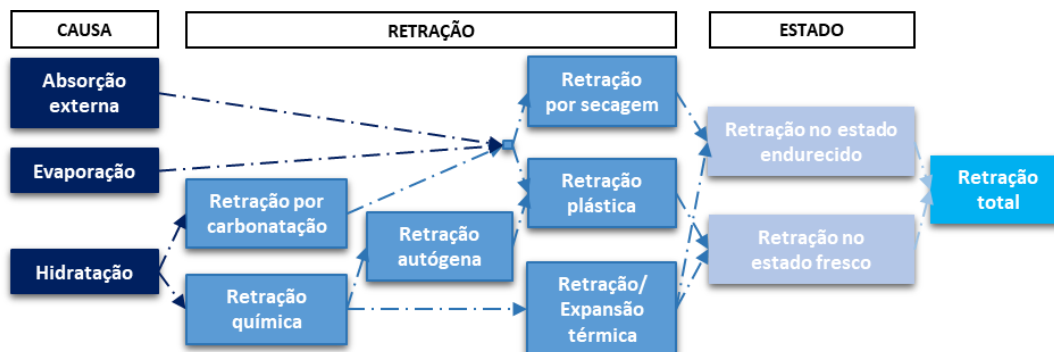


Fonte: Fotos tiradas pela autora.

Existem vários tipos de retrações que podem resultar na variação dimensional dos sistemas cimentícios. Cada tipo deve ser analisado separadamente a fim de identificar os motivos do fenômeno e quais técnicas podem ser utilizadas para evitá-lo. A Figura 5 mostra

quais tipos de retração são prováveis de ocorrer no estado fresco ou endurecido e como seus mecanismos motivadores estão interconectados.

Figura 5 - Esquema da retração que sistemas cimentícios estão sujeitos.



Fonte: Adaptado de (ESPING, 2007)

Apesar dos vários tipos que podem ocorrer, a secagem, a retração autógena e a retração plástica são as principais causas de fissuração de sistemas cimentícios como as argamassas autonivelantes (GIROTTO; BARBOSA; MACIEL, 2014). Portanto, devido às características deste tipo de aplicação, os tipos de retração resultantes das propriedades e ações necessárias na formulação e aplicação deste produto podem ser resumidos na Figura 6.

Figura 6 - Diagrama de propriedades, ações necessárias para alcançá-las e consequências que podem causar manifestações patológicas em argamassas autonivelantes.



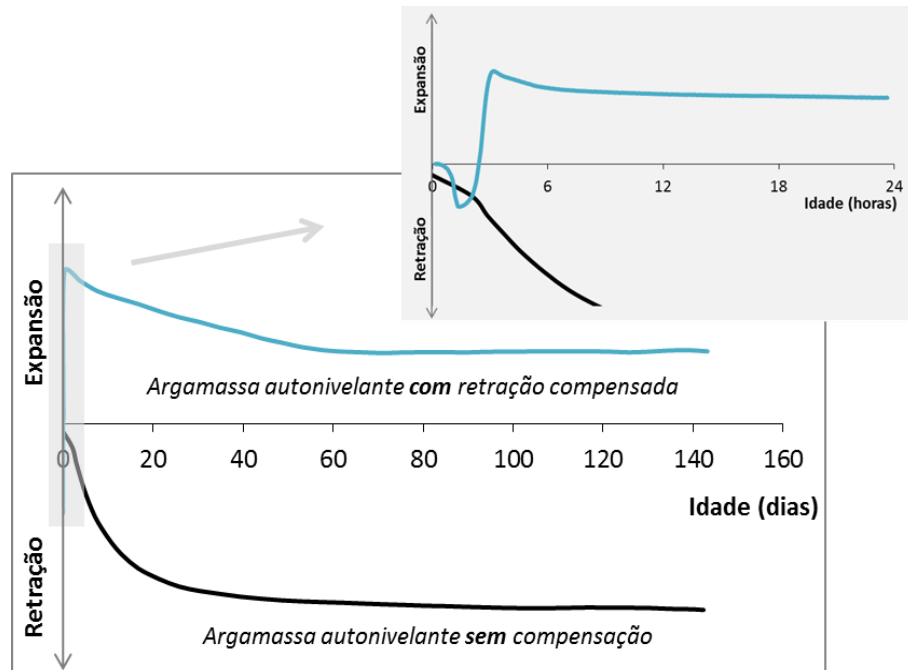
Fonte: Elaborado pela autora.

2.1.2 Compensação da retração por formação da etringita

Devido à forte retração a que são submetidos os sistemas cimentícios autonivelantes, o mecanismo de compensação pela formação do composto químico etringita ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$) é uma solução aplicada para alcançar a estabilidade dimensional.

Sua formação deve ser controlada (momento e quantidade) através da reação de hidratação dos ligantes hidráulicos ricos em CaO, Al₂O₃ e SO₃. Comparativamente, a variação dimensional nas primeiras 24 horas e ao longo do período de hidratação com e sem compensação da retração são observadas na Figura 7.

Figura 7 - Figura esquemática da variação dimensional de argamassas autonivelantes cimentícias com e sem compensação da retração com rápido tempo de pega e expansão, em condições ambientais até 160 dias.



Fonte: Adaptado de (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001) e (REGO; ALT; FAVIER, 2019)

Os grupos formados pelos componentes são classificados de acordo com seus agentes expansores. ASTM C 845 (2018) define três tipos de cimentos hidráulicos expansivos, considerados como expansão lenta (reações expansivas de 1-7 dias em condições submersas em água) e usados principalmente na aplicações de concretos (OPRAVIL et al., 2013), (ACI COMMITTEE 223, 2010).

- Tipo K: cimento Portland misturado com sulfoaluminato de cálcio anidro ($4\text{CaO} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3$), gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e cal livre (CaO).
Reação estequiometria: $\text{C}_4\text{A}_3\bar{\text{S}} + 8\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2 + 6\text{CH} + 74\text{H} \rightarrow 3\text{C}_6\text{A}\bar{\text{S}}_3\text{H}_{32}$
- Tipo S: cimento Portland com alto teor de aluminato tricálcico (C_3A) e gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
Reação estequiometria: $\text{C}_3\text{A} + 3\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2 + 26\text{H} \rightarrow \text{C}_6\text{A}\bar{\text{S}}_3\text{H}_{32}$

- Tipo M: cimento Portland misturado com aluminato de cálcio (CaAl_2O_4) e gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Reação estequiometria: $\text{CA} + 3\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2 + 2\text{CH} + 24\text{H} \rightarrow \text{C}_6\text{A}\bar{\text{S}}_3\text{H}_{32}$

Onde: $\text{C}=\text{CaO}$, $\text{A}=\text{Al}_2\text{O}_3$, $\bar{\text{S}}=\text{SO}_3$, $\text{H}=\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_4\text{A}_3\bar{\text{S}}=4\text{CaO} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3$ = Sulfoaluminato de cálcio anidro (CSA, Yeelimite), $\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2=\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ =gipsita ou dihidrato, $\text{CH}=\text{Ca}(\text{OH})_2$ =hidróxido de cálcio, $\text{CA}=\text{CaAl}_2\text{O}_4$ =aluminato de cálcio, $\text{C}_3\text{A}=\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ = aluminato tricálcico.

O CSA apresentado no tipo K pode ser utilizado em misturas ricas em cimento Portland, reduzindo o tempo de pega, mas não promove elevada resistência mecânica inicial, ou seja, nas primeiras horas (LI, 2018). No entanto, o aumento da resistência mecânica inicial pode de fato ser alcançado em combinações de Portland e CSA, mas somente quando misturas ricas em CSA são preparadas (PÉRA; AMBROISE, 2004), (TRAUCHESSEC et al., 2015). Embora o tipo K seja necessário para a estabilidade dimensional, seu uso em formulações ricas em cimento Portland não garante um desenvolvimento considerável de hidratos de etringita nas primeiras horas, que é um requisito importante para argamassas autonivelantes. O cimento expansivo tipo S consiste em um cimento Portland produzido com uma quantidade elevada de C_3A e sulfato de cálcio quando comparado ao cimento Portland comum (ACI COMMITTEE 223, 2010), sua aplicação é mais limitada do que os outros tipos devido à dificuldade de controlar constantemente a taxa de formação de etringita a partir de C_3A , pois ela se forma muito rapidamente nos primeiros momentos de hidratação e, em seguida, a reação desacelera a uma taxa muito baixa (LISKA; WILSON; BENSTED, 2019).

Assim como os demais, o cimento expansivo tipo M é adequado principalmente para aplicações em concreto. Como a maioria dos concretos precisam ser curados por 7 dias em condições úmidas, a expansão lenta pode ocorrer de forma eficiente durante este período e o componente expansivo não afeta outras propriedades importantes como tempo de pega e desenvolvimento de resistência. Porém, para argamassas autonivelantes que costumam estar mais expostas a condições ambientais de cura variáveis e muitas vezes desfavoráveis (temperatura, vento e umidade), o sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 é mais indicado quando utilizado aluminato de cálcio devido à sua rápida formação de etringita. Além dos benefícios de compensação de retração, este sistema também reduz o tempo de pega, promove

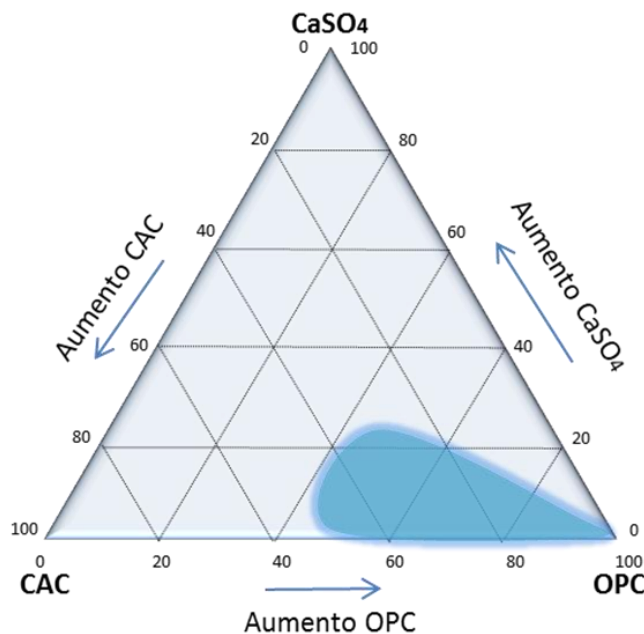
resistência mecânica em poucas horas, permitindo assim uma liberação mais rápida da área para o tráfego de pedestres e aproveitamento geral.

2.2 Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄

Embora o sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ seja utilizado em diversos tipos de aplicações cimentícias, seu mecanismo de reação e suas consequências ainda são considerados pouco compreendidos por muitos autores, como o mecanismo de formação da etringita e consequente expansão (EVJU; HANSEN, 2005), (BIZZOZERO, 2014), assim como a reação dos produtos hidratados com a umidade da atmosfera e CO₂ a longo prazo (HARTMANN; MENGEL; PLANK, 2022). No entanto, são bem conhecidas as consequências de seu uso quanto à compensação de retração, aceleração do tempo de pega, desenvolvimento de resistência mecânica e auto secagem, propriedades importantes para situações que requerem liberação rápida da obra como quando utilizada argamassa autonivelante (AMATHIEU; VALDELIÈVRE; ESTIENNE, 2016).

No Brasil, por este sistema ainda não possuir uma padronização, suas vantagens ainda não são totalmente difundidas nas comunidades acadêmica e industrial, onde seu uso e conhecimento são considerados escassos dificultando o correto controle durante a formulação e aplicação. No entanto, este sistema rico em OPC foi escolhido para ser estudado uma vez que o cimento Portland é o principal sistema cimentício, o que reflete no baixo preço comparado a outros ligantes como os aluminatos de cálcio. Entretanto, o uso isolado do Portland não atinge as propriedades requeridas para argamassas autonivelantes de alta qualidade. Assim, o aluminato de cálcio e o sulfato de cálcio são adicionados para garantir o melhor desempenho, com proporções correspondentes já conhecidas (BIER; AMATHIEU, 1997). As proporções e os tipos usuais de cada elemento são destacadas na Figura 8, com os tipos a serem detalhados nos próximos tópicos. Neste sistema ternário o tipo de sulfato de cálcio do cimento Portland não é considerado, assim como na literatura não é abordado como este pode afetar as propriedades das argamassas, uma vez que no Portland ele pode ser do tipo anidrita, hemidrato ou diidrato, de origem natural da gipsita ou como subproduto da fabricação de fosfogesso.

Figura 8 - Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ com área destacada para sistemas ricos em cimento Portland e tipo considerando CAC/CaSO₄ igual a 2. Onde os tipos usuais são: OPC é o cimento Portland com menor teor de adições e, portanto, maior teor das fases C₃S e C₂S, como o CP V ARI no Brasil, CEM I na Europa e ASTM – tipo I nos Estados Unidos; CAC é o cimento aluminato de cálcio com Al₂O₃ na faixa 40-50% podendo ou não conter Fe₂O₃; e CaSO₄ o sulfato de cálcio do tipo anidrita.



Fonte: Adaptado de (REGO, 2017), (BIER; AMATHIEU, 1997)

2.2.1 Matérias primas do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄

Devido às diversas possibilidades de cada elemento do sistema ternário, os Cimentos Portland, Aluminatos de Cálcio e Sulfatos de Cálcio, a escolha do tipo é fundamental.

2.2.1.1 Cimento Portland

Este produto é o mais utilizado na construção civil em todo o mundo, sendo o material mais consumido depois da água (DA SILVA, 2009). Sua aplicação é amplamente difundida, tanto na parte estrutural através de concreto para lajes, pilares, vigas e paredes quanto em argamassas para revestimentos em geral. Sua composição comum é definida principalmente por clínquer e sulfato de cálcio. O clínquer é formado pela mistura e queima de calcário e argila em fornos rotativos a temperaturas de até 1450°C, resultando principalmente nas fases:

- Alita (C₃S): 50 a 70% em massa, o que determina a hidratação inicial através do tempo de pega e o desenvolvimento da resistência mecânica por precipitação do gel de

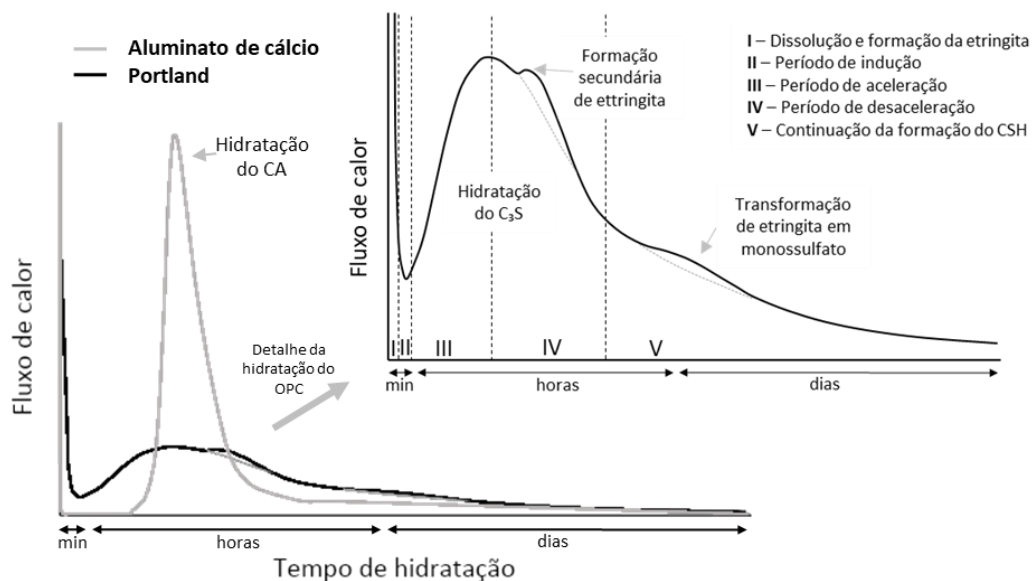
silicato de cálcio C-S-H e portlandita (BULLARD et al., 2011);

- Aluminato tricálcico (C_3A): 7 a 11% em massa (MOHAMMED; SAFIULLAH, 2018), fase extremamente reativa que afeta a cinética de hidratação nas primeiras idades e reage de acordo com a presença ou ausência de sulfato de cálcio e $Ca(OH)_2$ [42];
- Belita (C_2S): reage após 7 a 10 dias da mistura com água (BULLARD et al., 2011);
- Ferroaluminato de cálcio (C_4AF): 7 a 13% em massa (MOHAMMED; SAFIULLAH, 2018), reage lentamente, mas sem sulfato de cálcio pode reagir 40% após 1 dia de hidratação (BULLARD et al., 2011).

Além do clínquer, há sulfato de cálcio ($CaSO_4 \cdot xH_2O$; $x = 0, \frac{1}{2}$ ou 2) que controla a hidratação do C_3A formando uma barreira de hidratos etringita ao seu redor desta fase (conhecida como teoria da camada inibidora), o que evita sua pega instantânea e garante um tempo de trabalhabilidade estendido para o processo de aplicação do material. Recentemente, a teoria da dissolução geoquímica também tem sido considerada por muitos autores como uma explicação para a interpretação da hidratação do cimento Portland, porém ainda não está totalmente estabelecida (SCRIVENER; JUILLAND; MONTEIRO, 2015), (SCRIVENER et al., 2019). A quantidade ideal de sulfato de cálcio varia de 3-5% em massa (MOHAMMED; SAFIULLAH, 2018), (MARIANI, 2018), (SKAPA, 2009). Acima desse valor, o tempo de pega permanece praticamente constante, causando superdosagem do material e diminuição da resistência mecânica (MOHAMMED; SAFIULLAH, 2018). Além desses componentes, adições minerais podem ser incorporadas à fabricação do Portland para melhorar suas propriedades de durabilidade, resistência mecânica e trabalhabilidade, além de reduzir os custos de energia e a pegada de CO_2 . Essas adições podem ser escória de alto-forno, materiais pozolânicos e carbonato de cálcio (ABCP, 2002).

As reações de hidratação do cimento Portland são exotérmicas, assim como as do cimento aluminato de cálcio. O esquema da curva de calor resultante dessas reações para ambos os cimentos e seus detalhamentos são observados na Figura 9.

Figura 9 - Taxa de evolução do calor durante a hidratação do cimento Portland e do cimento Aluminato de cálcio, com as reações destacadas.



Fonte: Adaptado de (BULLARD et al., 2011) e (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a)

A escolha do tipo de cimento Portland a ser utilizado em argamassas autonivelantes do sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 deve levar em consideração fatores importantes como baixa tensão de escoamento e viscosidade moderada no estado fresco, tempo de pega rápida e resistência mecânica inicial. Além disso, como o sistema da argamassa autonivelante é extremamente complexo, as variáveis devem ser reduzidas ao máximo para evitar interações inesperadas entre os elementos. Portanto, no Brasil, o CP V ARI (alta resistência inicial, não resistente ao sulfato) é o tipo de cimento Portland mais adequado para esta aplicação. Devido à sua elevada área superficial específica, este cimento já apresenta tempo de pega reduzido e rápido desenvolvimento de resistência mecânica em comparação com os outros cimentos Portland brasileiros. Além disso, sua baixa substituição do clínquer por adições conforme (ABNT, 2018) (0-10% de carbonato de cálcio em massa) simplifica a dosagem do ligante.

2.2.1.2 Cimento Aluminato de Cálcio

O cimento de aluminato de cálcio (CAC) é o segundo elemento em quantidade do sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 . Ele foi projetado para ser mais resistente que o cimento Portland aos ataques de sulfato, mas também é usado devido às suas propriedades como elevada resistência mecânica inicial e alta neutralização ácida (ANN; CHO, 2014). Atualmente,

esse ligante pode ser importado de países como Turquia, Espanha, Holanda, Estados Unidos, França e China. Seu uso envolve aplicações como concretos refratários, ambientes com ataque químico agressivo ou elementos abrasivos e não estruturais, como revestimentos de acabamentos (KWASNY-ECHTERHAGEN; AMATHIEU; ESTIENNE, 2003).

Do ponto de vista da construção civil, a maior procura é de produtos dedicados a elementos de pisos (contrapisos, autonivelantes, argamassas colantes para cerâmica e pedras naturais, rejuntas), preparação de paredes e reparo de concreto (reparo rápida, impermeabilização, grautes não retráteis). Para tais aplicações, o CAC pode ser combinado com Portland e sulfato de cálcio, dependendo das propriedades requisitadas, resultando em outros sistemas além do ternário OPC-CAC- CaSO_4 , como:

- Binário OPC-CAC: Aceleração do tempo de pega do cimento Portland por adição de aluminato de cálcio;
- Ternário CAC-OPC- $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$: sistema rico em aluminato de cálcio com adição de cimento Portland e sulfato de cálcio do tipo hemidrato, utilizado para estabilidade dimensional, rápido desenvolvimento de resistência mecânica, rápida auto secagem e inibição de eflorescência;
- Binário CAC- $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$: mesmas vantagens do acima citado, mas mais robusto devido à ausência de cimento Portland e possibilidade de redução do teor de ligantes.

Além das aplicações acima, pesquisas recentes mostraram que o aluminato de cálcio representa uma solução para impressão 3D em concreto (3DCP), onde a reatividade intrínseca pode ser alterada usando o sistema binário Portland mais aluminato de cálcio (DI NICOLANTONIO; ROSSI; ALEXANDER, 2020)

O CAC difere do cimento Portland principalmente pelo alto teor de alumina (Al_2O_3) em sua composição química, que pode variar de 40 a 80%. Os níveis mais altos de alumina (70-80%) são produzidos a partir de matérias-primas puras, alumina metalúrgica e cal em fornos rotativos semelhantes aos usados na fabricação de cimento Portland. Níveis de baixa alumina (40-60%) são fabricados por fusão completa de bauxita (seu tipo e teor de óxido de ferro

determinam a cor do material, que pode ser cinza ou preto) e calcário em um forno “reverberatório” (AMATHIEU; VALDELIÈVRE; ESTIENNE, 2016).

Os tipos de aluminato de cálcio são baseados principalmente no CA_2 , CA e $C_{12}A_7$ componentes mineralógicos que diferem em sua reatividade. Assim, quanto mais baixa a razão Al_2O_3/CaO , maior a interação com a água e a resistência mecânica. Em contraste, a refratariedade é maior quanto mais rico em alumina for o elemento, ou seja, $C_{12}A_7 < CA < CA_2$ (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a). Assim, aluminatos de cálcio com alto teor de alumina e, conseqüentemente, CA_2 (temperatura de decomposição: 1750-1765°C (PARKER; SHARP, 1982) (NISHIKAWA, 1984), são mais usados em aplicações refratárias, enquanto que em aplicações prediais, onde a reatividade e a resistência mecânica são fatores determinantes, os cimentos com menor razão Al_2O_3/CaO devem ser priorizados. Outro fator determinante é o teor de ferro, pois quanto maior este valor, menor sua reatividade hidráulica e a fase contendo o ferro sofre maior retardo com a presença de ânions sulfato (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a).

A Tabela 1 e a Tabela 2 apresentam as composições químicas e mineralógicas encontradas na literatura e nas fichas técnicas dos principais aluminatos de cálcio do mercado em comparação com o OPC. Aluminatos de cálcio não tem teor de SO_3 significativo comparado ao cimento Portland, este que recebe gesso em sua fabricação para controle do tempo de pega.

Tabela 1 - Composição química do cimento Portland e tipos de aluminatos de cálcio com teores de alumina de 40%, 50%, 60%, 70%, 80% e clínquer rico em $C_{12}A_7$. (+: quantidade indica intensidade na dosagem; -: presente, mas não significativo)

Composição química	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	SiO_2
OPC	-	++++	-	+
40% Alumina	++	++	+	-
50% Alumina	+++	++	-	-
60% Alumina	+++	++	-	-
70% Alumina	++++	+	-	-
80% Alumina	++++	+	-	-
Clínquer rico em $C_{12}A_7$	++	+++	-	-

Fonte: (AMATHIEU; VALDELIÈVRE; ESTIENNE, 2016),(TAYLOR, 1997), (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a)

Tabela 2 - Composição mineralógica do cimento Portland e tipos de aluminatos de cálcio com teores de alumina de 40%, 50%, 60%, 70%, 80% e clínquer rico em $C_{12}A_7$.

Composição mineralógica	Principais fases	Fases secundárias
OPC	C_3S , C_2S	C_3A , C_4AF , C
40% Alumina	CA , C_4AF	$C_{12}A_7$, C_2S
50% Alumina	CA	C_2AS
60% Alumina	CA	CA_2 , C_2AS
70% Alumina	CA , CA_2	$A\alpha$
80% Alumina	CA , CA_2 , $A\alpha$	-
Clínquer rico em $C_{12}A_7$	$C_{12}A_7$, C_4AF	C_2S , CA

Fonte: (AMATHIEU; VALDELIÈVRE; ESTIENNE, 2016),(TAYLOR, 1997), (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a)

O uso apenas de aluminato de cálcio como ligante em aplicações que requerem resistência mecânica estável ao longo da vida exige alto controle de dosagem de água, temperatura e umidade. Isso é importante devido à conversão do hidrato aluminato de cálcio hexagonal menos estável (CAH_{10}) para o hidrato de aluminato tricálcico cúbico estável (C_3AH_6), alumina hidratada (AH_3) e água. Essa conversão ocorre após um longo período de tempo e pode causar uma redução de até 53% no volume de material hidratado, aumentando assim a porosidade e consequentemente reduzindo a resistência mecânica (KOSMATKA; WILSON, 2011).

Além das fases de aluminato de cálcio cristalino, atualmente existe também o aluminato de cálcio amorfo, cujo processo consiste em resfriar após a fusão em forno elétrico. Sua composição segue a proporção 12:7 do $CaO:Al_2O_3$ e tem taxa de hidratação muito superior ao aluminato de cálcio cristalino, sendo também utilizado em argamassas que requerem endurecimento rápido e são baseadas no sistema ternário OPC-CAC- $CaSO_4$ (NAKAGAWA et al., 1990), (YOSHINO; HIGUCHI; UDAGAWA, 2007).

A norma brasileira que descreve os tipos de CAC é a “ABNT NBR 13847: 2012 Cimento aluminoso para uso em materiais refratários”. Na Europa, a norma que especifica o material é “EN 14647: 2005 Cimento de aluminato de cálcio. Composição, especificações e critérios de conformidade”. Para os padrões ASTM, os aluminatos de cálcio estão incluídos em grupos como “ASTM C1600 / C1600M-18 Especificação padrão para cimento hidráulico de

endurecimento rápido” e “ASTM C845/C845M-18 - Especificação padrão para cimento hidráulico expansivo”.

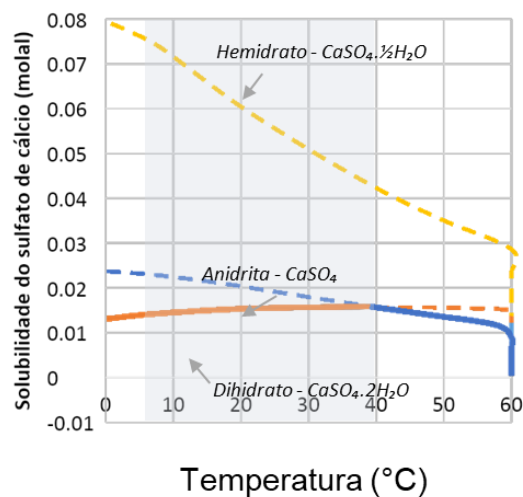
2.2.1.3 Sulfatos de cálcio

O sulfato de cálcio está presente no sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ de duas maneiras: a primeira originada do cimento Portland e a segunda como terceiro componente adicionado ao sistema. Este material é comumente conhecido como gesso e pode ser aplicado em aplicações de construção como revestimentos de alvenaria, blocos, forros, divisórias e autonivelantes. Quanto à sua origem, o sulfato de cálcio é produzido a partir de fontes naturais, como a calcinação da gipsita, ou artificial (conhecido como gesso químico) como um resíduo da indústria de fertilizantes, como o ácido fluorídrico e o ácido fosfórico (SUÁREZ; ROCA; GASSO, 2016), (CINCOTTO; JOHN, 2017).

As reservas brasileiras de gipsita estão localizadas principalmente nos estados do Pará, Bahia e Pernambuco, com 96,9% do total do país. A gipsita tem entre 90 e 95% de concentração de dihidrato, impurezas raramente excedendo 0,5%. É encontrado em jazidas minerais e pode ser moído ou calcinado para a produção de hemidrato ou anidrita quando as especificações técnicas são mais exigentes (BEZERRA, 2009). Nas regiões Sul e Sudeste do Brasil, o gesso utilizado é principalmente o fosfogesso, um resíduo da indústria de fertilizantes fosfatados (BEZERRA, 2009). No Brasil são geradas anualmente 5,6 milhões de toneladas desse material (HOLANDA; SCHMIDT; QUARCIONI, 2017).

O sulfato de cálcio pode ser composto de diferentes fases de acordo com a quantidade de água combinada e a temperatura de calcinação: Dihidrato (CaSO₄.2H₂O), forma natural; α ou β hemidrato (CaSO₄.½H₂O), 140-160°C; Anidrita III (CaSO₄), 160-190°C; Anidrita II, 250°C; Anidrita I, 1200°C (CINCOTTO; JOHN, 2017). Além disso, a solubilidade também varia com o tipo selecionado e a temperatura da solução conforme mostrado na Figura 10, para uma faixa de 0 a 60°C. Para a faixa de temperatura usual de aplicação, a solubilidade do hemidrato é muito maior que os valores de solubilidade da anidrita e do dihidrato, isso influenciará diretamente na escolha para o uso no sistema ternário, conforme será discutido no tópico 2.2.2.

Figura 10 - O diagrama de fases do sulfato de cálcio na água utilizando o modelo Eletrólito solvente misto (MSE). As curvas sólida e pontilhada indicam as fases estável e metaestável para cada temperatura, respectivamente. A área destacada é a temperatura ambiente em que o material usualmente é aplicado, 5 a 40°C.



Fonte: Adaptado de (AZIMI; PAPANGELAKIS; DUTRIZAC, 2007)

O principal tipo de sulfato de cálcio utilizado nos componentes dos revestimentos de gesso é o hemidrato, pois este se transforma rapidamente em dihidrato após misturado à água, gerando aumento de volume e expansão linear que pode chegar a 0,2%. Essa propriedade praticamente evita fissuras em revestimentos, pois todos os vazios do molde são preenchidos pelo material, o que explica seu uso em componentes de acabamento (CINCOTTO; JOHN, 2017). No entanto, esta propriedade torna-se uma limitação quando utilizada em sistemas ternários OPC-CAC- CaSO_4 . A expansão decorrente dessa alta solubilidade do hemidrato pode ser exacerbada e de difícil controle, o que impossibilita a estabilidade dimensional e pode ocasionar fissuras. Portanto, o tipo mais adequado para ser empregado no sistema OPC-CAC- CaSO_4 é a anidrita, conforme explicado nos tópicos a seguir.

2.2.2 Dosagens e propriedades dos materiais

Primeiramente, é importante ressaltar que o desempenho da argamassa autonivelante não depende apenas da proporção entre os elementos do ternário OPC-CAC- CaSO_4 . Sendo um sistema cimentício de notável complexidade, as tendências a seguir são apenas um guia de como as propriedades podem variar. Portanto, é importante estar ciente de que, dada uma formulação preparada com matérias-primas definidas, ao reproduzi-la com materiais de

origens diferentes, os resultados podem ser totalmente diferentes, necessitando, portanto, de uma redosagem. O desempenho e propriedades do autonivelante varia de acordo com cada tipo de aplicação e ficha técnica do fabricante, embora alguns artigos possam generalizar e trazer alguns valores usuais observados no Brasil (NAKAKURA; BUCHER, 1997).

A Tabela 3 exhibe faixas de dosagens de matérias primas obtidas através de pesquisa bibliográfica (DE GASPARO et al., 2009), (ONISHI; BIER, 2010),(ZHANG et al., 2018). As proporções entre os elementos do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ devem ser limitadas à quantidade de ligantes e variam conforme a demanda de propriedades que são exemplificadas nos tópicos a seguir. Embora a estabilidade dimensional seja um dos principais aspectos relacionados ao uso do sistema ternário em argamassas autonivelantes, é importante entender a cinética de reação e como a dosagem afeta o comportamento reológico e o desenvolvimento da resistência mecânica.

Apenas para ilustração, a Tabela 3 mostra os valores que podem ser usados em uma formulação de argamassa autonivelante incluindo ligantes, fíler, areia, água e aditivos. Porém, essas dosagens podem ser variadas dependendo do desempenho requisitado ou limitações quanto à preço fórmula. Os aditivos são incorporados ao produto com o objetivo de melhorar as propriedades no estado fresco e endurecido, bem como regular o tempo de pega, e podem incluir: dispersantes, modificadores de viscosidade, pó de polímero redispersável, antiespumante, aceleradores e retardadores de tempo de pega e redutores de retração. O teor específico de cada aditivo é difícil de estimar devido à grande variedade de tipos e vai depender do teor sugerido por cada fabricante.

Tabela 3 - Formulação geral de argamassas autonivelantes com faixas de teores usuais. *Adaptado de* (DE GASPARO et al., 2009),(ONISHI; BIER, 2010),(ZHANG et al., 2018))

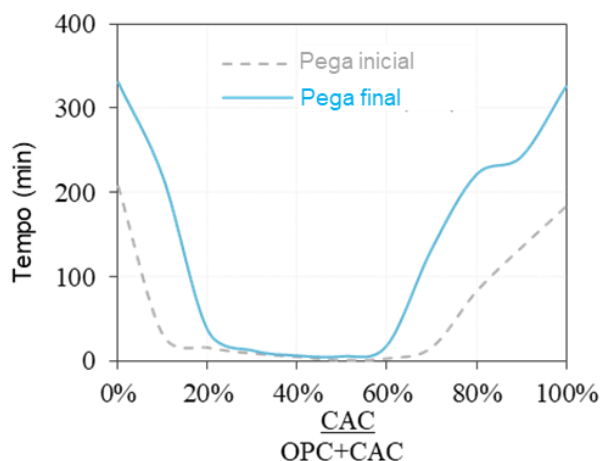
Argamassa autonivelante (W/W %)	
Ligantes	30 - 40
Areia	36- 44
Fíler	13 – 28
Aditivos	≈ 1 – 4
Água/pó	19 – 24

2.2.2.1 Cinética de reação

A cinética da reação, que promove a aceleração do tempo de pega e a resistência mecânica inicial, é afetada principalmente pela relação OPC/CAC. Na Figura 11, à medida que

a substituição de OPC por CAC aumenta, o tempo de pega diminui até atingir a faixa de 40-80%, na qual a reação pode ser quase instantânea. Esta curva é comumente conhecida como “curva em U”.

Figura 11 - Ilustração esquemática de como a razão CAC/(CAC + OPC) influencia o tempo de pega do sistema binário OPC/CAC.



Fonte: Adaptado de (REGO; EVANGELISTA, 2016)

O mecanismo de hidratação que garante a aceleração do cimento Portland é consequência da reação entre os cátions alumínio Al^{3+} dissolvidos do CAC com os ânions sulfato SO_4^{2-} do sulfato de cálcio no OPC. Isso impede, portanto, a reação desses ânions sulfato com o C_3A , não desenvolvendo a barreira que se formaria ao redor dessas fases, liberando sua reação com a água e originando uma grande quantidade de calor da formação da etringita, o que diminui o tempo de pega (AMATHIEU; SCRIVENER; BIER, 2001) ,(TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013),(NEHRING et al., 2018) .

Neste sistema, o tempo de pega é altamente dependente dos tipos de CAC e OPC, influenciando na quantidade de CAC necessária para fornecer o tempo de pega solicitado. Isso se deve principalmente à natureza do sulfato de cálcio presente no OPC. Quanto maior a solubilidade do sulfato de cálcio, como o hemidrato, maior a quantidade de CAC necessária para atingir o nível de aceleração. Portanto, a dosagem de CAC deve ser ajustada para cada cimento Portland (KWASNY-ECHTERHAGEN; AMATHIEU; ESTIENNE, 2003).

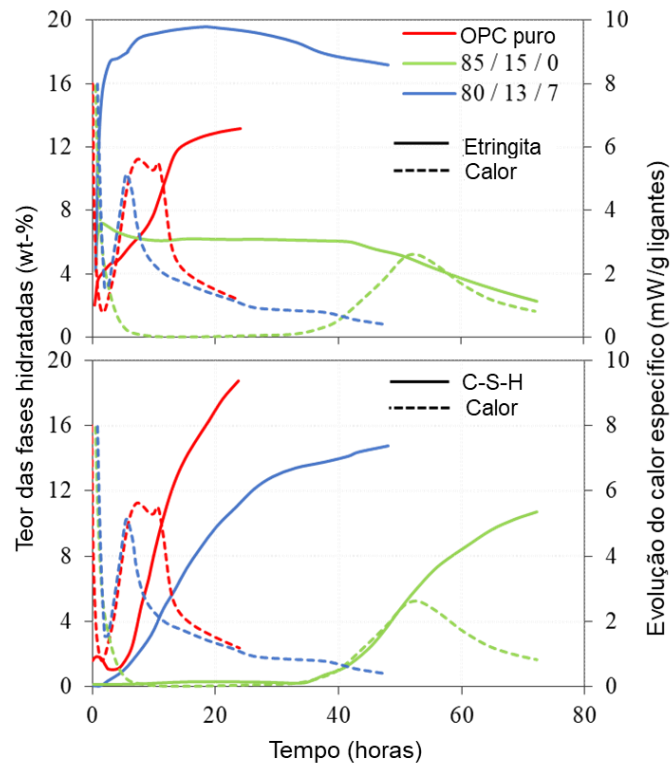
Embora a barreira ao redor do C_3A seja desestruturada, o rápido desenvolvimento da etringita pode ocasionar sua deposição ao redor da fase C_3S do cimento Portland, formando

também uma barreira que causa “envenenamento” nesta superfície de silicato, retardando ou bloqueando a hidratação e formação de C-S-H. Isso afeta principalmente o desenvolvimento da resistência mecânica ao longo do tempo, que depende da hidratação dos silicatos (AMATHIEU; SCRIVENER; BIER, 2001), (GU; FU; BEAUDOIN, 1994), (GU et al., 1997). Este atraso ou bloqueio depende da proporção entre os dois ligantes. Para teores de CAC em torno de 15% dos ligantes totais, a hidratação do silicato ocorre tardiamente, mas se houver aumento deste teor, o sistema fica sujeito ao bloqueio da hidratação do silicato (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013).

O atraso na hidratação dos silicatos pode ser compensado pela adição de sulfato de cálcio no sistema (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013),(XU; WANG; ZHANG, 2012b). Em contrapartida, esta adição pode causar um aumento no tempo de pega (XU; WANG; ZHANG, 2012b). Além disso, como a fonte de sulfato de cálcio do cimento Portland, a fonte extra de CaSO_4 também é um importante tópico a ser estudado, mais especificamente relacionado à estabilidade dimensional conforme explicado em 2.2.2.4.

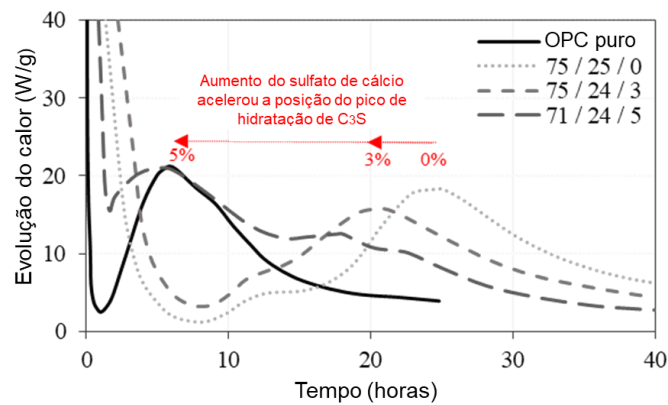
A Figura 12 compara o desenvolvimento de etringita e do C-S-H para o sistema de cimento Portland, sistema binário OPC/CAC e sistema ternário OPC/CAC/ CaSO_4 durante a hidratação inicial. É possível observar o retardo da formação de C-S-H no sistema binário e a retomada para as primeiras horas quando o sulfato de cálcio é adicionado no sistema ternário. Essa retomada é influenciada pela dosagem de sulfato de cálcio, que afeta a hidratação conforme Figura 13. Para uma quantidade fixa de CAC, o aumento de CaSO_4 provoca o retorno do fluxo de calor do C_3S para uma posição próxima à do cimento Portland puro. Isso é exemplificado na Figura 13 (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013), na qual os autores constataram que 5% de sulfato de cálcio no sistema - formando um sistema ternário OPC/CAC/ $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ na proporção 71/24/5 - foram capazes de deslocar o pico do C_3S de volta à sua posição original em torno de 5 horas.

Figura 12 - Calor de hidratação e desenvolvimento de C-S-H e etringita em pastas com Portland puro, binário OPC/CAC/CaSO₄ 85/15/0 e o ternário 80/13/7.



Fonte: Adaptado de (NEHRING et al., 2018)

Figura 13 - Calor de hidratação para o sistema puro e ternários OPC/CAC/CaSO₄.½H₂O com diferentes dosagens de sulfato de cálcio (hemidrato): OPC puro, 75/25/0, 73/24/3, 71/24/5.



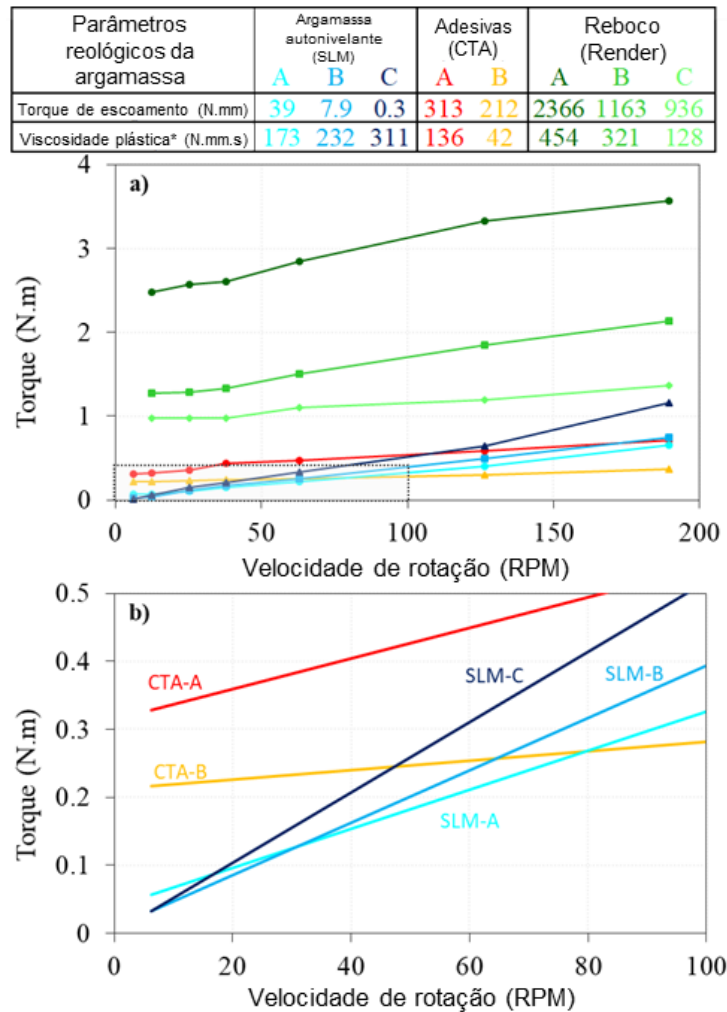
Fonte: Adaptado de (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013)

2.2.2.2 Comportamento reológico e influência da cinética de reação

A reologia por definição é a ciência que estuda o escoamento e a deformação dos materiais quando submetidos a uma determinada tensão mecânica externa (WATANABE; ISHIKAWA; WAKAMATSU, 1989). O comportamento reológico de uma argamassa autonivelante (ou concreto) deve ser caracterizado por uma tensão de escoamento suficientemente baixa que permita que o material flua sob seu próprio peso (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011), (FEYS; VERHOEVEN; DE SCHUTTER, 2008). O nível de viscosidade influencia a velocidade do fluxo e, conseqüentemente, a rapidez com que o material se espalha quando derramado: quanto menor a viscosidade, mais rápida a aplicação. A dependência da viscosidade com a taxa de cisalhamento tem menor influência na característica de auto nivelamento, mas os comportamentos de Bingham ou pseudoplástico são mais adequados (do que dilatante) quando o material é transportado por bombeamento antes da aplicação (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011).

A Figura 14 exemplifica curvas de fluxo de reometria rotacional de argamassas autonivelantes (SLM), comparando-as com dois outros tipos, argamassa colante (CTA) e reboco, todos testados nas mesmas condições. Observa-se claramente que para cada aplicação a propriedade chave do comportamento reológico é o torque de escoamento (diretamente relacionado ao limite de escoamento), detalhado na tabela em (a), onde os SLMs apresentam valores muito baixos em comparação com CTA e reboco, mas levemente acentuada viscosidade plástica principalmente devido à necessidade de evitar a segregação.

Figura 14 - Comportamento reológico demonstrado por curvas torque versus velocidade de rotação de alguns tipos de argamassas: argamassas de fabricação brasileiras como Revestimento e/ou assentamento de alvenaria (Render-A), Revestimento decorativo monocamada (Render-B), Revestimento interno (Render-C); Argamassas colantes cimentícias dos tipos ACI (CTA-A) e ACII (CTA-B); Argamassas autonivelantes BASF-Alemanha contendo aluminato de cálcio com diferentes combinações de aditivos, como SLM-A, SLM-B e SLM-C. A figura (a) mostra os resultados de todas as argamassas, e a tabela dentro da figura detalha os valores de torque de escoamento e viscosidade plástica (* equivalente à viscosidade plástica com base nas curvas de torque x rotação (DE FRANÇA et al., 2019)) e (b) linhas de tendência linear das argamassas CTA e SLM com ampliação da região com valores de torque até 0.5 N.m e velocidade de rotação até 100 RPM. Todos os testes foram feitos no reômetro rotacional da Poli-USP com configuração planetária e raquete do tipo atritor, ciclo de cisalhamento em etapas com rotação até 190RPM (DE FRANÇA et al., 2019).

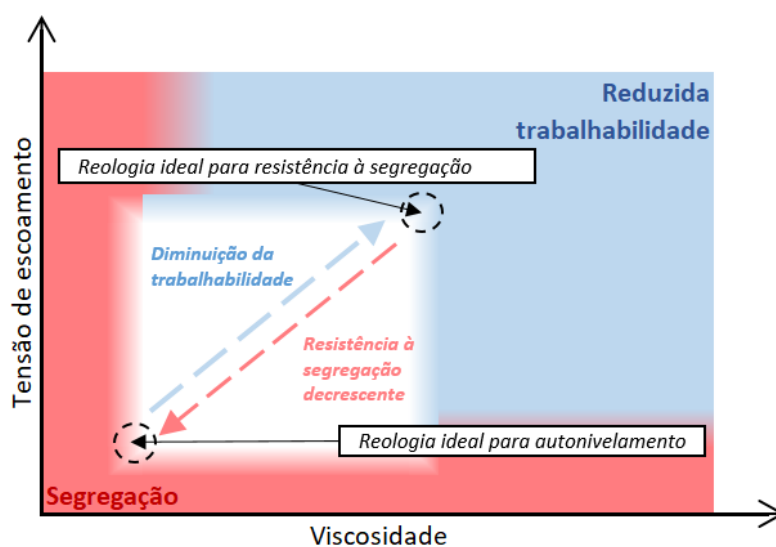


Fonte: Dados de (CARDOSO, 2009), (KUDO; CARDOSO; PILEGGI, 2013), (CARDOSO; PILEGGI, 2007)

O comportamento reológico de produtos cimentícios como argamassas autonivelantes deve ser controlado para obter a fluidez necessária e, ao mesmo tempo, garantir a resistência à segregação (exsudação e segregação de partículas), o que significa que os parâmetros reológicos não podem ser reduzidos sem controle. Muitos fatores intrínsecos da argamassa

afetam o comportamento reológico, como quantidade de água, cinética de reação influenciada pelos tipos e proporções dos ligantes, presença de aditivos como dispersantes ou controladores do tempo de pega, distribuição granulométrica, entre outros. A Figura 15 exhibe um esquema de tensão de escoamento versus viscosidade destacando regiões que resultam em: (azul) baixa trabalhabilidade para aplicações de auto nivelamento, (rosa) segregação devido a tensão de escoamento e/ou viscosidade muito baixas e (branco) comportamento de auto nivelamento adequado (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011), (SHAH, 2008).

Figura 15 - Ilustração esquemática do comportamento reológico em regiões com diferentes desempenhos em composições autoadensáveis de acordo com a tensão de escoamento e a viscosidade

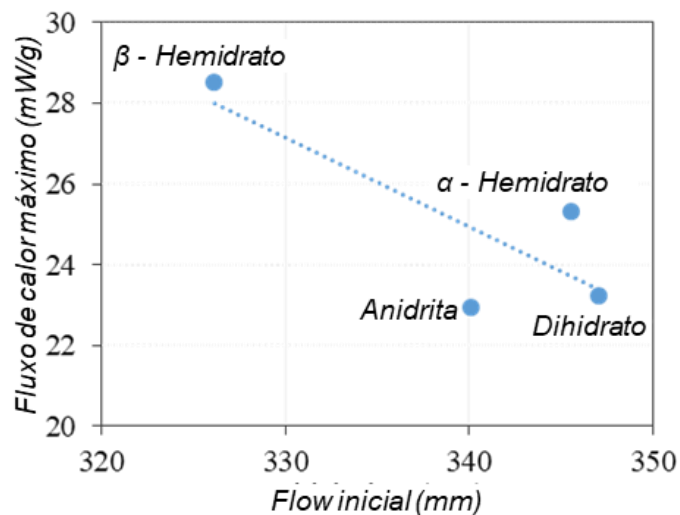


Fonte: Adaptado de (SHAH, 2008)

Partindo do pressuposto de que o produto possui parâmetros ótimos de fluidez e resistência à segregação, um fator determinante é o máximo fluxo de calor - resultante da reação química dos elementos com alta reatividade - que influencia o fluxo inicial, o fluxo ao longo do tempo e, portanto, o tempo de trabalhabilidade. O aluminato de cálcio e o sulfato de cálcio reagem nos primeiros minutos para a formação da etringita e liberam grande quantidade de calor, causando a diminuição da água livre. Tal característica além de diminuir a fluidez (PILAR; FERRON; REPETTE, 2018) é também motivo de retração (ONISHI; BIER, 2010). A Figura 16 exhibe uma tendência de que quanto maior o fluxo máximo de calor durante o período inicial de dissolução e precipitação nos primeiros 5 minutos, menor a fluidez inicial para diferentes tipos de sulfato de cálcio. Esses resultados podem levar em consideração a

solubilidade do sulfato de cálcio utilizado, pois ambos os hemidratos apresentaram maior fluxo de calor máximo provavelmente por serem mais solúveis que os outros tipos, liberando mais calor nessa primeira etapa. No entanto, é importante notar que mesmo a fluidez e o fluxo de calor não dependem apenas da solubilidade do sulfato de cálcio, mas também do tamanho das partículas e da área superficial desses elementos, o que pode influenciar o fato de o β -hemidrato causar um fluxo inicial muito menor do que α -hemidrato. Este conhecimento não é apenas para aplicação de autonivelante como exemplificado na figura, mas para qualquer material cimentício que o sistema ternário possa ser utilizado e dependa de um controle preciso do comportamento reológico, como concreto auto adensável e impressão 3D.

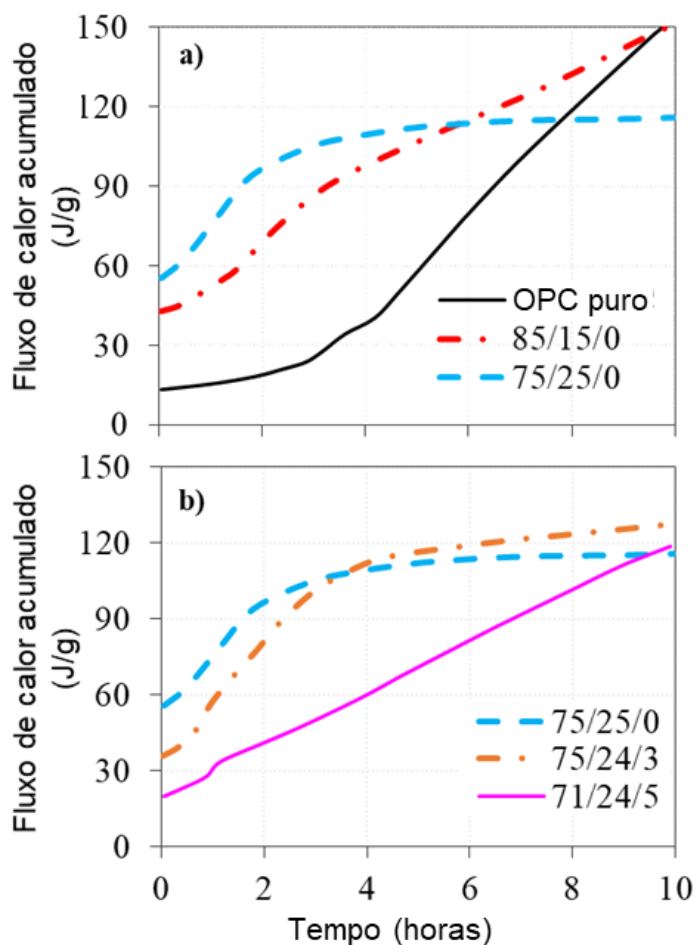
Figura 16 - Comparação entre fluxo máximo de calor após 5 min de mistura e diâmetro do flow inicial em argamassas autonivelantes com sistema ternário OPC/CAC/ $\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 50/32/18 ($x=0, 0,5$ ou 2).



Fonte: Dados de (ONISHI; BIER, 2010)

Com relação à dosagem do ternário, a Figura 17(a) demonstra que à medida que aumenta a quantidade de CAC, maior é o calor acumulado nas primeiras horas de hidratação. No entanto, para o sistema com 25% CAC, conforme a quantidade de sulfato de cálcio aumenta, o fluxo de calor inicial diminui, podendo levar a um aumento do fluxo inicial nos primeiros minutos, como mostra a Figura 17(b). Assim, correlacionando os três gráficos, aumentar o CAC pode diminuir o fluxo inicial e, para uma quantidade fixa de CAC, aumentar o teor de sulfato de cálcio leva a valores de fluxo maiores.

Figura 17 - Fluxo de calor acumulado em função do tempo nas primeiras 10 horas para composições de pastas OPC / CAC / $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. (a) Influência do aumento do CAC em Portland puro e binários 85/15/0 e 75/25/0. (b) Influência do aumento de $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ em 75/25/0, 73/24/3 e 71/24/5.



Fonte: Adaptado de (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013)

Devido ao consumo de água livre pelas reações iniciais, duas soluções são possíveis para a melhoria da auto fluidez: aumentar o teor de água e/ou aumentar o teor de dispersante. A fim de evitar a redução da resistência mecânica e aumentar a probabilidade de separação de fases, aumentar o teor de dispersante pode ser considerado a melhor solução. Isso porque, independentemente do mecanismo de estabilização, os dispersantes criam barreiras ao serem adsorvidos na superfície dos grãos de cimento, o que evita a aglomeração das partículas e, assim, reduz a energia necessária para promover o fluxo no sistema (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011). A Figura 18 exibe a demanda por aditivo dispersante para manter a fluidez à medida que a quantidade de aditivo expansivo à base de CSA aumenta.

Figura 18 - Variação do conteúdo de dispersante à base de policarboxilato através do aumento da quantidade do aditivo expansivo à base de CSA de modo a permanecer constante o teste de espalhamento em concretos auto adensáveis de alto desempenho.



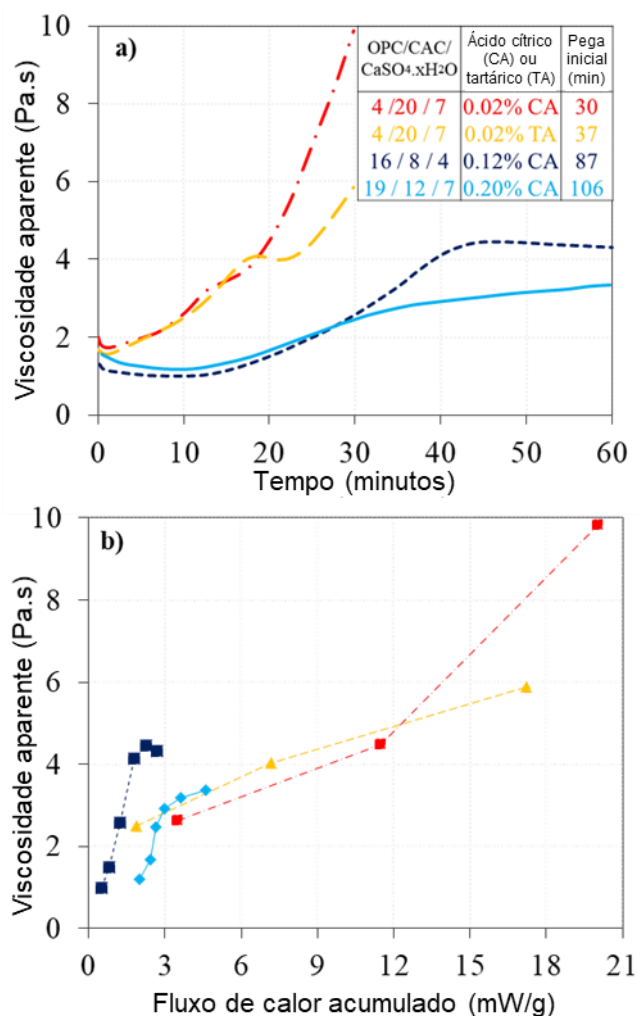
Fonte: Dados de (PILAR; FERRON; REPETTE, 2018)

No entanto, a dosagem ótima do dispersante pode ser excedida, ou seja, acima de um determinado valor, ele não afeta mais a fluidez e pode causar segregação e/ou retardo exacerbado no tempo de pega. Assim, outras misturas como ácido tartárico, ácido cítrico ou citrato trissódico também podem ser empregadas para retardar a formação de etringita e garantir maior fluxo, além de melhorar o desenvolvimento da resistência mecânica (AMATHIEU; SCRIVENER; BIER, 2001). A escolha do aditivo retardador e a proporção do ligante, bem como o teor utilizado, influenciam fortemente a viscosidade e a reatividade da argamassa autonivelante ao longo do tempo.

Na Figura 19, as formulações ricas em CAC OPC/CAC/CaSO₄.½H₂O como 4/20/7 mostram como o uso de ácido cítrico ou tartárico afetam a viscosidade aparente ao longo do tempo, demonstrando que o ácido tartárico é mais eficaz a longo prazo. Enquanto isso, as formulações ricas em OPC com composições de ligantes OPC/CAC/CaSO₄ como 16/8/4 e 19/12/7 mostraram que, embora o 19/12/7 tenha maior teor de ligantes, o ácido cítrico 0,20% é mais eficaz esse 0,12% a longo prazo, aumentando também o tempo de pega. Além disso, é possível observar como os valores de viscosidade aparente são afetados pelo fluxo de calor acumulado dos sistemas nos primeiros 30 minutos para formulações ricas em CAC e 60

minutos para formulações ricas em OPC, demonstrando que os ricos em CAC são altamente mais reativos que os ricos em OPC para essas configurações de aditivos.

Figura 19 - (a) Viscosidade aparente na taxa de cisalhamento $15s^{-1}$ em função do tempo e (b) em função do fluxo de calor acumulado de quatro argamassas autonivelantes, duas formulações ricas em CAC com composição de ligantes OPC / CAC / $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ como 4/20/7 comparando os ácidos cítrico e tartárico (durante 30 minutos) e duas ricas em OPC com composições de ligantes OPC / CAC / $CaSO_4$ como 16/8/4 e 19/12/7 comparando o teor de ácido cítrico (durante 60 minutos).



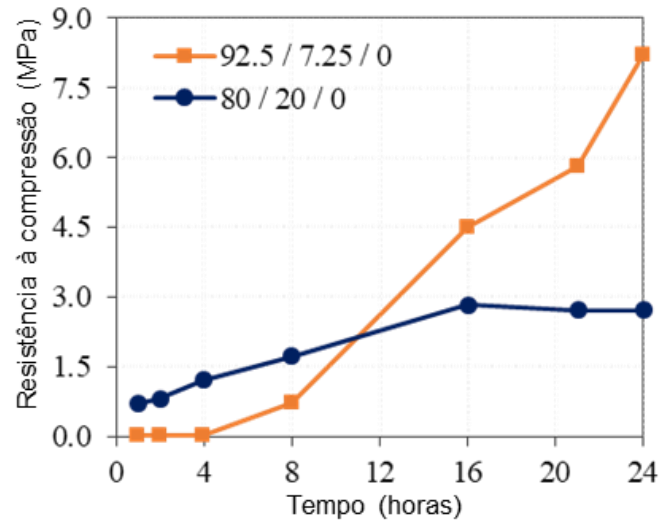
Fonte: Adaptado de (EMOTO; BIER, 2007)

2.2.2.3 Desenvolvimento da resistência mecânica

Conforme observado na cinética da reação, a dosagem de CAC em substituição ao cimento Portland afeta a hidratação da fase de silicatos, que pode ser bloqueada. A Figura 20 demonstra que, para uma proporção de 80/20 OPC/CAC, a resistência à compressão até 8h após a mistura é significativamente maior do que para a formulação com menos CAC 92,5/7,5,

mas a partir de 12h a resistência mecânica da formulação 92,5/7,5 supera o de material com mais CAC e fica aproximadamente 3 vezes maior após 24h.

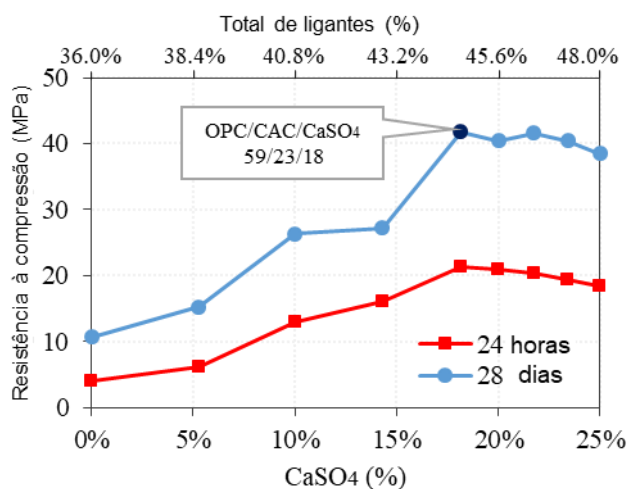
Figura 20 - Desenvolvimento de resistência mecânica em materiais cimentícios com sistemas binários OPC/CAC 92.5/7.25 e 80/20.



Fonte: Dados de (GU et al., 1997)

Assim, a adição de sulfato de cálcio é necessária para garantir a hidratação do C_3S e conseqüentemente o desenvolvimento da resistência mecânica. A Figura 21 mostra como o aumento do teor de anidrita em uma argamassa autonivelante afeta a resistência mecânica após 24 horas e 28 dias. Observa-se que até 18% de sulfato de cálcio ocorre um aumento da resistência, e após esse valor essa propriedade passa a diminuir de maneira sutil. Porém, para cada sistema existe um valor limite de sulfato de cálcio a ser adicionado para atingir a resistência mecânica máxima.

Figura 21 - Resistências mecânicas 24 horas e 28 dias para argamassas autonivelantes pelo aumento do teor de anidrita adicionado no sistema ternário OPC/CAC/CaSO₄ nas proporções 72/28/0 , 68/26/5 , 65/25/10 , 62/24/14 , 59/23/18 , 58/22/20; 57/22/22; 55/21/23, 54/21/25.

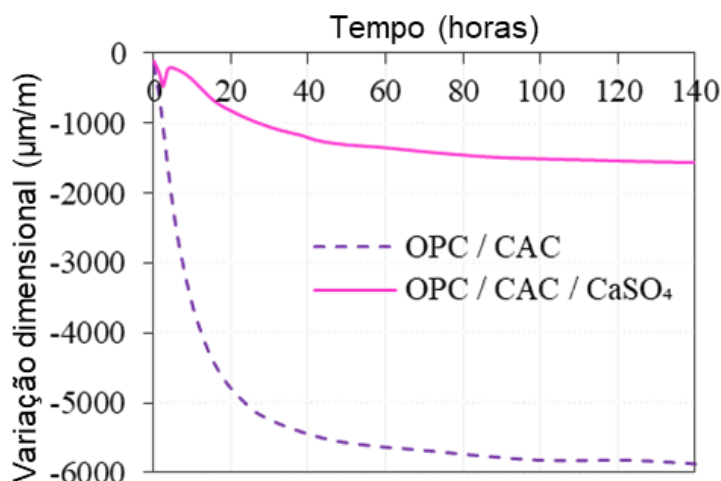


Fonte: Adaptado de (SUN et al., 2017)

2.2.2.4 Variação dimensional no sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄

A compensação da retração é a principal vantagem para a qual se requer o sistema ternário nas argamassas autonivelantes. A Figura 22 mostra o perfil usual observado de um sistema binário, no qual não há compensação, e de um sistema ternário, que mostra a compensação ocorrida nas primeiras horas, evitando a retração acentuada.

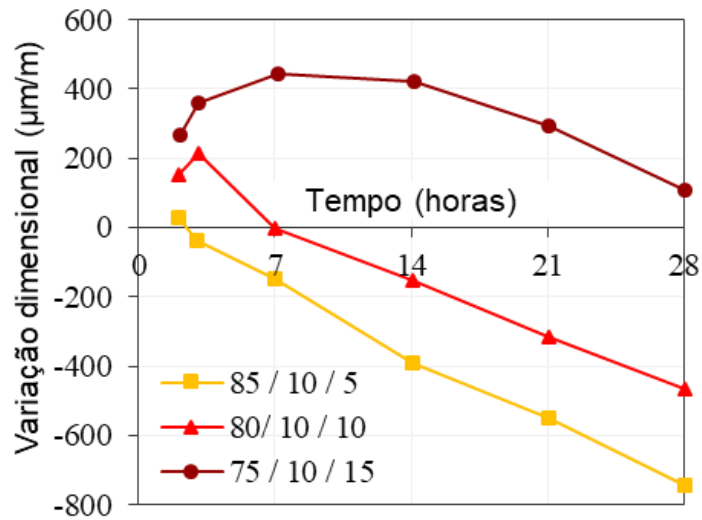
Figura 22 - Ilustração esquemática da variação dimensional de um sistema binário OPC / CAC e de um sistema ternário OPC / CAC / CaSO₄ em condições de temperatura e umidade ambiente.



Fonte: Adaptado de (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001)

A quantidade de sulfato de cálcio adicionado também afeta a variação dimensional. A Figura 23 mostra que quanto maior o teor de anidrita, maior é a expansão nas primeiras idades, portanto, a intensidade da retração ao longo do tempo é reduzida.

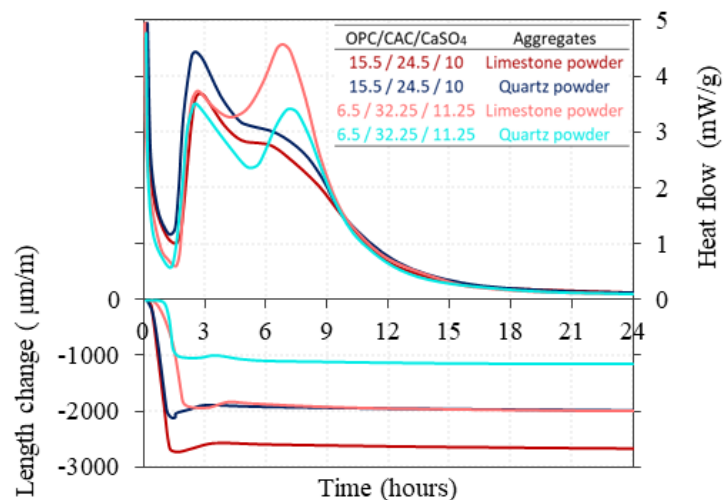
Figura 23 - Variação dimensional de argamassas autonivelantes com sistema ternário OPC / CAC / CaSO_4 nas dosagens 85/10/5, 80/10/10, 75/10/15, umidade relativa do ar 95%, temperatura de 22°C até 24 horas e umidade ambiente após 24 horas.



Fonte: Adaptado de(ZHANG et al., 2018)

Além das proporções dos ligantes, a variação dimensional também é influenciada pelos agregados usados, conforme mostrado na Figura 24. A troca do fíler calcário por fíler de quartzo afeta a variação dimensional, bem como a evolução do fluxo de calor: o quartzo pode diminuir o fluxo de calor e a retração durante as primeiras 24 horas. Não apenas agregados diferentes podem influenciar essas propriedades, mas também a presença do aditivo pó redispersável que tende a reduzir a retração plástica e aumentar a expansão (QORLLARI et al., 2017).

Figura 24 - Fluxo de calor e variação dimensional inicial de sistemas ternários com fíler calcário ou de quartzo durante as primeiras 24 horas de hidratação.



Fonte: Adaptado de (LEES; GRUFFYDD-JONES; BURGOYNE, 1995)

Mecanismo de expansão do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄

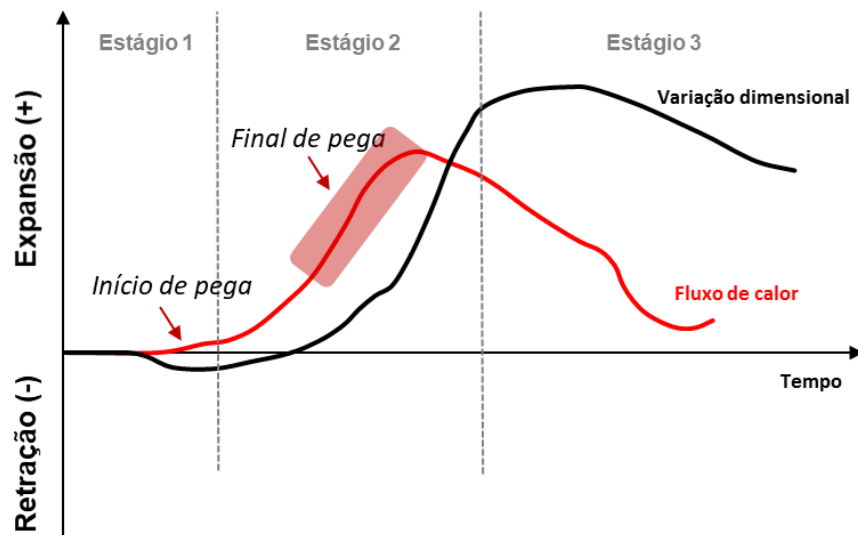
O mecanismo de expansão inferido ocorre durante as primeiras horas de hidratação através da formação controlada de etringita dentro da matriz cimentícia. Assim, a retração é compensada pelo aumento de volume causado pelos hidratos que causam uma restrição a essa expansão, ou seja, induzem uma tensão compressiva que compensa a tensão de tração gerada pela retração por secagem durante as idades tardias. Além da pressão causada pelo aumento volumétrico da matriz, a formação da etringita absorve grande quantidade de água em sua superfície, retirando a água dos poros do sistema e evitando que ela fique livre para a secagem (ZHANG et al., 2018), (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001), (LEES; GRUFFYDD-JONES; BURGOYNE, 1995), diminuindo, portanto, a força motriz da retração por secagem.

A variação dimensional é resultado de dois processos opostos: a expansão determinada pela formação de etringita no sistema e a retração causada principalmente pela secagem da argamassa. A magnitude desses processos é influenciada pelas razões CAC/CaSO₄ e OPC/(CAC+CaSO₄), tipo e solubilidade do sulfato de cálcio, características do cimento Portland e condições de cura (PURI; VOICU; BADANOIU, 2010).

O processo de expansão pode ser dividido em 3 etapas conforme mostra a Figura 25, conforme a seguir (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001):

- *Estágio 1*: Período dormente, ligantes anidros são dissolvidos, atividade química ainda não iniciada e retração plástica é observada.
- *Estágio 2*: Período de precipitação, as reações químicas começam e uma precipitação maciça de etringita é acompanhada por aumento de volume, ou seja, expansão. Quando o cimento Portland e o aluminato de cálcio são analisados isolados nesta curva, a retração é observada. Nesta fase inicia-se o desenvolvimento microestrutural.
- *Estágio 3*: A reação de formação da etringita é finalizada e a variação dimensional é afetada basicamente pela retração por secagem. Se a química estiver desequilibrada, a expansão pode ser continuada neste estágio. Em geral, após este período as demais fases anidras do sistema são hidratadas, mas não se observa expansão considerável.

Figura 25 - Ilustração esquemática da variação dimensional e fluxo de calor de um material cimentício com compensação de retração por formação de etringita e correlação com tempos de pega.



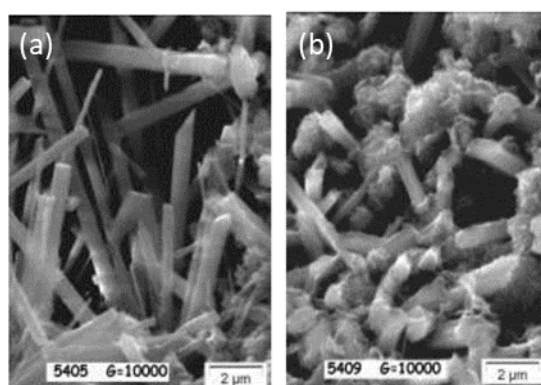
Fonte: Adaptado de (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001) e (VIECILI; HASTENPFLUG; GIRARDI, 2018)

Nas argamassas cimentícias autonivelantes, o desempenho é altamente dependente das condições ambientais como umidade e temperatura, sendo a fase 2 a principal afetada por estas variações, visto que esta é também a fase principal de desenvolvimento da etringita (BIER; ESTIENNE; AMATHIEU, 2001).

Tipo de sulfato de cálcio e sua influência na variação dimensional e resistência mecânica nas primeiras horas

Para obter uma expansão suficiente que compense a retração e garanta uma microestrutura com a porosidade desejada e conseqüentemente as propriedades mecânicas, é importante que o equilíbrio entre os elementos contendo CaO , Al_2O_3 e SO_3 seja tal que a quantidade de SO_3 seja baixa quando comparada à quantidade de Al_2O_3 . Assim, em um sistema equilibrado com variação dimensional nas primeiras horas controlada, o hidrato etringita pode crescer em formato de agulha, fina e esguia, em vez de formatos curtos maciços, hexagonais e prismáticos, com velocidade e quantidade adequadas para obter uma compensação de retração rápida e controlada durante o desenvolvimento microestrutural inicial. Tal desempenho depende do tipo de sistema utilizado para compensação e da taxa de dissolução de cada matéria-prima (ZHANG et al., 2018). Assim, a proporção de matérias-primas deve ser equilibrada, limitando principalmente a dosagem de sulfato de cálcio, pois isto determina o teor de sulfato disponível para formação de etringita (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014a). Outro fator a ser considerado é o pH da solução, pois segundo (GOETZ-NEUNHOEFFER; NEUBAUER; SCHWESIG, 2006), os dois extremos de morfologia do cristal etringita variam das seguintes maneiras: Em pH de 9,5 o cristal é muito fino em formato de agulha e em pH de 12,5 os cristais são hexagonais, prismáticos e menores. O aumento do teor de SO_3 oriundo do sulfato de cálcio reduz o pH do sistema (MARTIN, 2015). A Figura 26 mostra os dois tipos de etringita que podem ser formados.

Figura 26 - (a) Etringita em forma de agulha fina/alongada; (b) Forma prismática da etringita.



Fonte:(REGO, 2017)

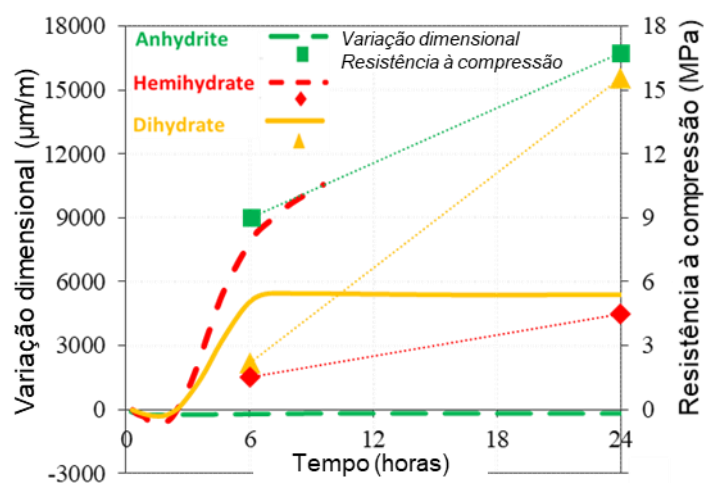
Uma forma de obter a quantidade de sulfato de cálcio necessária para a formação da etringita é através de equações estequiométricas como a extensão da reação, que representa a porcentagem de reatividade do cimento expansivo na mistura do aditivo expansivo (fornecedor dos aluminatos) controlada pelos sulfatos (SOUSA RIBEIRO, 1998), (LOBO; COHEN, 1991). No entanto, este método requer uma caracterização precisa de matérias-primas, como do sulfato de cálcio e do teor da fase C_3A no cimento Portland, bem como o teor da fase CA no aluminato de cálcio. Normalmente, essas informações não são fornecidas pelos fabricantes e são necessários equipamentos sofisticados para obtê-las.

Assim, devido às diferentes solubilidades entre os tipos de sulfato de cálcio demonstrados na Figura 10, o tipo adicionado no sistema ternário rico em OPC pode afetar o equilíbrio iônico e a variação dimensional (ONISHI; BIER, 2010),(ZHANG et al., 2018), (PURI; VOICU; BADANOIU, 2010). A Figura 27 mostra os resultados das argamassas autonivelantes do sistema ternário OPC-CAC-xCaSO₄ (50/32/18, CAC 40% alumina) comparando os três tipos de sulfato de cálcio além da resistência à compressão em 6 e 24 horas. A estabilidade dimensional, bem como maiores valores de resistência à compressão nas primeiras horas, foram alcançadas apenas com anidrita, enquanto que com dihidrato houve uma expansão considerável no início e com hemidrato a expansão foi tão grande que ficou acima da capacidade de medição do equipamento.

A estabilidade dimensional ocorre porque os íons Ca^+ , SO_4^{2-} , $Al(OH)^{-4}$ são equilibrados devido à baixa solubilidade da anidrita, que pode fornecer sulfato por um período maior de tempo comparado aos outros, e que favorece a precipitação da etringita e o crescimento em forma de agulha nas interfaces dos produtos hidratados formando uma estrutura firme e densa (ZHANG et al., 2018) , (AMATHIEU; SCRIVENER; BIER, 2001), (TORRÉNS-MARTÍN; FERNÁNDEZ-CARRASCO; BLANCO-VARELA, 2013), (KIGHELMAN, 2007), (MIN; MINGSHU, 1994). A utilização da anidrita também resulta em uma maior quantidade de etringita a longo prazo (QOKU et al., 2022). Em outros casos, devido às altas taxas de dissolução do hemidrato e do dihidrato em relação à anidrita, os íons Ca^+ e SO_4^{2-} apresentam-se em maior concentração do que o $Al(OH)^{-4}$, o que ocasiona a formação da etringita em maior quantidade e em forma curta, hexagonal e prismática (ONISHI; BIER, 2010), (ZHANG et al., 2018), (PURI; VOICU;

BADANOIU, 2010), (KIGHELMAN, 2007). Essa elevada quantidade de etringita causa uma expansão exagerada, que pode causar fissuras nos corpos de prova e baixos valores de resistência mecânica nas primeiras horas, conforme mostra a Figura 27.

Figura 27 - Variação dimensional e resistência à compressão 6 horas e 24 horas de argamassas autonivelantes com diferentes tipos de sulfato de cálcio adicionados na proporção de ligantes no sistema ternário OPC / CAC / $\text{CaSO}_4 = 50 / 32 / 18$.



Fonte: Adaptado de (ONISHI; BIER, 2010)

A grande quantidade de etringita formada utilizando hemidrato em comparação com a anidrita pode ser observada na análise do teor de etringita ao longo do tempo. Para um sistema ternário OPC / CAC / $x\text{CaSO}_4 = 77,5/15/7,5$ a 20°C , durante as primeiras 3 horas o teor de etringita atinge valores em torno de 15% e estabiliza em 22% após 72 horas no sistema com anidrita, já utilizando o hemidrato, em 3 horas o valor é de 25% e diminui muito para 4% em 72 horas. O estudo mostra como o teor de etringita varia ao longo do tempo para hemidrato e anidrita, mostrando o pico inicial de estruturação para hemidrato e a queda devido ao esgotamento do sulfato de cálcio e à transformação de etringita em monossulfato de cálcio (XU; WANG; ZHANG, 2012a).

2.3 Comparação entre as soluções para estabilidade dimensional

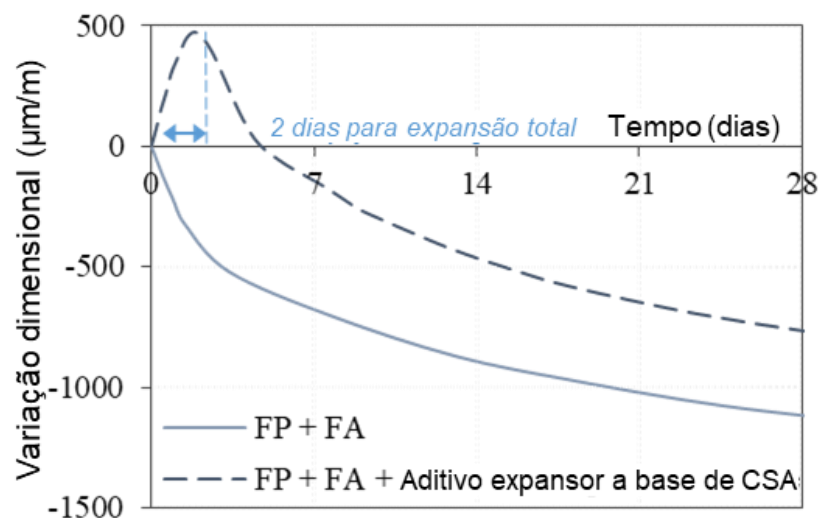
Conforme descrito acima, o sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 não é o único sistema utilizado para prevenir a retração e conseqüentemente a fissuração em sistemas cimentícios. Os estudos seguintes comparam soluções de forma a expor a sua eficiência e adequação de acordo com o tipo de sistema cimentício considerado.

Os estudos compararam soluções como substituição parcial do cimento Portland, contenção mecânica por polietileno e fibras de aço, redutor de retração (SRA), aditivo expensor à base de CaO e compensação da retração por formação de etringita através do aditivo expensivo à base de CSA (tipo K). Infelizmente, e peculiarmente, o sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ não foi encontrado em estudos comparativos.

2.3.1 Cimento expensivo à base de CSA vs Polietileno e fibras de aço

Como o sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄, a mistura expansiva à base de sulfoaluminato de cálcio também compensa a retração por meio de uma expansão inicial causada pela formação de etringita. A Figura 28 demonstra como a expansão inicial aumenta o efeito de diminuição da retração em um sistema cimentício em comparação com o mesmo material com apenas restrição mecânica por polietileno e fibras de aço (JANG et al., 2019).

Figura 28 - Variação dimensional de um “SHCC - strain-hardening cement composite” (compósito de cimento reforçado por tensão) convencional com 0,75% de fibra de polietileno (FP) e 0,75% de fibra de aço enganchada (FA) em volume, e outro também com essas fibras, mas com 10% de cimento Portland substituído pelo aditivo expensivo de base CSA. Temperatura 20°C e umidade relativa do ar 50%.

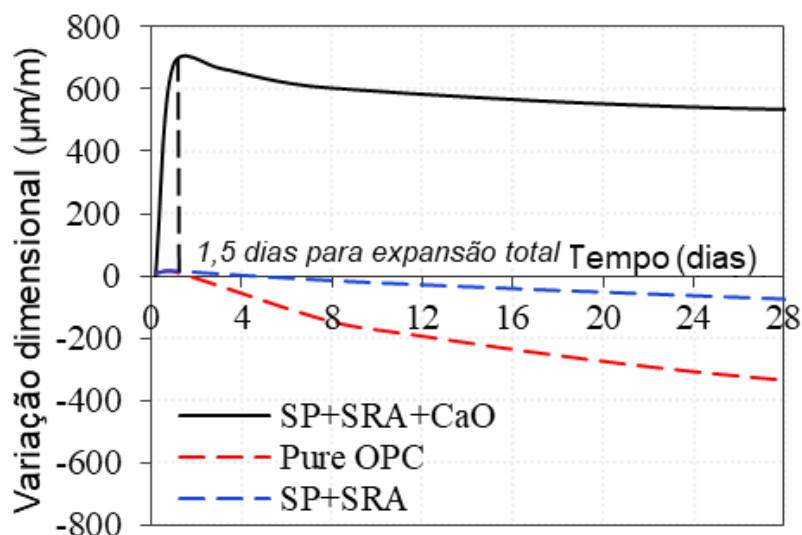


Fonte: Adaptado de (JANG et al., 2019)

2.3.2 Aditivo expensor à base de CaO vs redutor de contração (SRA)

A Figura 29 demonstra a eficiência do aditivo expensor à base de CaO versus o aditivo que apenas reduz o efeito da retração do sistema cimentício. O aditivo expensivo promove uma expansão inicial causada pela formação de Ca(OH)₂.

Figura 29 - Variação dimensional de um sistema cimentício com 7% de superplastificante de poliacrilato que possui efeitos redutores de retração por secagem (SRA + SP), e outro com 7% de SRA + SP mais 25% do aditivo expansor de base CaO, em kg/m³, e um OPC puro como controle. Condições de cura: 20°C com cobertura de polietileno por 1 dia e depois exposição permanente ao ar com umidade relativa do ar de 55%.

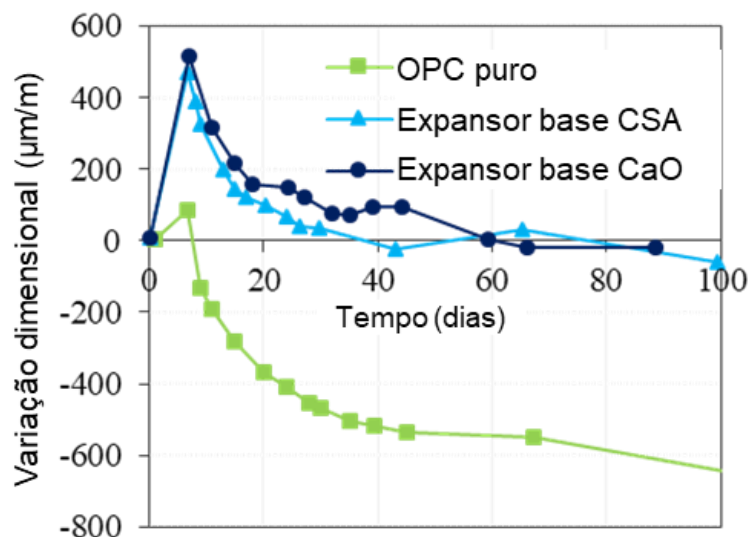


Fonte: Adaptado de (COLLEPARDI et al., 2008)

2.3.3 Cimento expansivo à base de CSA vs aditivo expansor à base de CaO

A mistura expansiva à base de CSA (tipo K) é comparada ao expansor à base de CaO e a um sistema sem elementos expansivos no estudo a seguir. A Figura 30 mostra que ambos atingem propriedades semelhantes em relação à variação dimensional após 7 dias submersos em água e de acordo com as dosagens apresentadas. A principal diferença entre os sistemas baseados em CSA e CaO é a taxa de expansão: o sistema de aditivo expansor baseado em CaO se expande a uma taxa mais rápida (CHAUNSALI et al., 2013).

Figura 30 - Variação dimensional dos sistemas cimentícios: cimento Portland puro; 15% de Portland substituído por aditivo expansivo baseada em CSA; 6% de Portland substituído pelo aditivo expansor à base de CaO. As amostras foram desmoldadas após 6 horas e imersas em água de cal saturada por 7 dias e posteriormente expostas a condições ambientais de 23°C e 50% de umidade relativa do ar.



Fonte: Adaptado de (CHAUNSALI et al., 2013)

2.3.4 Análise comparativa das soluções com o sistema ternário OPC-CAC-CASO₄

Basicamente, para determinadas dosagens, fontes de matérias-primas e condições do ambiente, observou-se que o mecanismo de expansão após a hidratação proporciona o melhor resultado de estabilidade dimensional, seja pela formação de etringita ou hidróxido de cálcio. Quando soluções como a restrição mecânica por fibras ou aditivos redutores de retração são aplicadas, o fenômeno de retração é suavizado, mas devido à falta de expansão inicial, o sistema ainda atinge elevados valores de retração ao longo do tempo.

Embora nenhum artigo tenha sido encontrado para realizar a comparação experimental do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ com outras soluções, é razoável supor que o sistema ternário teria desempenho semelhante à mistura compensadora de sulfoaluminato de cálcio. Ambos os materiais são encontrados em cimentos expansivos de acordo com a ASTM C 845 (2018) e possuem o mesmo mecanismo de expansão por formação de etringita.

Portanto, o sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ será o foco principal deste trabalho pois este se enquadra no contexto da compensação da retração e pode ser considerado essencial para a estabilidade dimensional em argamassas autonivelantes. Sua principal vantagem em

relação aos produtos à base de CSA e CaO é o fato de que para taxas de substituição de cimento Portland mais baixas (10-20%), a formação de etringita é acelerada e controlada. Isso afeta positivamente não apenas a variação dimensional, mas também o desenvolvimento da resistência mecânica e o aspecto da superfície. No entanto, o comportamento reológico da argamassa é afetado negativamente devido à alta reatividade logo após a mistura, o que diminui a fluidez e o tempo aberto. Assim, retardadores de pega são necessários para regular a reatividade e garantir o tempo de trabalhabilidade adequado para este tipo de aplicação.

2.3.5 Resumo das soluções para atingir a estabilidade dimensional

Os principais aspectos e efeitos das soluções para a estabilidade dimensional de argamassas autonivelantes estão resumidos de forma simplificada na Tabela 4. Embora esta tabela considere as propriedades visadas para as argamassas autonivelantes aplicadas em contrapisos, é importante considerar que as mesmas tendências podem ser concebidas para outras aplicações cimentícias, pois as suas propriedades podem seguir as mesmas influências relativas aos ligantes, aditivos ou agentes de restrição mecânica.

Tabela 4 - Soluções para estabilidade dimensional e influências nas propriedades da argamassa autonivelante. (— sem influência significativa; ▲ melhora o desempenho; ▼ piora o desempenho)]

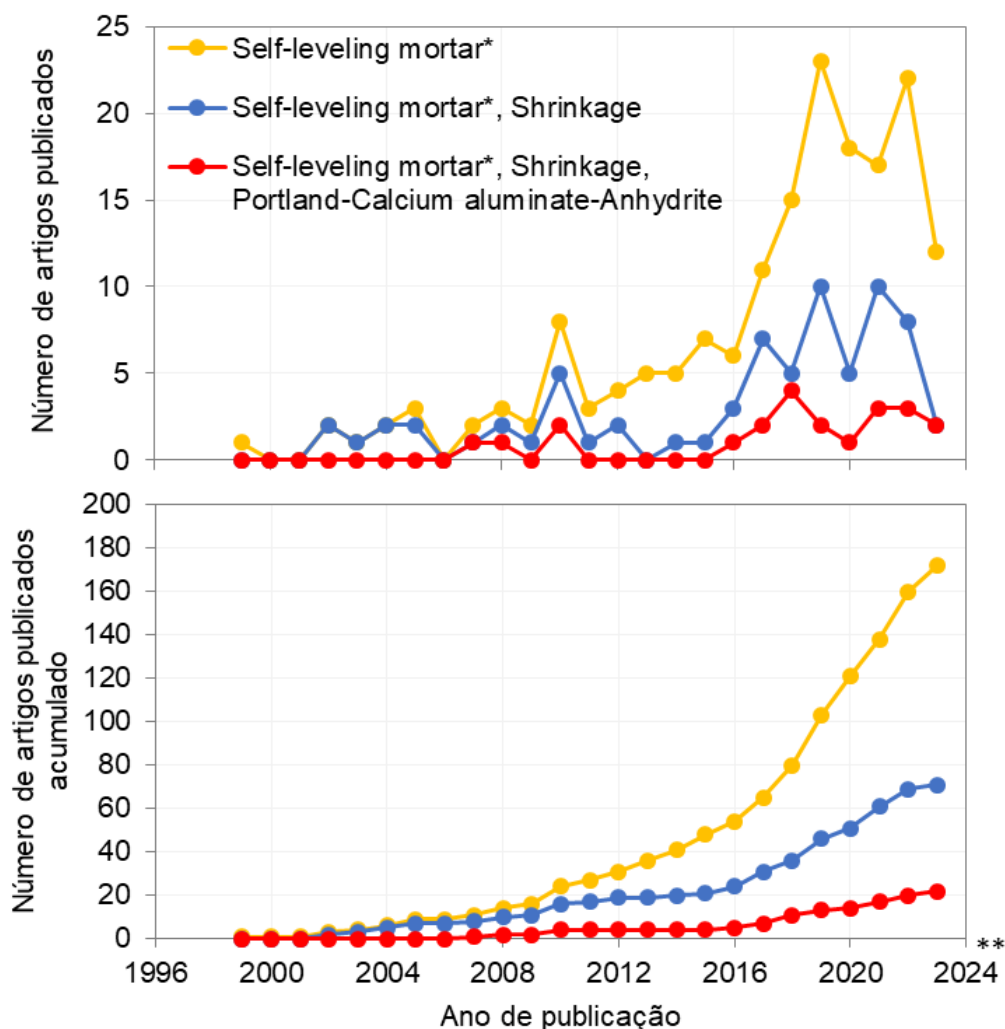
Sistema	<i>Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄</i>	<i>Cimento expansivo de base CSA</i>	<i>Aditivo expansor de base CaO</i>	<i>Aditivo redutor de retração (SRA)</i>	<i>Polietileno e fibras de aço</i>
Método	Compensação da retração por etringita	Compensação da retração por etringita	Compensação da retração por Ca(OH) ₂	Redução da retração autógena e por secagem	Restrição mecânica
Diâmetro do Flow	—	—	—	—	▼
Retenção do diâmetro do flow	▼	—	—	—	—
Tempo de trabalhabilidade	▼	—	—	—	—
Tempo de pega	▲	▲	—	—	—
Resistência mecânica nas primeiras horas	▲	—	—	—	—
Desenvolvimento da resistência mecânica	▲	▲	▲	—	▲
Estabilidade dimensional	▲▲	▲▲	▲▲	▲	▲

- Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄: Além da compensação da retração, a resistência inicial também pode ser alcançada. No entanto, as reações para obter resistência nas primeiras horas afetam a retenção do flow e reduzem o tempo de trabalhabilidade. Isso pode ser ajustado através de aditivos reguladores de tempo de pega.
- Cimento expansivo à base de CSA: Embora garanta a compensação da retração e acelere o tempo de pega por formação da etringita, a resistência nas primeiras horas não é garantida.
- Aditivo expensor à base de CaO: Este aditivo potencializa apenas a estabilidade dimensional e maior resistência ao longo do tempo.
- Redutor de retração (SRA): Não afeta significativamente outras propriedades da argamassa autonivelante além da estabilidade dimensional. Diminui a retração, mas não a elimina.
- Fibras de polietileno e aço: Embora a fibra possa afetar negativamente o comportamento reológico da argamassa, a resistência à tração na flexão pode ser afetada positivamente, assim como a resistência residual após a fratura. O controle dimensional resultando é limitado.

2.4 Literatura ao longo do tempo

Temas como a argamassa autonivelante, os efeitos da retração e as soluções para se obter a estabilidade dimensional não são assuntos já consolidados na literatura internacional e muito menos na brasileira. Por meio de uma pesquisa quantitativa em uma das principais plataformas de acesso a periódicos científicos internacionais (Web of Science), foi possível quantificar as publicações científicas ao longo do tempo relacionadas aos principais temas dessa literatura conforme apresentado na Figura 31. As palavras buscadas foram: “Self-leveling mortar” e outros (outros considera também: “self-leveling underlayment”, “self-leveling screed” e “self-leveling compound”), “Shrinkage” e “Portland cement - Calcium Aluminate – Anhydrite” (todos os três juntos referindo-se ao sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄).

Figura 31 - Artigos publicados e acumulados ao longo do tempo para combinações de palavras-chave: Self-leveling mortar, Shrinkage, Portland-Calcium Aluminate-Anhydrite. A plataforma usada como fonte foi <www.sciencedirect.com> através dos tipos “Artigos de revisão, Artigos de pesquisa, Resumos de conferências, Informações sobre conferências, Mini revisões, Artigos de dados e Revisões de produtos” em (**) 28 de maio de 2023, não considerando o ano completo. (*) “Self-leveling mortar” inclui também: self-leveling underlayment, self-leveling screed e self-leveling compound.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os gráficos mostram que a presença do termo argamassa autonivelante vem aumentando significativamente em artigos técnicos ao longo dos anos desde 1999. Os resultados da combinação dos termos “argamassa autonivelante” e “retração” também crescem de forma contínua, apesar da menor intensidade, demonstrando que a retração é um dos principais focos quando se estuda a argamassa autonivelante devido a sua grande importância. Portanto, desde 2007, o sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ vem sendo investigado

e publicado em correlação com o controle de retração em aplicações de autonivelante. Sua presença também é elevada, mostrando-se um assunto de interesse e com vantagens em relação à estabilidade dimensional. Em 2020 ocorreu uma queda no número de publicações para todos os títulos procurados, influência provável da pandemia da Covid-19.

2.5 Considerações finais e perspectivas futuras

O atual contexto de industrialização da construção civil exige cada vez mais ações que garantam alta produtividade, mecanização dos processos, redução de custos, melhoria da qualidade dos edifícios, segurança e saúde no trabalho, liberação rápida da área e otimização da qualidade e quantidade de funcionários. Neste cenário, a revisão bibliográfica consolida tópicos importantes relacionados ao sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ aplicado às argamassas autonivelantes. As principais vantagens deste sistema referem-se ao mecanismo de compensação da retração baseado na formação da etringita e o rápido desenvolvimento da resistência mecânica que favorece a qualidade e eficiência dos processos de aplicação e regularização de contrapisos.

Enquanto esta solução já está difundida na Europa e nos EUA, no Brasil a utilização de argamassas autonivelantes com sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ ainda é escassa em comparação com a argamassa cimentícia semi-seca tradicional, a “farofa”. A ausência de literatura técnica e de conhecimento científico para aplicação utilizando matérias-primas locais dificulta o emprego dessa tecnologia, questão que se reflete na inexistência de padronização nacional. O trabalho demonstrou que este produto pode ser complexo em todas as suas etapas, desde a seleção de matérias-primas, design da formulação e reação entre tipos e dosagens de ligantes até o controle adequado da aplicação para garantir que todas as demandas sejam atendidas, como a auto fluidez sem segregação e os requisitos de propriedades no estado endurecido com foco principalmente na estabilidade dimensional e rápido desenvolvimento de resistência mecânica. As informações levantadas e detalhadas neste único documento, com qualidade bibliográfica nos tópicos mencionados, são também úteis para outros tipos de aplicações (atuais ou futuras) que exijam controle de propriedades através do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄, como argamassas de reparo, revestimentos pré-moldados e impressão 3D de argamassas e concretos (DAS et al., 2022).

As propriedades do sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ foram comparadas com outras soluções utilizadas com finalidade de garantir a estabilidade dimensional, o que mostrou que este sistema pode ser considerado uma solução eficiente para argamassa autonivelante ou outras aplicações que tenham este requisito. No entanto, essa análise foi realizada observando um contexto geral e basicamente por meio de trabalhos internacionais. Portanto, deve-se levar em consideração que estudos ainda não foram realizados para verificar a eficácia dessa solução para sistemas com seu principal componente, o cimento Portland, de origem brasileira. Por isso este trabalho analisou argamassas autonivelantes já comercializadas no Brasil e nos Estados Unidos, de modo a observar possíveis divergências em relação as composições e requisitos do mercado, e também produtos formulados em laboratório com diferentes fabricantes nacionais de cimento Portland do tipo CP V ARI

3. EXPERIMENTAL

O plano experimental consiste na análise detalhada e comparativa das características e propriedades dos dois grupos: Argamassas comerciais; argamassas formuladas em laboratório. Ambos seguem as etapas de caracterização das matérias primas separadas em: Análise das características físicas, composição química e mineralógica e cinética de reação por calorimetria. E também as etapas de análise das propriedades das argamassas separadas em: Análise das propriedades no estado fresco, na transição do estado fresco para o endurecido e no estado endurecido. Os métodos de análise das características das matérias primas e os métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes são observados na Figura 32 e Figura 33, respectivamente.

Figura 32 – Métodos de análise das características das matérias primas.

Características físicas dos materiais	Composição química e mineralógica dos materiais	Cinética de reação dos materiais
<ul style="list-style-type: none"> • Densidade real • Distribuição de tamanho de partículas por difração a laser • Distribuição de tamanho de partículas por análise de imagens dinâmica (AID) • Área superficial específica 	<ul style="list-style-type: none"> • Composição química por fluorescência de raios X • Composição mineralógica por difração de raio X • Termogravimetria 	<ul style="list-style-type: none"> • Calorimetria

Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 33 – Métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes.

Propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco	Propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o estado endurecido	Propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido
<ul style="list-style-type: none"> • Fluidez por fluxo livre e monoponto • Tempo de passagem pelo flow cup • Reometria Rotacional e Oscilatória das pastas 	<ul style="list-style-type: none"> • Tempo de trabalhabilidade • Tempo de pega • Cinética de reação por calorimetria • Variação dimensional nas primeiras 24 horas 	<ul style="list-style-type: none"> • Variação dimensional até 28 dias • Resistência mecânica até 28 dias • Composição mineralógica até 28 dias

Fonte: Elaborado pela autora.

3.1 Métodos de análise das características físicas dos materiais

3.1.1 Densidade real

A densidade real foi medida utilizando o picnômetro de gás Hélio – Multipycnometer Quantachrome MVP 5DC, através da medição de duas pressões e a obtenção do volume do sólido pela teoria dos gases ideais (WEBB, 2001) pela equação 1:

$$P_r \times V_r = P_s \times V_s \quad (1)$$

Onde P_r é a pressão da célula de referência, V_r o volume ocupado devido à pressão P_r , P_s pressão da célula contendo a amostra após ocupação dos vazios pelo gás e V_s é o volume do sólido. Assim, a densidade real é obtida dividindo a massa do material pelo V_s .

3.1.2 Distribuição de tamanho de partículas por difração a laser

A distribuição de tamanho de partículas considerando os materiais finos como os cimentos, filer e o passante na peneira 90 μm das argamassas comerciais foi determinada por difração a laser utilizando o Sympatech Helos e dispersão em água deionizada com ultrassom Sucell. O material é misturado na proporção 1 para 25 de água em massa por 1 minuto em 1500rpm e em seguida a suspensão é inserida na unidade de dispersão até a concentração ótima do sinal resultar em aproximadamente 10.

3.1.3 Distribuição de tamanho de partículas por análise de imagens dinâmica (AID)

A distribuição de tamanho de partículas da areia e do retido na peneira 90 μm das argamassas comerciais foi determinada por análise de imagens dinâmicas (AID) por via seca utilizando o equipamento QicPic com dispersor GRADIS. O ensaio consiste em inserir a amostra, em torno de 150 gramas, em um funil que a transporta até uma unidade de dispersão. Nesta recebe uma fonte de luz gerando as projeções 2D que são gravadas a uma taxa de aquisição de 450 imagens por segundo. Em seguida, o software processa as imagens e fornece a distribuição de tamanho e forma das partículas desta amostra (BLOTT; PYE, 2001).

3.1.4 Área superficial específica

A área superficial específica foi determinada através do método da adsorção de gás nitrogênio a 77 K, onde um gás adsorvente interage com a superfície do sólido adsorvente da

amostra pela atração das moléculas de fase gasosa. O modelo matemático utilizado foi o de Brunauer, Emmet and Teller (BET), multiponto (faixa de p/p_0 entre 0,05 e 0,25), onde “ p_0 ” é a pressão de condensação do nitrogênio. Equipamento utilizado foi o Belsorp max, Bel Japan.

Antes do ensaio as amostras foram secas a 110°C por 24 horas, resfriadas até temperatura ambiente e depois encaminhadas para um pré-tratamento no equipamento BELPREP-vacII submetida à vácuo (pressão 10-2kPa) por 16 horas a 40°C para os materiais cimentícios, e por 8 horas a 110°C para os materiais inertes como fíler a areia.

3.2 Métodos de análise da composição química e mineralógica dos materiais

3.2.1 Composição química por fluorescência de raios X

A análise química foi determinada utilizando amostra fundida com tetraborato de lítio, relativa a análise quantitativa por comparação com materiais de referência certificados, em espectrômetro de fluorescência de raios X, marca Malvern Panalytical, model Zetium. A Perda ao Fogo (PF) foi realizada a 1020°C por 2 horas. As amostras consideradas nesta análise foram apenas finos menores que 90 μm .

3.2.2 Composição mineralógica por difração de raio X

A análise mineralógica foi determinada pela técnica de difratometria de Raio-X e considera apenas amostras menores que 90 μm . Através da incidência desta radiação, os fótons são difratados, detectados e, caso o material tenha estrutura cristalina, os átomos são arranjados e a difração de raio-X se espalhará nas direções que satisfazem a Lei de Bragg. Assim, o equipamento capta o ângulo refratado e sua intensidade, sendo possível identificar qual é a fase pois este valor depende da distância entre os átomos da estrutura cristalina.

Os ensaios foram realizados utilizando o difratômetro modelo EMPYREAN da marca PANalytical, do Laboratório de Sistemas Integráveis (LSI) no departamento de Engenharia de Elétrica da Escola Politécnica da USP. Os parâmetros de ensaio são: fonte de raio X $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ ($\lambda=1.54059 \text{ \AA}$), voltagem do tubo 40kV, corrente do tubo 40 mA, modo de varredura contínuo, característica da amostra de granulometria 90% passante em peneira 75 μm , pré-tratamento da amostra por moagem, preparação da amostra por Back loading, varredura angular 5 a 70

2θ , passo angular $0.02^\circ 2\theta$, tempo do passo 300 segundos. A quantificação foi utilizando método de Rietveld através do software HighScore Plus v 4.6 e a base de dados Panalytical Inorganic Structure Database.

3.2.3 Termogravimetria

O ensaio de termogravimetria (TG) foi realizado utilizando termo balança Netzsch T209 F1 Libra. A amostra de 50 mg, menor que $90\ \mu\text{m}$, é colocada em um cadinho de alumina aberto e aquecida em atmosfera inerte de nitrogênio a uma taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até 1000°C com fluxo de gás de 20 a $60\text{ml}/\text{min}$. Assim, é possível quantificar a variação da massa em função da temperatura e obter a curva de perda de massa em função da temperatura e do tempo.

3.3 Método de análise da cinética de reação dos materiais

A cinética de reação das matérias primas considera apenas os ligantes das argamassas formuladas em laboratório, visto que não é possível separar os ligantes das argamassas comerciais recebidas e já homogeneizadas. Por isso, a cinética de reação das argamassas comerciais será realizada na avaliação das propriedades do produto final.

3.3.1 Calorimetria

A cinética e duração das reações podem ser estudadas através da análise da quantificação do calor de hidratação (SCRIVENER; SNELLINGS; LOTHENBACH, 2018) utilizando o calorímetro de condução isotérmica Thermometric modelo TAMAir. A relação água/pó para os cimentos isolados foi de 25g de água para 50g de pó. A mistura é realizada por adição de água no pó em 5 segundos, mistura manual com espátula por 50 segundos e mistura mecânica rotatória a velocidade de 1000rpm durante 90 segundos. O material no estado fresco é então adicionado na ampola do calorímetro na quantidade de 15 gramas. O calor liberado é medido após 10 minutos da adição da água no pó. A temperatura do ambiente do ensaio permanece constante em 23°C e a duração é de 72 horas.

Na sequência 15 g de pasta é alocada na ampola e a mesma é introduzida no calorímetro. A mensuração do calor liberado começou cerca de 10 minutos após o primeiro contato do pó com a água e, portanto, o pico de molhagem não foi avaliado neste estudo. O

ensaio aconteceu a uma temperatura constante de 23°C e durante 48 horas. Os resultados são apresentados pelas curvas de taxa de calor em mW e calor acumulado em Joule por massa do ligante pelo tempo.

3.4 Métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco

As argamassas autonivelantes foram avaliadas seguindo metodologias específicas para este tipo de produto, levando em consideração as principais propriedades requisitadas no campo de aplicação. A ASTM C1708/C1708M-19 “Standard Test Methods for Self-leveling Mortars Containing Hydraulic Cements”(C09 COMMITTEE, 2019) foi a norma de referência desta avaliação e indica a metodologia para fluidez por fluxo livre e monoponto e tempo de passagem por orifício de flow cup. Para todos os testes que tiverem essa norma como referência, o laboratório permaneceu nas condições de temperatura $23\pm 2^\circ\text{C}$ e umidade relativa do ar $> 50^\circ$. Também foram utilizados métodos de análise por reometria rotacional e oscilatória para análise do comportamento reológico.

3.4.1 Fluidez por fluxo livre e monoponto

Para a mistura, as argamassas formuladas em laboratório tiveram suas matérias primas pesadas e homogêneas à seco em sacos plásticos em uma mistura manual por 1 minuto antes da adição da água. Para as argamassas comerciais não foi necessária esta pré-homogeneização. 3 kg da mistura seca foi adicionada sobre a quantidade de água especificada para cada formulação na cuba da argamassadeira de 5L e movimentação planetária. As etapas do processo de mistura são: (i) Adição do pó na água; (ii) 60 segundos em V1 (Rotação da pá, Movimento planetário = 40 RPM, 62 RPM); (iii) 30 segundos parado para raspagem; (iv) 240 segundos V2 (285 RPM, 125 RPM). Totalizando 5 min 30 seg.

O método mais simples e utilizado pelos formuladores de argamassas autonivelantes é a determinação do diâmetro do flow utilizando molde cilíndrico (altura=50mm, diâmetro interno=30 mm), placa de vidro 30x30cm e régua até 30 cm, resultando no teste de fluidez por fluxo livre e monoponto. Este teste também pode ser útil para a obtenção do teor de água de uma argamassa autonivelante que não tem este valor identificado, já que o diâmetro

mínimo deve estar entre 125 e 150 mm sem apresentar exsudação (C09 COMMITTEE, 2019). Portanto, 125mm é o limite mínimo e 150mm um valor aceitável de flow. O molde é preenchido exatamente nos tempos 6, 20 e 30 minutos após a adição da água e elevado logo em seguida. Após o derramamento da argamassa, deve-se esperar 4 minutos para realizar a medição do diâmetro do flow em duas direções perpendiculares e realizar a média para obtenção do valor considerado.

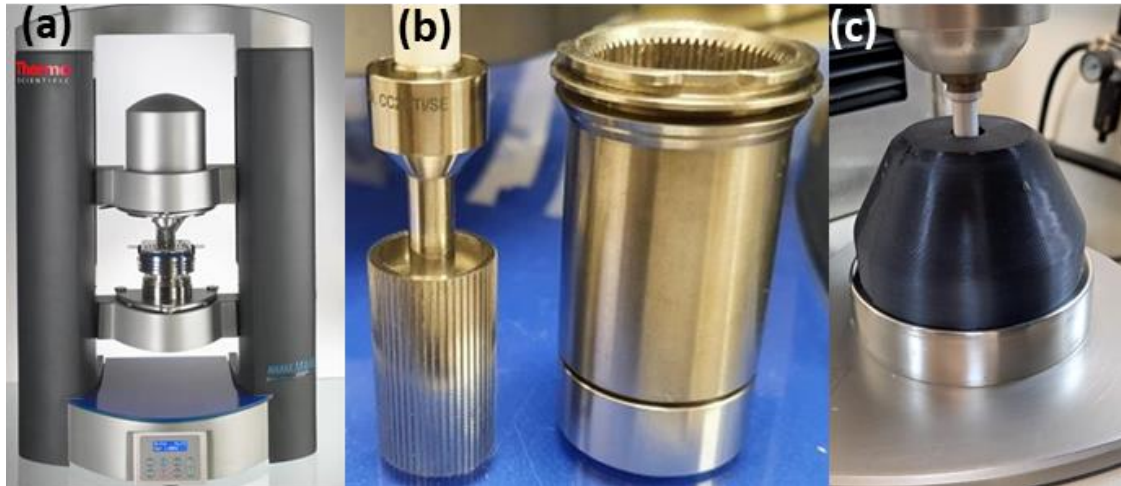
3.4.2 Tempo de passagem pelo flow cup

A mistura da argamassa segue o mesmo procedimento descrito em 3.4.1. O teste para determinação do tempo de passagem da argamassa autonivelante pelo orifício do flow cup é uma maneira de obter um indicativo comparativo sobre a viscosidade cinemática das argamassas autonivelantes, pois o teste apresenta o tempo de esvaziamento do copo de volume conhecido e com orifício calibrado em sua base. Porém apenas o tempo de passagem será analisado já que o reômetro será utilizado para análise mais detalhada. O flow cup utilizado foi o ISO 8, volume 100 ml e abertura do orifício 8 mm. Ele é preenchido nos tempos 6, 20 e 30 minutos após a adição da água e o orifício liberado logo em seguida. O recipiente deve ser completamente preenchido e rasado na superfície. O tempo considerado é o do momento que o orifício é liberado até quando for possível observar de cima o fluido passando por ele.

3.4.3 Reometria Rotacional e Oscilatória das pastas

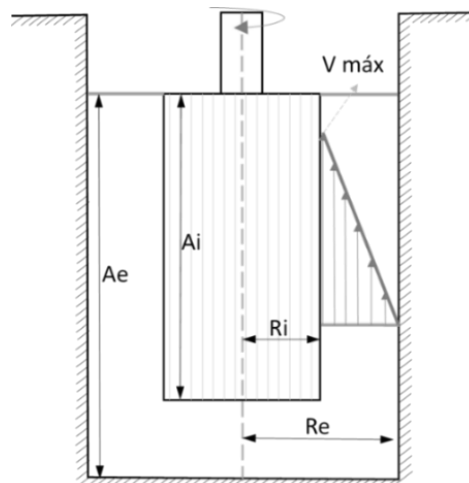
O perfil reológico e de consolidação das pastas foram avaliados através das condições de fluxo rotacional e oscilatório utilizando o reômetro HAAKE™ MARST™ 60 e software Haake RheoWin. Os principais aspectos do arranjo são ilustrados na Figura 34 e o desenho da geometria cilindro concêntrico, também chamado de Couette, que é utilizada em fluidos pouco viscosos com altas taxas de cisalhamento, é ilustrado na Figura 35. Foi utilizada cobertura de plástico feita em equipamento 3D para diminuir a interferência do meio em relação à evaporação da água na superfície da argamassa exposta. A geometria possui paredes internas com ranhuras para evitar que o material deslize nessas superfícies (COSTA; NACCACHE; VARGES, 2017).

Figura 34 – (a) Reômetro HAAKE™ MARSTM 60, (b) geometria cilindro concêntrico, (c) Cobertura de plástico para evitar evaporação.



Fonte: Elaborado pela autora.

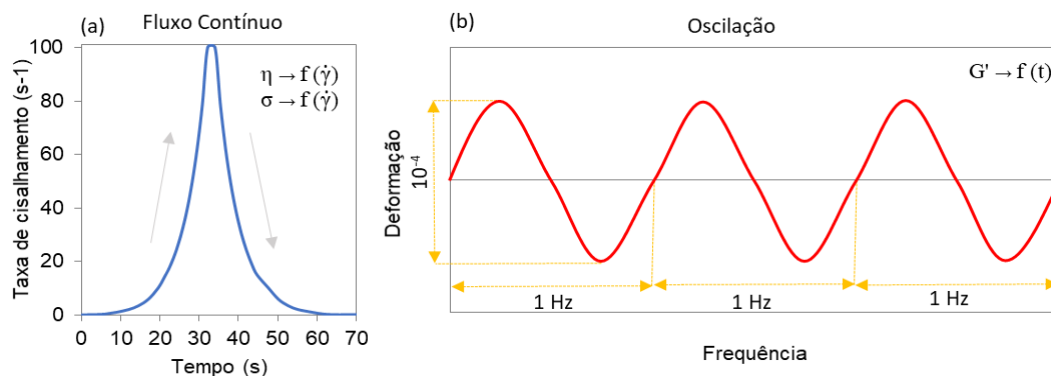
Figura 35 – Esquema da geometria cilindro concêntrico com superfície ranhurada e gap entre cilindros de 3mm, onde $A_e = 52,8\text{mm}$, $A_i = 34,5\text{mm}$, $R_i = 10\text{mm}$, $R_e = 13\text{mm}$.



Fonte: Adaptado de (SCHRAMM, 1998)

Os ensaios começaram após em torno de 5 minutos da adição da água, iniciando por fluxo contínuo, com taxa de cisalhamento variando de 0 a 100 s^{-1} com 16 pontos de aceleração e 15 de desaceleração e duração de 3 seg em cada patamar de taxa na faixa de $0 - 1\text{ s}^{-1}$, 2,5 seg na faixa de $2 - 10\text{ s}^{-1}$ e 1,3 seg na faixa de $15 - 100\text{ s}^{-1}$, para logo em seguida ser iniciado o ensaio oscilatório com frequência de 1Hz e deformação 10^{-4} na duração total de 2 horas ou quando G' atinge em torno de 10.000.000 Pa. Os esquemas dos ensaios são mostrados na Figura 36.

Figura 36 – Ilustração dos ensaios de fluxo (a) e oscilatório (b).



Fonte: Adaptado de (ROMANO, 2013)

Na etapa de ensaio de fluxo, as informações obtidas são sobre viscosidade, tensão de escoamento e tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento aplicada, e na etapa de ensaio oscilatório é obtida a componente elástica (G') e a componente viscosa (G'') das pastas em função do tempo.

3.5 Métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o estado endurecido

A ASTM C1708/C1708M-19 também é referência para metodologia de testes de tempo de trabalhabilidade e tempo de pega, e a mistura segue o mesmo procedimento descrito em 3.4.1. Além disso, também foi analisada a cinética de reação por calorimetria e a variação dimensional nas primeiras 24 horas

3.5.1 Tempo de trabalhabilidade

Descrito na norma como Healing time (Tempo de cicatrização), o tempo de trabalhabilidade consiste em uma estimativa de quanto tempo o aplicador teria para utilizar a argamassa após a adição da água. A argamassa autonivelante pode perder a trabalhabilidade por reações intrínsecas do produto que se iniciam no processo de estruturação ou por evaporação da água no momento da aplicação. Para o teste foi utilizada fôrma retangular de dimensões Largura x Profundidade x Altura 250x145x20mm e espátula com largura 6 mm. A argamassa é depositada na fôrma logo após a mistura e deve atingir a espessura de aproximadamente 6 mm. Após 10 minutos e a cada 5 minutos da adição da água, são realizados cortes a 25 mm de distância entre eles, até o momento que as duas partes já não

se unem mais. A argamassa foi mantida em repouso até o dia seguinte até estar completamente endurecida. Após isso é observado se algum corte apresentou ondulação perceptível ao toque e, caso haja, o tempo de trabalhabilidade final da argamassa é o corte imediatamente anterior. A Figura 37 exibe uma demonstração do teste em uma argamassa que já perdeu a trabalhabilidade pois os cortes já não fecham mais.

Figura 37 – Demonstração do teste para obtenção do tempo de trabalhabilidade de argamassas autonivelantes (Healing time) onde cortes são feitos a cada 5 minutos.



Fonte: Elaborado pela autora.

3.5.2 Tempo de pega

O tempo de pega é importante para observar quando a argamassa está iniciando o processo de endurecimento (tempo de pega inicial) e quando esta já está rígida o suficiente para resistir por completo a queda de uma agulha (tempo de pega final). É importante ter o conhecimento de que o tempo de pega não necessariamente coincide com o tempo de trabalhabilidade, principalmente nas argamassas autonivelantes, que podem ter horas de diferença entre o valor obtido realizando o teste descrito em 3.5.1 e o tempo de pega inicial. O equipamento utilizado foi o Vicat automático, com massa na agulha de 300 gramas e queda livre. O período entre quedas varia entre 5, 10 e 20 minutos, a depender da reatividade de cada argamassa. A argamassa é depositada no molde tronco de cone \emptyset inferior 8cm, \emptyset superior 7 cm e altura 4 cm logo após a mistura e as quedas devem iniciar com a argamassa

ainda no estado fresco. O tempo de pega inicial ocorre quando a agulha atinge uma cota de pelo menos 25 mm. O tempo de pega final ocorre quando a agulha já não penetra mais a argamassa e as quedas seguintes atingem valores constantes de em torno de 3 cm.

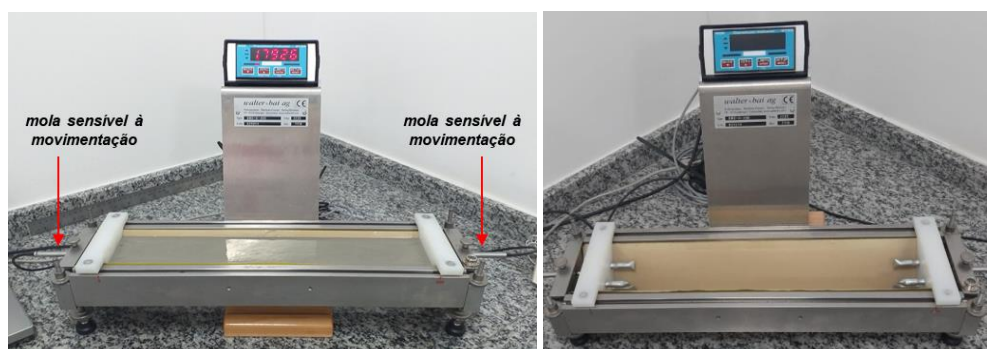
3.5.3 Cinética de reação por calorimetria

A análise da cinética de reação por calorimetria das argamassas autonivelantes segue o mesmo procedimento descrito em 3.3.1, mas com teor de água e método de mistura diferentes. Esta avaliação é importante ser realizada na argamassa de modo a ser possível a obtenção dos picos de formação dos hidratos e correlacionar com o tempo de trabalhabilidade, de pega e a cinética de consolidação. Os teores de água das comerciais e formuladas em laboratório foram ensaiadas com o teor de água especificado pelo fabricante ou formulador. A mistura consiste em misturar a água com 50g do material seco em um misturador rotacionário a 1000 rpm. As etapas são: Com a água no pote e o misturador ligado, 30 segundos adicionando o pó, 30 segundos apenas de mistura, 30 segundos parado para raspagem e 60 segundos de mistura. Totalizando 2min30s.

3.5.4 Variação dimensional nas primeiras 24 horas

A mistura da argamassa segue o mesmo procedimento descrito em 3.4.1. A variação dimensional do estado fresco para o endurecido nas primeiras 24 horas não é uma medição usual realizada pelos fabricantes nacionais de argamassas autonivelantes, conforme pesquisas de fichas técnicas. Porém, essa análise é muito importante para entender se os agentes expansivos estão agindo de forma adequada de modo a compensar a retração que ocorrerá a longo prazo. O dispositivo de medição utilizado é o medidor de retração e expansão Walter & Bai do tipo SWG-H-400 exibido na Figura 38, que consiste em um molde prismático triangular onde as amostras tem dimensões Δ 65x65x65mm e comprimento de 400 mm. A medição é realizada por duas molas fixas e sensíveis a movimentações e que são anexadas nas extremidades longitudinais do prisma, o que possibilita a medição por minuto do quanto a argamassa expande ou retrai. A medição ocorre nas primeiras 24 horas após a adição da água na argamassa.

Figura 38 – Equipamento de medição de retração ou expansão Walter & Bai do tipo SWG-H-400, com destaque para molas sensíveis à movimentação e a argamassa no estado fresco na figura a esquerda e os pinos na figura a direita.



Fonte: Elaborado pela autora.

3.6 Métodos de avaliação das propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido

3.6.1 Variação dimensional até 28 dias

A variação dimensional no estado endurecido é obtida a partir das desmoldagem de corpos de prova 25x25x285mm após 24 horas da adição da água. Na moldagem são inseridos pinos nas extremidades das barras que são utilizados como pontos de apoio em um equipamento comparador de expansibilidade no momento de medir a variação dimensional. A barra padrão deste equipamento tem 300mm de comprimento. As idades de medição são: 24 horas (desmoldagem), 3 dias, 7 dias, 14 dias, 21 dias e 28 dias. Os valores obtidos em 24 horas devem ser subtraídos das idades seguintes, tornando 24 horas como ponto inicial Zero. 6 barras são moldadas, 3 para serem mantidas nas condições do laboratório e ser medida a retração, e 3 para serem submersas em água logo após a medição 24 horas com o objetivo de medir a expansão causada por uma possível superdosagem de sulfato de cálcio. O resultado é a média das 3 barras em cada condição.

3.6.2 Resistência mecânica até 28 dias

3.6.2.1 Resistência à compressão

O aparato utilizado no teste de resistência à compressão segue a ASTM C109/C109M Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars, e a curva

consiste na obtenção dos valores dos testes de ruptura nas idades 4 horas, 24 horas, 7 dias e 28 dias. A idade 4 horas é importante pois as argamassas analisadas são de tempo de pega rápido, o que possibilita a aceleração do desenvolvimento da resistência mecânica e, portanto, a mais rápida liberação para tráfego de pedestres após a aplicação. Após vasta pesquisa de fichas técnicas de argamassas autonivelantes do mercado nacional e internacional, foi possível observar que a maioria dos fabricantes libera o produto aplicado para tráfego leve de pedestres após 2 a 6 horas. Os corpos de prova foram moldados em fôrmas cúbicas de 50x50 mm e para cada idade foram realizados 3 rompimentos e obtida a média. A prensa utilizada é uma Soiltest de carga máxima 200 kN e a velocidade de aplicação da carga ficou na faixa 1,0-1,5 kN/s.

3.6.2.2 Resistência à tração na flexão

O aparato utilizado no teste de resistência à tração na flexão segue a ASTM C348 Standard Test Method for Flexural Strength of Hydraulic-Cement Mortars, e a curva consiste na obtenção dos valores dos testes de ruptura nas idades 24 horas e 28 dias. Os corpos de prova foram moldados em fôrmas prismáticas 40x40x160mm e para cada idade foram realizados 3 rompimentos e obtida a média. A configuração do teste consiste em carga concentrada por carregamento em três pontos. A prensa utilizada é uma Soiltest de carga máxima 200 kN e a velocidade de aplicação da carga ficou em torno de 0,05 kN/s.

3.6.3 Composição mineralógica até 28 dias

Com o objetivo de observar a evolução do consumo de anidros e formação de hidratos ao longo do tempo, amostras foram paralisadas nas idades 4 horas, 24 horas e 28 dias. As idades foram escolhidas de modo a coincidir com algumas idades medidas no desenvolvimento da resistência mecânica e variação dimensional. A idade 4 horas é importante pois este tipo de argamassa tem como requisito garantir resistência nas primeiras idades de modo a liberar o produto para tráfego leve rapidamente.

Os ensaios considerados para essa análise são: análise mineralógica por difração de raio X – DRX e análise por termogravimetria - TG, os procedimentos foram descritos em 3.2.2 e 3.2.3, respectivamente. Devido à complexidade das composições, para se obter intensidades

no DRX e perda de massa e sinais de DTG na TG suficientemente elevados para observar diferenças entre as idades e formulações, foi necessário peneirar as composições de modo a se utilizar apenas os finos $\leq 90\mu\text{m}$, já que o teor de areia por massa está entre 40% e 50% das formulações, e o teor de quartzo seria muito elevado e suavizaria a intensidade dos outros componentes.

O procedimento de preparação dos finos, obtenção do teor de água, mistura e moldagem e paralisação são descritos abaixo.

- i. Preparação dos finos: Peneirar as argamassas em $90\mu\text{m}$ e utilizar apenas o material passante, os finos, o que melhora a avaliação da microestrutura pois elimina a interferência da areia. As argamassas formuladas em laboratório tiveram a adição dos aditivos retardadores ácido cítrico e ácido tartárico após o peneiramento, no teor 0,09% cada (considerando 100% como o teor apenas de finos sem a areia e na formulação total o teor desses aditivos é 0,05% e o teor de areia é 42,5% a serem exibidos no item 3.8: $0,05/(100-42,5) = 0,09\%$) pois essas matérias primas possuem tamanhos de partícula maiores que $90\mu\text{m}$ e eram eliminadas no peneiramento. As argamassas formuladas em laboratório sem a presença de aluminato de cálcio e anidrita não tiveram adição dos retardadores pois com esta adição o tempo de pega ultrapassou 3 dias e propriedades 24 horas seriam perdidas.
- ii. Obtenção do teor de água: Como o trabalho consiste em uma análise comparativa entre produtos formulados e comerciais onde o teor das matérias primas é desconhecido, o teor de água a ser utilizado para cada argamassa deve considerar a mesma concentração de sólidos para todas. O cálculo para cada argamassa consiste em:

- Obter o teor de finos em volume $V_f = \sum \rho_{mp} \times m_{mp}$

Onde ρ_{mp} é a densidade de cada matéria prima fina, passante na peneira $90\mu\text{m}$, e m_{mp} é o teor em massa dessa matéria prima na formulação. Os aditivos não foram considerados pois na mistura com a água eles são dissolvidos.

- Obter a fração água/fino em volume $A/F_v = \frac{v_a}{V_f}$

Onde o v_a é o volume de água considerado inicialmente, densidade da água ρ_a multiplicado pelo teor em massa da água m_a .

- Após observar todos os teores A/F_v , considerar o de menor valor como o que deve ser aplicado ao restante das argamassas, neste caso foi considerado o valor da argamassa Comercial C, portanto A/F_{v-C} .
- Obter o novo teor de água em volume V_a , considerando fração água/finos como A/F_{v-C} , onde $V_a = V_f \times A/F_{v-C}$
- Obter a concentração de sólidos C_s , que deve permanecer constante para todas as argamassas, onde $C_s = \frac{V_f}{V_f + V_a}$
- Obter a fração água/finos em massa $A/F_m = \frac{M_a}{M_f}$

Onde M_a é a massa de água considerando a concentração de sólidos constante, ρ_a multiplicado por V_a , e M_f é a massa total de finos.

iii. Mistura da pasta e moldagem dos corpos de prova: A mistura da pasta é a mesma descrita em 3.5.3. O material fresco foi dividido em 4 cilindros para formar corpos de \varnothing 3,5cm e altura 1cm e mantidos às condições do laboratório durante o processo de hidratação até 28 dias. As etapas de pré-tratamento, processo de paralisação e pós-tratamento são descritas pelo Comitê técnico RILEM 238

iv. Procedimento de paralisação descrito no Comitê técnico RILEM 238 (SNELLINGS et al., 2018)

- Pré-tratamento: Para cada idade um cilindro moldado foi utilizado, e como foi mantido as condições do laboratório, não foi necessário secar em estufa antes do processo. O material foi quebrado e moído em um almofariz de ágata até toda a amostra passar em peneira de 1mm de abertura. Foram separados 4g de material, 2g para TG e 2g para DRX.
- Processo de paralisação: Com um funil de buchner no kitasato, bomba de vácuo acoplada e papel filtro aderido por isopropanol, despejar uma solução com 4g da amostra e 100 ml de isopropanol (já mantidos em repouso por 15 minutos,

com leve mistura a cada 5 minutos). Após filtração, despejar mais 40 ml de isopropanol e 40 ml de éter, aguardando filtração entre eles. Repetir o processo e depois desligar a bomba de vácuo.

- Pós-tratamento: Transferir a amostra do filtro para um recipiente e manter em estufa por 15 minutos a 45-50°C. Moer a amostra em um almofariz de ágata até todo o material passar na peneira de 75 µm. Separar 2g para TG e 2g para DRX e entregar para análise.

3.7 Argamassas comerciais

3.7.1 Informações técnicas fornecidas pelos fabricantes

Com o objetivo de entender qual a demanda do mercado em relação às propriedades requisitadas das argamassas autonivelantes e indicações para a aplicação, quatro argamassas foram obtidas e as principais informações técnicas sobre os produtos são mostradas na Tabela 5. Serão analisadas duas argamassas comerciais nacionais adquiridas em Home Center na cidade de São Paulo, nomeadas como “Comercial A” e “Comercial B”, e duas argamassas comerciais importadas dos Estados Unidos nomeadas como “Comercial C” e “Comercial D”.

Para todas as argamassas citadas, a aplicação pode ser por bombeamento ou utilizando baldes. Antes do derramamento, a base precisa ser limpa de modo a estar livre de materiais soltos ou sujeira, e também receber uma camada de Primer. O Primer é um produto composto por resinas e outras composições específicas que variam conforme as necessidades do projeto. Sua função é melhorar a aderência da superfície da base que irá receber a argamassa autonivelante, atuando como ponte de aderência e podendo ser também uma camada seladora que retém a umidade das camadas inferiores do substrato (REVEST BRASIL, 2023).

Tabela 5 – Informações obtidas nas fichas técnicas, de segurança e embalagens das comerciais A, B, C e D.

	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Água (%w/w)	4L/saco (20%)	4L por saco (20%)	4,5 L/saco (20,9%)	6,6 litros/saco (26,4%)
Indicação	Preparação ou regularização de pisos em áreas internas e de tráfego leve	Restaurar, nivelar e planificar para posterior aplicação de revestimentos de pisos	Nivelar e suavizar pisos em áreas internas antes de aplicar o revestimento final	Nivelar e suavizar pisos em áreas internas antes de aplicar o revestimento final
Bases	Contrapisos cimentícios novos e antigos, lajes de concreto e placas cerâmicas	Contrapiso cimentício e lajes de concreto	Concreto e terrazzo cimentício	Concreto, terrazzo cimentício, placas cerâmicas e grês, sistemas de revestimento epóxi, madeira, metal e resíduos de adesivos não solúveis em água sobre o concreto
Área	Interna e sem umidade permanente por capilaridade	Interno	Interna e sem exposição constante de umidade ou água	Interna e sem exposição constante de umidade ou água
Composição	Cimento, agregados minerais e aditivos especiais. Portland 15-30% e Segredo Industrial I 0,5 – 1,5%	Cimento, agregados minerais e aditivos especiais	Quatzo 30-60%, Calcário 10-30%, aluminato de cálcio 10-30%, Sulfato de cálcio 5-10%, Cimento Portland 1-5%, Vinil acetato copolímero 1-5%	Quatzo 30-60%, Calcário 10-30%, Cimento aluminato de cálcio 10-30%, Sulfato de cálcio 5-10%, Cimento Portland 1-5%, Vinil acetato copolímero 1-5%
Mistura	400-500rpm, 3 - 5 min	400-500rpm, 3-5 min	mín. 650 rpm, 2 - 3min	mín. 650 rpm, 2 - 3 min
Consumo	1,7kg/m ² /mm	1,7kg/m ² /mm	1,65kg/m ² /mm	1,49kg/m ² /mm
Espessura uma camada	1 a 10 mm	1 a 10 mm	3 a 31 mm	3 a 40 mm
Massa saco	20 kg	20 kg	22,7 kg	25 kg
Validade	1 ano	1 na	1 ano	1 ano
Trabalhabilidade	30 minutos	30 min	10 minutos	10 minutos
Tráfego leve	5 horas	5 h	4 - 5 horas	2 - 3 horas
Aderência 28 dias	≥ 0,5 MPa	≥ 0,5 MPa	Não divulgada	Não divulgada
Compressão 1 dia	≥ 5 MPa	Não divulgada	Não divulgada	Não divulgada
Compressão 28 dias	≥ 20 MPa	≥ 20 MPa	4400 psi (30,3 MPa)	5500 psi (37,9 MPa)
Tração na flexão 1 dia	≥ 2 MPa	Não divulgada	Não divulgada	Não divulgada
Tração na flexão 28 dias	≥ 5 MPa	Não divulgada	1000 psi (6,9 MPa)	1200 psi (8,3 MPa)
Revestimentos	Vinílicos ,laminados, cerâmicas, madeira, piso tátil, tapetes, borracha, epóxi, porcelanato líquido e pedras	Vinílico em régua e manta, laminados, cerâmicos, madeira, tátil, tapetes, borracha, pinturas epóxi, porcelanato líquido e pedras	Placas cerâmicas, grês, porcelanato, carpete, vinílicos, borracha, linóleo e outros. Não usado como superfície de desgaste permanente	Placas cerâmicas, grês, porcelanato, carpete, vinílicos, borracha, linóleo e outros. Não usado como superfície de desgaste permanente
Cerâmica, grês, porcelanato	Após 12 horas	Após 12 horas	Após 6 horas	Após 6 horas
Vinílicos	Após 12 horas	Após 12 horas	Após 24 horas	Após 16 horas
Carpete, madeira, outros	Após 24 horas	Após 72 horas	Após 24 horas	Após 16 horas

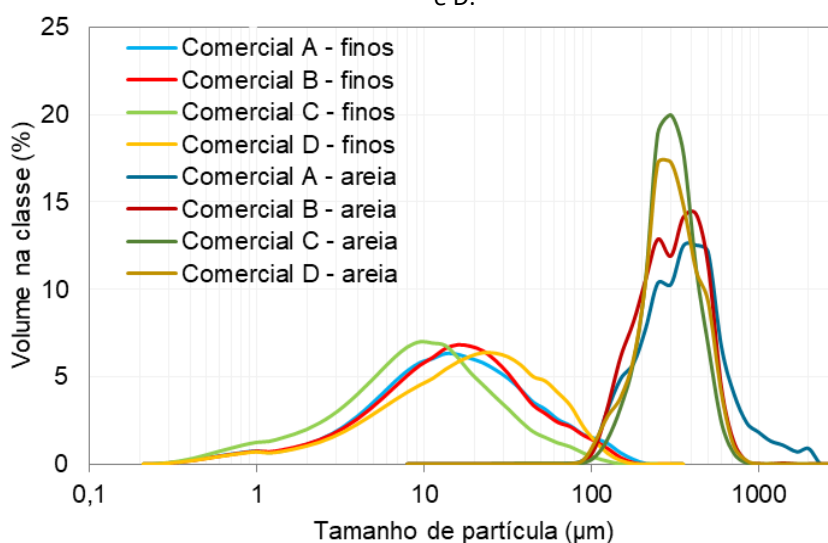
3.7.2 Características físicas das argamassas comerciais

De modo a obter uma melhor caracterização dos materiais, as argamassas foram peneiradas em malha 0,09mm e cada parcela foi analisada separadamente. O teor de finos foi considerado igual ou menor que 0,09mm e o teor de areia maior que 0,09mm. A Tabela 6 exhibe os valores das propriedades físicas e a Figura 39 e Figura 40 as curvas de distribuição discreta e acumulada abaixo dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.

Tabela 6 – Teores de finos e areia, densidade real, diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada do tamanho de partículas em 10%, 50% e 90% e área superficial específica dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.

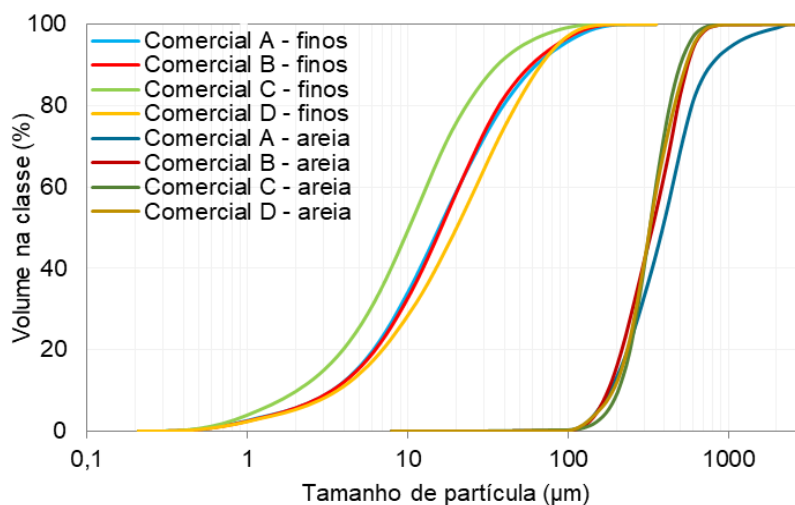
Característica		Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Finos	Teor de finos ($\leq 0,09\text{mm}$)	48,3%	47,4%	56,4%	61,0%
	Densidades real (g/cm^3)	2,851	3,046	2,884	2,718
	D10 (μm)	3,4	3,4	2,0	3,6
	D50 (μm)	15,7	16,2	10,2	20,2
	D90 (μm)	63,3	59,1	36,5	68,1
	Área superficial específica (m^2/g)	1,00	1,00	1,43	1,00
Areia	Teor de areia ($> 0,09\text{mm}$)	51,7%	52,6%	43,6%	39,0%
	Densidades real (g/cm^3)	2,602	2,691	2,626	2,572
	D10 (μm)	183	178	206	191
	D50 (μm)	392	337	327	328
	D90 (μm)	791	567	500	552
	Área superficial específica (m^2/g)	0,08	0,08	0,14	0,17

Figura 39 - Distribuição discreta do tamanho de partículas dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 40 - Distribuição acumulada abaixo do tamanho de partículas dos finos e areias das argamassas comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

3.7.3 Composição química e mineralógica das argamassas comerciais

A Tabela 7 apresenta os resultados de análise química por fluorescência de raios-x da parcela fina das argamassas comerciais A, B, C e D. É possível observar que a composição química de A e B são similares, praticamente iguais, enquanto que comparativamente às composições de C e D, estas contêm maiores teores de Al_2O_3 , CaO , SO_3 e Fe_2O_3 e menores de SiO_2 e MgO .

Tabela 7 – Composição química das parcelas finas menores que $90\mu\text{m}$ das argamassas comerciais A, B, C e D.

Óxido (%)	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
SiO_2	15,2	14,00	9,35	3,35
Al_2O_3	5,36	5,35	7,25	12,70
Fe_2O_3	1,56	1,46	3,73	5,38
CaO	38,70	39,40	50,00	42,00
MgO	10,20	10,40	3,06	2,28
SO_3	3,73	3,03	5,30	6,91
Na_2O	0,40	0,31	0,42	0,45
K_2O	0,58	0,55	0,33	0,11
TiO_2	0,30	0,29	0,36	0,63
P_2O_5	0,11	0,11	0,11	0,14
MnO	0,06	0,05	0,08	<0,05
SrO	0,06	0,05	0,08	0,06
PF	24,20	24,40	19,30	26,00

A análise mineralógica dos finos anidros das argamassas comerciais consistiu apenas na análise qualitativa, visto a complexidade da pasta. Em todos foram encontrados C_3S , C_2S , C_4AF e C_3A , indicando a presença do cimento Portland. Nos produtos comerciais brasileiros A e B foi encontrada a fase Y-Yeelimite, o que indica a presença do sulfoaluminato de cálcio, cimento que é utilizado em argamassas autonivelantes juntamente com o cimento Portland (PÉRA; AMBROISE, 2004). Nestas também foram encontradas as fases katoita, hidrotalcita, muscovita e vaterita, mas com picos de baixa intensidade. As pastas das argamassas C e D apresentaram fases como CA-Aluminato de cálcio e $C\check{S}0,5H$ -Hemidrato, matérias primas encontradas em sistemas ricos em cimento aluminato de cálcio (BIER; AMATHIEU, 1997). A fase $C\check{S}$ também foi encontrada em todos, podendo ser originária do sulfato de cálcio adicionado ou do cimento Portland. Os picos de maior intensidade foram os de $CaCO_3$ e $CaMg(CO_3)_2$, indicando elevada presença de fíler calcário e dolomítico. Os difratogramas serão exibidos na Figura 65 e o resumo das fases encontradas na Tabela 17, ao realizar o comparativo com as pastas hidratadas.

A análise mineralógica também incluiu a análise da perda de massa por TG. Todos os perfis apresentaram basicamente um pico de perda de massa principal, entre $600^\circ C$ e $900^\circ C$, referente aos materiais carbonáticos, conforme também já observado pelo DRX. A análise detalhada desses finos anidro será detalhada ao comparar com os produtos hidratados no item 4.1.3.

Através da perda de massa obtida pela TG em relação a faixa referente ao material carbonático, é possível estimar o teor de material reativo dos ligantes, nas argamassas comerciais. Porém, algumas considerações devem ser tomadas, que são:

- todo o material peneirado abaixo de $90\mu m$ consiste em ligantes mais fíler;
- o fíler consiste inteiramente em calcita, visto que não é possível separar a perda de massa em calcita mais dolomita;
- o teor de fíler inclui o fíler adicionado nas argamassas e também a adição nos cimentos, ou seja, o valor final encontrado é apenas o material reativo, clínquer, e não o teor de cimento adicionado.

Assim, conforme observado na Tabela 8, as argamassas brasileiras A e B possuem em torno de 22-23% de ligantes e as internacionais C e D em torno de 30-31%. Essa informação é relevante porque exhibe uma diferença significativa do que é encontrado no Brasil e nos Estados Unidos.

Tabela 8 – Valores estimados de teor de material reativo das argamassas comerciais A, B, C e D.

Argamassa Autonivelante Comercial	Teor de finos (<90µm)	Perda de massa dos finos na TG na faixa 600-900°C	Teor de calcita nos finos	Teor de calcita na argamassa	Teor de material reativo na argamassa
A	48,3	22,7	51,6	24,9	23,4
B	47,4	23,2	52,7	25,0	22,4
C	56,4	19,5	44,3	25,0	31,4
D	61,0	22,2	50,5	30,8	30,2

3.8 Argamassas formuladas em laboratório

3.8.1 Matérias primas e formulações

As matérias primas utilizadas nas formulações das argamassas autonivelantes formuladas em laboratório são descritas a seguir:

- **Ligantes**

A combinação de ligantes consiste no sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄.

Cimento Portland: O tipo de cimento Portland escolhido é o CP V ARI, razão descrita em 2.2.1.1. Com o objetivo de analisar se o fornecedor do cimento Portland pode afetar o desempenho da argamassa, neste estudo foram utilizados 4 fabricantes diferentes de CP V ARI: PA, PB, PC e PD. Para todos os produtos não foi informado a propriedade de resistência à sulfato, não se caracterizando como um CP V ARI RS, apenas termos como MAX, EXTRAFORTE e FÁCIL.

Cimento Aluminato de cálcio: Este é o Secar® 51 fornecido pela empresa Imerys, com teor de alumina em torno de 50%, rico em aluminato monocálcico e baixo teor de óxido de ferro, de acordo com a respectiva ficha técnica.

Sulfato de cálcio: Este é o do tipo anidrita de tamanho de partículas fino.

- **Fíler e areia**

Fíler: Este é o Micron® 8CD fornecido pela empresa Imerys e trata-se de um carbonato de cálcio natural moído com teor de CaCO₃ acima de 62%, MgCO₃ abaixo de 35% e resíduo na peneira malha #325 menor que 2%, de acordo com a ficha técnica.

Areia: Esta é do tipo quartzosa e tem resíduo na malha 30 de 0,6% e argila AFS 0,09%.

- **Aditivos**

Os aditivos e teores utilizados nas argamassas autonivelantes devem ser específicos para este tipo de aplicação.

Antiespumante: Peramin® Defoam 50 PE, baseado em ésteres hidrofóbicos, reduz a quantidade de ar aprisionado, diminuindo assim a porosidade e aumenta a resistência mecânica. Granulometria menor que 600µm e dosagem varia de 0,05% a 0,5% da massa de ligantes.

Dispersante: Peramin® Conpac 500, baseado em policarboxilatos, reduz a quantidade de água, garantindo a consistência de auto nivelamento. Granulometria menor que 500µm e dosagem varia de 0,05% a 1% da massa de ligantes.

Retentor de água: Tylose H 300 P2, Baseado em hidroxietilcelulose, nível de viscosidade 300 mPa.s, é recomendado para compostos de nivelamento de piso e aumenta a viscosidade da argamassa, evita a segregação e retém a água na mistura. Tamanho de partícula 90% menor que 180 µm.

Polímero redispersível: Vinnapas 5025L, baseado em copolímero duro de vinil acetato e etileno e densidade aparente 475-625 kg/m³, é recomendado para compostos autonivelantes de nivelamento de piso e melhora o nivelamento e a estabilização da argamassa fresca, e na argamassa endurecida melhora a adesão, resistência à flexão, deformabilidade e resistência à abrasão. Tamanho de partícula acima de 400µm é um máximo de 2%.

Retardadores: Ácido cítrico Cimental, pó cristalino branco, densidade 680-880 g/L, umidade máxima 1%, pH 1,5-3,5 e 100% retido na peneira 90 μ m. Ácido tartárico cristal P.A. Quimesp, pó cristalino branco e 100% retido na peneira 90 μ m.

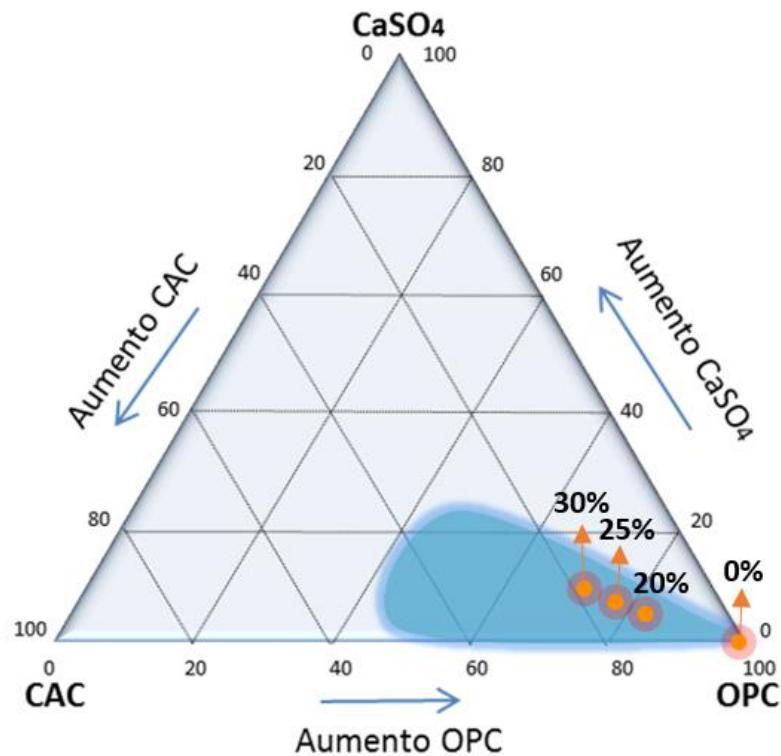
As argamassas autonivelantes foram formuladas utilizando como referência dosagens nacionais e internacionais, em relação aos tipos e teores de ligantes, fíler, areia e aditivos. Exibidas na Tabela 9, as composições são argamassas autonivelantes com teor de ligantes rico em cimento Portland com substituição parcial deste em 0%, 20%, 25% e 30% por aluminato de cálcio mais anidrita (CAC+CaSO₄) na proporção CAC/CaSO₄ = 2. Os teores de fíler, areia e aditivos foram mantidos constantes. Para 0% não foram adicionados aditivos retardadores devido a um retardo muito significativo que impossibilitaria a medição das propriedades 24 horas, pois testes preliminares com os aditivos retardadores nas dosagens sugeridas demonstraram que o tempo de pega ficou acima de 3 dias.

Tabela 9 – Formulações das argamassas autonivelantes formuladas em laboratório contendo os cimentos Portland PA, PB, PC e PD com teores de substituição em 0%, 20%, 25% e 30% de CAC+CaSO₄.

Formulação		PX_ 0%	PX_ 20%	PX_ 25%	PX_ 30%
Matéria prima		(CAC+CaSO ₄)	(CAC+CaSO ₄)	(CAC+CaSO ₄)	(CAC+CaSO ₄)
PX (X=A ou B ou C ou D)		35,0	28,0	26,3	24,5
Aluminato de cálcio (CAC)		0,0	4,7	5,8	7,0
Anidrita (CaSO ₄)		0,0	2,3	2,9	3,5
Fíler		20,0	20,0	20,0	20,0
Antiespumante		0,10	0,10	0,10	0,10
Retentor de água		0,10	0,10	0,10	0,10
Polímero redispersível		2,00	2,00	2,00	2,00
Dispersante		0,20	0,20	0,20	0,20
Ácido cítrico		-	0,05	0,05	0,05
Ácido tartárico		-	0,05	0,05	0,05
Areia (d90 = 0,58mm)		42,6	42,5	42,5	42,5
Total		100	100	100	100
Teor de ligantes = PX+CAC+CaSO ₄		35,0	35,0	35,0	35,0
Relação CAC/CaSO ₄		2	2	2	2
Teor de substituição do Portland:	CAC+CaSO₄ Teor de ligantes	0%	20%	25%	30%
Teor de água - propriedades (água/material seco)		23%	23%	23%	23%

Considerando a base 100% para os teores de ligantes, as formulações com teor de substituição do cimento Portland 0%, 20%, 25% e 30% são observados no ternário da Figura 41.

Figura 41 - Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ com área destacada em azul para sistemas ricos em cimento Portland e razão CAC/CaSO₄=2, e em laranja os teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30% utilizados nas argamassas formuladas em laboratório, onde OPC é o cimento Portland CP V ARI, CAC é o cimento aluminato de cálcio com Al₂O₃ 50% e CaSO₄ anidrita.



Fonte: Elaborado pela autora.

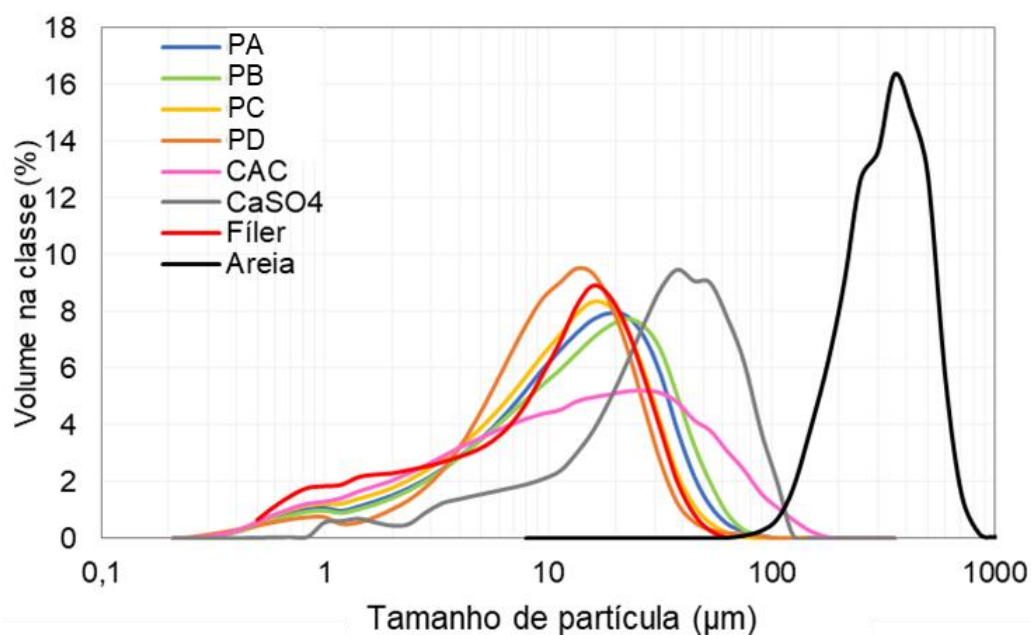
3.8.2 Características físicas das matérias primas

Nas matérias primas consideradas na análise das propriedades físicas, não foram incluídos os aditivos devido ao baixo teor nas composições, as informações das fichas técnicas serem suficientes para o objetivo do trabalho e o foco está voltado na composição cimentícia e não na influência dos aditivos. A Tabela 10 exhibe os valores de densidade real, diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada do tamanho de partículas em 10%, 50% e 90% e área superficial específica dos cimentos Portland CP V ARI PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO₄, fíler e areia e a Figura 42 e Figura 43 exibem as curvas granulométricas.

Tabela 10 - Densidade real, diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada do tamanho de partículas em 10%, 50% e 90% e área superficial específica dos cimentos Portland CP V ARI PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO₄, fíler e areia.

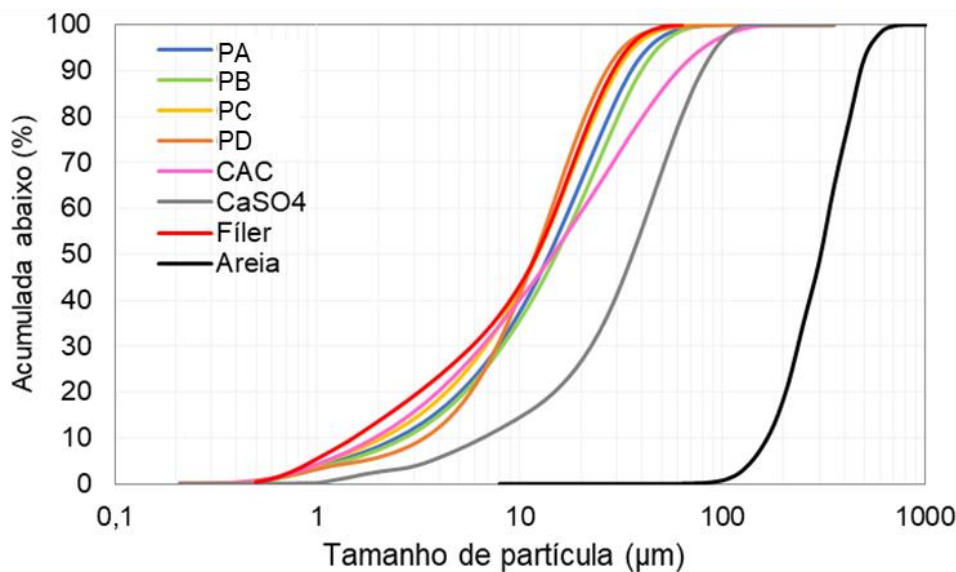
Característica	PA	PB	PC	PD	CAC	CaSO ₄	Fíler	Areia
Densidades real (g/cm ³)	3,065	3,066	3,089	3,155	2,999	2,961	2,813	2,680
D10 (µm)	2,4	2,7	2,1	3,0	1,9	6,6	1,4	199
D50 (µm)	14	15	12	12	15	36	12	362
D90 (µm)	36	40	30	27	61	80	29	581
Área superficial específica (m ² /g)	1,70	1,09	1,92	1,46	1,11	0,94	1,70	0,17

Figura 42 – Curva de volume na classe do tamanho de partículas dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO₄, fíler e areia.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 43 – Distribuição discreta do tamanho de partículas dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC, CaSO₄, fíler e areia.



Fonte: Elaborado pela autora.

3.8.3 Composição química e mineralógica das matérias primas

A composição química dos ligantes utilizados na formulação das argamassas autonivelantes são observados na Tabela 11. Os cimentos Portland são semelhantes em relação aos principais óxidos como o SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ e CaO, apresentando um valor de desvio padrão de no máximo 10% da média entre eles, enquanto que os teores de MgO e SO₃ variam consideravelmente, principalmente para PD que possui o valor de MgO cinco vezes maior que o de menor valor PA, e o PC que tem o teor de SO₃ quase o dobro do de PA. Em relação aos outros ligantes, o CAC se caracteriza como um cimento aluminato de cálcio de teor 50% alumina e baixo teor de ferro, e a CaSO₄ como uma anidrita pura, de composição química basicamente CaO e SO₃ e perda ao fogo baixa de 0,97. Todos os cimentos Portland atendem aos requisitos da norma NBR 16697 (ABNT, 2018), que são: MgO ≤ 6,5%, SO₃ ≤ 4,5% e PF ≤ 6,5%.

Tabela 11 - Composição química dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD e do CAC e CaSO₄.

Óxido (%)	PA	PB	PC	PD	CAC	CaSO ₄
SiO ₂	19,1	19,9	19,0	19,0	4,89	0,08
Al ₂ O ₃	4,58	4,54	4,39	5,02	50	0,06
Fe ₂ O ₃	2,75	2,34	2,67	2,92	1,78	0,11
CaO	61,4	60,3	60,4	58,9	36,4	41
MgO	1,16	1,30	2,71	5,88	0,59	0,02
SO ₃	2,26	3,42	3,97	3,00	<0,10	57,3
Na ₂ O	0,66	0,61	0,80	0,31	0,29	0,02
K ₂ O	0,82	0,78	0,87	0,82	0,33	<0,01
TiO ₂	0,27	0,24	0,22	0,24	2,22	nd
P ₂ O ₅	0,2	0,32	0,20	0,16	0,16	0,02
MnO	0,06	0,11	0,09	0,11	<0,05	<0,01
SrO	0,39	0,24	0,16	0,06	0,06	0,03
PF	5,61	5,42	4,40	2,66	3,74	0,97

Uma informação importante que pode ser interpretada da análise química é a obtenção do teor de CaSO₄, independentemente de ser anidrita, hemidrato ou dihidrato, já que se perde água durante o processo. Utilizando equação estequiométrica, a Tabela 12 exhibe esses valores para os quatro cimentos Portland estudados. Todavia, sabe-se que a gipsita/dihidrato é utilizada como fonte de sulfato de cálcio na fabricação do cimento Portland e é adicionada após o processo de resfriamento do clínquer, para moagem de ambos juntos até atingir a granulometria fina requisitada. Essa moagem pode atingir temperaturas de até 130°C, o que pode provocar a desidratação da gipsita CaSO₄.2H₂O em hemidrato CaSO₄.0,5H₂O, já que a partir de 106°C esse processo já pode ser iniciado e a reação é maximizada a partir de 125°C, o que influencia no fato da gipsita poder perder 75% da sua água de cristalização (MOTA, 2019). Por isso, visto que o cimento CP V ARI é considerado de elevada resistência inicial devido à sua mais fina granulometria e elevado teor de clínquer, pode-se esperar que o teor de hemidrato seja elevado quando comparado ao dihidrato, situação que será observada nos itens posteriores.

Tabela 12 – Porcentagem em massa de CaSO₄ dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD.

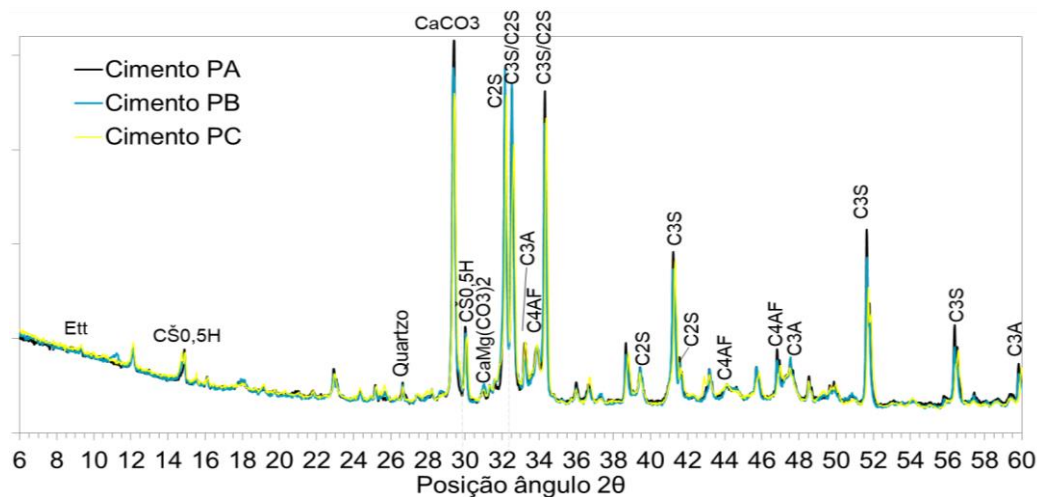
	SO ₃	CaSO ₄
Massa molar	80,1	145
% massa no PA	2,26	3,8
% massa no PB	3,42	5,8
% massa no PC	3,97	6,8
% massa no PD	3,00	5,1

A Tabela 13 exibe os teores das composições mineralógicas dos cimentos Portland PA, PB, PC e PD, CAC e CaSO₄ utilizados nas argamassas formuladas em laboratório. Um diferencial interessante entre os CPV-ARI é o cimento PD que apresenta magnesita e dihidrato em sua composição, diferente dos outros três. Portanto, é possível considerar que o óxido MgO encontrado na composição química encontra-se na MgCO₃, já que não foi encontrado o cristal MgO, o que poderia causar uma expansão volumétrica devido a sua hidratação e a formação da Mg(OH)₂ (SALOMÃO; PANDOLFELLI, 2008). Assim, foram quantificados apenas os cimentos Portland que serão analisados detalhadamente, o PA e o PD. O comparativo entre os difratogramas de PA, PB e PC é observado na Figura 44, demonstrando que os três possuem distribuição de fases muito semelhantes, e o difratograma de PD na Figura 45, com os picos de gipsita e magnesita destacados.

Tabela 13 – Composição mineralógica dos cimentos Portland PA e PD, CAC e CaSO₄.

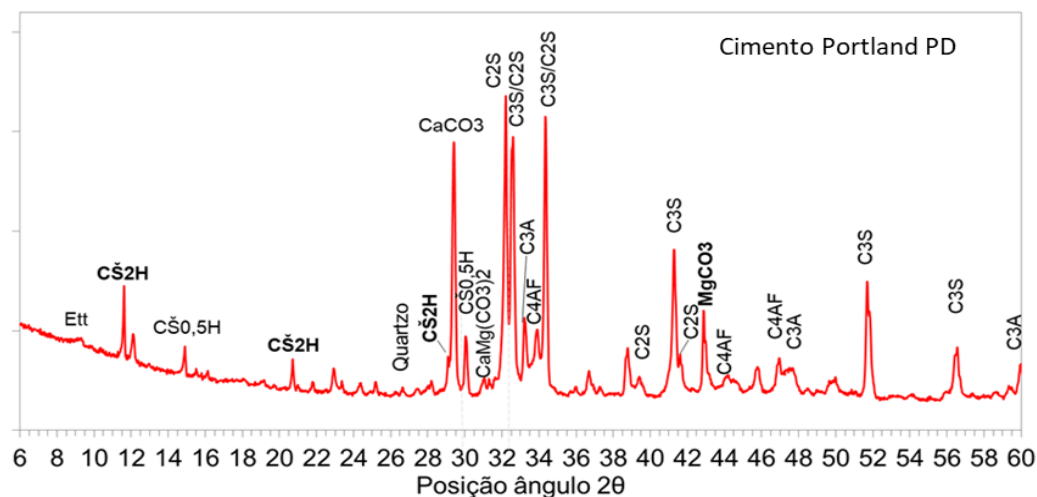
Fase encontrada	Sigla (Fórmula simplificada)	Ficha	Valores em porcentagem (%)			
			PA	PD	CAC	CaSO ₄
Alite	C3S	96-154-0705	64,2	62,4	-	-
Larnite	C2S	96-153-5816	10,7	8,3	-	-
Calcium cyclohexaaluminate	C3A	96-100-0040	3,4	4,6	-	-
Brownmillerite	C4AF	96-901-1114	5,9	6,7	-	-
Calcite	CaCO ₃	96-201-0993	9,7	4,3	-	-
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂	96-900-3517	0,1	1,6	-	-
Magnesite	MgCO ₃	96-900-0973	-	8,1	-	-
Bassanite 1	CŠ·0,5H	96-901-5437	3,4	0,0	-	-
Gypsum	CŠ.2H	96-500-0040	0,0	3,3	-	-
Syngenite	K ₂ Ca(SO ₄) ₂ .H ₂ O	96-900-8129	1,5	-	-	-
Portlandite	Port = CH = Ca(OH) ₂	96-900-6833	0,0	0,7	-	-
Ettringite	Ett - C ₆ A ₃ H ₃ 2	96-901-1577	0,5	0,0	-	-
Quartzo	QZ	96-500-0036	0,6	0,0	-	-
Calcium dialuminium oxide	CA	96-200-2889	-	-	61,2	-
Gehlenite	C ₂ AS	96-900-4072	-	-	28,0	-
Gibbsite	AH ₃	96-101-1082	-	-	4,0	-
Hydrogarnet	Ca ₃ Al ₂ (OH) ₁₂	96-100-7236	-	-	3,3	-
Perovskite	CaTiO ₃	96-900-4428	-	-	3,5	-
Anhydrite	CŠ	96-500-0041	-	-	-	100

Figura 44 - Difratograma dos cimentos PA, PB e PC, com principais picos identificados. As siglas e nome das fases estão na Tabela 13.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 45 - Difratograma do cimento PD, com principais picos identificados. As siglas e nome das fases estão na Tabela 13.

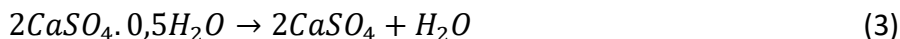
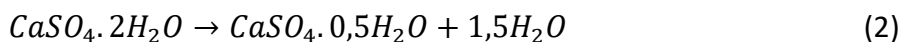


Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 14 exhibe as faixas de temperatura, picos de DTG, perdas de massa e teor do material considerado para os cimentos Portland, CAC, CaSO_4 e Fíler. Os gráficos com os resultados da termogravimetria seguem em anexo. As perdas de massa de acordo com os picos podem ser divididas nos seguintes intervalos de temperatura (CINCOTTO, 2014) (JÚNIOR, 2018):

- **0-200°C – Perda de água livre e decomposição da etringita e desidratação da gipsita:** A perda de água livre pode ser considerada no pico 55°C na faixa 0-100% e da etringita e gipsita ou hemidrato no pico 125°C. Considerando que o produto tem baixo teor de etringita por estar anidro, a perda de massa só considera a perda da

água da gipsita para formação do hemidrato e depois deste em anidrita, pelas equações 2 e 3:



- **200-300°C – Desidratação da Singenita:** A Singenita, $K_2O \cdot CaO \cdot 2SO_4 \cdot H_2O$, é responsável pelo empelotamento do cimento e é considerada devido ao pico na faixa 150 – 300°C, que varia de 240 a 250°C. Em relação ao cimento PD, este exibiu uma perda de massa elevada na faixa 200-300°C, que pode ser devido à perda de água da singenita e/ou da $MgCO_3 \cdot 3H_2O$ (nesquehonita sintética), inferindo que talvez esse cimento contenha esse último componente, um material utilizado na construção civil como produto de mineralização de captura e armazenamento de carbono (CINCOTTO, 2014) (SKLIROS et al., 2019).
- **300-430°C – Perda de água da Portlandita:** A presença de Portlandita obtida através do pico 400°C nos cimentos através do ensaio TG demonstra que alguns produtos estão pré-hidratado, apesar da análise mineralógica não apresentar a porcentagem elevada deste hidrato devido à baixa sensibilidade para fases com baixos teores. A decomposição da Portlandita é observada na equação 4:



- **430-780°C – Decomposição do material carbonático:** Os tipos de materiais carbonáticos observados podem ser o calcário, a dolomita ou a magnesita para o PD, conforme observado na análise mineralógica. Porém, o pico principal nesta faixa está em torno de 730°C para todos os cimentos, apresentando um ligeiro “ombro” à esquerda, mas que não é possível quantificar a perda de massa exata nesta faixa. A equação 5 mostra a decomposição da calcita. A perda de massa da dolomita ou magnesita não foi perceptível.



O CAC e a $CaSO_4$ também apresentaram perda de massa. Para o CAC o pico foi em 266°C devido ao AH3 e C3AH6, mostrando que o material pode estar levemente hidratado

(CHAVDA; KINOSHITA; PROVIS, 2022) e a anidrita em 100°C devido à perda de água adsorvida (CINCOTTO, 2014).

O Fíler apresenta perda de massa na faixa 620-880°C e o pico se apresenta com um leve “ombro” a esquerda da DTG, demonstrando ser um calcário dolomítico, mas de baixo teor de magnésio, sendo possível obter a massa pela transformação da dolomita em carbonato de cálcio, óxido de magnésio e gás carbônico conforme equação 6 e consequente descarbonatação do carbonato de cálcio conforme a equação 5.

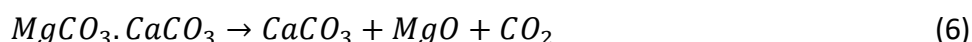


Tabela 14 – Faixas de temperatura, picos de DTG, perdas de massa e teor do material considerado para os cimentos PA, PB, PC e PD e CAC, CaSO₄ e Fíler.

Matéria prima	Faixa de temperatura (°C)	Picos de temperatura (°C)	Perda de massa na faixa (%)	Perda de água ou decomposição	Teor (%)
PA	0 - 100	55	0,20	Água livre e aditivos	-
	100 - 200	135	0,30	Bassanita (hemidrato)	4,83
	200 - 300	250	0,10	Singenita	-
	300 - 430	400	0,55	Portlandita - Ca(OH) ₂ →CaO+ H ₂ O	2,3
	430 - 780	725	4,03	Calcita* - CaCO ₃ →CaO+CO ₂	9,2
PB	0 - 100	55	0,15	Água livre e aditivos	-
	100 - 200	135	0,35	Bassanita (hemidrato)	5,64
	200 - 300	250	0,26	Singenita	-
	300 - 430	400	0,8	Portlandita - Ca(OH) ₂ →CaO+ H ₂ O	3,3
	430 - 780	725	3,4	Calcita* - CaCO ₃ →CaO+CO ₂	7,7
PC	0 - 100	55	0,20	Água livre e aditivos	-
	100 - 200	135	0,4	Bassanita (hemidrato)	6,44
	200 - 300	250	0,24	Singenita	-
	300 - 430	400	0,46	Portlandita - Ca(OH) ₂ →CaO+ H ₂ O	1,9
	430 - 780	725	3,05	Calcita* - CaCO ₃ →CaO+CO ₂	6,9
PD	0 - 100	78	0,2	Água livre e aditivos	-
	100 - 200	135	0,65	Gipsita	4,1
	200 - 300	250	0,35	MgCO ₃ .3H ₂ O e/ou Singenita	-
	350 - 450	408	0,32	Portlandita - Ca(OH) ₂ →CaO+ H ₂ O	1,3
	450 - 780	720	1,28	Calcita* - CaCO ₃ →CaO+CO ₂	3,0
CAC	200 - 300	266	1	AH ₃	-
CaSO ₄	50 - 150	100	0,07	H ₂ O	-
Fíler	620 - 740	730	3	Dolomita	13
	740-880	830	38	Calcita	87

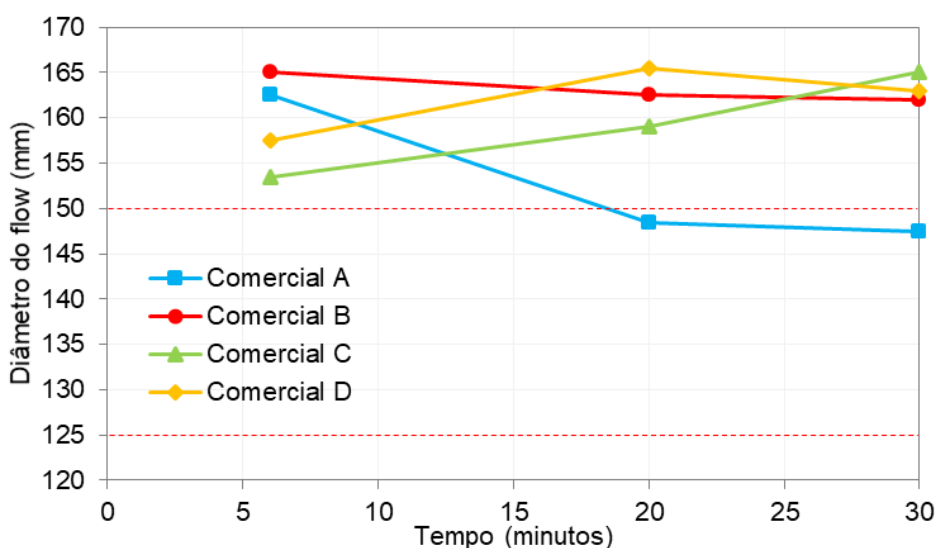
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Argamassas autonivelantes comerciais

4.1.1 Propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco

A argamassa autonivelante foi especialmente desenvolvida para agilizar o nivelamento de pisos devido a sua auto fluidez e necessidade de baixa energia para adensamento, por isso a importância do controle no estado fresco. O teste de fluidez é o mais simples e mais requisitado quando se fala em argamassa autonivelante. Os diâmetros de flow das argamassas comerciais são exibidos na Figura 46. Todas as argamassas atingiram valores acima do valor mínimo 125 mm e igual ou acima de 150 mm até 30 minutos, conforme descrito em 3.4.1. A Comercial A apresentou ligeira redução do valor após 20 minutos, e para as Comerciais C e D os valores aumentaram com o tempo, provavelmente devido ao efeito mais lento do dispersante adicionado (REGO; ALT; FAVIER, 2019).

Figura 46 – Diâmetros do flow em relação ao tempo das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.

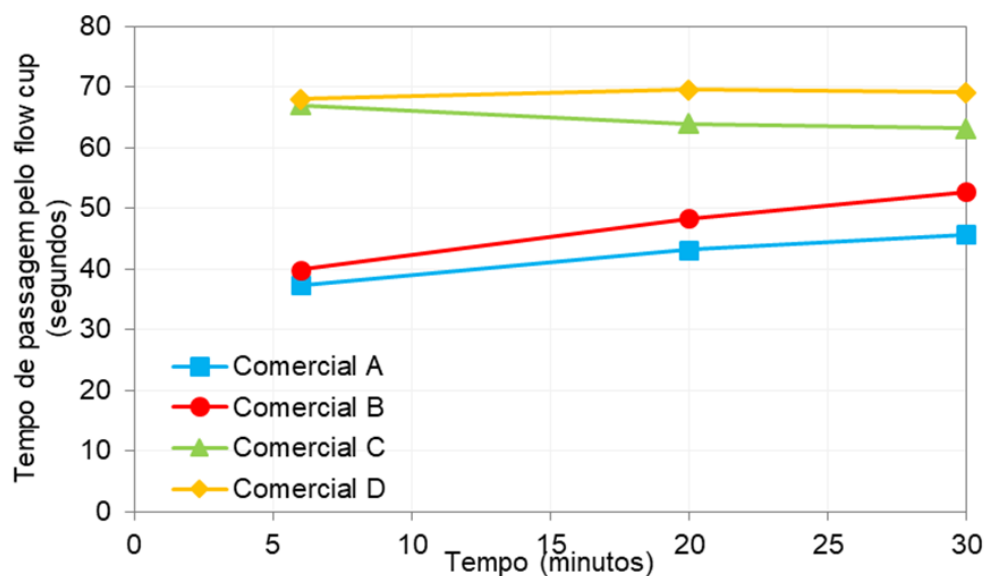


Fonte: Elaborado pela autora.

Além do diâmetro de flow, um aspecto muito importante é quanto tempo a argamassa demora para passar pelo flow cup, pois, de maneira coloquial, quanto menor o tempo menos viscoso o material. Os resultados desta propriedade das Comerciais são exibidos na Figura 47. Apesar dos valores do diâmetro do flow estarem muito semelhantes, quando observados o tempo de passagem pelo flow cup as argamassas comerciais A e B fluíram mais rapidamente,

talvez devido ao menor teor de finos ($<90\mu\text{m}$), faixa 47-48%, enquanto que para as Comerciais C e D está em 56,4% e 61%, respectivamente. O aumento gradual até 30 minutos pode ser consequência do processo de consolidação do material devido a hidratação.

Figura 47 – Tempo de passagem pelo flow cup em relação ao tempo das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.

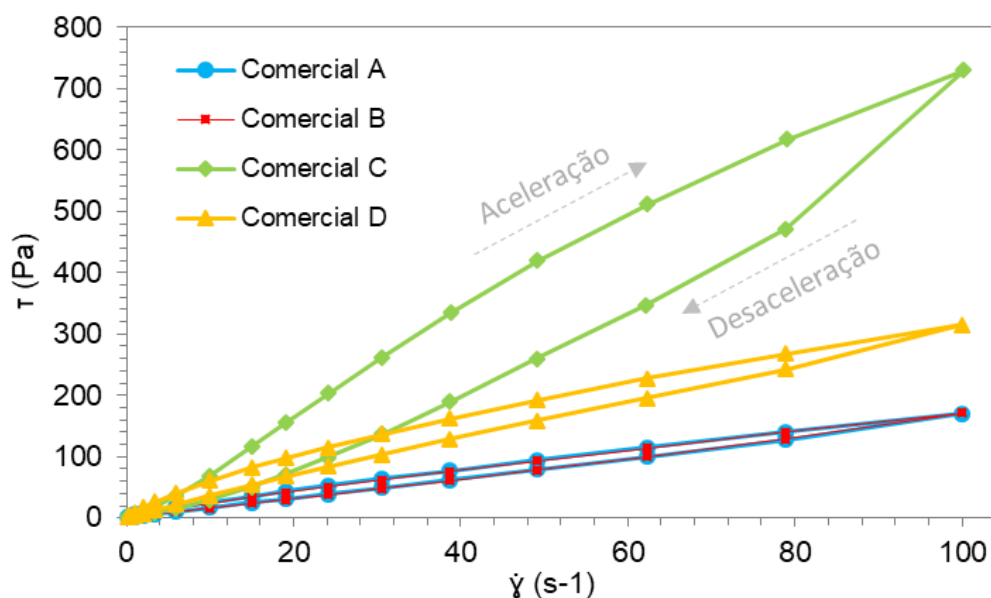


Fonte: Elaborado pela autora.

Além dos ensaios tecnológicos descritos acima, também é possível avaliar as argamassas de forma mais detalhada utilizando reômetro rotacional com geometria cilindro concêntrico. Serão analisados os aspectos reológicos através do ensaio de fluxo e a cinética de consolidação através do ensaio oscilatório. A Figura 48 exibe a relação entre tensão e taxa de cisalhamento das argamassas autonivelantes comerciais em um ciclo de aceleração e desaceleração no ensaio de fluxo, após 5 minutos da adição da água. O gráfico demonstra que a tensão de escoamento é baixa para todas, está entre 0 e 2 Pa, conforme esperado para um produto que precisa fluir pelo seu próprio peso. Apesar do perfil aparentar que a relação é linear para as Comerciais A e B, é possível perceber um comportamento como dilatante para a Comercial D e pseudoplástico para a Comercial C. Os produtos possuem comportamento tixotrópico, pois a curva de aceleração está acima da de desaceleração, e também uma pequena área de histerese, demonstrando que existe ainda alguma energia a ser dissipada, podendo ser da quebra de eventuais aglomerados que não foram desfeitos na mistura (SAKANO, 2016) ou da

própria hidratação do material que já pode ter iniciado a consolidação através da precipitação de hidratos.

Figura 48 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento para as argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.



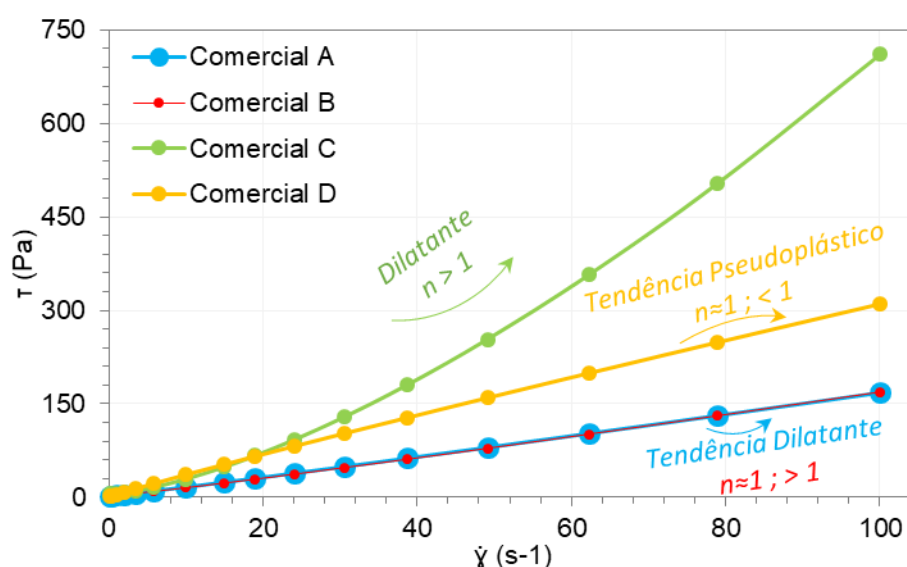
Fonte: Elaborado pela autora.

Com o objetivo de obter os detalhes do comportamento reológico e admitindo que estas curvas não possuem uma relação linear entre os parâmetros e apresentam tensão de escoamento, realizou-se o teste de fluxo no reômetro e aplicou-se o modelo matemático Herschel-Bulkley (COSTA; NACCACHE; VARGES, 2017) utilizando o software Origin. Este modelo possibilita descrever fluidos com tensão limite de escoamento, e a equação que descreve a relação entre tensão e taxa de cisalhamento é $\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$, onde τ é a tensão de cisalhamento, τ_0 é a tensão de escoamento, K é o índice de consistência, $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento e n é o índice de potência. A Tabela 15 exibe os parâmetros obtidos para as argamassas comerciais A, B, C e D e a Figura 49 as curvas obtidas através das variáveis descritas. As tensões de escoamento não atingiram valores maiores que 5,2 Pa e as Comerciais A, B e C apresentaram tendência dilatante devido a $n > 1$ e a Comercial D pseudoplástica devido a $n < 1$.

Tabela 15 – Valores de Tensão de escoamento - γ_0 , Índice de consistência - K, Índice de potência - n e Adj. R-Square das argamassas comerciais A, B, C e D obtidos através do software Origin.

Argamassa	Modelo: Herschel-Bulkley		Equação: $\gamma = \gamma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$	
	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Tensão de escoamento - γ_0 (Pa)	1,906	1,941	5,182	0,230
Índice de consistência - K (Pa.s ⁿ)	1,264	1,084	0,821	4,163
Índice de potência - n	1,059	1,094	1,467	0,936
Adj. R-Square	0,999	0,999	0,997	0,999

Figura 49 – Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento para as argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D. Curvas plotadas através do resultado da equação e variáveis obtidas pelo software Origin.

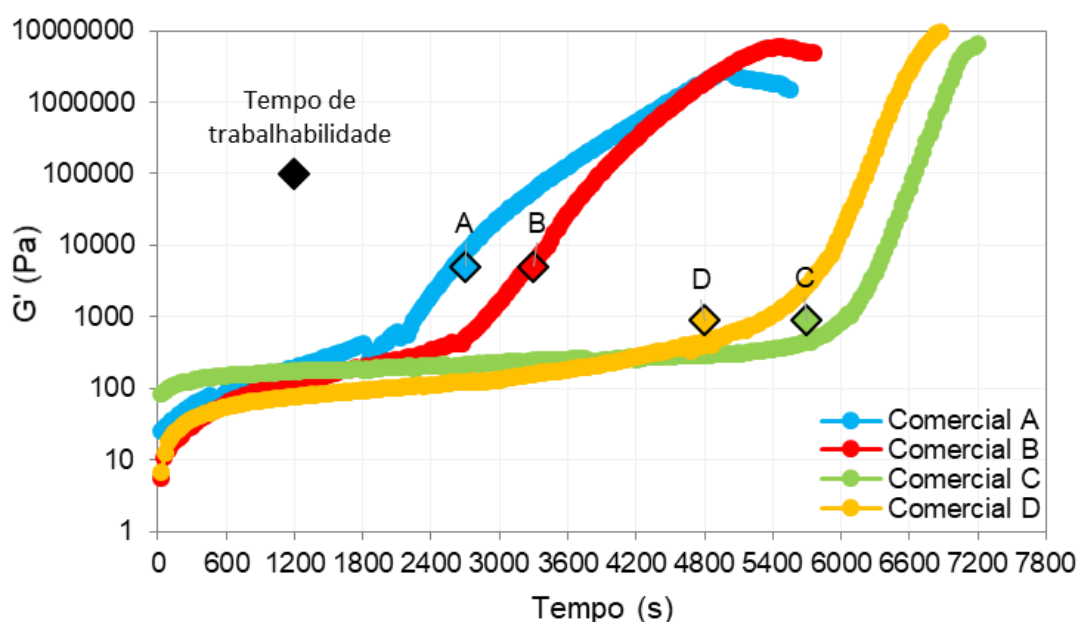


Fonte: Elaborado pela autora.

É fundamental incluir na análise o comportamento da argamassa autonivelante no estado fresco ao longo do tempo, pois isso relaciona o tempo de trabalhabilidade do material. Assim, foi possível monitorar a consolidação do material e associar o momento que o material perde sua trabalhabilidade com o aumento da componente elástica. A Figura 50 exibe as curvas da componente elástica G' (módulo elástico ou de armazenamento) das Comerciais A, B, C e D em relação ao tempo. No gráfico foram incluídos os tempos de trabalhabilidade obtidos. As Comerciais A e B possuem comportamento semelhante, iniciando o crescimento acentuado de G' a partir de 1800s (30 min), enquanto que as Comerciais C e D a partir de 5400s (90min). Para todas as argamassas o aumento gradual de G' até o momento de mudança de direção pode ter sido causado pela tendência natural do cimento de aglomerar-

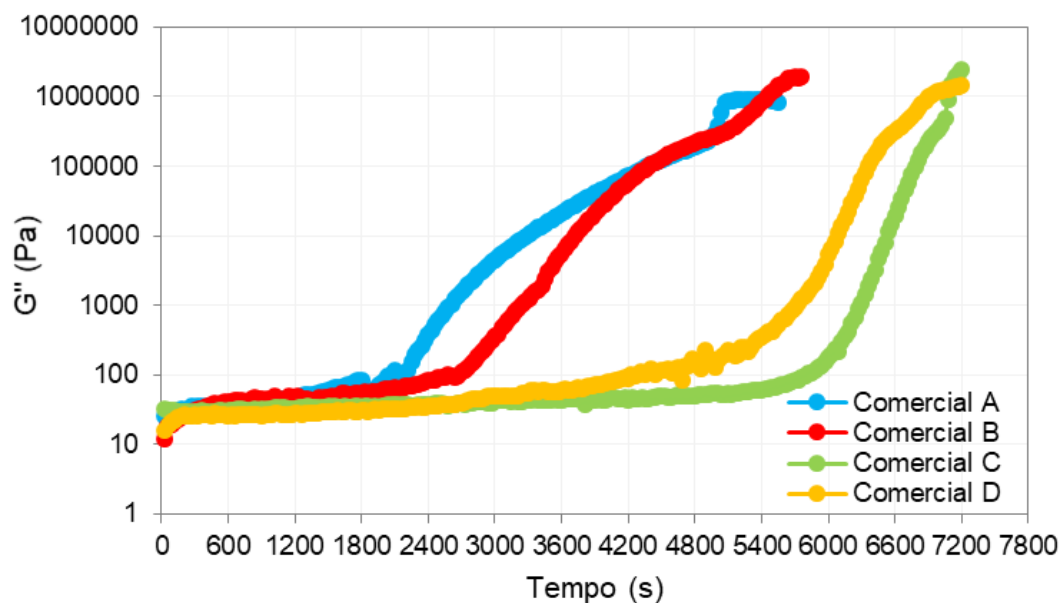
se quando em contato com a água devido às interações de van der Waals e forças eletrostáticas de atração (ROMANO, 2013). Após esse período, G' passa a crescer de forma exponencial devido ao início da consolidação, intensificando o armazenamento de energia elástica como consequência da dissolução das fases anidras e precipitação dos produtos hidratados. As Comerciais perdem trabalhabilidade próximo ao momento em que a componente elástica G' inicia o seu crescimento de forma acentuada. O ensaio também apresentou os resultados da componente viscosa G'' (módulo viscoso ou de perda) que indica a capacidade do fluido de dissipar energia pela forma de calor (COSTA; NACCACHE; VARGES, 2017), exibidos na Figura 51.

Figura 50 – Relação entre a componente elástica G' e o tempo para as argamassas comerciais A, B, C e D, incluindo o tempo de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 51 – Relação entre a componente viscosa G'' e o tempo para as argamassas comerciais A, B, C e D.



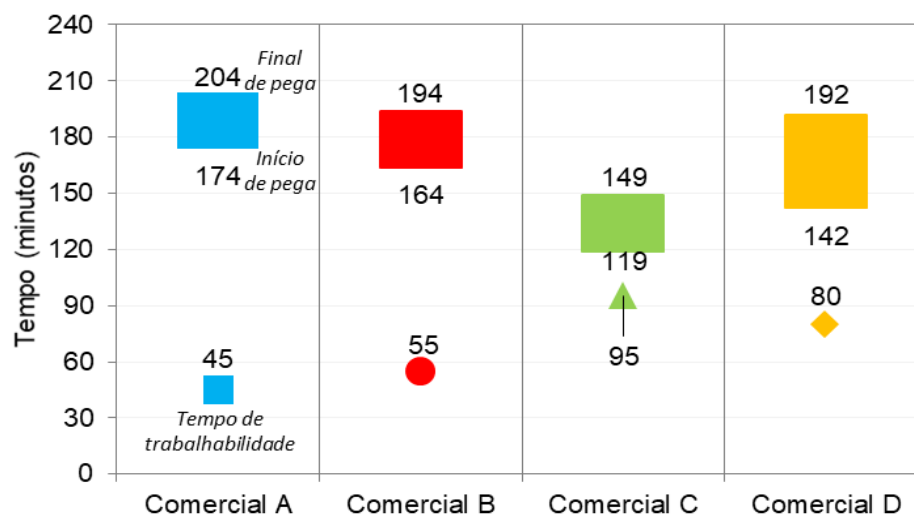
Fonte: Elaborado pela autora.

4.1.2 Propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o endurecido

O intervalo entre o estado fresco e o estado endurecido pode ser interpretado como a diferença entre o momento que ainda é possível trabalhar com a argamassa e o que ela já está rígida o suficiente para suportar agentes externos. Por isso formuladores devem buscar minimizar este período, evitando que a argamassa fique exposta a intempéries como o vento, elevada temperatura ou falhas no acabamento por contato com objetivos. Neste período será avaliada a cinética de reação por ensaio de calorimetria, o tempo de pega e a variação dimensional.

O tempo de pega e o tempo de trabalhabilidade das argamassas comerciais são exibidos na Figura 52. Os valores das argamassas comerciais A e B se mostraram na mesma faixa, enquanto que das comerciais C e D apresentaram tempos de trabalhabilidade mais longos e tempos de pega mais curtos ou iguais, ou seja, intervalo entre momento que a argamassa trabalhável e início do endurecimento é menor.

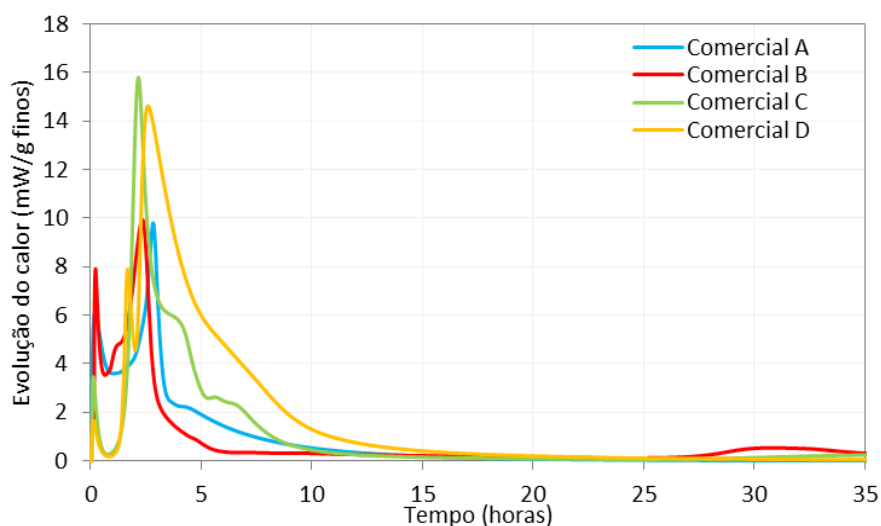
Figura 52 – Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

A evolução do fluxo de calor de hidratação e o calor acumulado das argamassas autonivelantes são observados na Figura 53, Figura 54 e Figura 55. Visto que são sistemas com proporções, tipos de ligantes e teores de água não necessariamente iguais, não é possível realizar um comparativo exato entre as curvas, mas sim uma associação com as propriedades práticas de utilização, como com o tempo de pega na Figura 54 e com a componente elástica G' na Figura 56 e Figura 57.

Figura 53 – Fluxo de calor por massa de finos até 72 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.

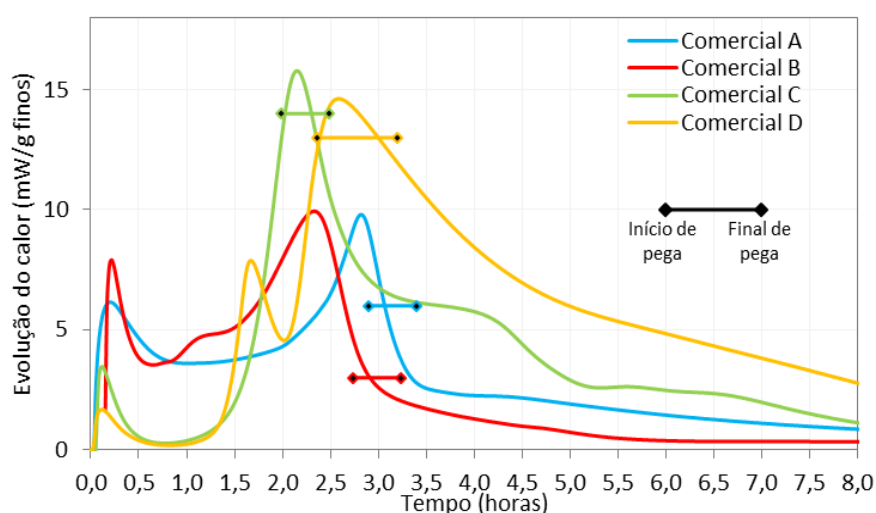


Fonte: Elaborado pela autora.

Os perfis das curvas de evolução do calor das argamassas comerciais se diferem das curvas padrão de apenas Portland ou Aluminato de cálcio vistas na Figura 9. As Comerciais A, B e C apresentam dois picos principais, enquanto que a D apresenta três. Para todas, o último pico coincide com o período entre início e final de pega, concordando com a ilustração esquemática na Figura 25. Apesar do início de pega não estar exatamente no início da curva crescente e o final de pega estar no declive, a correlação pode ser admitida visto que o método de obtenção do tempo de pega e a combinação de matérias primas nas argamassas autonivelantes, como tipo de areia e aditivos, pode afetar essa correlação de valores exatos.

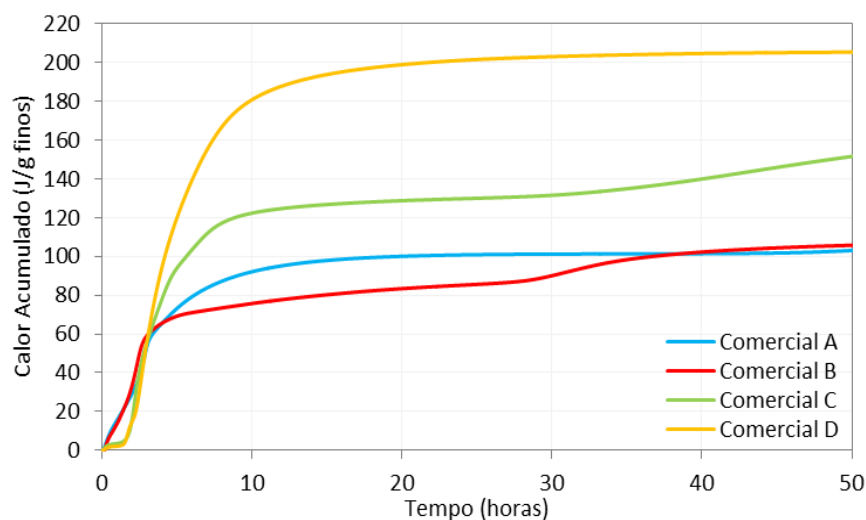
Nas argamassas Comerciais A e B, que contém Yeelimito conforme será observado a seguir na análise da composição mineralógica, o primeiro pico até 1 hora seria devido a incorporação desta Yeelimito e o segundo pico devido à formação renovada da etringita (TRAUCHESSEC et al., 2015). A Comercial C tem um perfil semelhante a um sistema rico em aluminato de cálcio, com Portland e sulfato de cálcio do tipo β -hemidrato, apresentando um pico máximo após o primeiro ponto de inflexão, no período que ocorre o início do endurecimento, e um “ombro” nas horas seguintes (ONISHI; BIER, 2010). A Comercial D se assemelha a uma argamassa rica em aluminato de cálcio pois exibe três picos principais, o primeiro provavelmente devido a dissolução do sulfato de cálcio do tipo hemidrato, seguido pela precipitação do dihidrato e por último a etringita (STABLER et al., 2014).

Figura 54 - Fluxo de calor por massa de finos até 9 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

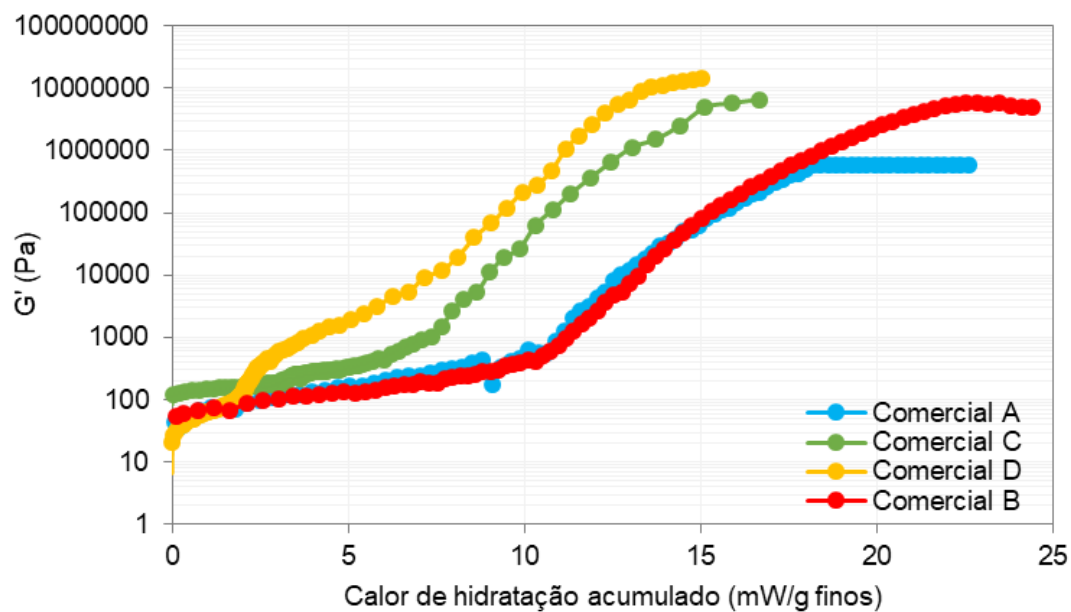
Figura 55 - Fluxo de calor acumulado por massa de finos até 72 horas das argamassas comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

O gráfico com curvas de calor acumulado mostrou que todas atingem aparente estabilidade em até 10 horas. O acúmulo de calor é consequência da dissolução dos sulfatos de cálcio e precipitação da etringita, conforme descrito na análise dos gráficos do fluxo de calor, e o aumento gradual do teor da etringita aumenta a coesão, conforme demonstraram (LAM, 2021), (ONISHI; BIER, 2010) e (NEHRING et al., 2018). Assim, é possível correlacionar o calor acumulado com a cinética de consolidação representada pela componente elástica G' na Figura 56 e Figura 57, onde G' aumenta conforme aumento da precipitação e quantidade da etringita e, por isso, do calor acumulado. O tipo de microestrutura da etringita também tem influência neste crescimento, esta que difere de acordo com o tipo de sulfato de cálcio e teores de Portland e aluminato de cálcio no sistema. O momento do ponto de inflexão da curva de G' pelo calor acumulado segue a ordem: 1° Comercial D / 2° Comercial C / 3° Comercial A e B. Isso pode ser devido a quantidade do hidrato etringita e tipo de microestrutura necessária para atingir elevado nível de G' , onde a Comercial D atingirá com menor calor de hidratação acumulado devido a seu tipo de sistema de ligantes.

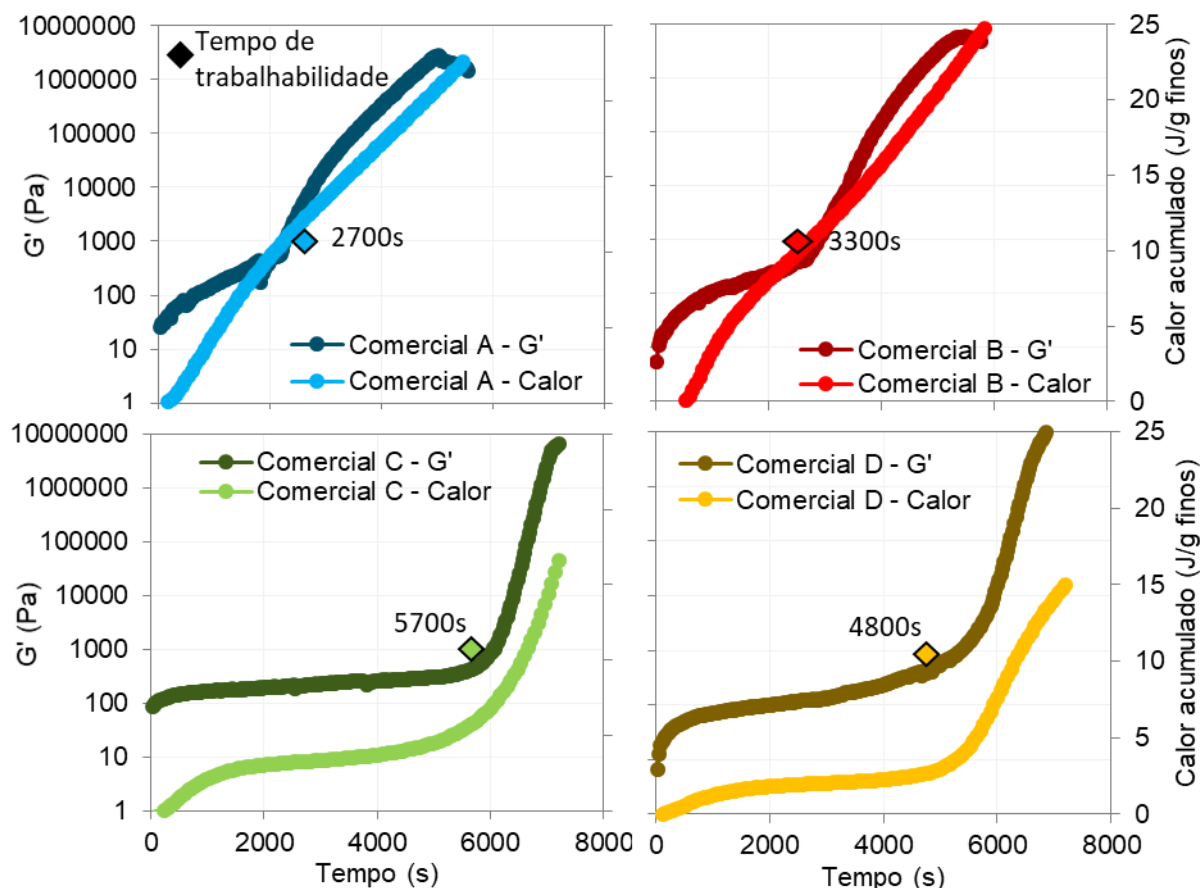
Figura 56 – Curva calor acumulado versus componente elástica G' das argamassas comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

A correlação entre G' e calor acumulado em função do tempo é exibida na Figura 57. Nas figuras são observados os perfis de crescimento dessas variáveis, mostrando que seguem a mesma tendência de crescimento, ou seja, são influenciadas por um fator em comum que seria a precipitação da etringita. Também foram inseridos os valores dos tempos de trabalhabilidade, mostrando que estes ocorrem próximo no momento ou próximo ao momento de inflexão.

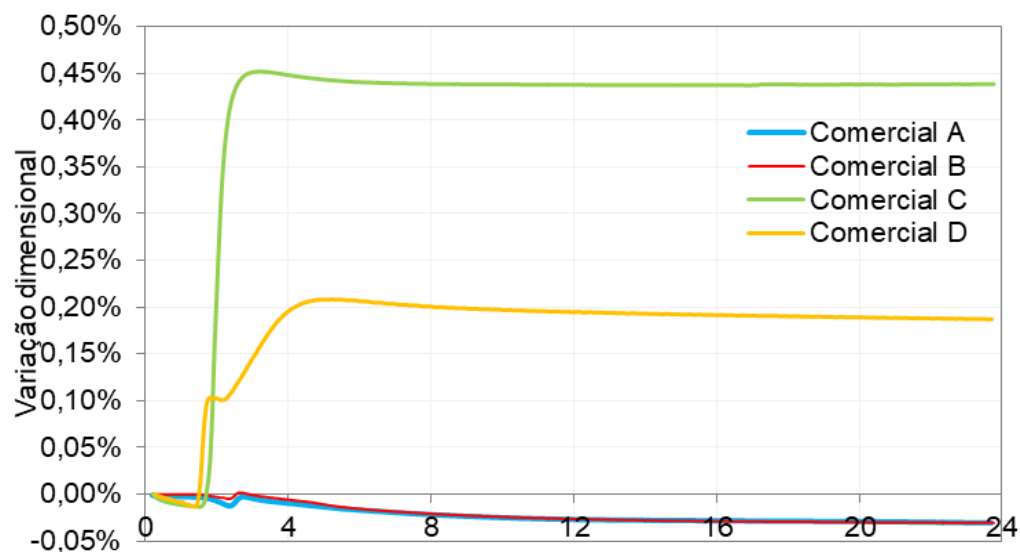
Figura 57 – Curvas de Componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais A, B, C e D e tempos de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

A precipitação da etringita também afetará a variação dimensional exibida na Figura 58, que mostra a expansão, e por isso a compensação da retração, do estado fresco para o endurecido que as argamassas comerciais estão sujeitas. Todas as argamassas apresentaram compensação da retração de forma controlada, ou seja, começa logo no início do endurecimento do material e depois de poucas horas atinge estabilidade. As Comerciais C e D atingiram valores de expansão muito acima comparado as Comerciais A e B, o que pode ser uma vantagem do ponto de vista aplicação em obra pois a face exposta é muito maior do que o prisma no equipamento e em condições do laboratório, e estará sujeita à retração de maior intensidade.

Figura 58 – Variação dimensional em relação ao tempo nas primeiras 24 horas após a mistura das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D.



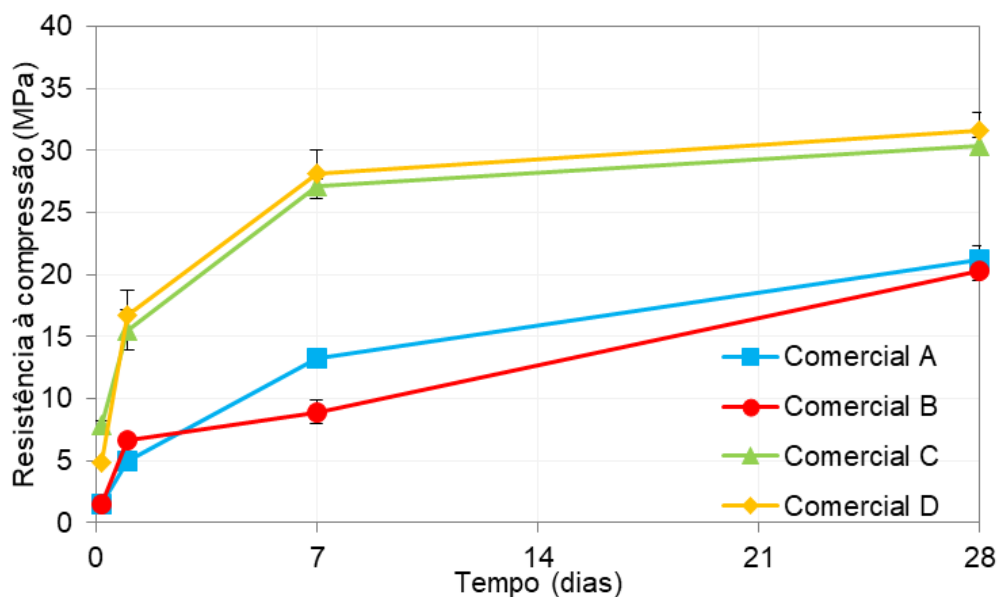
Fonte: Elaborado pela autora.

4.1.3 Propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido

A argamassa autonivelante após endurecimento deve atender requisitos que garantam suas propriedades ao longo de toda a sua vida útil, como manter a resistência mecânica, a estabilidade dimensional, a baixa permeabilidade e, conseqüentemente, a durabilidade. Neste estudo a resistência mecânica é obtida até 28 dias, e os resultados são apresentados através da resistência à compressão a partir de 4 horas na Figura 59 e resistência à tração na flexão a partir de 24 horas na Figura 60.

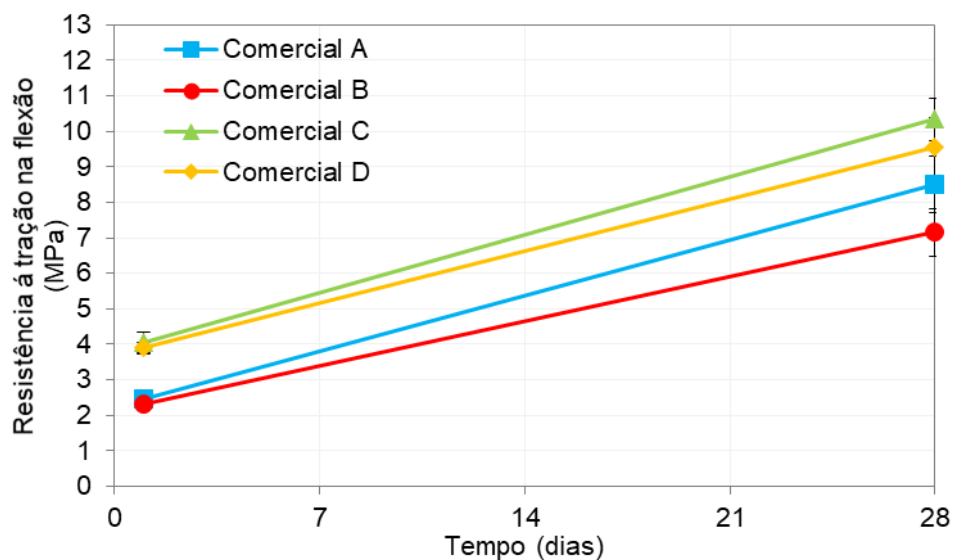
Em relação à resistência à compressão, as Comerciais A e B apresentam menores resistências ao longo de todo o período analisado, o que pode ter influência dos resultados observados na Tabela 8, pois foi estimado que o teor de material reativo das Comerciais A e B está em torno de 20%, enquanto que as Comerciais C e D está em 30%. Essa tendência de resistência também foi observada em relação à tração na flexão.

Figura 59 – Resistência à compressão em relação ao tempo das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 60 – Resistência à tração na flexão em relação ao tempo das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.

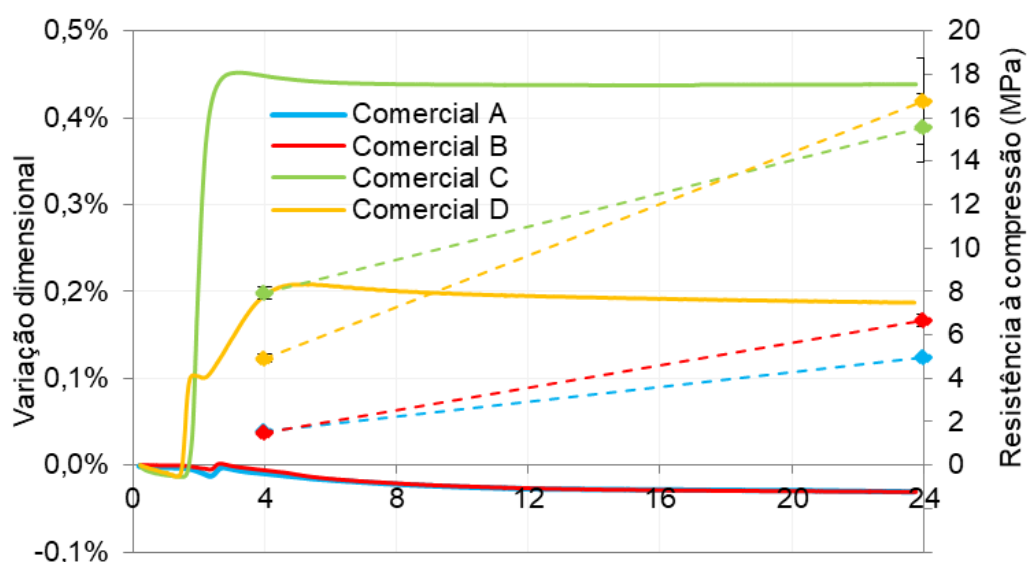


Fonte: Elaborado pela autora.

Sabe-se que as argamassas autonivelantes têm como requisitos a compensação da retração e a rápida liberação da área para tráfego de pessoas ou maquinário. Por isso é possível correlacionar ambas propriedades nas primeiras 24 horas de hidratação, onde a

resistência 4 horas é um indicativo da resistência inicial, conforme observado na Figura 61. Foi possível observar que quanto maior a intensidade da expansão, maior foi a resistência à compressão 4 horas. Tal tendência pode ser explicada pelo fato da expansão ser consequência do teor precipitado da etringita nas primeiras horas e, conseqüentemente, a presença deste hidrato afetará a resistência mecânica do material, resultando em um maior preenchimento dos vazios e tornando a microestrutura mais densa. Porém, esta correlação assume que o produto foi dosado de forma correta, ou seja, com os tipos específicos de sulfato de cálcio para cada sistema, conforme explicado em 2.2.2.4. Se realizado este comparativo também com o calor acumulado, não seria observado uma tendência, talvez pelo fato dos sistemas de ligantes serem diferentes.

Figura 61 – Variação dimensional e resistência à compressão 4 horas e 24 horas das argamassas autonivelante comerciais A, B, C e D.

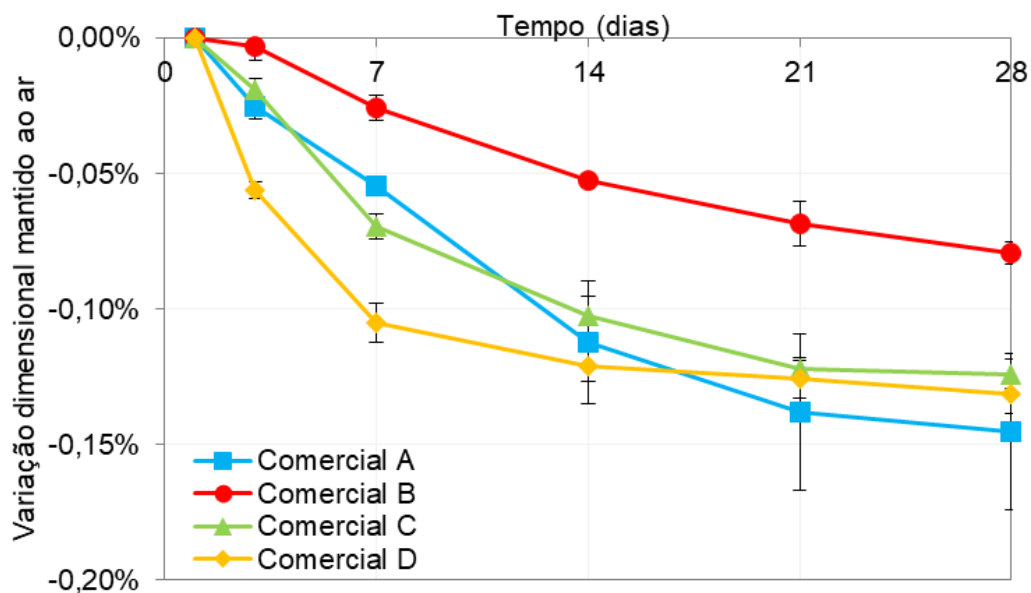


Fonte: Elaborado pela autora.

Materiais cimentícios tendem a continuar variando suas dimensões ao longo do tempo mesmo após endurecimento. Por isso a Figura 62 exibe os valores da variação dimensional das argamassas comerciais quando mantidas ao ar, de modo a observar principalmente a retração por secagem devido à perda de água para o ambiente, e a Figura 63 os valores quando as barras são mantidas submersas. Este último teste é importante porque, caso o sistema esteja com teor de sulfato de cálcio superdosado, ocorrerá uma expansão exagerada causada pela

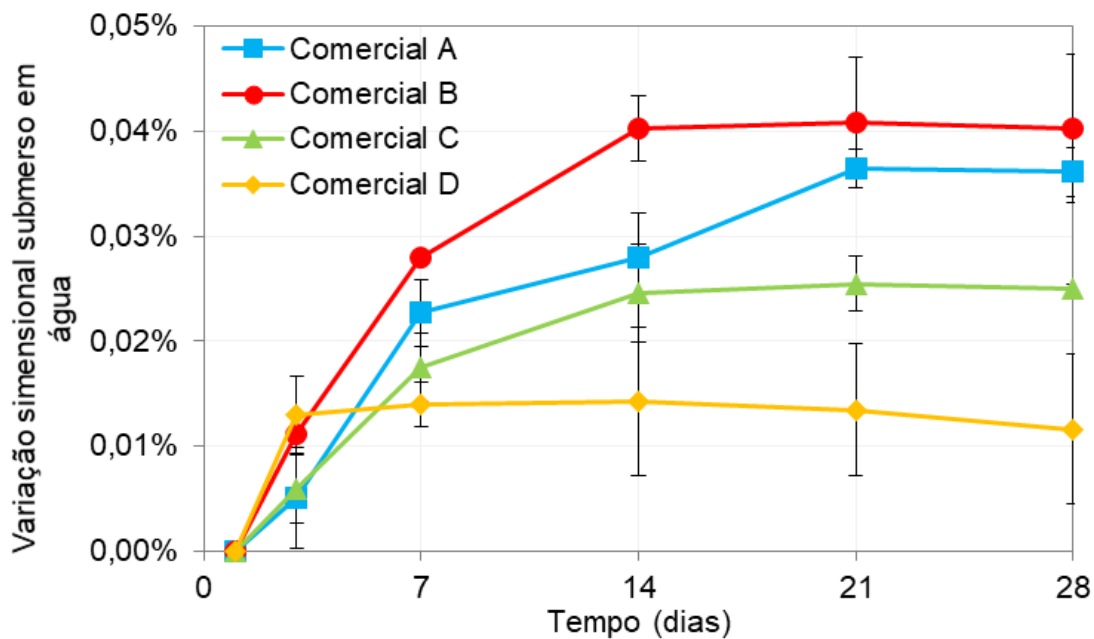
precipitação de etringita utilizando este teor extra de sulfato de cálcio, podendo causar fissuras por expansão no produto aplicado caso este receba umidade após endurecimento.

Figura 62 - Variação dimensional em relação ao tempo de 24 horas até 28 dias das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D quando as barras foram mantidas ao ar.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 63 - Variação dimensional em relação ao tempo de 24 horas até 28 dias das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D quando as barras foram mantidas submersas em água.

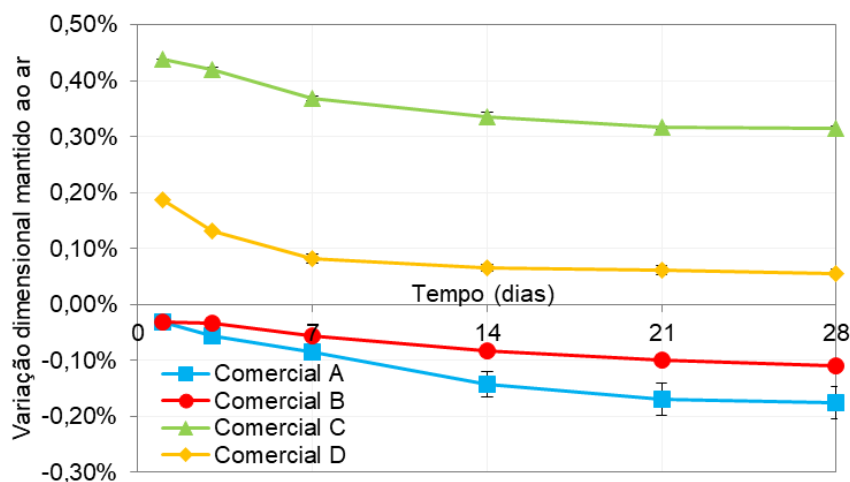


Fonte: Elaborado pela autora.

A intensidade da retração quando mantida ao ar das Comerciais A e B não seguiu a mesma tendência de equivalência que as outras propriedades analisadas, onde a Comercial B retraiu menos e a Comercial A se mostrou no mesmo patamar que as Comerciais C e D. Quando submersas em água, nenhuma argamassa apresentou expansão exagerada, atingindo máximo de 0,04%, demonstrando que a dosagem dos sulfatos de cálcio foi adequada para cada sistema de ligantes. Mas neste ambiente submerso, a Comercial D estabilizou mais rapidamente que as outras, mostrando que o sulfato de cálcio foi consumido mais rapidamente, não apresentando resquícios que pudessem ser hidratados nas idades seguintes.

As análises das variações dimensionais acima consideraram o valor 24 horas como ponto de partida, e por isso 0%, pois a metodologia sugere medir o comprimento das barras apenas após 24 horas de hidratação. Porém, é possível correlacionar o que foi encontrado no Walter & Bai, ou seja, o momento que a argamassa estabiliza com a variação dimensional utilizando as barras 25x25x285mm. Porém, vale frisar que as dimensões dos prismas não são iguais e, portanto, a propensão de retrair e expandir não podem ser consideradas as mesmas, mas a análise é válida do ponto de vista comparativo. As curvas são observadas na Figura 64 e demonstram a eficiência da compensação da retração das Comerciais C e D, estabilizando a variação dimensional positivamente, enquanto que as Comerciais A e B que permanecem na faixa de retração.

Figura 64 - Variação dimensional em relação ao tempo até 28 dias das argamassas comerciais A, B, C e D, mantidas ao ar considerando valor inicial 24 horas o obtido pelo equipamento Walter&Bai ao estabilizar.



Fonte: Elaborado pela autora.

Além de observar as propriedades das argamassas no estado endurecido através de ensaios tecnológicos, também é importante entender como variam o consumo das fases anidras e o desenvolvimento dos produtos hidratados. Neste estudo as pastas das argamassas autonivelantes foram misturadas e paralisadas conforme 3.6.3, considerando os teores de água da Tabela 16.

Tabela 16 – Concentração de sólidos, fração água/finos e massa de água utilizada na mistura de 50g de pó nas pastas das Comerciais A, B, C e D.

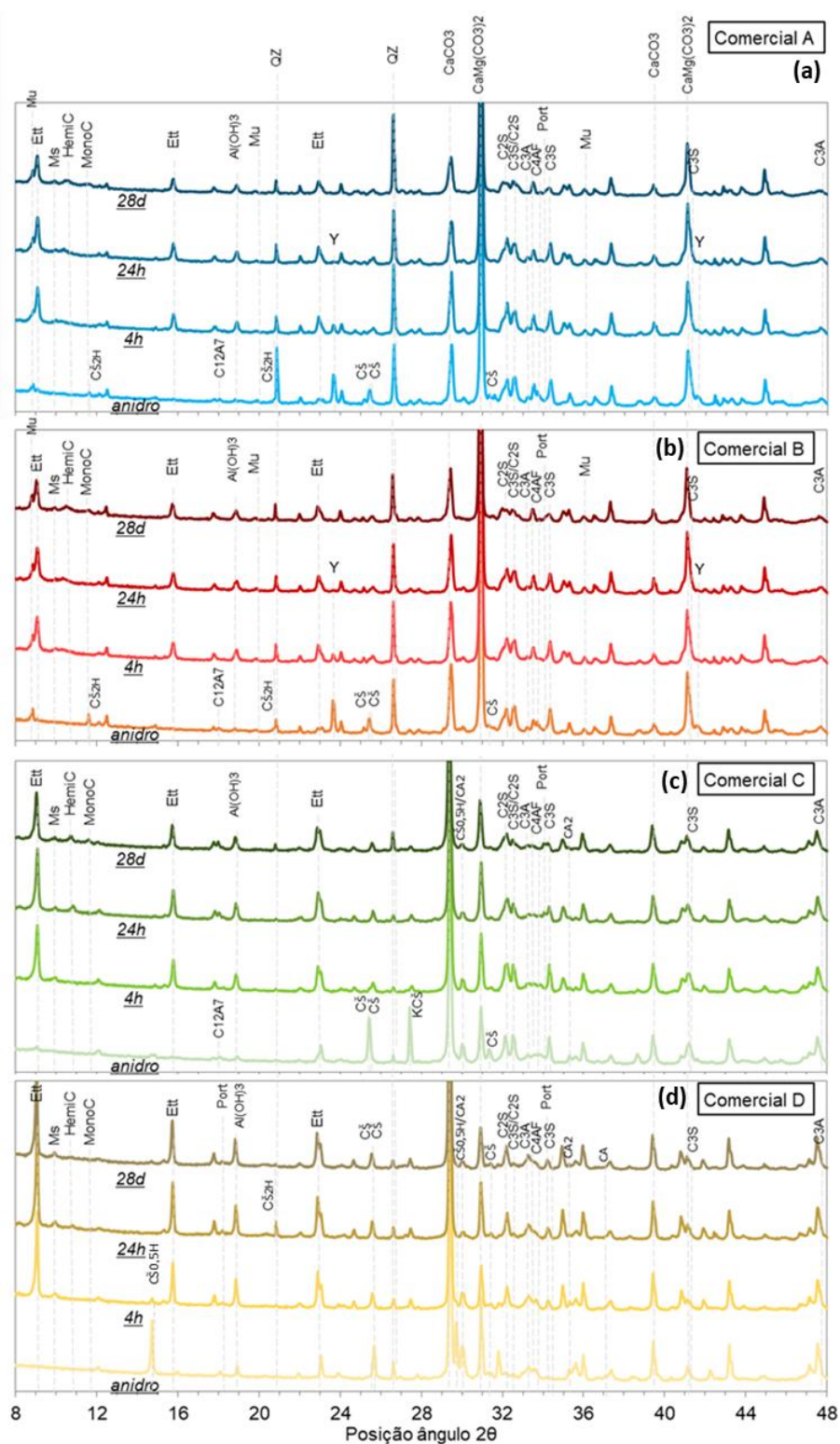
Pasta	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Concentração de sólidos – Cs	0,48%	0,48%	0,48%	0,48%
Fração água/finos em massa - A/Fm	0,37	0,35	0,37	0,39
Massa água para 50g de finos (g)	18,7	17,5	18,5	19,7

Devido a elevada complexidade dos sistemas de ligantes das argamassas autonivelante, a análise foi realizada apenas de modo qualitativo, através da visualização dos difratogramas exibidos na Figura 65, que mostra os picos dos anidros e hidratos após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação. As fases e siglas consideram o mesmo padrão exibido na Tabela 17.

Tabela 17 – Fases consideradas nas análises mineralógicas qualitativas dos finos das argamassas comerciais A, B, C e D (e também nas formuladas em laboratório com PA e PB e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄), como será visto a nos próximos itens), com nome, fórmula química simplificada, sigla nos difratogramas e número da ficha considerada.

Fase	Fórmula química simplificada	Sigla	Número da ficha
Alita	3CaO. SiO ₂	C3S	96-153-8414
Aluminato de cálcio	CaO.Al ₂ O ₃	CA	96-101-0451
Aluminato tricálcico	3CaO.Al ₂ O ₃	C3A	96-901-4360
Anidrita	CaSO ₄	CŠ	96-500-0041
Belita	2CaO. SiO ₂	C2S	96-901-2790
Brownmillerita	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C4AF	96-901-6158
Calcita	CaCO ₃	CaCO3	96-901-6707
Dialuminato de cálcio	CaO.2Al ₂ O ₃	CA2	96-200-2889
Dihidrato	CaSO ₄ .2H ₂ O	CŠ2H	96-901-3169
Dolomita	CaMg(CO ₃) ₂	CaMg(CO3)2	96-900-1044
Etringita	CaO.Al ₂ O ₃ .3CaSO ₄ .32H ₂ O	Ett	96-901-1577
Hemidrato	CaSO ₄ .1/2H ₂ O	CŠ0,5H	96-101-0919
Hidrotalcita	Mg ₆ Al ₂ (OH) ₁₆ CO ₃ .4H ₂ O	-	96-900-9273
Katoita	C3AH6 - 3CaO.Al ₂ O ₃ .6H ₂ O	-	96-900-1773
Magnesita	MgCO ₃	MgCO3	96-900-0973
Mayenita	12CaO.7Al ₂ O ₃	C12A7	96-901-1340
Muscovita	KAl ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH,F) ₂	-	96-900-4641
Portlandita	Ca(OH) ₂	Port	96-100-0046
Quartzo	SiO ₂	QZ	96-153-6390
Vaterita	CaCO ₃ polimorfo	-	96-901-3566
Vermiculita	Mg ₁₂ Si ₁₆ O ₄₈	Ver	96-900-0010
Yeelimite	4CaO.3Al ₂ O ₃ .SO ₃	Y	96-900-9939
Kuzelite	C4AŠH12	Ms	96-901-3424
Tobermorite	Ca ₅ Si ₆ O ₁₆ (OH) ₂ .4H ₂ O	CSH	96-900-2296
Monocarboaluminate	C4AcH11	MonoC	96-200-7669
Hemicarbonato	C4Ac0.5H12	HemiC	96-210-5253

Figura 65 – Difratoformas dos anidros e hidratados das pastas das argamassas comerciais (a) A, (b) B, (c) C e (d) D nas idades anidro, 4 horas, 24 horas e 28 dias, com foco no consumo das fases anidras e formação dos hidratados.



Fonte: Elaborado pela autora.

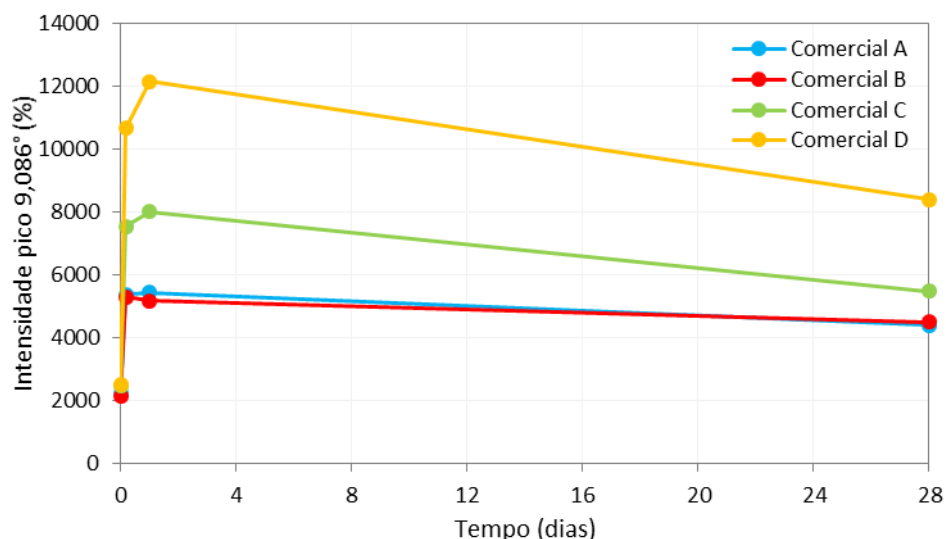
As principais informações a serem obtidas na Figura 65 são:

- O consumo das fases sulfatos de cálcio e aluminatos de cálcio para a formação da etringita, o que garantirá a compensação da retração e a resistência mecânica nas primeiras horas;
- O consumo das fases silicatos de cálcio para formação de CSH e garantia da resistência mecânica à longo prazo.

- Formação da etringita:

Conforme esperado, a etringita foi encontrada em todas as argamassas e em todas as idades, sofrendo um aumento rápido e significativo até 24 horas, mas apresentou uma queda até 28 dias principalmente para as Comerciais C e D, conforme demonstrado pela intensidade do pico principal em $9,086^\circ$ na Figura 66. Apesar de ter sido observada uma queda em todos os produtos analisados, é importante enfatizar que a fase etringita pode ter orientação preferencial e a intensidade pode ser interpretada de forma errônea, mas como o gráfico apresenta tendências para todos os produtos, esse fator não foi considerado.

Figura 66 – Intensidade da etringita nas argamassas comerciais ao longo do tempo.



Fonte: Elaborado pela autora.

A formação da etringita ocorre de acordo com as fases anidras disponíveis. Todos os produtos apresentaram C_3A e a equação 7 exibe sua hidratação com a água H (H_2O) na presença de $C\check{S}$ ($CaSO_4$)(BIER; AMATHIEU, 1997) e a equação 8 na de $C\check{S}2H$ ($CaSO_4.2H_2O$)

(FORTES, 2013). Todavia, a diminuição do pico desta fase não foi perceptível até 28 dias, o que condiz que este pode não ter tido atuação significativa na resistência ou compensação da retração, se mantendo bloqueada já que não houve pega instantânea do material.



O C_4AF também está presente em todos os produtos. Este pode ser consumido para a formação da etringita na presença de $CaSO_4.2H_2O$ conforme equação 9 (FORTES, 2013), mas a diminuição desta fase também não foi relevante nos difratogramas observados.

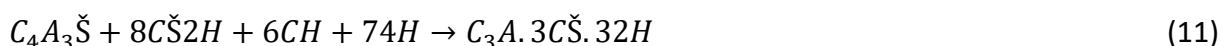


Nas Comerciais A e B, a fase principal a ser consumida para a formação da etringita é a Yeelinite, conforme diminuição significativa de intensidade em 4 horas. Ela pode ser consumida conforme disponibilidade de $CaSO_4$, $CaSO_4.2H_2O$ e $Ca(OH)_2$ (originada da hidratação dos silicatos de cálcio do cimento Portland presente no sistema) das seguintes formas (FORTES, 2013) (YANG et al., 2021):

- a. Ambas apresentaram consumo significativo de $CaSO_4$, conforme equação 10:



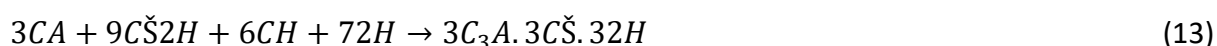
- b. Apenas a Comercial A apresentou considerável teor de $CaSO_4.2H_2O$, o que pode explicar a variação dimensional até 28 dias da Comercial B não seguir a mesma tendência das outras propriedades, conforme Figura 62 e Figura 63. Por isso, no caso da Comercial A o $CaSO_4.2H_2O$ será consumido de acordo com a equação 11.



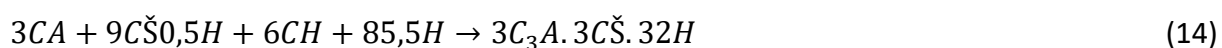
As Comerciais C e D não possuem Yeelinite e, portanto, as fases aluminatos a serem consumidas com os sulfatos de cálcio são CA ($CaO.Al_2O_3$) e $C_{12}A_7$ ($12CaO.7Al_2O_3$). Neste tipo de sistema o CA_2 permanece praticamente constante (GOETZ-NEUNHOEFFER; NEUBAUER, 2006) devido à sua baixa reatividade, como descrito em 2.2.1.2.

Ambas as Comerciais C e D também possuem cimento Portland e sulfatos de cálcio do tipo CaSO_4 , $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ e $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, por isso a formação da etringita será realizada das seguintes formas:

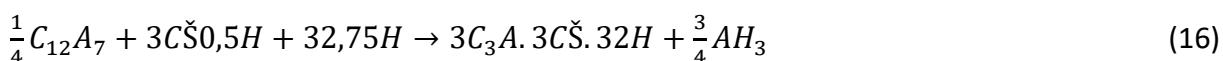
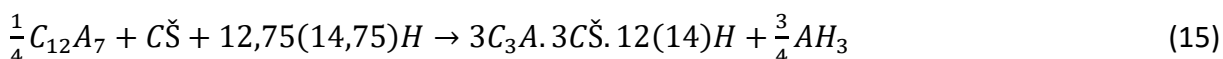
- a. Reação de CA com CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ com $\text{Ca}(\text{OH})_2$ do Portland são exibidas nas equações 12 e 13 (BIER; AMATHIEU, 1997).



- b. Reação de CA com $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ exibida na equação 14 (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014b).



- c. Reação de C_{12}A_7 com CaSO_4 (CŠ) exibida na equação 15 e com $\text{C}\check{\text{S}}0,5\text{H}$ na equação 16 (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014b)



Além da produção da etringita nas primeiras horas, a Figura 66 também exibe uma queda da intensidade do seu pico até 28 dias. Isso pode ter ocorrido devido a degradação deste hidrato para formação de monossulfoaluminato de cálcio, conforme equação 17, onde a etringita reage com AH_3 a partir do momento que toda a CaSO_4 é consumida. Isso acontece porque no início das reações as partículas de CaSO_4 são envolvidas pelo hidrato etringita, dificultando sua dissolução total. Também ocorre o início da formação de CSH, liberando CH e aumentando o pH da solução, o que contribui ainda mais para a degradação da etringita (PALOU et al., 2005).



Essa queda da intensidade também poderia ter ocorrido devido a reação da etringita com o CO_2 do ambiente, conforme equação 18, mas isso resultaria em uma queda na

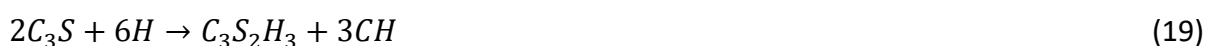
resistência mecânica devido ao aumento da porosidade, o que não foi observado até a idade 28 dias (FORTES, 2013).



Outra possibilidade é a degradação da etringita por consumo do seu teor de sulfato para a reação com o $CaCO_3$ e formação de monocarboaluminato e hemicarboaluminato de cálcio. Isso pode justificar a diminuição do teor de material carbonático conforme será exibido na análise de perda de massa por termogravimetria (HOPPE FILHO et al., 2017; NEHRING et al., 2018; OLIVEIRA, 2018; ZUNINO; SCRIVENER, 2021).

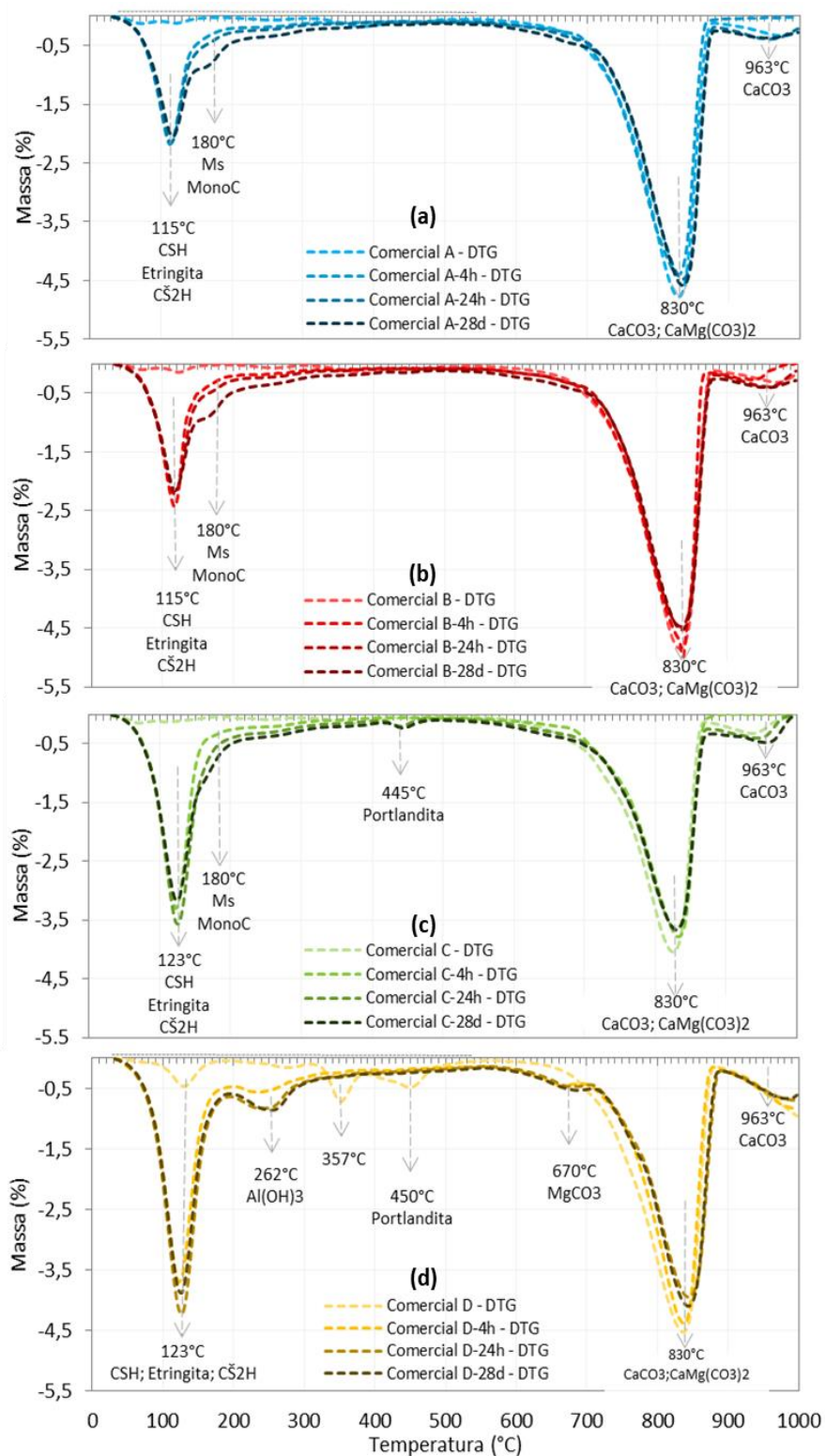
- Consumo dos silicatos de cálcio:

Os difratogramas mostraram uma queda significativa das intensidades dos picos de C_3S e C_2S , demonstrando seu consumo e formação de CSH, o que garantirá a continuidade do desenvolvimento da resistência mecânica até 28 dias. O consumo dos silicatos ocorre após a diminuição da concentração de alumínio no sistema devido à formação da etringita, e o C_3S começa a se dissolver tornando o ambiente favorável à precipitação de CSH e de CH (NEHRING et al., 2018). Os hidratos CSH e Portlandita não foram detectados facilmente no DRX e TG, talvez devido ao baixo teor e, portanto, baixa intensidade. As equações de hidratação dessas fases são observadas nas equações 19 e 20 (FORTES, 2013).



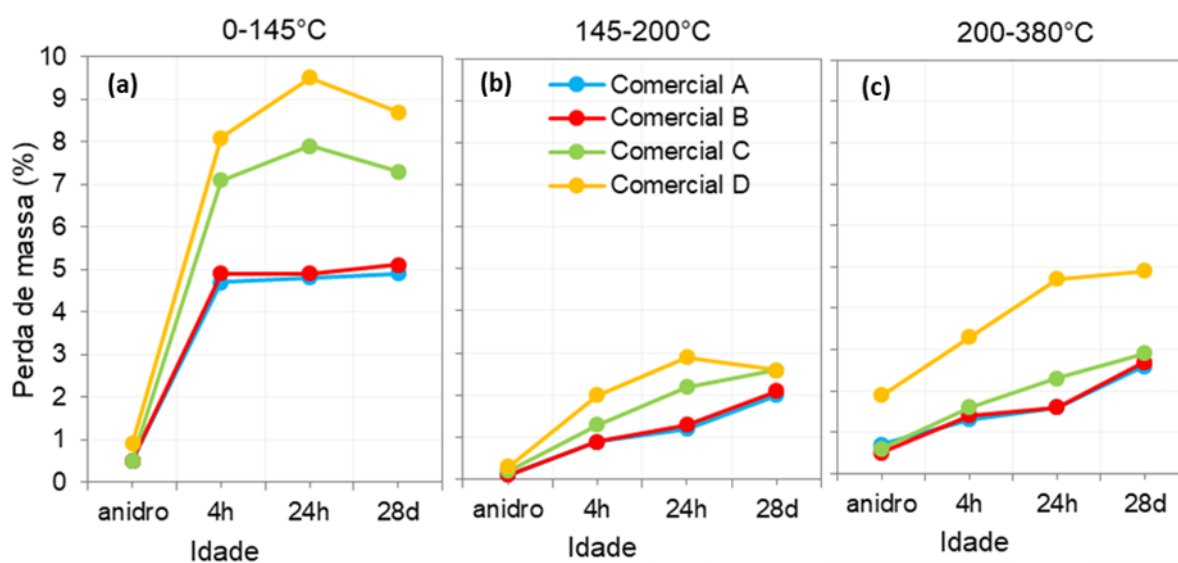
Além da análise qualitativa dos difratogramas, a composição mineralógica das pastas pôde ser correlacionada com os resultados obtidos através da TG. A complexidade da pasta e o elevado teor de material carbonático também afetou a análise das curvas de perda de massa e DTG. As curvas de DTG são exibidas na Figura 67 e os gráficos de perda de massa pelo tempo para cada faixa de temperatura na Figura 68 e Figura 69.

Figura 67 – DTG dos finos das argamassas autonivelantes comerciais (a) A, (b) B, (c) C e (d) D dos materiais anidro e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.



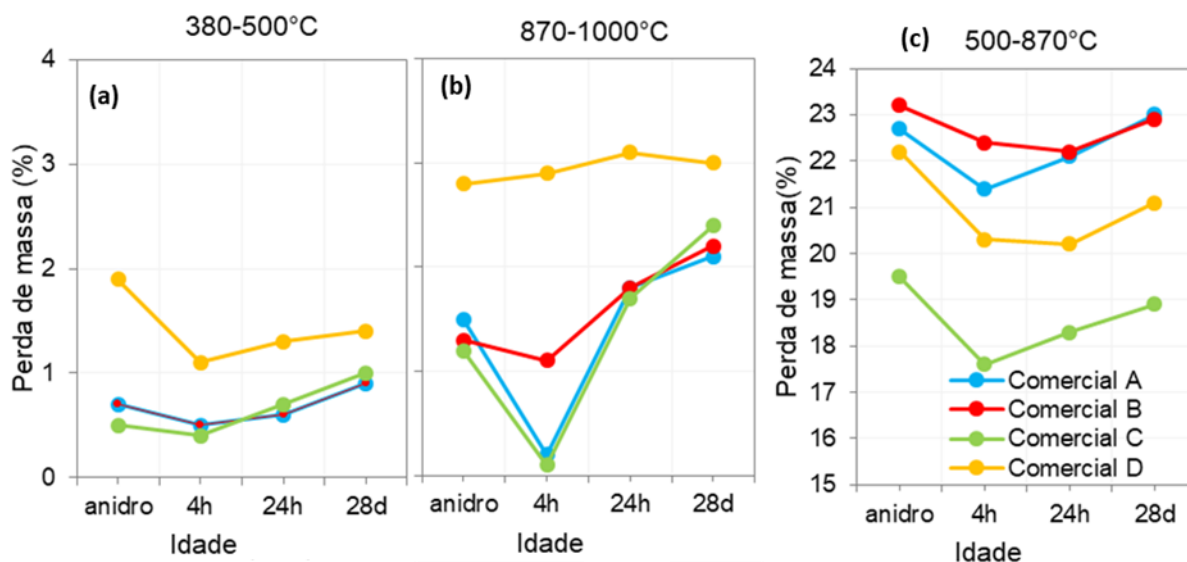
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 68 – Perdas de massa dos finos das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D pela TG nas faixas de temperatura (a) 0-145°C, (b) 145-200°C e (c) 200-380°C dos materiais anidros e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 69 - Perdas de massa dos finos das argamassas autonivelantes comerciais A, B, C e D pela TG nas faixas de temperatura (a) 380-500°C, (b) 80-1000°C e (c) 500-870°C dos materiais anidros e após 4 horas, 24 horas e 28 dias de hidratação.



Fonte: Elaborado pela autora.

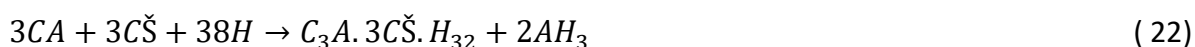
- **Faixa de temperatura 0 – 145°C:** Nesta faixa estão perdendo água o CSH (115-125°C), a etringita (135-140°C) (ROJAS; CINCOTTO, 2013) e o dihidrato (100-170°C) (CINCOTTO, 2014) conforme a equação 21.



A perda de massa nessa faixa é devida principalmente ao teor de etringita, visto que a curva cresce até 4 horas para as Comerciais A e B e após isso permanece praticamente constante com um ligeiro crescimento até 28d devido a presença do CSH. O que comprova isso também é o crescimento da perda de massa até 24h e a queda em 28d nas Comerciais C e D, correlacionando com a intensidade do pico da etringita exibida na Figura 66.

- **Faixa de temperatura 145 – 200°C:** Nesta faixa as principais fases a serem decompostas são os aluminatos de cálcio hidratados, ou seja, o monossulfoaluminato de cálcio hidratado e o monocarboaluminato de cálcio hidratado (ROJAS; CINCOTTO, 2013) (MATSCHEI; LOTHENBACH; GLASSER, 2007). Para todos ocorre um aumento até 28d, exceto para a Comercial D que a perda de massa é reduzida de 24h para 28d.

- **Faixa de temperatura 200-380°C:** São detectados $Al(OH)_3$ (200-250°C) (YU et al., 2013) e hemicarboaluminato de cálcio (HOANG; JUSTNES; GEIKER, 2016) nesta faixa. O crescimento até 24h provavelmente ocorre devido à falta de CH para a formação da etringita e consequente produção de $Al(OH)_3$, como na equação 22, e até 28 dias devido a presença do hemicarbo. A fase $Al(OH)_3$ (AH_3) também pôde ser observado no DRX (BIER; AMATHIEU, 1997)



- **Faixa de temperatura 380-500°C:** Nos DRX a Portlandita (425-550°C) (ROJAS; CINCOTTO, 2013) é visível apenas nas Comerciais C e D. Considerando a Portlandita a principal fase a ser decomposta nesta faixa de temperatura, é possível perceber um consumo desta até 4 horas para produção da etringita e depois precipitação devido a hidratação das fases silicatos. A equação de decomposição é a 23.



- **Faixa de temperatura 500-870°C:** As Comerciais A e B possuem maior perda de massa

devido ao maior teor de material carbonático. O pico de decomposição da Magnesita (660 – 690°C) é observado ao lado esquerdo do pico principal para a Comercial D. Sabe-se que o pico da calcita pode estar na faixa 830-940°C e da dolomita em 745-870°C. E já que as Comerciais A e B possuem elevado teor de dolomita, como observado no DRX, seria de se esperar um “ombro” à esquerda do pico principal, mas este não foi observado (CINCOTTO, 2014). As equações de decomposição dos materiais citados são: Magnesita equação 24, Dolomita equação 25 e Calcita equação 26.



Para todas as Comerciais observou-se uma queda da perda de massa até 24h e aumento em 28d, o que pode ter sido causado pela formação do monocarboaluminato de cálcio e hemicarboaluminato de cálcio encontrados na faixa 145-200°C.

- **Faixa de temperatura 870-1000°C:** Sabe-se que a temperatura de pico da decomposição do carbonato de cálcio pode variar de 830°C a 1010°C (CINCOTTO, 2014). Por isso, o pico nesta faixa pode ser devido à decomposição de um carbonato de cálcio formado durante as reações da pasta, visto aumento do seu teor até 28 dias.

4.2 Argamassas autonivelantes formuladas em laboratório

A análise das argamassas autonivelantes formuladas em laboratório consiste na mesma metodologia e interpretações das argamassas comerciais, por isso explicações sobre métodos, parâmetros e justificativas não foram reescritos. O diferencial deste grupo é o fato das matérias primas e teores serem conhecidos, o que afetará a justificativa do comportamento de uma maneira mais precisa.

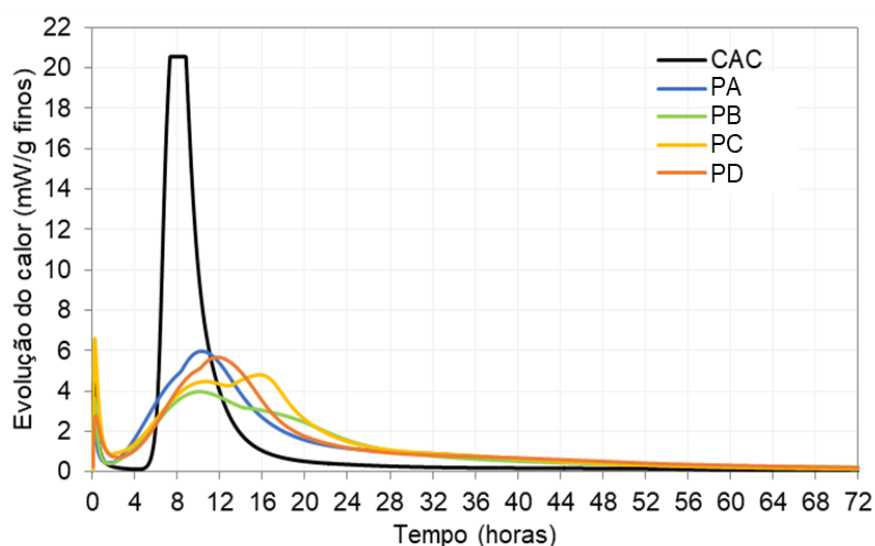
Os gráficos foram separados de modo a manter PA e PD juntos, pois a análise mais detalhada será para esses dois cimentos, adicionando aos testes de desempenho também a análise do comportamento reológico, cinética de consolidação, cinética de reação e da composição mineralógica até 28 dias. Isso porque eles apresentam diferenças mais

significativas em relação as características químicas e mineralógicas, conforme descrito em 3.8.3, e que os teores de substituição afetaram as propriedades das argamassas de forma mais diversificada. Também apenas para esses cimentos Portland foram analisadas as formulações de referência sem a adição de CAC + CaSO₄, descritas como PA_ 0%(CAC+CaSO₄) e PD_ 0%(CAC+CaSO₄).

4.2.1 Cinética de reação dos ligantes

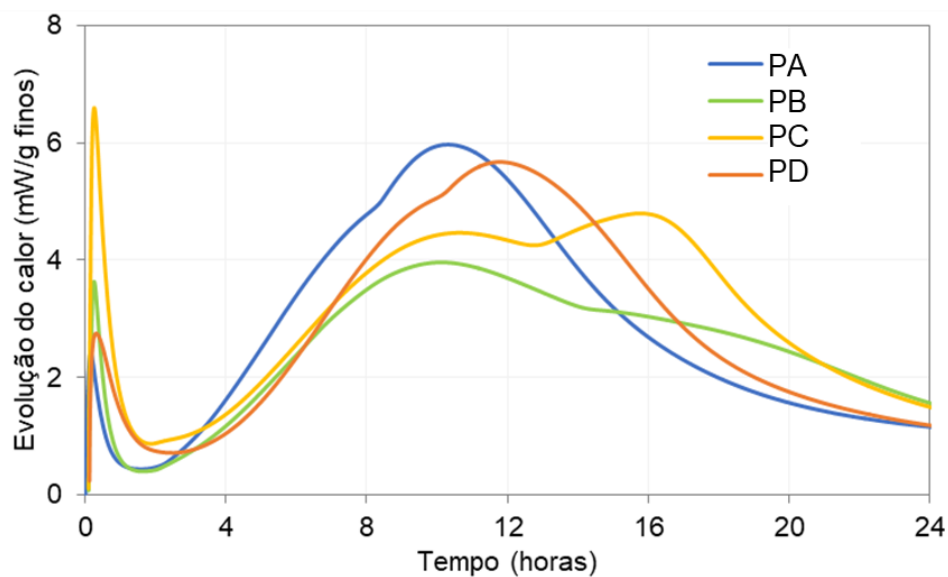
A análise isolada dos cimentos em relação a cinética de reação foi realizada para os cimentos PA, PB, PC, PD e CAC. A evolução do calor é mostrada na Figura 70 até 72 horas e na Figura 71 até 24 horas para os cimentos Portland. Os perfis seguem o padrão obtido na literatura, conforme a Figura 9, onde é possível observar o pico de molhagem com a dissolução e formação da etringita, o período de indução, o período de aceleração e o pico secundário de formação da etringita na desaceleração para os cimentos Portland. O aluminato de cálcio atinge elevado calor de hidratação, ultrapassando o limite do equipamento e por isso o platô no pico. O calor acumulado mostrado na Figura 72 demonstra que o CAC atinge nível máximo mais rápido que os cimentos Portland, mas mesmo nível de estabilidade após 72 horas.

Figura 70 – Curvas de evolução do fluxo de calor dos cimentos PA, PB, PC, PD e CAC até 72 horas de hidratação.



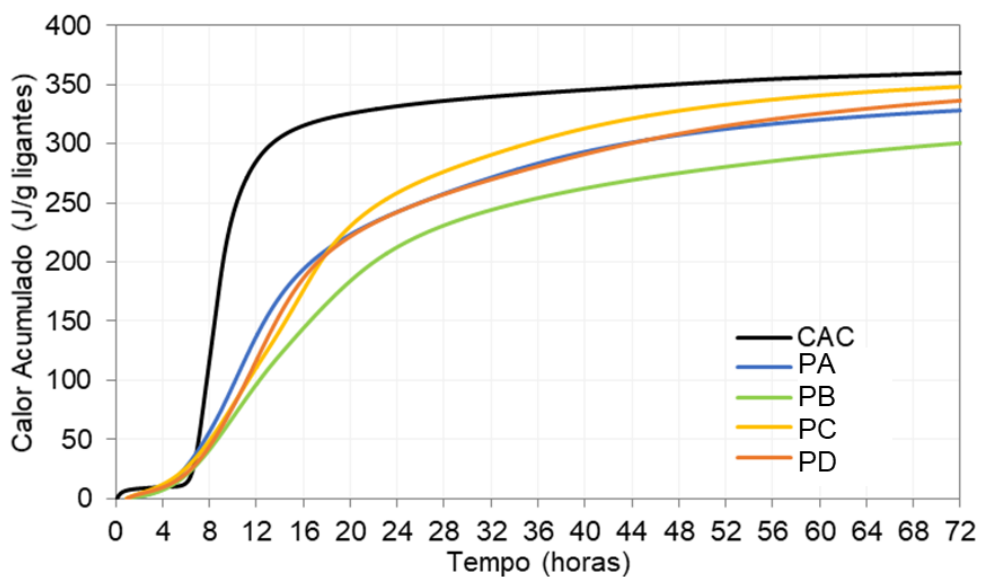
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 71 - Curvas de evolução do fluxo de calor dos cimentos PA, PB, PC e PD até 24 horas de hidratação.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 72 - Curvas do calor acumulado dos cimentos PA, PB, PC, PD e CAC até 72 horas de hidratação.



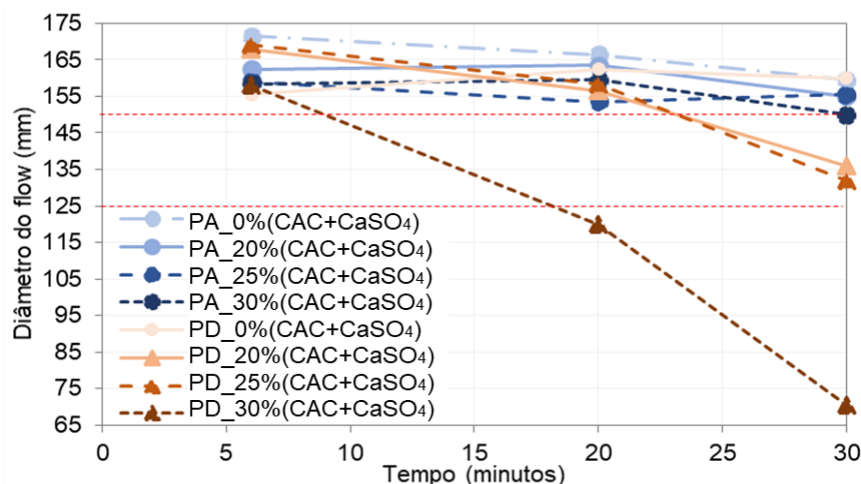
Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.2 Propriedades das argamassas autonivelantes no estado fresco

Os diâmetros do flow das argamassas formuladas em laboratório são exibidos na Figura 73 e Figura 74. Todos os valores considerando o cimento PA ficaram em torno de 150 mm até 30 minutos, porém para o cimento PD com CAC + CaSO₄ houve uma redução do flow a partir

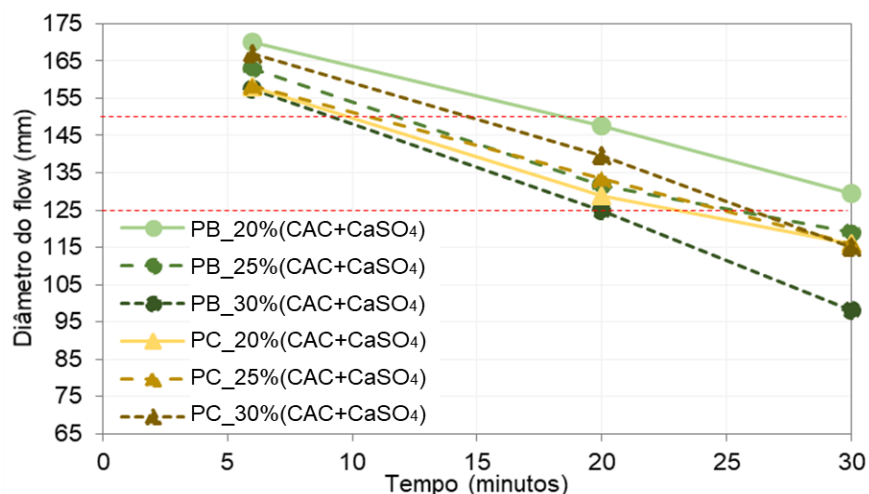
de 20 e 30 minutos, mais acentuado para PD_30%(CAC + CaSO₄). Para os PB e PC a perda de fluidez foi observada para todas as composições de maneira gradual até 30min, ou seja, a diferença entre os teores de substituição afetou basicamente apenas o flow inicial.

Figura 73 – Diâmetros do flow 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PA e PD.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 74 - Diâmetros do flow 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PB e PC.

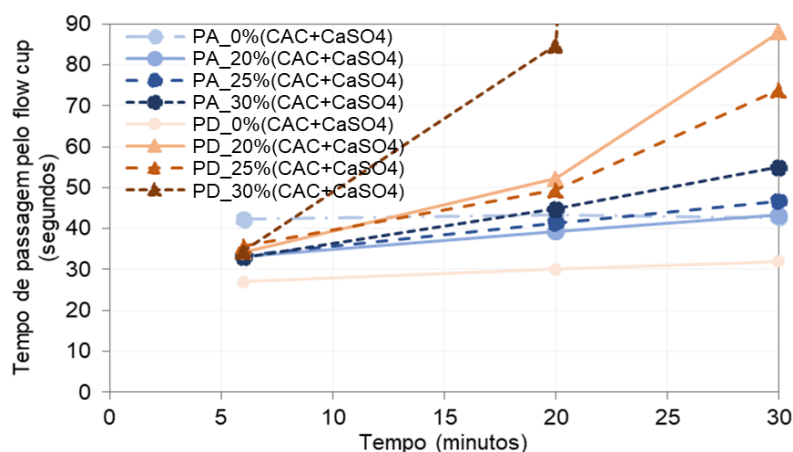


Fonte: Elaborado pela autora.

Em relação ao tempo de passagem pelo flow cup na Figura 75 e Figura 76, é observada a mesma tendência que para o diâmetro do flow, ou seja, as argamassas com PA se mantêm praticamente constantes até 30 minutos, para PB e PC ocorre um aumento significativo para todos os teores de substituição e para PD o aumento para o PD_30%(CAC + CaSO₄) é mais acentuado. Os gráficos são exibidos até 90 segundos pois quando o tempo de passagem pelo

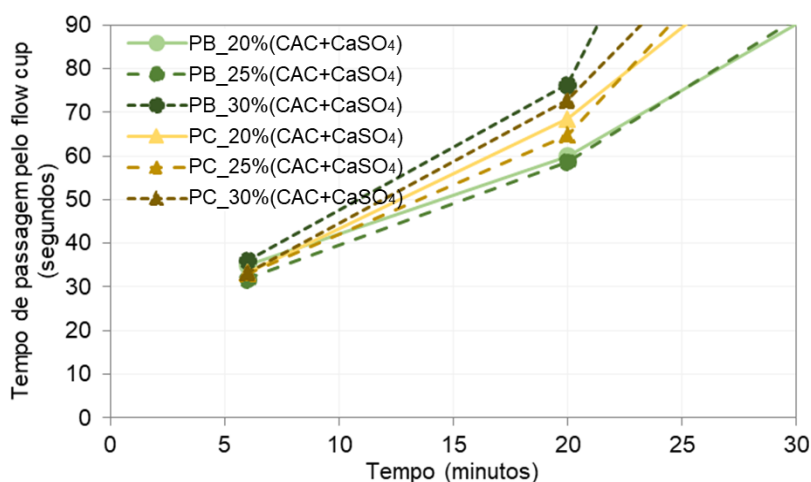
flow cup ultrapassa 60 segundos, o fluxo pode não ser contínuo e apresentar “gotas”, o que compromete a avaliação do resultado. Neste contexto, o cimento que melhor garante as propriedades de fluidez no estado fresco até 30 minutos é o PA.

Figura 75 – Tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PA e PD.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 76 - Tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 minutos das argamassas formuladas em laboratório com cimento Portland PB e PC.

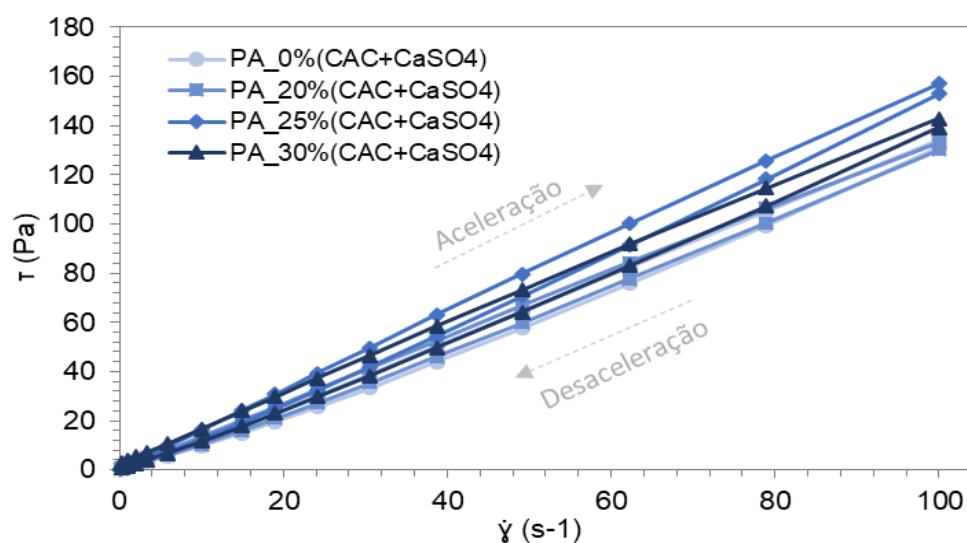


Fonte: Elaborado pela autora.

A análise do comportamento reológico e cinética de consolidação para as composições com os cimentos PA e PD são descritos a seguir. A Figura 77 e Figura 78 exibem a relação entre tensão e taxa de cisalhamento após 5 minutos de adição da água. Assim como para as argamassas comerciais, a tensão de escoamento está em torno de 0 Pa e o comportamento próximo de dilatante é observado, assim como o comportamento tixotrópico. Ou seja, as argamassas formuladas em laboratório também se enquadram no mesmo grupo de natureza

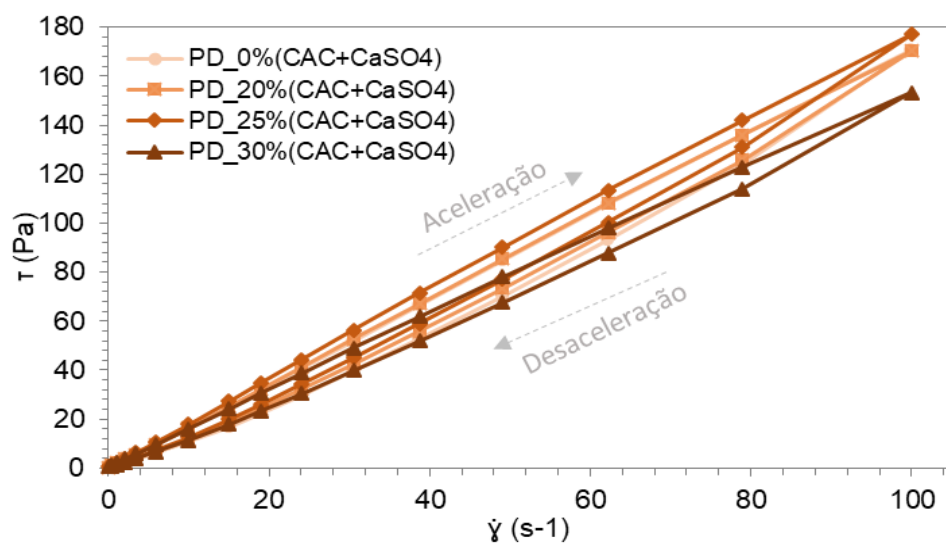
reológica que as argamassas comerciais. Não ocorre uma mudança significativa quando o teor de substituição do Portland é alterado. E de modo a obter os parâmetros reológicos, a Tabela 18 exibe os resultados obtidos através do software Origin utilizando o modelo Herschel-Bulkley, como as tensões de escoamento que estão na faixa 0,7 - 1,1 Pa e o índice de potência (n) estar em torno de 1,1, demonstrando comportamento dilatante.

Figura 77 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento e diâmetro do flow 6 minutos das argamassas autonivelantes com PA e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄)



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 78 - Relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento e diâmetro do flow 6 minutos das argamassas autonivelantes com PD e 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄)



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 18 - Valores de Tensão de escoamento - γ_0 , Índice de consistência – K, Índice de potência – n e Adj. R-Square das argamassas comerciais A, B, C e D obtidos através do software Origin para as argamassas comerciais com PA e PB considerando teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).

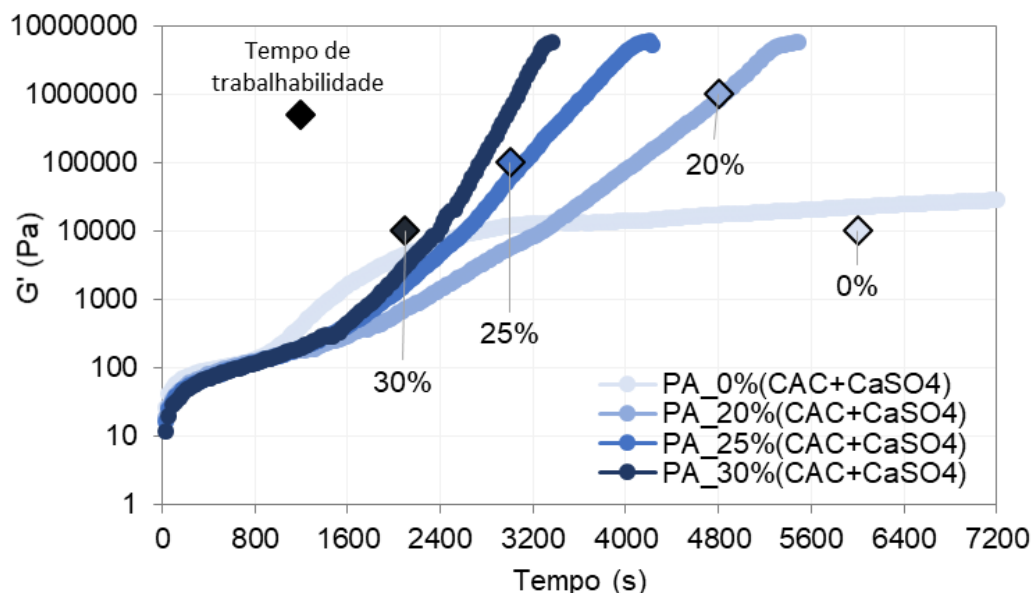
Modelo: Herschel-Bulkley		Equação: $y = \gamma_0 + K \cdot x^n$		
Argamassa	Tensão de escoamento - γ_0 (Pa)	Índice de consistência – K (Pa.s ⁿ)	Índice de potência - n	Adj. R-Square
PA_0% (CAC+CaSO ₄)	0,940	0,558	1,187	1,000
PA_20% (CAC+CaSO ₄)	0,629	0,729	1,129	1,000
PA_25% (CAC+CaSO ₄)	0,679	0,877	1,124	1,000
PA_30% (CAC+CaSO ₄)	0,820	0,800	1,123	1,000
PD_0% (CAC+CaSO ₄)	1,058	0,526	1,253	1,000
PD_20% (CAC+CaSO ₄)	0,725	0,715	1,186	1,000
PD_25% (CAC+CaSO ₄)	0,794	0,801	1,169	1,000
PD_30% (CAC+CaSO ₄)	0,713	0,754	1,151	1,000

Além do ensaio de fluxo, também foi realizado o ensaio oscilatório como uma maneira de descrever através da evolução do módulo elástico (G') a cinética de consolidação das argamassas autonivelantes. Através da dissolução das fases anidras e da precipitação dos hidratos, ocorre um aumento do atrito inter granular que fortalece a coesão na matriz da argamassa, indicando que o produto está iniciando o processo de transição do estado fresco para o endurecido (LAM, 2021). Foi possível realizar um comparativo entre a evolução de G' e o tempo de trabalhabilidade, visto que esse valor seria o momento que já não é mais possível aplicar o material. Ao observar a Figura 79 e Figura 80, foi possível perceber uma tendência: Quanto mais rápido a curva de G' começa a crescer, menor será o tempo de trabalhabilidade. Não é possível dizer que o teor de substituição do Portland terá influência direta para PD, pois o G' de 20%(CAC+CaSO₄) inicia o crescimento mais rápido que o de 25%(CAC+CaSO₄), coincidindo também com o tempo de trabalhabilidade ser menor para o primeiro. Para 0%(CAC+CaSO₄) tanto de PA quanto de PD não é possível realizar a correlação pois o produto permanece fresco durante pelo menos 24 horas, e essa perda de trabalhabilidade inserida pode ser devido à perda de água da superfície que fica exposto na placa, ou seja, forma uma película irregular.

A cinética de consolidação seguiu a mesma tendência do que foi observado nos tempos de passagem pelo flow cup na Figura 75. Pois o aumento de G' influencia também a facilidade de passagem e, portanto, coincide com o aumento da resistência ao fluxo no copo. Assim,

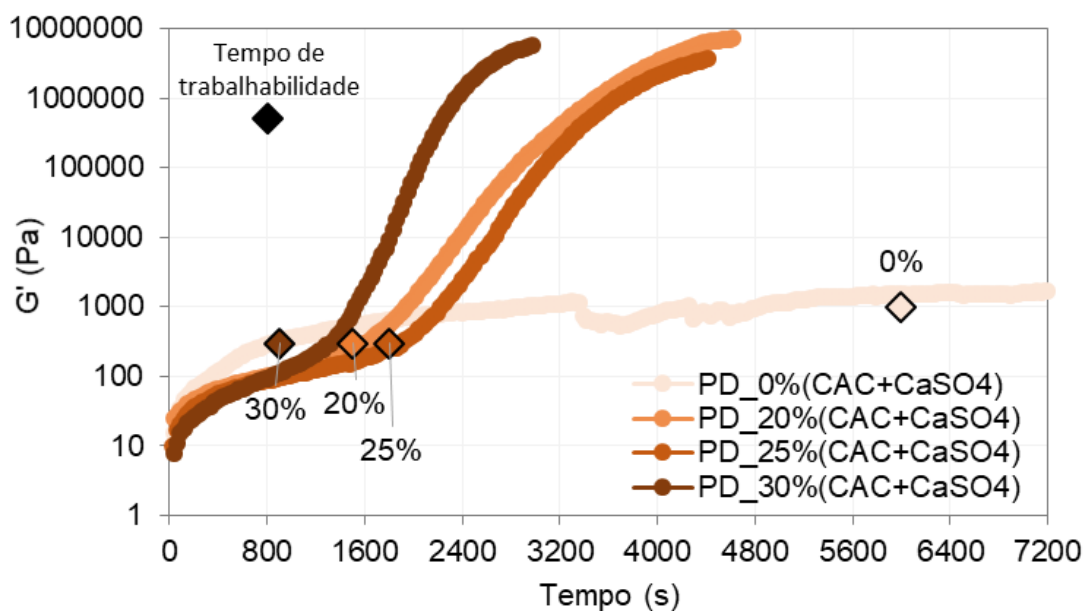
para o cimento PA o tempo de passagem cresce conforme aumenta o teor de CAC+CaSO₄, enquanto que para PD, o 20%(CAC+CaSO₄) apresentou maior valor deste tempo de passagem do que o 25%(CAC+CaSO₄).

Figura 79 - Relação entre o módulo elástico G' e o tempo e os tempos de trabalhabilidade das argamassas contendo PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

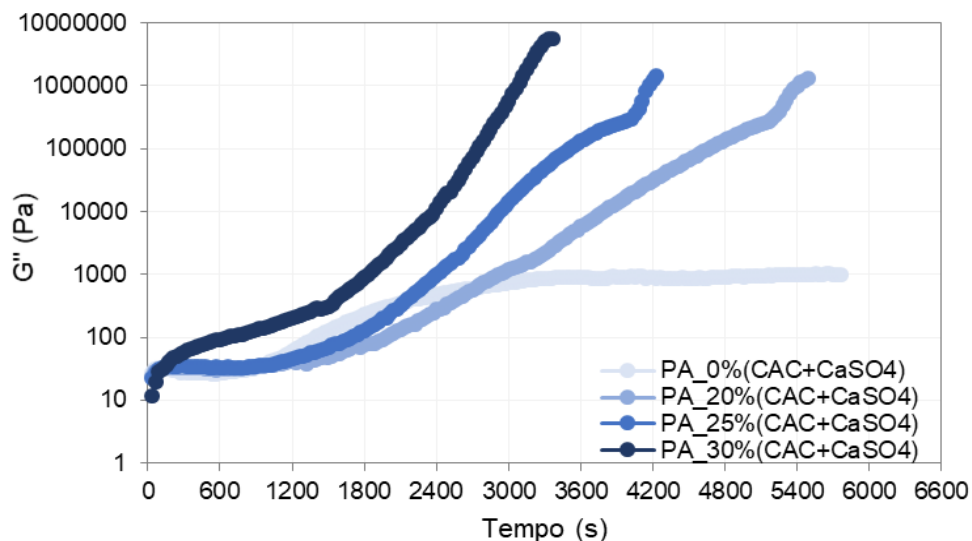
Figura 80 - Relação entre o módulo elástico G' e o tempo das argamassas contendo PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

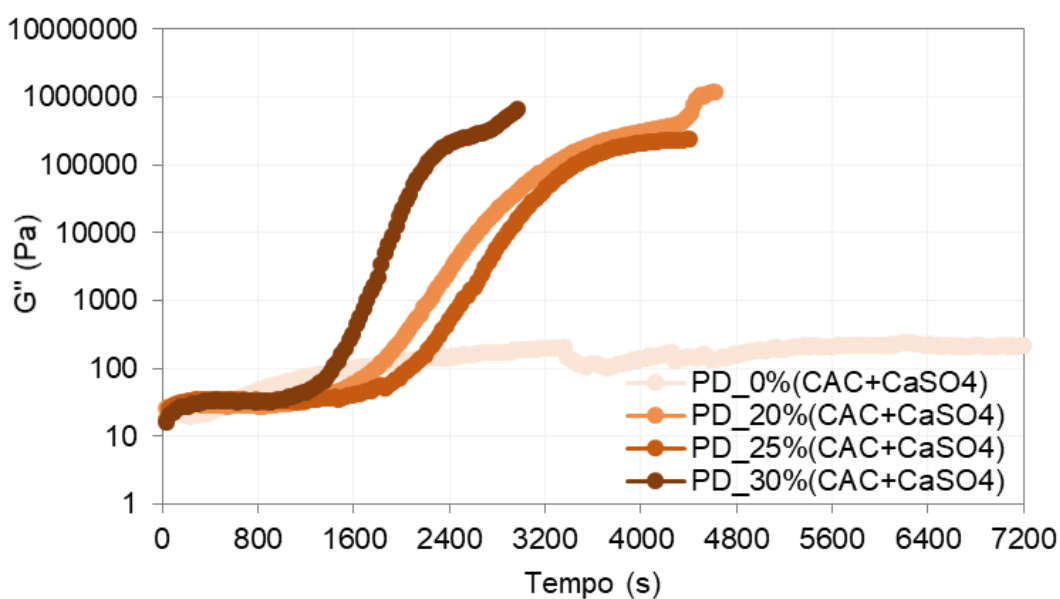
O ensaio também apresentou os resultados da componente viscosa G'' (módulo viscoso ou de perda) que indica a capacidade do fluido de dissipar energia pela forma de calor (COSTA; NACCACHE; VARGES, 2017), exibidos na Figura 81 e Figura 82.

Figura 81 - Relação entre o módulo viscoso G'' e o tempo das argamassas contendo PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 82 - Relação entre o módulo viscoso G'' e o tempo das argamassas contendo PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) e tempos de trabalhabilidade.



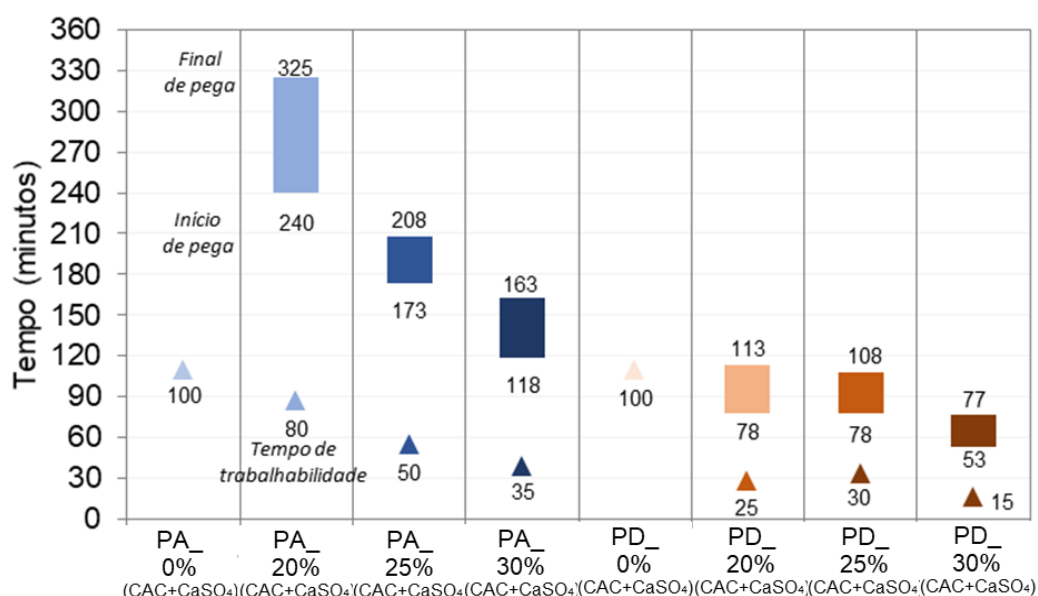
Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.3 Propriedades das argamassas autonivelantes na transição do estado fresco para o endurecido

O tempo de trabalhabilidade e o tempo de pega são conceitos muitas vezes confundidos pelos aplicadores, por isso a importância de observar a diferença entre o momento máximo que o produto pode ser aplicado (trabalhabilidade) e o tempo que o material está suficientemente rígido para resistir à agulha do Vicat. A Figura 83 e a Figura 84 exibem os tempos descritos para as argamassas formuladas em laboratório com PA e PD, e PB e PC, respectivamente.

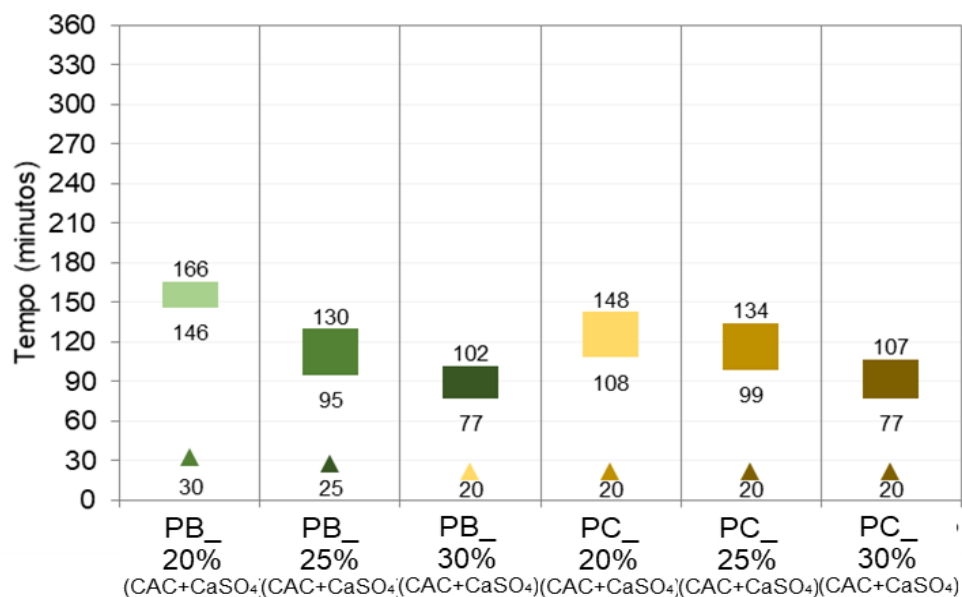
As análises dos tempos de pega não exibem os com 0%(CAC+CaSO₄), já que ambos apresentaram tempo de pega final em torno de 24 horas. Pelos gráficos é nítido como o aumento do teor de substituição diminui gradualmente o tempo de pega, mas o tempo de trabalhabilidade é afetado por esse teor principalmente para o PA, pois para PA_20%(CAC+CaSO₄) este valor é o mais longo.

Figura 83 - Tempo de trabalhabilidade, de pega inicial e final das argamassas autonivelante formuladas em laboratório com cimento PA e PD e teores de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

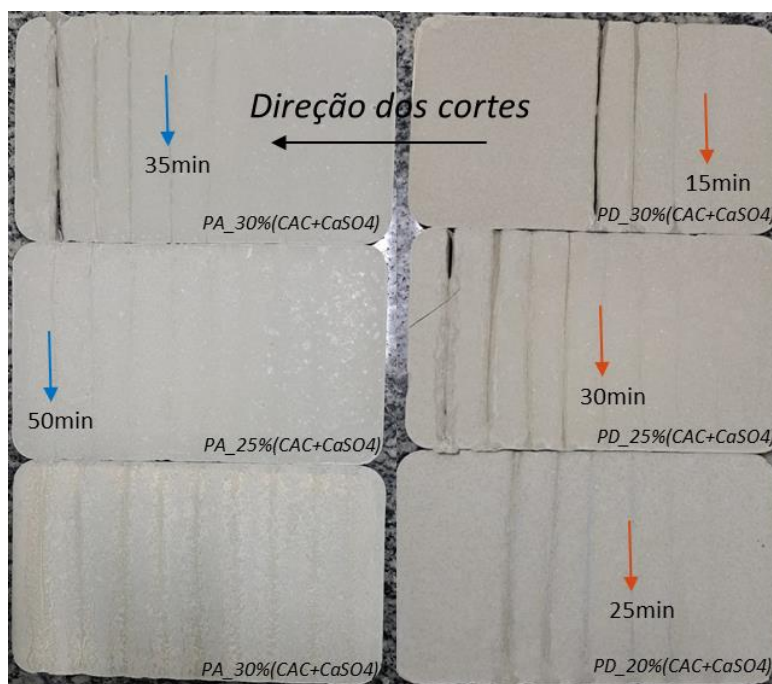
Figura 84 - Tempo de trabalhabilidade, de pega inicial e final das argamassas autonivelante formuladas em laboratório com cimento PB e PC e teores de substituição 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

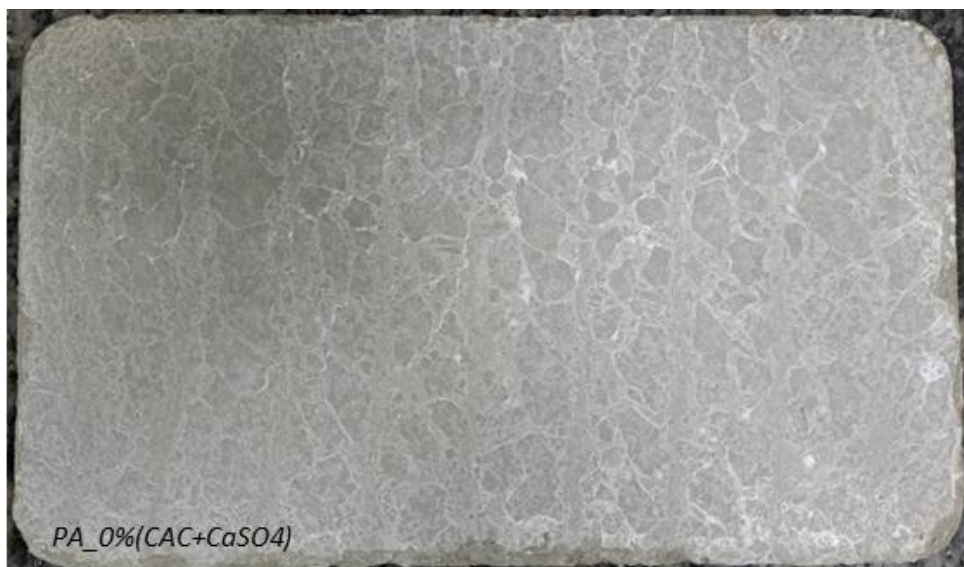
A Figura 85 e Figura 86 exibem as placas das argamassas autonivelantes com os cimentos PA e PD após 24 horas do testes de tempo de trabalhabilidade.

Figura 85 – Placas das argamassas autonivelantes com cimentos PA e PD com CAC+CaSO₄ em 20%, 25% e 30% após 24 horas do teste de tempo de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

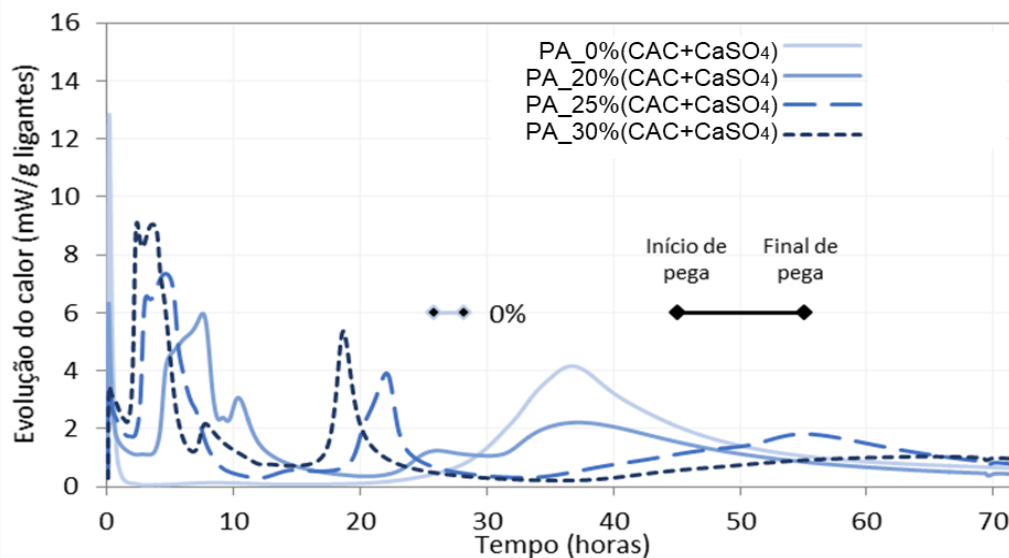
Figura 86 - Placa da argamassa autonivelante com cimento PA e com CAC+CaSO₄ em 0% após 24 horas do teste de tempo de trabalhabilidade.



Fonte: Elaborado pela autora.

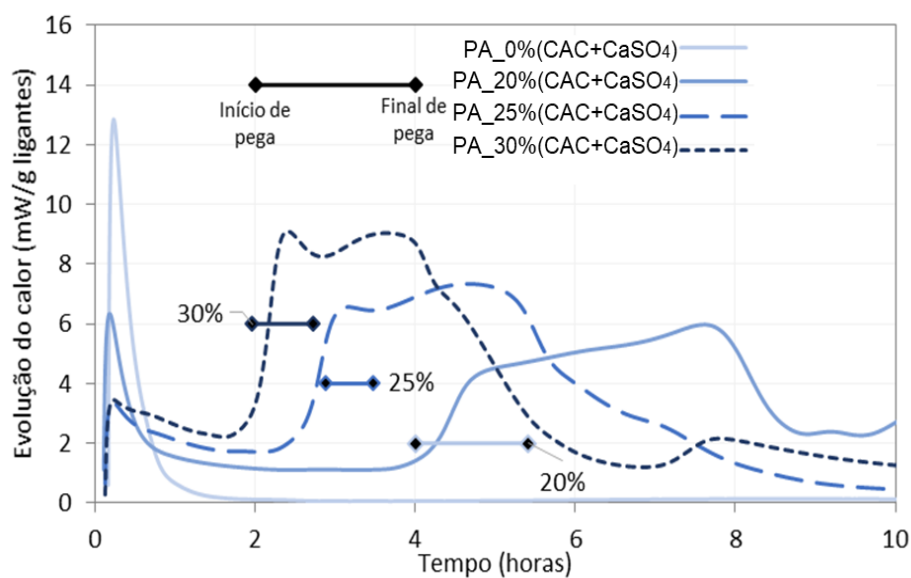
O tempo de pega se relaciona com a cinética de reação através das curvas de evolução de calor, conforme exibido na Figura 87 e Figura 88 para o cimento PA e Figura 90 e Figura 91 para o cimento PD. Conforme esperado, o aumento do teor de CAC+CaSO₄ e consequente diminuição do teor do Portland acelerou o início do período de aceleração e diminuiu o período de indução. Na Figura 88, que exhibe os valores para PA, é possível observar com detalhes o pico de dissolução do sulfato de cálcio na primeira hora de hidratação (FENTIMAN; MANGABHAI; SCRIVENER, 2014b), sendo este o hemidrato oriundo do cimento Portland, já que a anidrita vai se dissolver lentamente nas primeiras horas (NEHRING et al., 2018). Em seguida é observado o período de aceleração que é composto por 2 pontos máximos, o primeiro devido à formação da etringita, que coincide com os tempos de pega inicial e final, e o segundo, após 2 ou 4 horas, provavelmente devido à formação de monossulfato. O calor acumulado das argamassas analisadas permaneceu no mesmo grau de evolução, conforme observado na Figura 89, não atingindo estabilidade até 72 horas, demonstrando continuidade das reações além deste período analisado.

Figura 87 – Evolução do fluxo de calor das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas. Tempo de pega do PA_0%(CAC+CaSO₄) é apresentado.



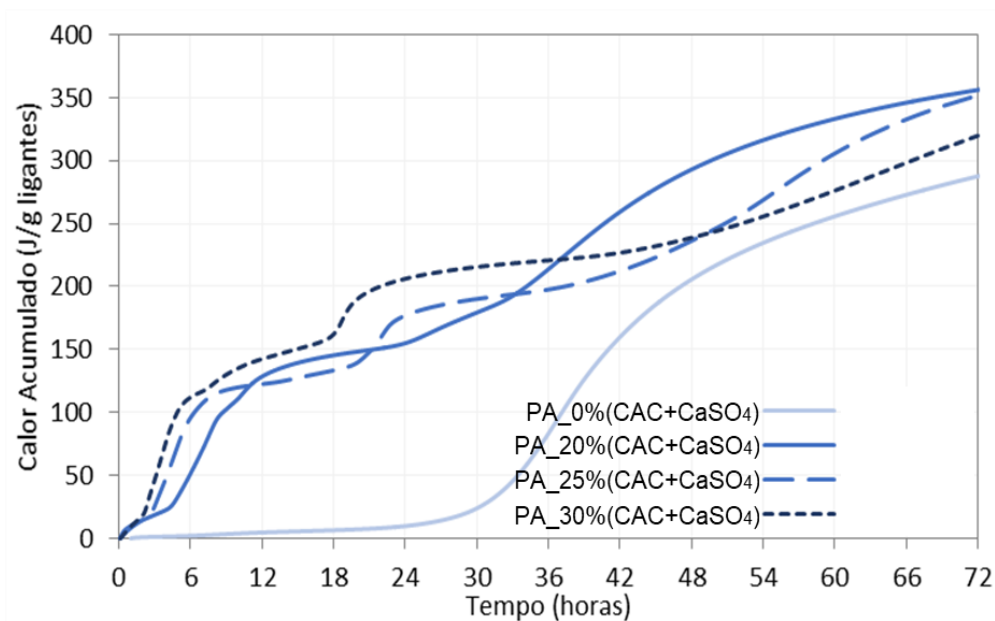
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 88 – Evolução do fluxo de calor das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 10 horas com tempos de pega de 20%, 25% e 30%.



Fonte: Elaborado pela autora.

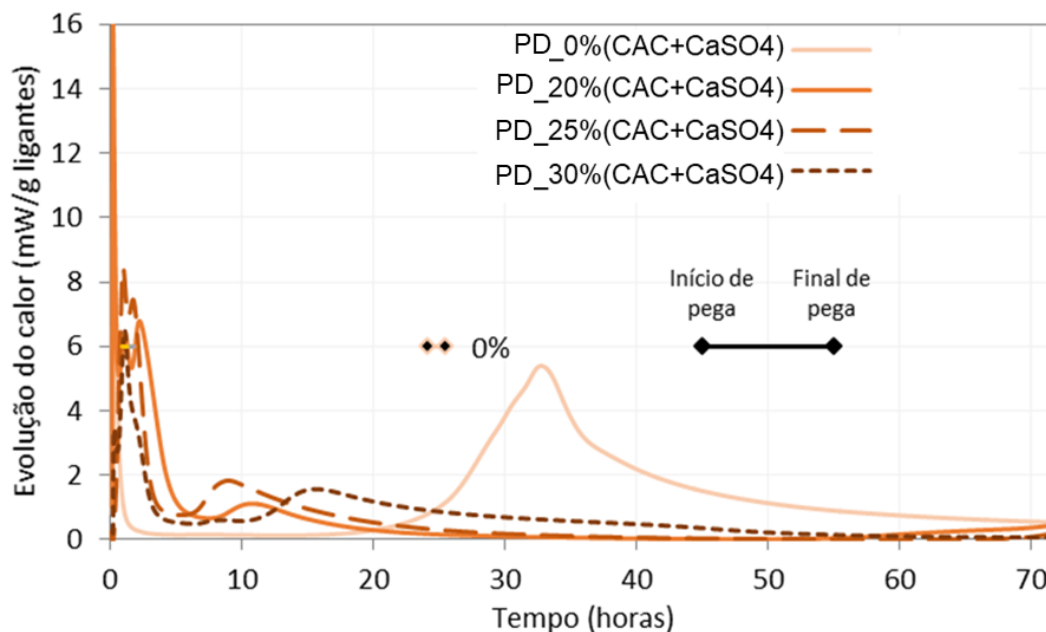
Figura 89 – Evolução do calor acumulado das argamassas com PA e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas.



Fonte: Elaborado pela autora.

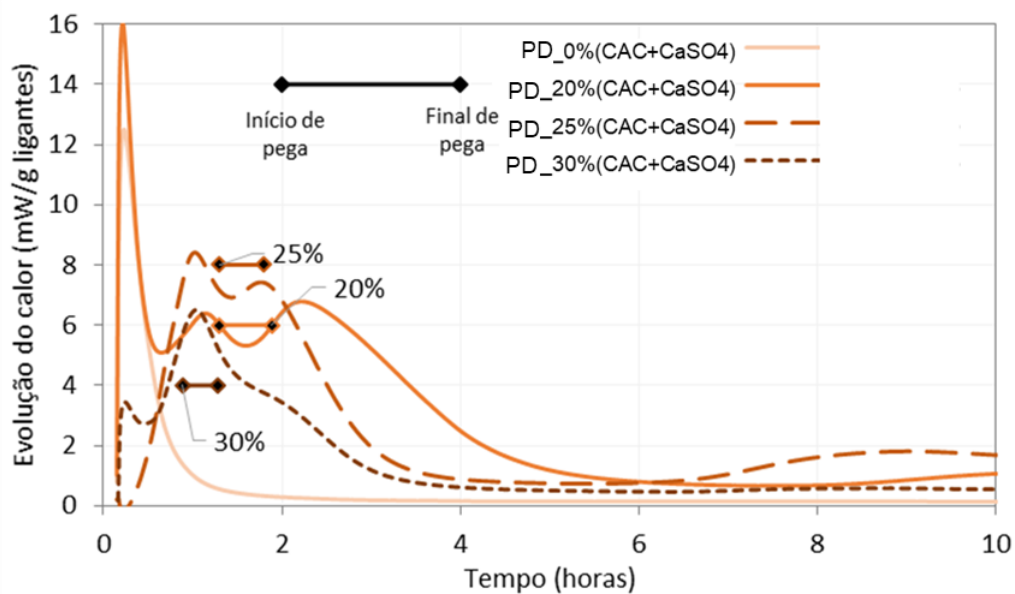
Em relação às argamassas com o cimento PD, com a evolução do calor até 72 horas observado na Figura 90 e até 10 horas na Figura 91, o perfil da evolução do calor de hidratação não apresenta uma tendência tão clara com o aumento do teor de substituição do Portland como observado para PA, onde os picos principais, da formação da etringita e do monossulfato de cálcio, ficaram na mesma faixa de tempo e ocorreu uma diminuição desses picos conforme o aumento de (CAC+CaSO₄), diferente do PA que houve um aumento nesta intensidade. O calor acumulado até 72 horas é observado na Figura 92.

Figura 90 - Evolução do fluxo de calor das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas. Tempo de pega do PD_0%(CAC+CaSO₄) é apresentado.



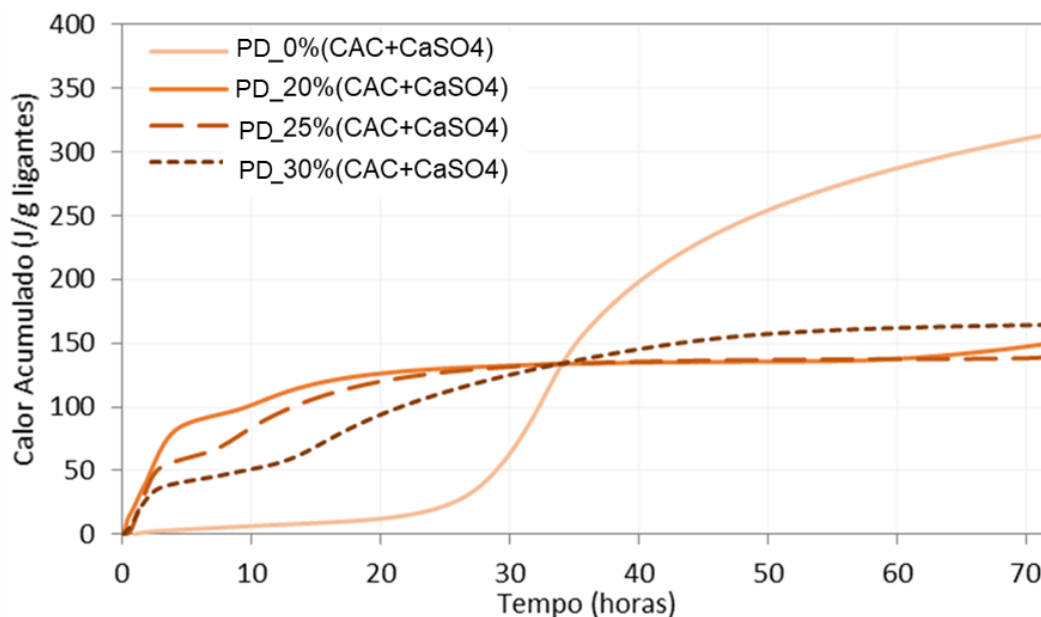
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 91 - Evolução do fluxo de calor das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 10 horas com tempos de pega de 20%, 25% e 30%.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 92 - Evolução do calor acumulado das argamassas com PD e teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) até 72 horas.

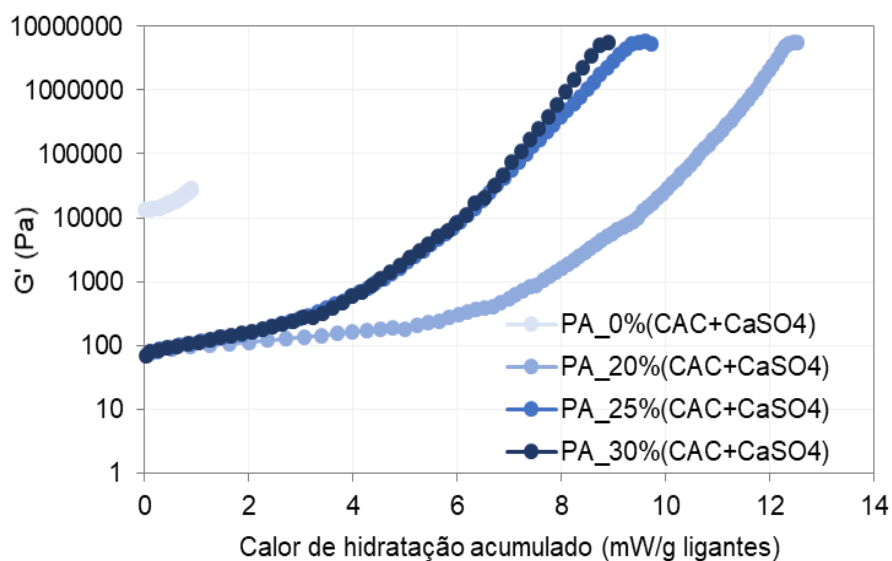


Fonte: Elaborado pela autora.

A formação de hidratos a partir das reações de hidratação e consequente liberação de calor é a responsável pela estruturação da matriz da argamassa e consequentemente influencia no crescimento de G' . Na Figura 93 e Figura 94 é apresentada a correlação entre o calor de hidratação acumulado e G' para os cimentos PA e PD, respectivamente. Nos teores de substituição 0% não foi considerado o pico de molhagem, por isso G' já se inicia elevado devido à possível perda de água ou efeito dos aditivos com a movimentação durante o teste, não atingindo elevado valor de calor de hidratação, já que o tempo máximo de medida de G' foi 2 horas e o material se encontrava ainda no estado fresco. Nas composições com CAC+CaSO₄, o início da estruturação ocorre principalmente pela precipitação da etringita. Referências como (LAM, 2021; NEHRING et al., 2018; ONISHI; BIER, 2010) demonstraram que a precipitação da etringita neste tipo de sistema ocorre nos primeiros 30 minutos de reação e antes do início de pega, sendo o aumento gradual do seu teor que irá aumentar a coesão da pasta. Os 20%(CAC+CaSO₄) para PA e PD possuem picos de dissolução do sulfato de cálcio mais intensos e picos de precipitação da etringita mais lentos, já que possuem mais Portland e por isso mais hemidrato e dihidrato, o que afeta o maior valor de calor de hidratação para atingir um mesmo valor de G' , ou seja, a mesma consolidação do sistema. Enquanto que

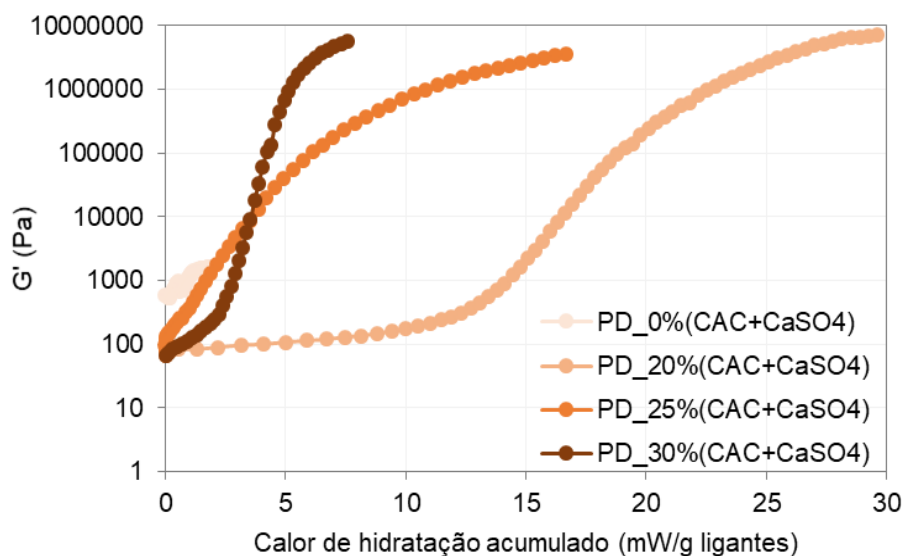
25%(CAC+CaSO₄) e 30%(CAC+CaSO₄) são muito semelhantes para o cimento Portland PA mas para PD ocorre uma inversão quando G' atinge o patamar de 10000 Pa, pois para 25%(CAC+CaSO₄) o calor passou a ser maior, ou seja, o nível de precipitação da etringita passa a ser mais intenso para garantir mesma consolidação do sistema.

Figura 93 – Curvas do calor acumulado versus a componente elástica G' das argamassas contendo PA com teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30% (CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

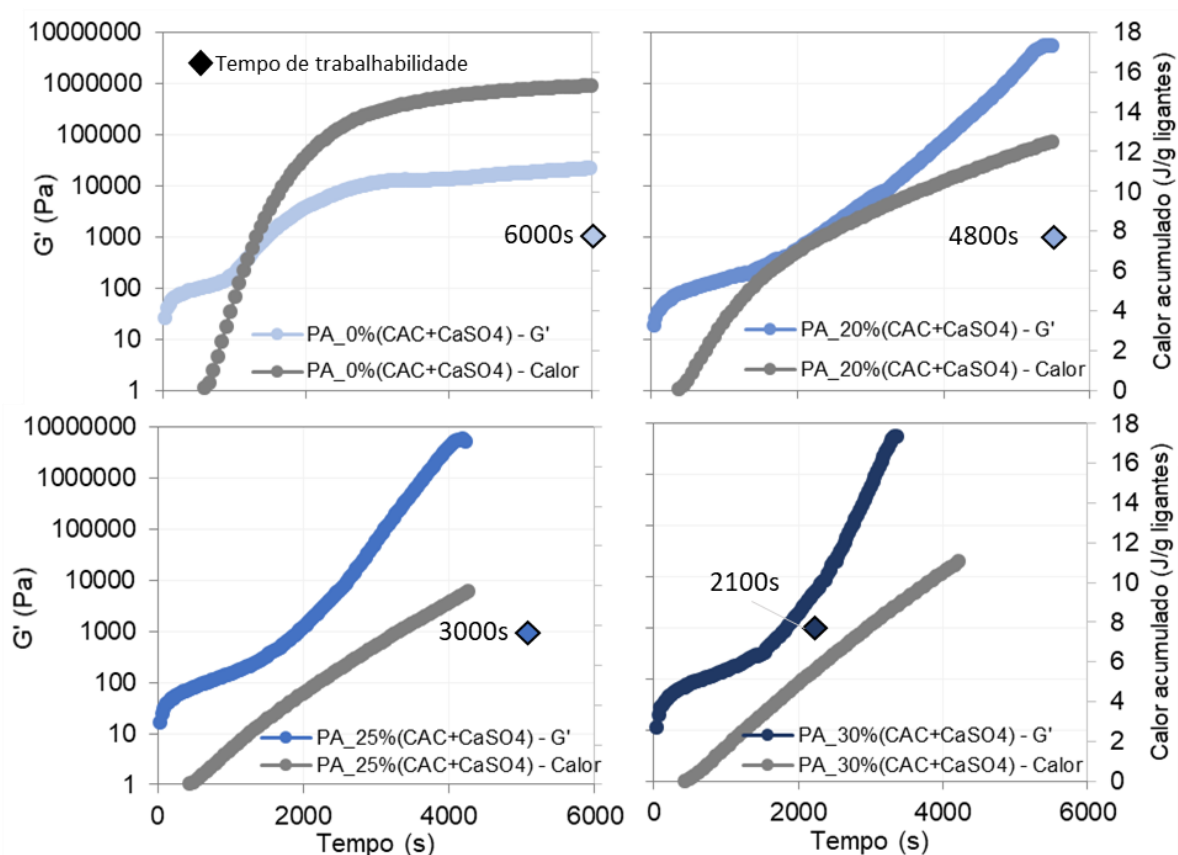
Figura 94 – Curvas do calor acumulado versus a componente elástica G' das argamassas contendo PD com teor de substituição 0%, 20%, 25% e 30% (CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

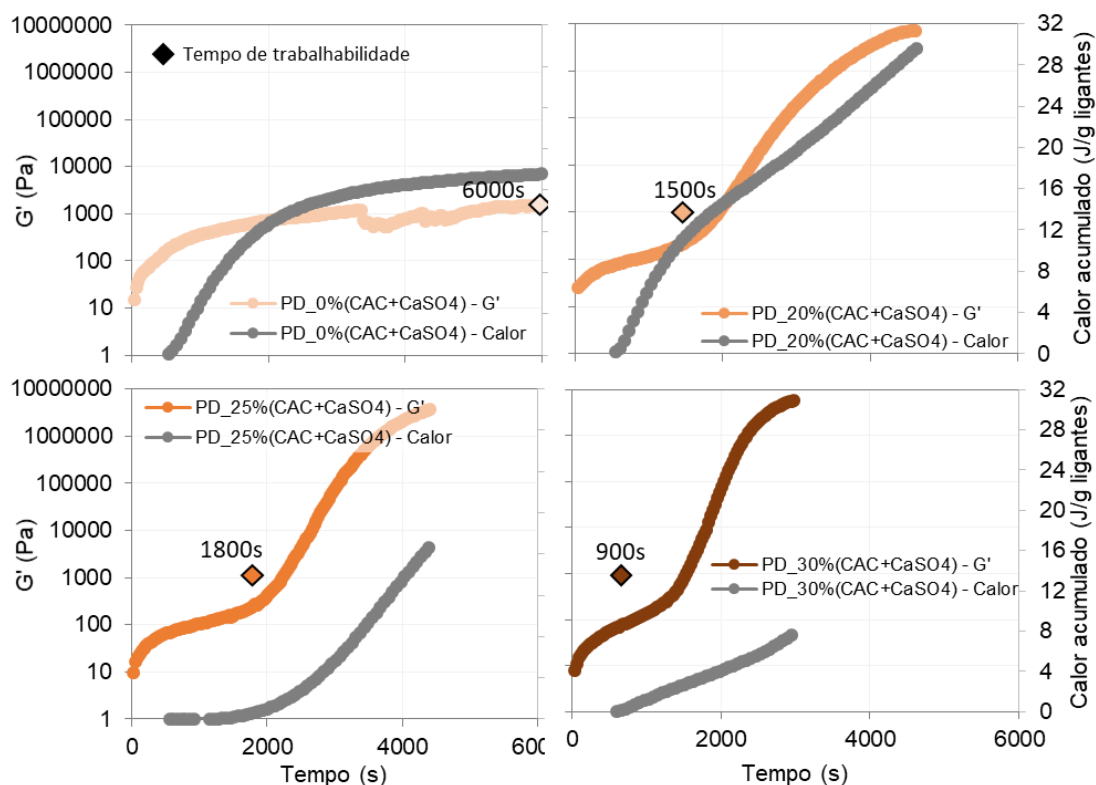
Na Figura 95 e na Figura 96 são observadas as curvas de G' e calor acumulado de hidratação em função do tempo para as formulações com cimento PA e PD, respectivamente. Também foi inserido o tempo de trabalhabilidade. Para as formulações com cimento PA de forma geral, o calor máximo atingiu a faixa de 9 a 12 J/g no momento que G' atinge o patamar de 10000000 Pa. Porém, para o cimento PD houve uma diminuição do calor acumulado com o aumento de CAC+CaSO₄, de 30 J/g na curva da PD_20%, para 17 J/g na e PD_25% e 8 J/g na de PD_30%.

Figura 95 - Curvas da componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais contendo PA e teor de substituição do Portland de 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

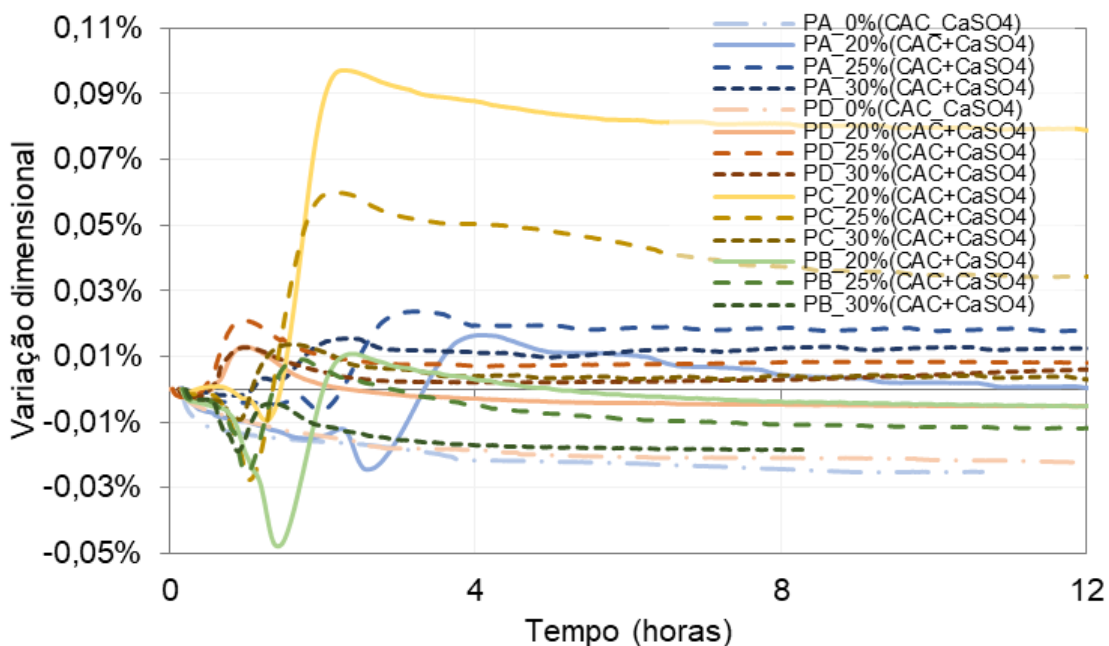
Figura 96 - Curvas da componente elástica G' e calor acumulado em relação ao tempo das argamassas comerciais contendo PD e teor de substituição do Portland de 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

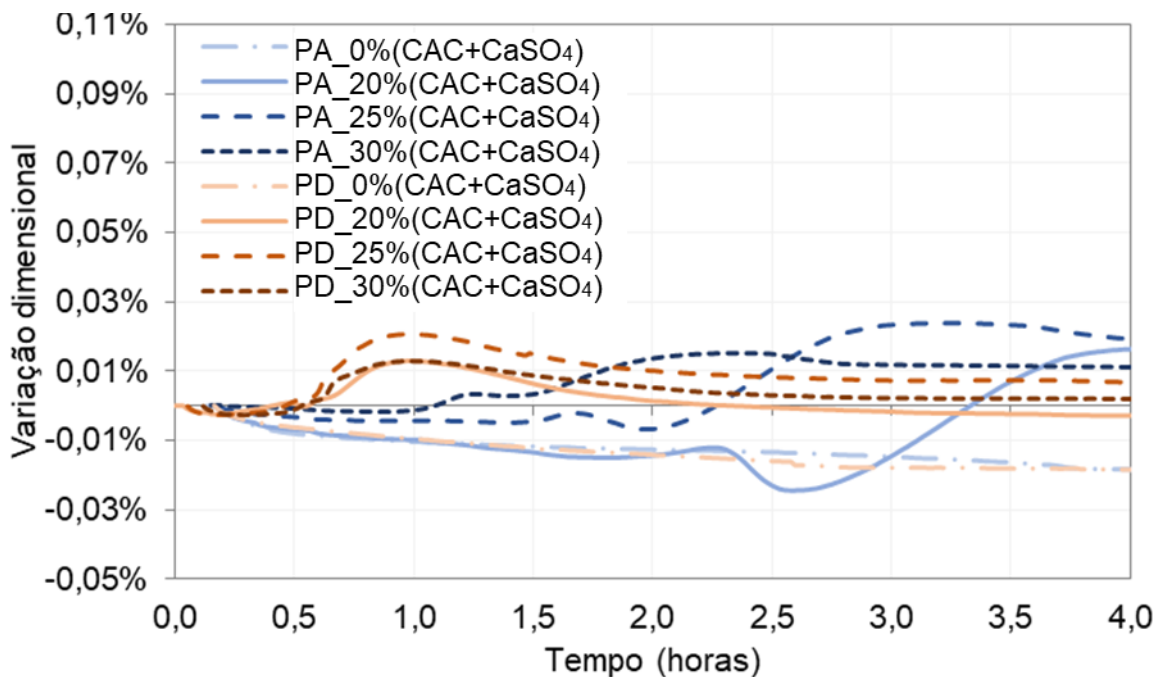
No momento da transição do estado fresco para o estado endurecido ocorre a compensação da retração no sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄. A Figura 97 exibe todas as curvas de variação dimensional até 12 horas. O objetivo deste gráfico é demonstrar que a partir de 4 horas (idade que é medida a resistência a compressão inicial) não é observado nenhuma expansão e os sistemas retraem de forma amena, possibilitando a análise mais detalhada, conforme observado na Figura 98 e na Figura 99.

Figura 97 - Variação dimensional de até 12 horas das argamassas com PA, PB, PC e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄). Apenas para observação da estabilidade após 4 horas de hidratação. Detalhamento será realizado nas figuras seguintes.



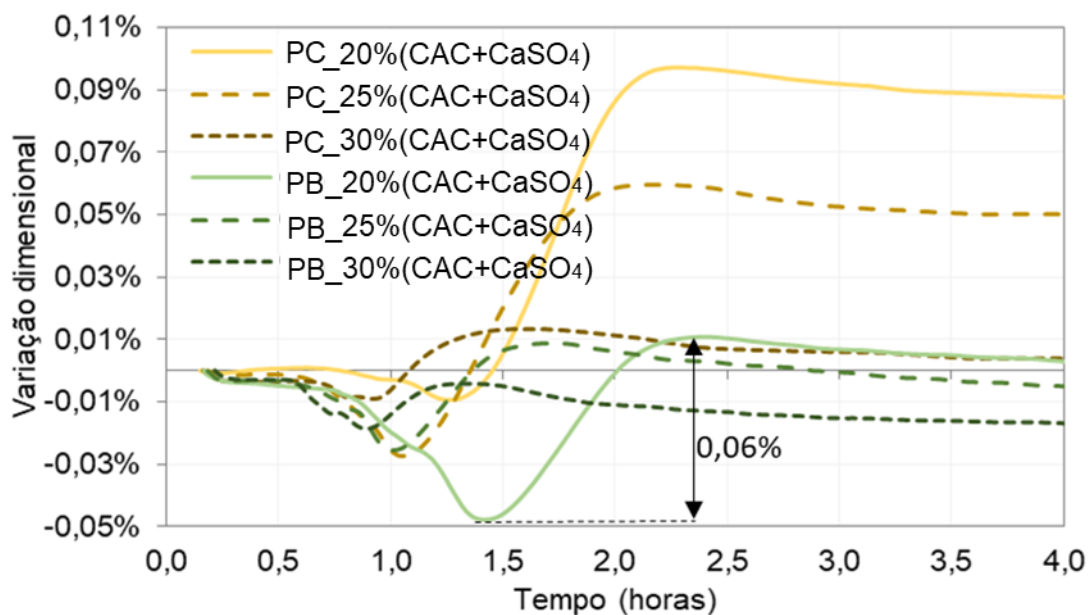
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 98 – Variação dimensional de até 4 horas das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 99 - Variação dimensional de até 12 horas das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).

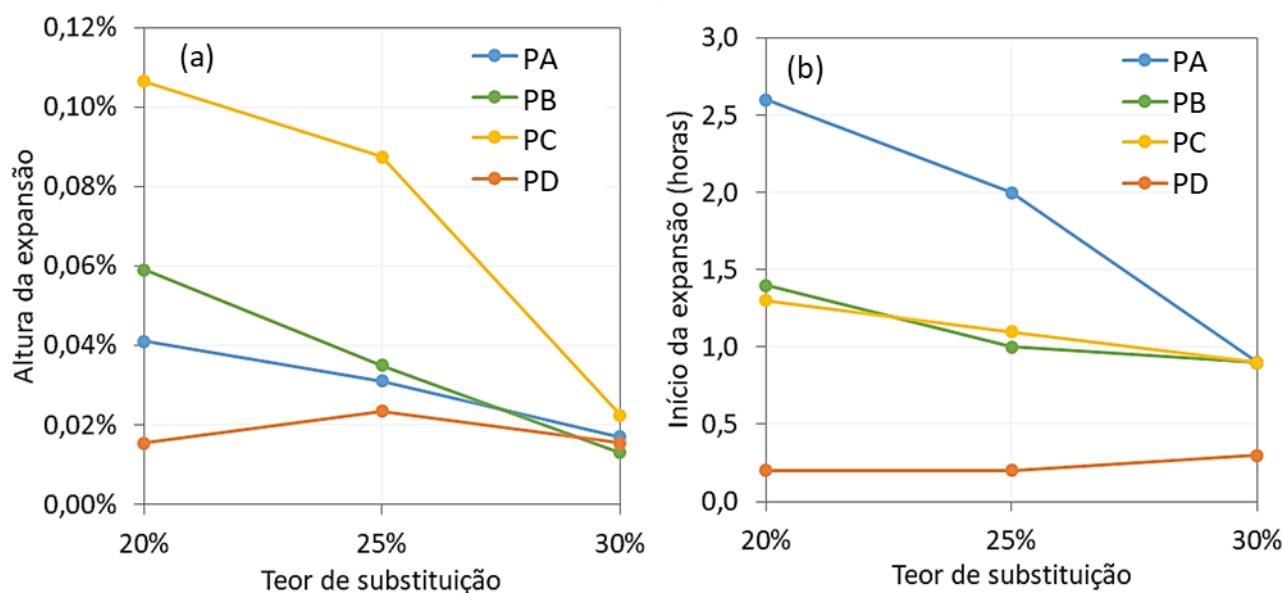


Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da observação dos gráficos acima e da análise do momento que se inicia a expansão e também da sua intensidade, é possível correlacionar esses valores com o teor de substituição conforme exibido na Figura 100. Os pontos observados são:

- Quanto maior o teor de substituição do Portland, mais rápida se inicia a expansão que garantirá a compensação da retração, exceto para o cimento PD, pois para os três teores a expansão inicia praticamente ao mesmo tempo;
- A diferença entre o vale (maior nível de retração) e a crista (maior nível de expansão), exemplo na Figura 99 para a formulação PB_20%(CAC+CaSO₄), é também proporcional ao teor de substituição, quanto maior o teor menor será essa distância, exceto para PD.

Figura 100 – Relação entre o teor de substituição do Portland ($CAC+CaSO_4$) e (a) a altura da expansão da curva da compensação da retração e (b) o início a expansão da compensação da retração para armassa contendo PA, PB, PC e PD.

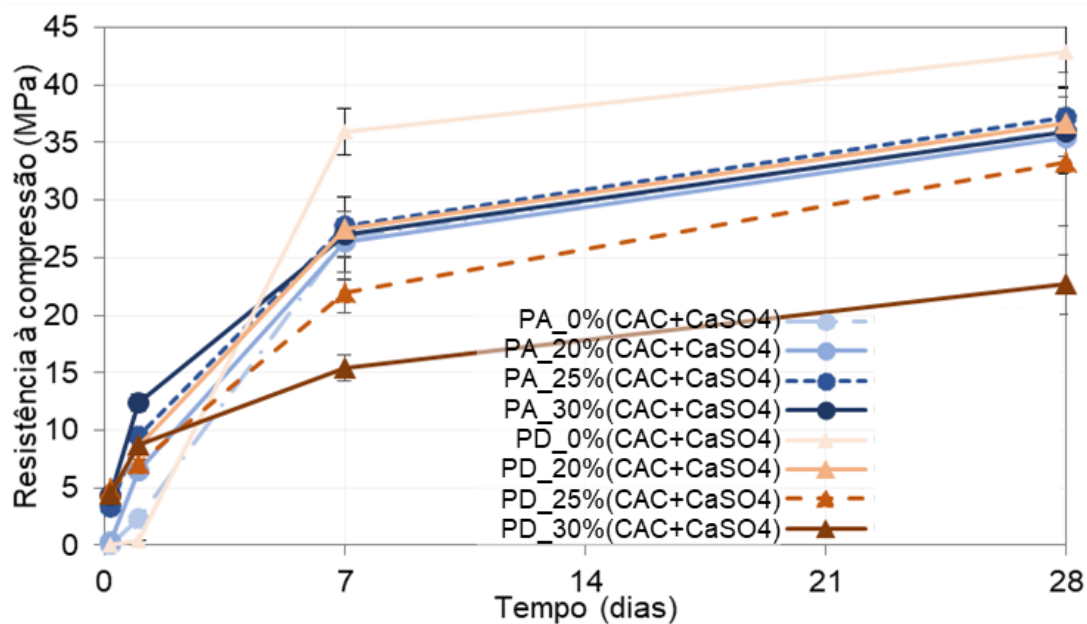


Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.4 Propriedades das argamassas autonivelantes no estado endurecido

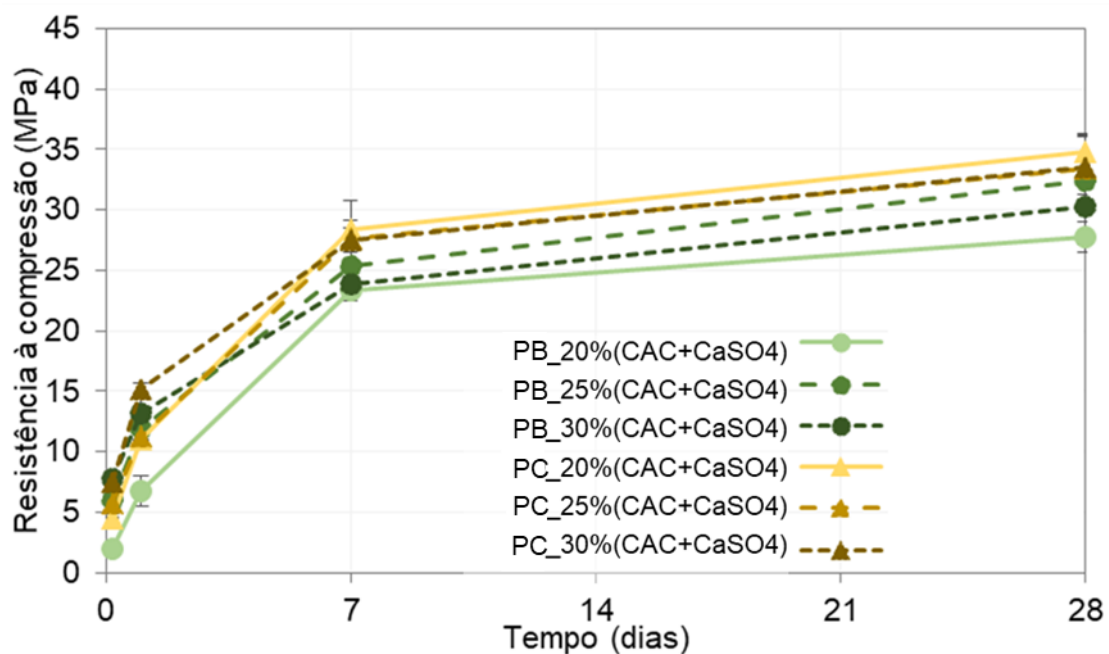
As propriedades analisadas no estado endurecido das argamassas autonivelante formuladas em laboratório são: o desenvolvimento da resistência mecânica através da resistência à compressão e à tração na flexão até 28 dias e a variação dimensional até 28 dias. A Figura 101 e a Figura 102 exibem as resistências à compressão. As curvas demonstraram que de forma geral todas as argamassas permaneceram no mesmo patamar com o aumento do teor de substituição, exceto para PB, que o aumento deste teor aumentou a resistência, e também para PD que de 0% para 30% ocorreu uma queda significativa da resistência à compressão, passando de 43 MPa para 20 MPa.

Figura 101 – Resistência à compressão 4 horas, 24 horas, 7 dias e 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

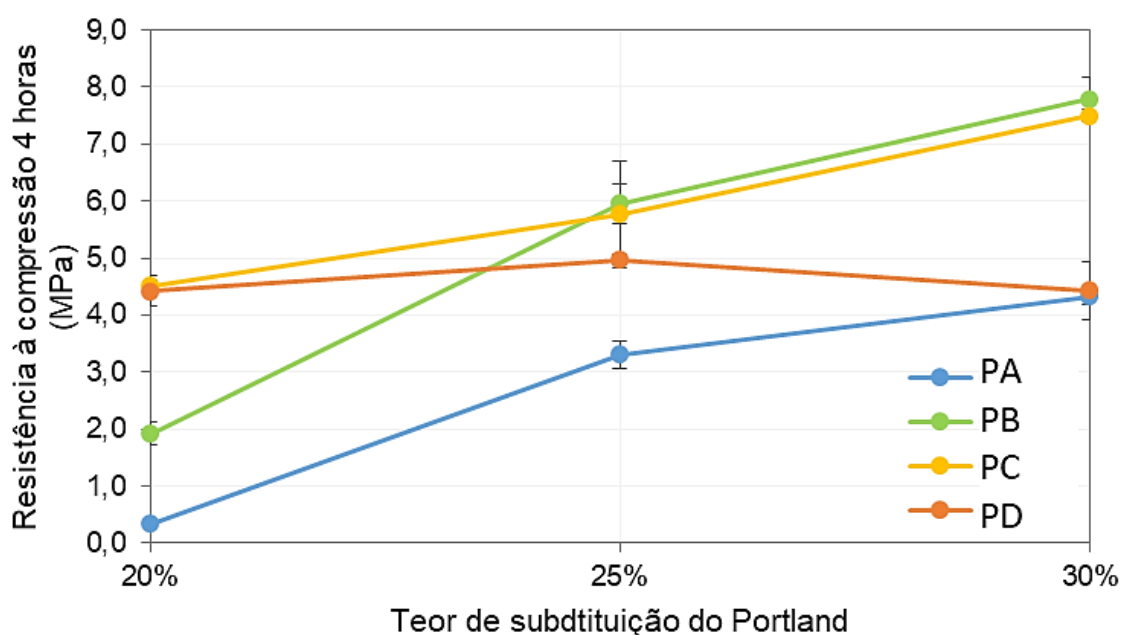
Figura 102 - Resistência à compressão 4 horas, 24 horas, 7 dias e 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

Além da resistência à compressão a longo prazo, o valor nas primeiras idades é um dos fatores relevantes nesta aplicação pois é um direcionamento de quando a área pode ser liberada para tráfego leve ou pesado. A Figura 103 demonstra a resistência à compressão 4 horas aumenta conforme o aumento de CAC+CaSO₄, exceto para o cimento PD que apresenta estabilidade.

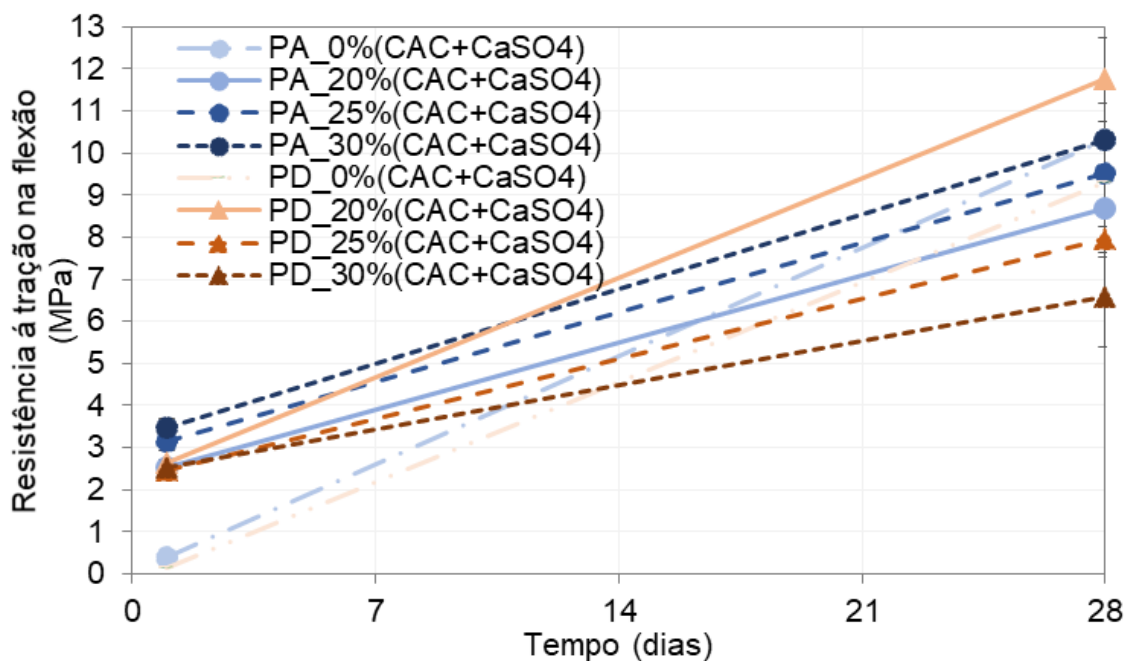
Figura 103 – Resistência à compressão 4 horas por teor de substituição do Portland para as argamassas contendo cimento PA, PB, PC e PD.



Fonte: Elaborado pela autora.

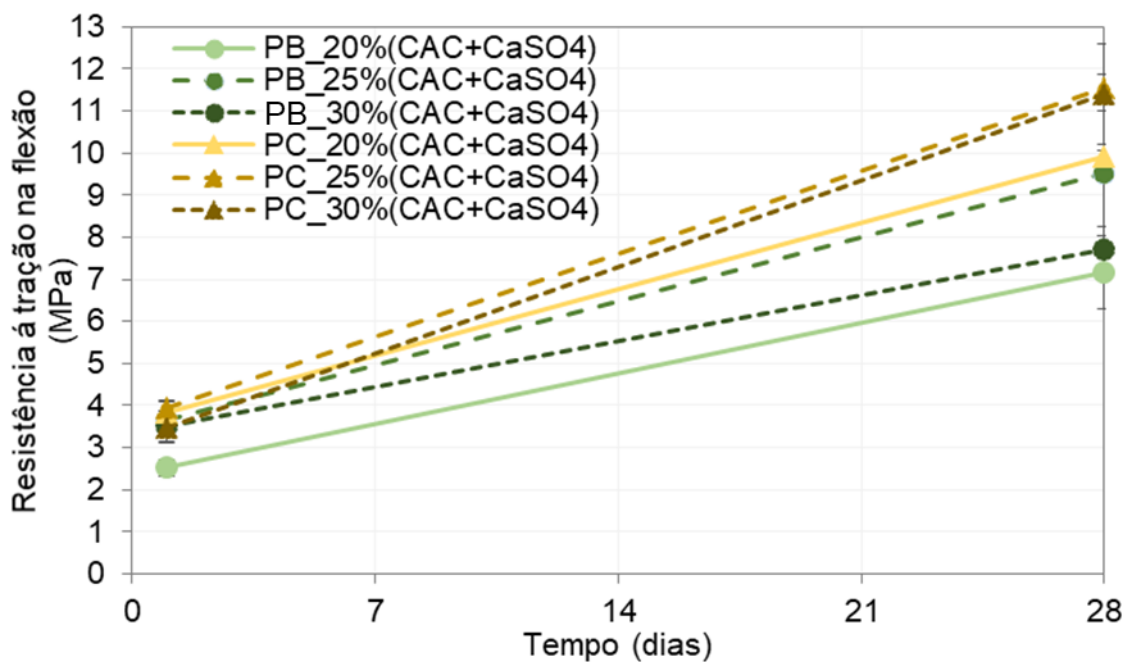
Além da resistência à compressão, a avaliação da resistência à tração na flexão é relevante pois as argamassas autonivelantes podem sofrer tensões longitudinais quando aplicadas em lugares confinados ou devido à aderência com a base. A Figura 104 e a Figura 105 exibem os valores desta propriedade. A mesma tendência de aumento da resistência a longo prazo com o aumento do teor de substituição é observada, exceto para PD que tem tendência contrária, como ocorre na compressão. Em relação ao cimento PC, a resistência à tração na flexão 28 dias para 20%(CAC+CaSO₄) é menor do que para os outros teores, mostrando uma inversão do que é observado na resistência à compressão.

Figura 104 - Resistência à tração na flexão 24 horas e 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

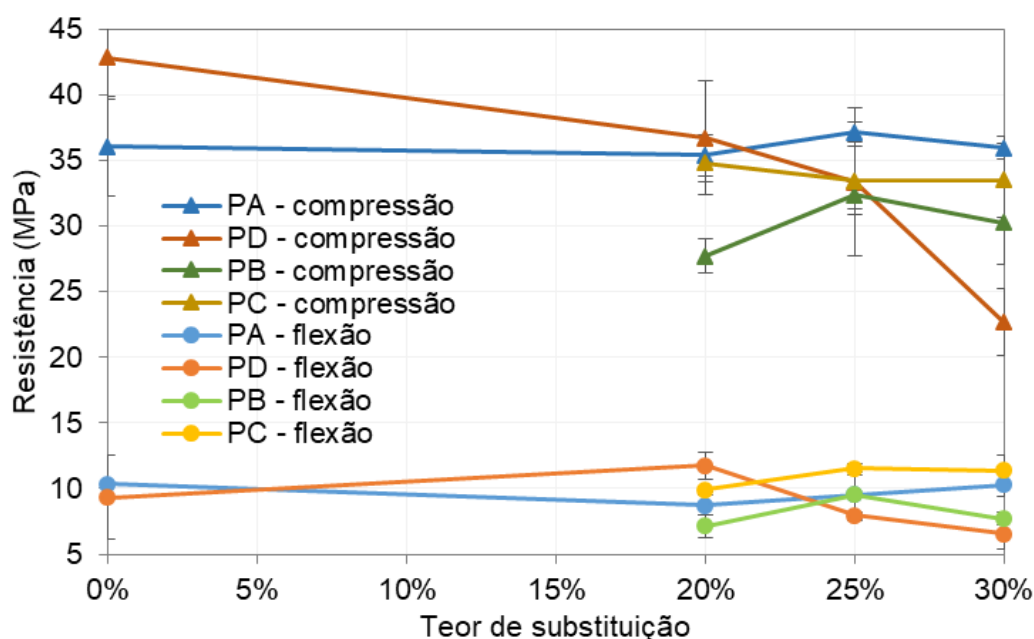
Figura 105 - Resistência à tração na flexão 24 horas e 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

É possível analisar o quanto que a resistência à compressão e à tração na flexão 28 dias variam conforme o teor de substituição do Portland para cada fabricante, conforme observado na Figura 106. Os resultados considerando o cimento PC apresentaram os maiores valores de resistência à tração na flexão para 25% e 30%, não sendo a mesma tendência da resistência à compressão que ficou do cimento PA. Tal efeito pode ser sido causado por efeito de moldagem.

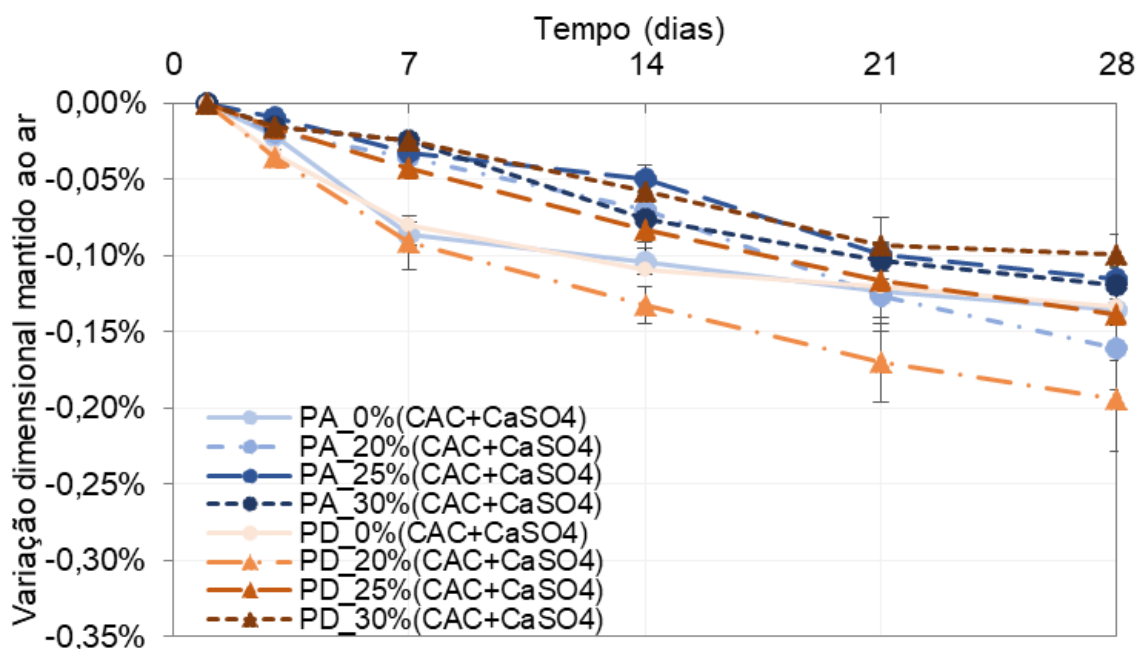
Figura 106 – Resistência à compressão e à tração na flexão 28 dias para as argamassas contendo os cimentos PA, PB, PC e PD e teores de substituição CAC+CaSO₄ de 0%, 20%, 25% e 30%.



Fonte: Elaborado pela autora.

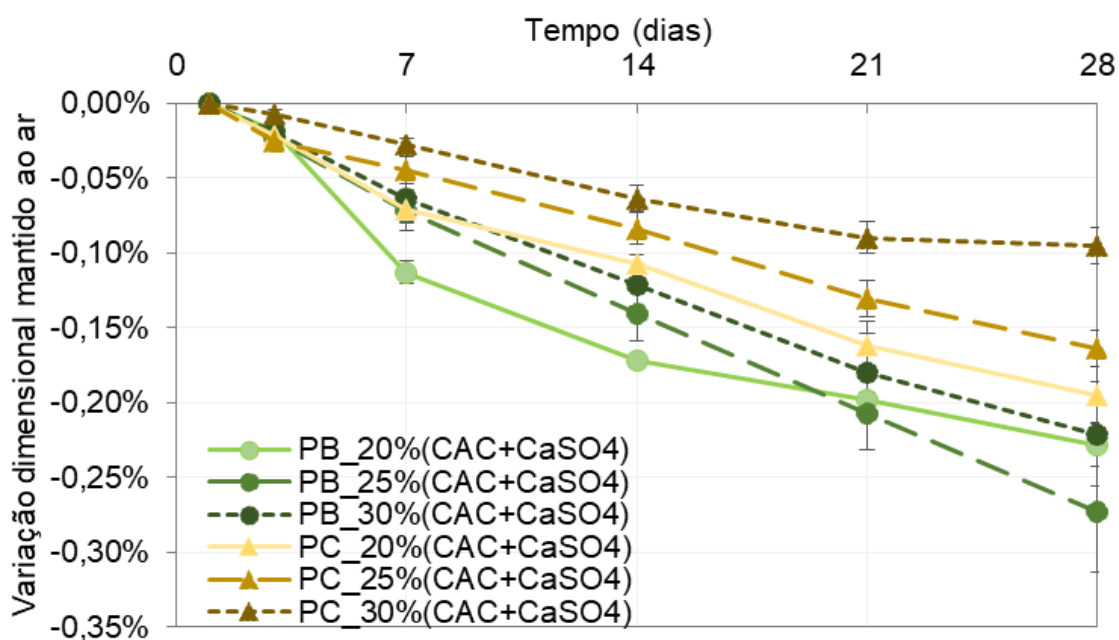
O método mais utilizado na obtenção da variação dimensional é utilizando as barras 25x25x285 mm, que só pode ser medida após endurecimento do material. A Figura 107 e a Figura 108 exibem a variação dimensional até 28 dias das argamassas quando mantidas ao ar, onde observa-se a tendência de diminuição da retração até 28 dias com o aumento do teor de substituição, e a Figura 109 e a Figura 110 quando submersas em água após 24 horas de hidratação, mostrando que a expansão encontra-se no nível máximo de 0,1%, demonstrando que o sulfato de cálcio não foi totalmente consumido. Porém, PD_25% e PD_30% não atingiram 0,02% de expansão quando submersos.

Figura 107 – Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar.



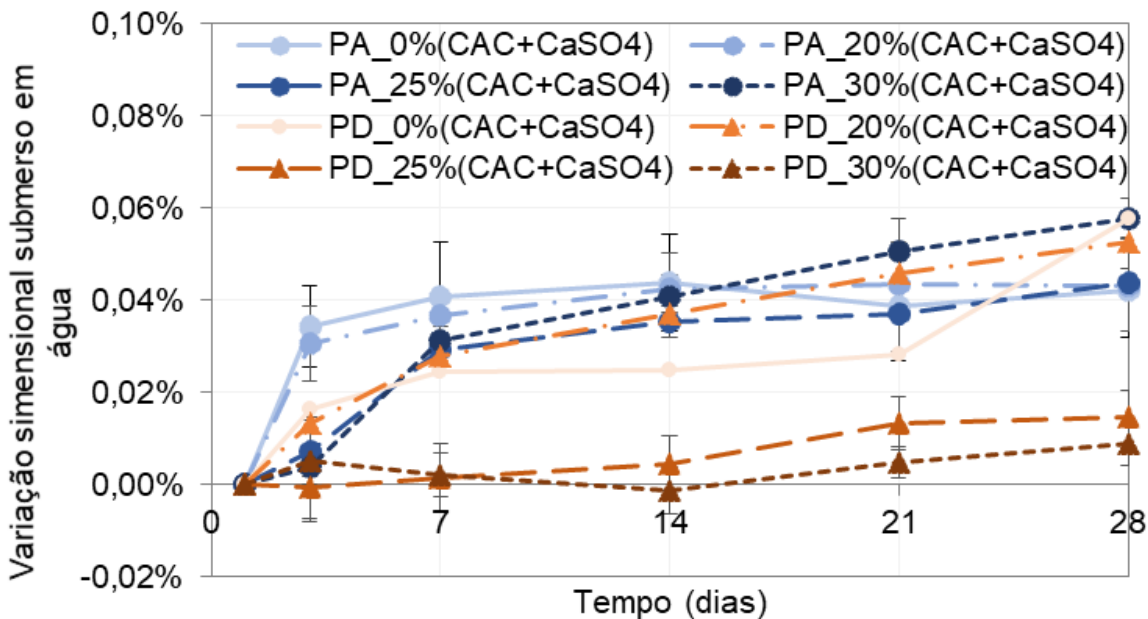
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 108 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar.



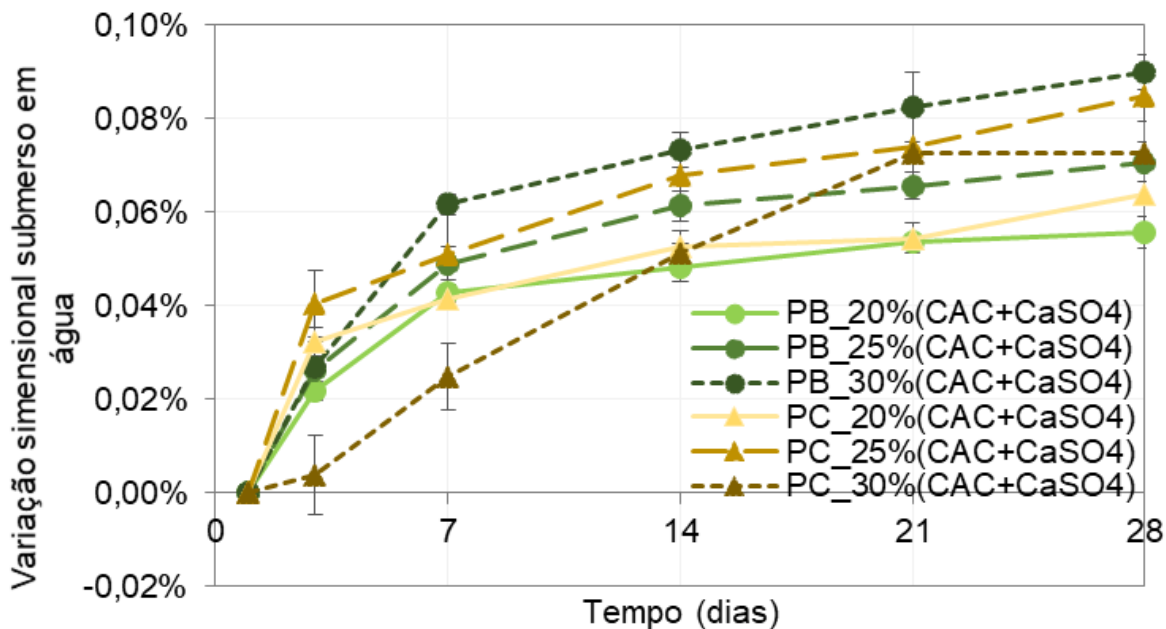
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 109 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são submersos em água.



Fonte: Elaborado pela autora.

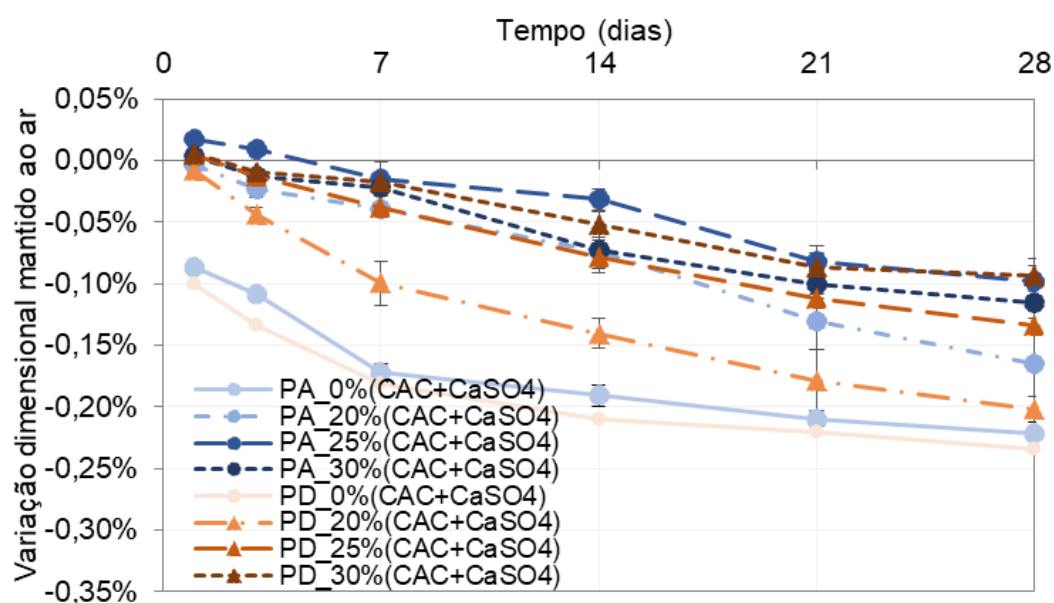
Figura 110 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são submersos em água.



Fonte: Elaborado pela autora.

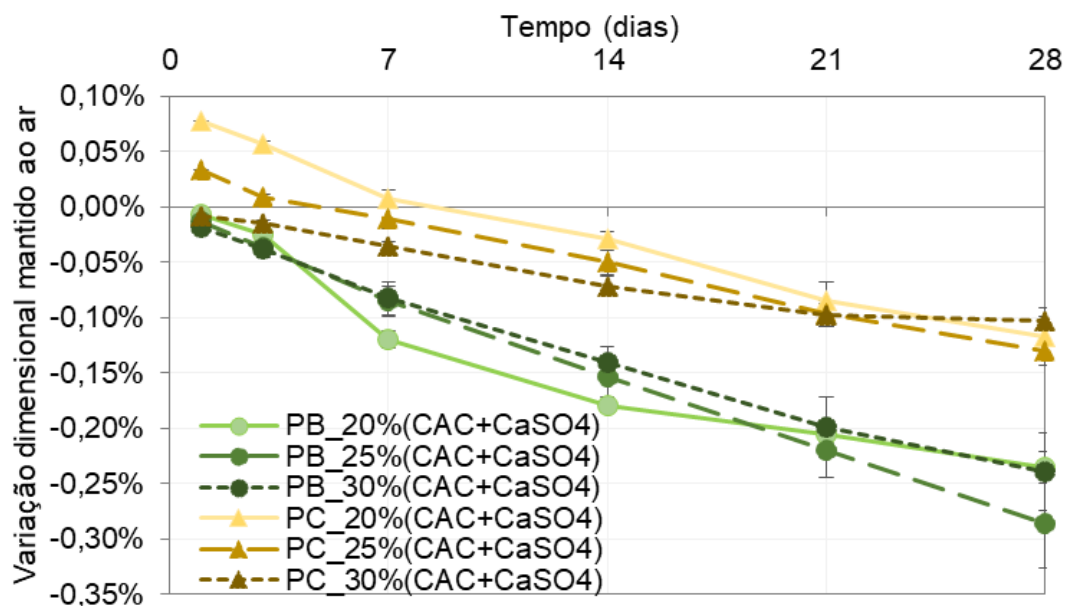
A obtenção da variação dimensional apenas no estado fresco é limitante pois a compensação da retração ocorre do estado fresco para o endurecido, por isso a importância de considerar o ponto inicial como o quanto a variação dimensional variou no período de 24 horas. Com o valor obtido pelo equipamento Walter&Bai no momento que a argamassa estabiliza, a influência de CAC+CaSO₄ é ainda mais significativa, mesmo considerando que os corpos de prova dos dois testes não serão iguais. Por exemplo o PA_0%(CAC+CaSO₄) que apresentou valor de retração em 28 dias de -0,23% enquanto que PA_25%(CAC+CaSO₄) - 0,09%. A Figura 111 e a Figura 112 exibem as curvas para PA, PD, PB e PC.

Figura 111 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PA e PD e teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar considerando valor inicial 24 horas como o obtido pelo equipamento Walter&Bai no momento que a variação dimensional estabiliza.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 112 - Variação dimensional de 24 horas até 28 dias das argamassas com PB e PC e teor de substituição do Portland em 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄) quando corpos de prova são mantidos ao ar considerando valor inicial 24 horas como o obtido pelo equipamento Walter&Bai no momento que a variação dimensional estabiliza.



Fonte: Elaborado pela autora.

Como forma de complementar a análise, a composição mineralógica nas idades 4 horas, 24 horas e 28 dias foi obtida seguindo procedimento no item 3.6.3. Como o teor de sólidos foi mantido igual para todas as argamassas deste trabalho, o teor de água considerado para cada pasta das argamassas formuladas em laboratório é descrito na Tabela 19. O teor de água não variou conforme cimento Portland.

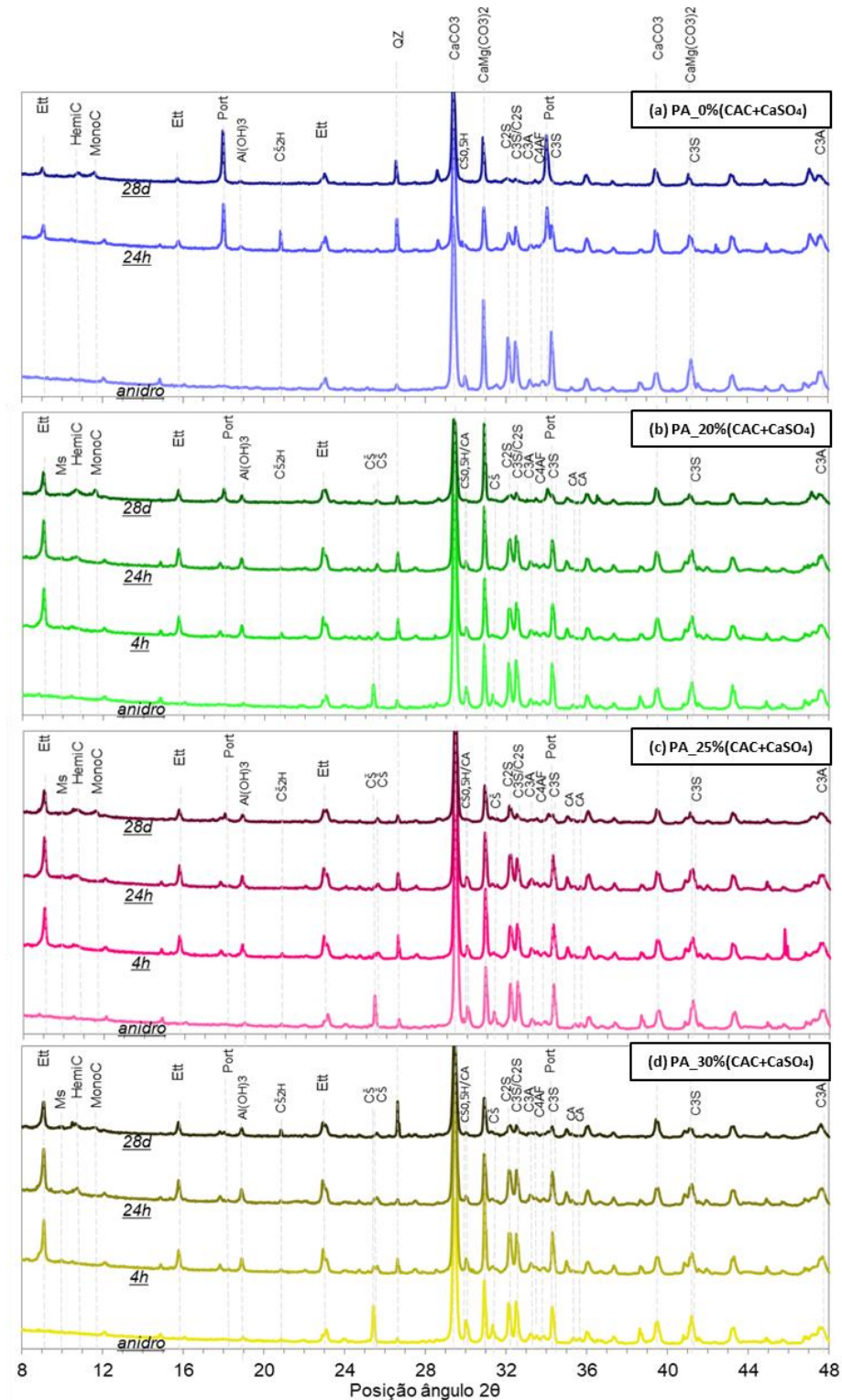
Tabela 19 – Concentração de sólidos, fração água/finos e massa de água utilizada na mistura de 50g de pós para as pastas contendo PA e PD com teor de substituição do Portland em 0%, 20%, 25% e 30%(CAC+CaSO₄).

Pasta (onde X é igual a A ou D)	PX_ 0% (CAC+ CaSO ₄)	PX_ 20% (CAC+ CaSO ₄)	PX_ 25% (CAC+ CaSO ₄)	PX_ 30% (CAC+ CaSO ₄)
Concentração de sólidos – Cs	0,48%	0,48%	0,48%	0,48%
Fração água/finos em massa - A/Fm	0,38	0,38	0,38	0,38
Massa água para 50g de finos (g)	18,8	18,9	18,9	18,9

A Figura 113 e Figura 114 exibem os difratogramas das pastas das argamassas autonivelantes contendo PA e PD nas idades anidro, 4 horas, 24 horas e 28 dias. A análise por teor de substituição do Portland comparando os dois fabricantes do cimento é realizada a seguir (siglas e fichas das fases consideradas na análise estão na Tabela 17).

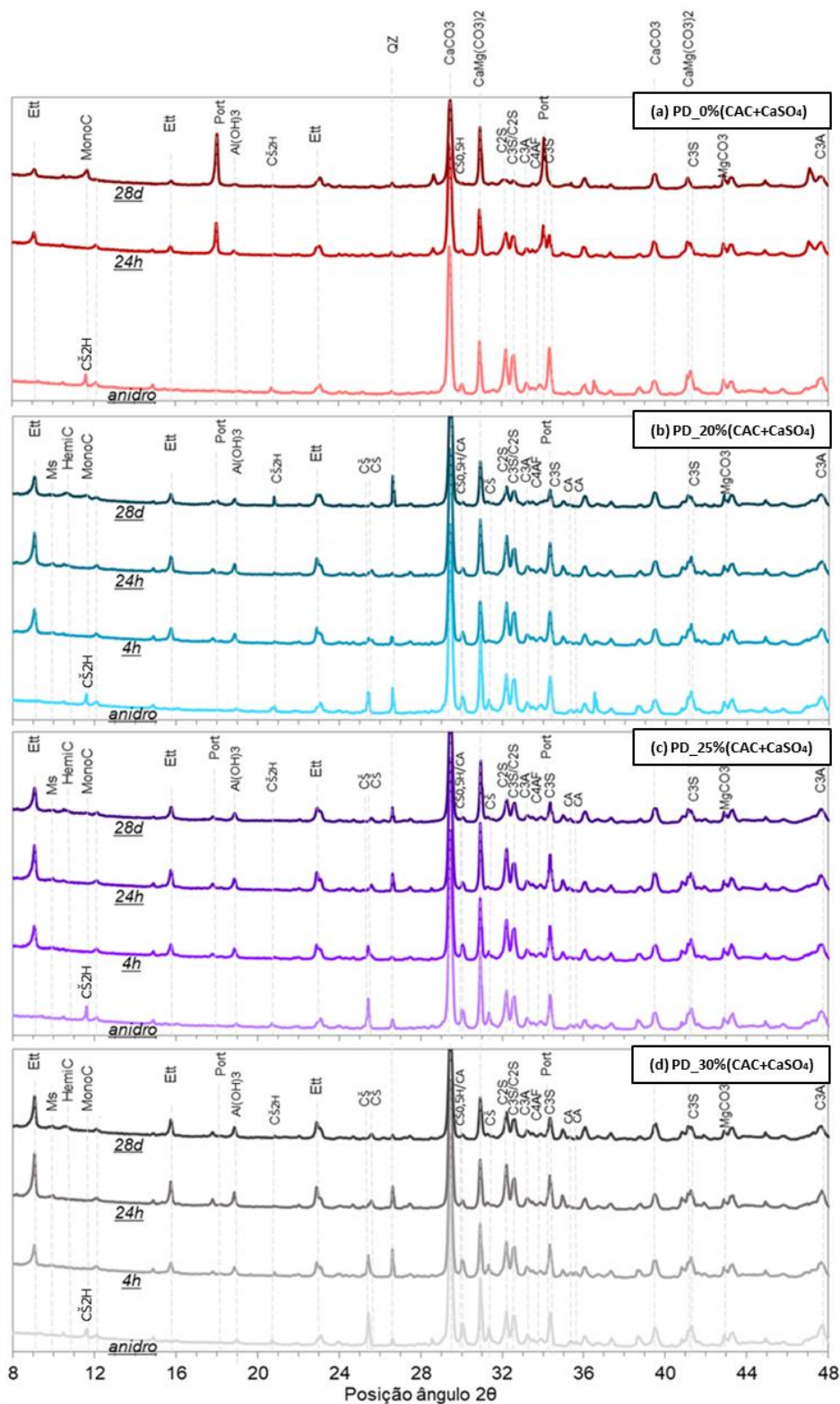
- **0%(CAC+CaSO₄):** Ambos os sistemas de ligante são compostos apenas por Portland. O consumo quase completo das fases silicatos e a produção da Portlandita e Etringita são observados, e com mesmas intensidades em 28 dias. Não há anidrita no anidro. Monossulfo não é observado em 28 dias, mas sim monocarbo e hemicarbo, conforme observado também na redução do material carbonático pela TG. Não aparecem as fases CA ou CA2. O cimento PD possui dois elementos que o cimento PA não possui, o Dihidrato (C₂H) e a magnesita (MgCO₃). Os picos de Quartzo podem sofrer orientação preferencial, o que explica possível consumo ou produção observada.
- **20%(CAC+CaSO₄):** Com esse teor de substituição é possível perceber a presença da anidrita (C₂S) no anidro, sendo praticamente toda consumida já em 4 horas. A etringita possui maior intensidade que em 0%, porém com menor intensidade em 4h para o cimento PD. A redução da etringita de 24h para 28d pode ser devido a formação do monossulfo observado em 28 dias. A portlandita é melhor observada considerando o cimento PA e pouco para o cimento PD, consequência também do consumo menos acentuada das fases silicatos, o que irá influenciar a resistência até 28 dias. C₂H é totalmente consumida para o cimento PD.
- **25%(CAC+CaSO₄):** O teor de etringita é menor nas formulações com o cimento PD para 4 horas, consequência do menor consumo de C₂S e, como 20%, sofre redução de 24h para 28d para formação do monossulfo. A intensidade em 28 dias das fases silicatos está maior que 20%.
- **30%(CAC+CaSO₄):** Teor de etringita em 4h é ainda menor para o cimento PD e anidrita não foi consumida completamente nesta idade. As fases silicatos permanecem com elevada intensidade até 28 dias para o cimento PD e não para o cimento PA. Com isso, é possível correlacionar com a queda da resistência mecânica até 28d para a argamassa contendo cimento PD, pois os silicatos de cálcio não foram consumidos e por isso pode ter sido produzido um menor teor de CSH devido a este “envenenamento” das fases silicatos. Uma explicação seria a presença do dihidrato originário do cimento Portland que em 4 horas já foi todo consumido.

Figura 113 – Difratoformas das pastas das argamassas autonivelantes com PA anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 114 - Difratogramas das pastas das argamassas autonivelantes com PD anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

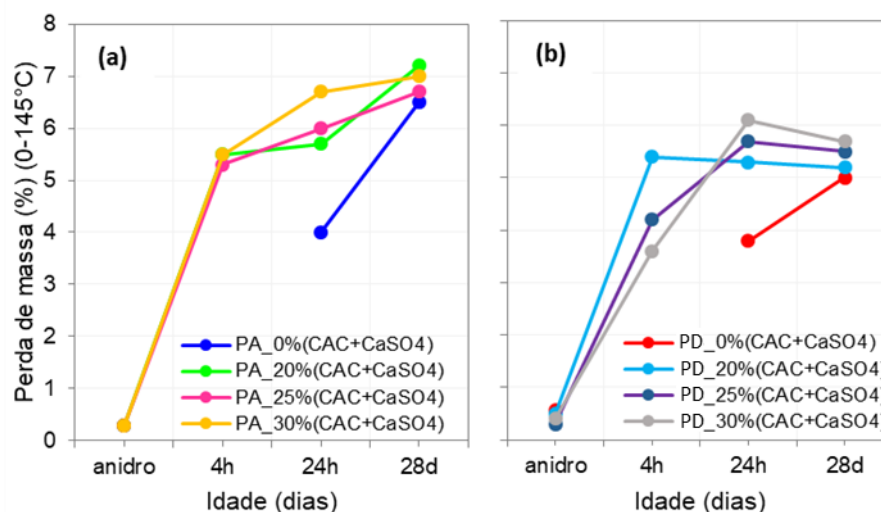
Somado à composição mineralógica, a análise da perda de massa através do ensaio de termogravimetria pode auxiliar na observação do consumo de fases anidras e desenvolvimento de produtos hidratados, incluindo fases com picos de baixa intensidade nos difratogramas como a portlandita. A análise da perda de massa foi dividida em seis faixas de temperatura: 0 – 145°C, 145 – 200°C, 200 – 380°C, 380 – 500°C, 500 – 870°C e 870 – 1000°C. Essas divisões foram fixadas após observação dos picos nas DTG das pastas, cimentos e idades consideradas, que são observados na Figura 121 e Figura 122. As faixas de temperatura, perda de massa e reações consideradas são descritas e analisadas a seguir:

- **Faixa de temperatura 0 – 145°C:** Perdas de massa exibidas na Figura 115. Nesta faixa estão perdendo água o CSH (115-125°C), o aluminato de cálcio hidratado etringita (135-140°C) (ROJAS; CINCOTTO, 2013) e o dihidrato (100-170°C) (CINCOTTO, 2014) conforme equação 27.



Nos gráficos nas DTG é possível perceber em todos os anidros do cimento PD a presença do dihidrato através do pico em torno de 120°C, o que não é observado no cimento PA, pois provavelmente o dihidrato se desidratou durante o processo de moagem. Então, ao correlacionar com os difratogramas, é perceptível que o crescimento da perda de massa em até 24 horas se dá principalmente em relação à formação da etringita, e até 28 dias é o CSH por conta do consumo das fases C₃S e C₂S.

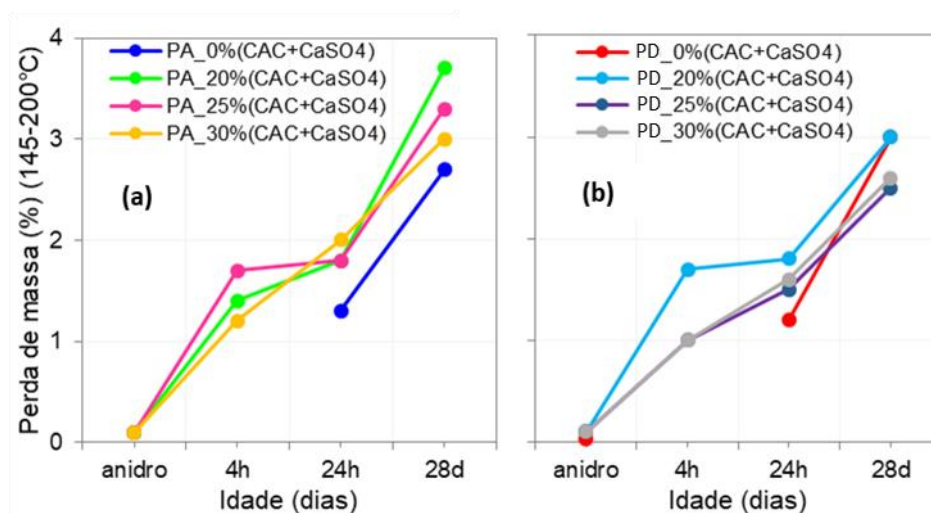
Figura 115 – Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 0-145°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

- Faixa de temperatura 145 – 200°C:** Perdas de massa exibidas na Figura 116. Nesta faixa as principais fases a serem decompostas são os aluminatos de cálcio hidratados Monossulfoaluminato de cálcio hidratado, quando contém SO_4^{2-} , e monocarboaluminato de cálcio hidratado, quando contém CO_3^{2-} (ROJAS; CINCOTTO, 2013) (MATSCHEI; LOTHENBACH; GLASSER, 2007). Percebe-se um aumento até 28 dias, para ambos os cimentos Portland.

Figura 116 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 145-200°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

- Faixa de temperatura 200-380°C:** Perdas de massa exibidas na Figura 117. São detectados $\text{Al}(\text{OH})_3$ (200-250°C) (YU et al., 2013) e hemicarboaluminato de cálcio (HOANG; JUSTNES; GEIKER, 2016) nesta faixa. O crescimento acelerado até 24h de 20%, 25% e 30% ocorre devido à falta de CH para a formação da etringita como observado na equação 28. A fase $\text{Al}(\text{OH})_3$ (ou seja, AH_3) também pôde ser observada no DRX.

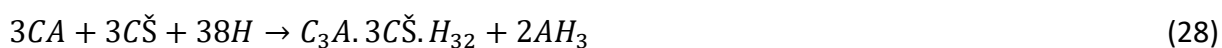
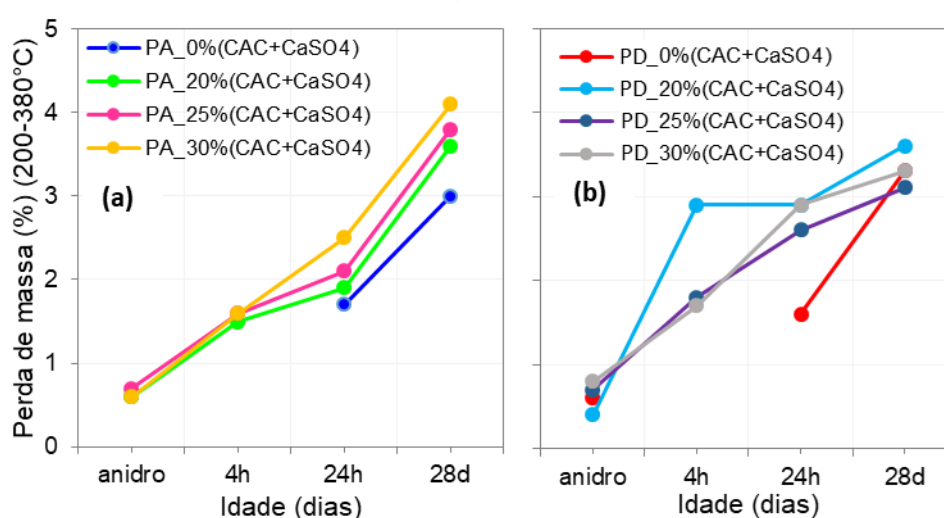


Figura 117 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 200-380°C.



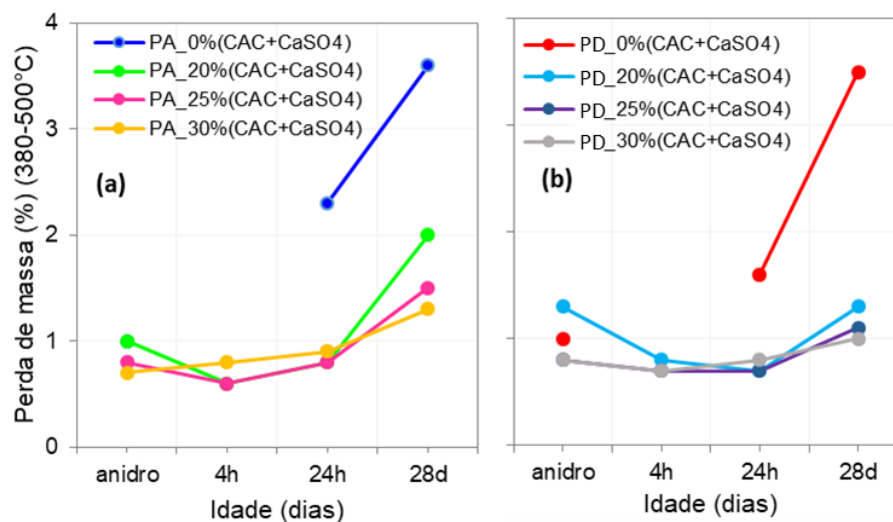
Fonte: Elaborado pela autora.

Faixa de temperatura 380-500°C: Perdas de massa exibidas na

- Figura 118. No gráfico é nítido como a Portlandita (425-550°C) (ROJAS; CINCOTTO, 2013) é de baixa intensidade nas pastas com $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$ quando comparado aos produtos com apenas Portland, $\text{PA}_0\%$ e $\text{PD}_0\%$, mas é observada em 28 dias. Há uma tendência de quanto menor o teor de $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$, maior será a intensidade da Portlandita em 28 dias. A equação de decomposição dessa é 29.



Figura 118 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 380-500°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

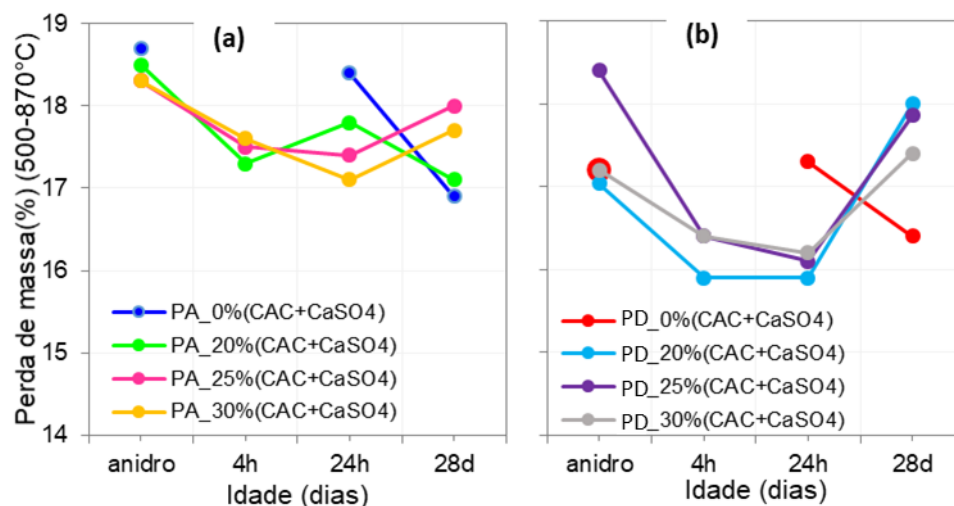
- Faixa de temperatura 500-870°C:** Perdas de massa exibidas na Figura 119. O pico de decomposição da Magnesita (660 – 690°C) é observado ao lado esquerdo do pico principal nesta faixa, inclusive nos sistemas com cimento PA, principalmente com 0% e 20% de CAC+CaSO₄. Porém os difratogramas não detectaram esta fase, demonstrando baixo teor. Sabe-se que o pico da calcita pode estar na faixa entre 830-940°C e da dolomita 745-870°C. Sendo o fíler adicionado um material dolomítico conforme os difratogramas, seria de se esperar observar um “ombro” a esquerda do principal, mas este não foi observado (CINCOTTO, 2014) As equações de decomposição dos materiais citados são: Magnesita na equação 30, Dolomita na equação 31 e Calcita na equação 32.



Nos produtos com Sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄, observou-se uma queda da perda de massa até 24 horas e aumento em 28 dias, o que pode ter sido causado pela reação de

formação de monocarboaluminato de cálcio e hemicarboaluminato de cálcio encontrados nas faixas de temperatura anteriores.

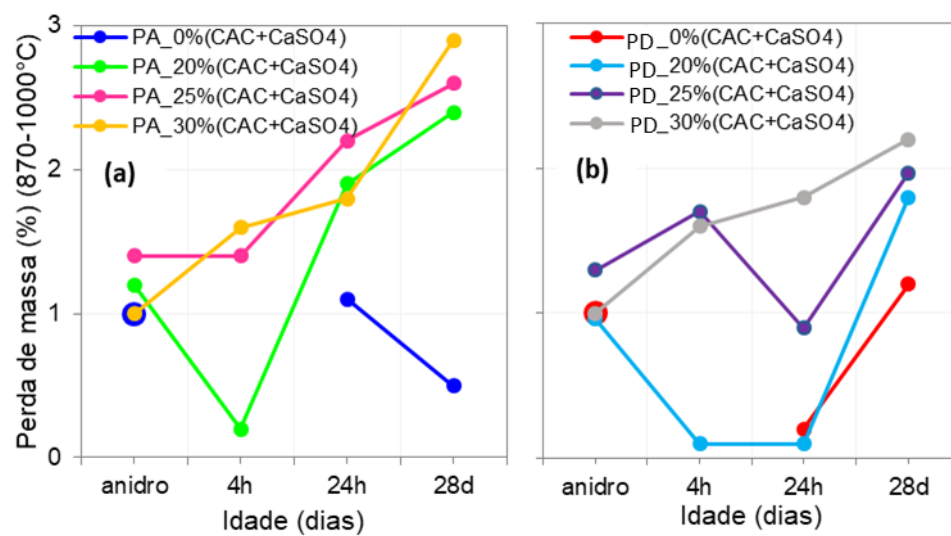
Figura 119 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 500-870°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

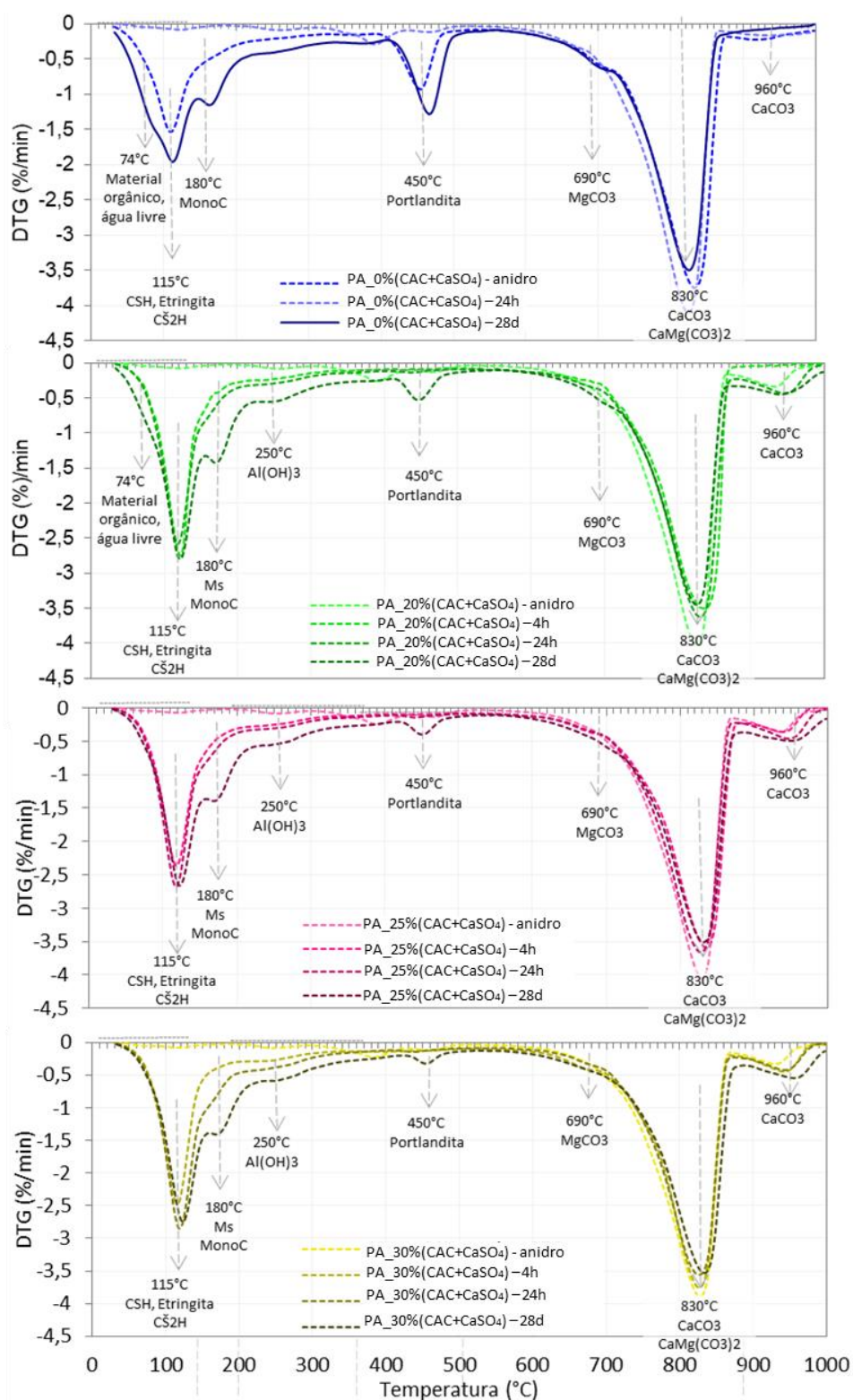
Faixa de temperatura 870-1000°C: Perdas de massa exibidas em Figura 120. Sabe-se que a temperatura de pico da decomposição do carbonato de cálcio pode variar de 830°C a 1010°C (CINCOTTO, 2014). Por isso, o pico nesta faixa pode ser devido à decomposição de um carbonato de cálcio formado durante as reações no sistema, visto aumento do seu teor até 28 dias principalmente para o sistema com cimento Portland PA com CAC+CaSO₄.

Figura 120 - Perda de massa das pastas das argamassas contendo (a) PA e (b) PD na faixa de temperatura 870-1000°C.



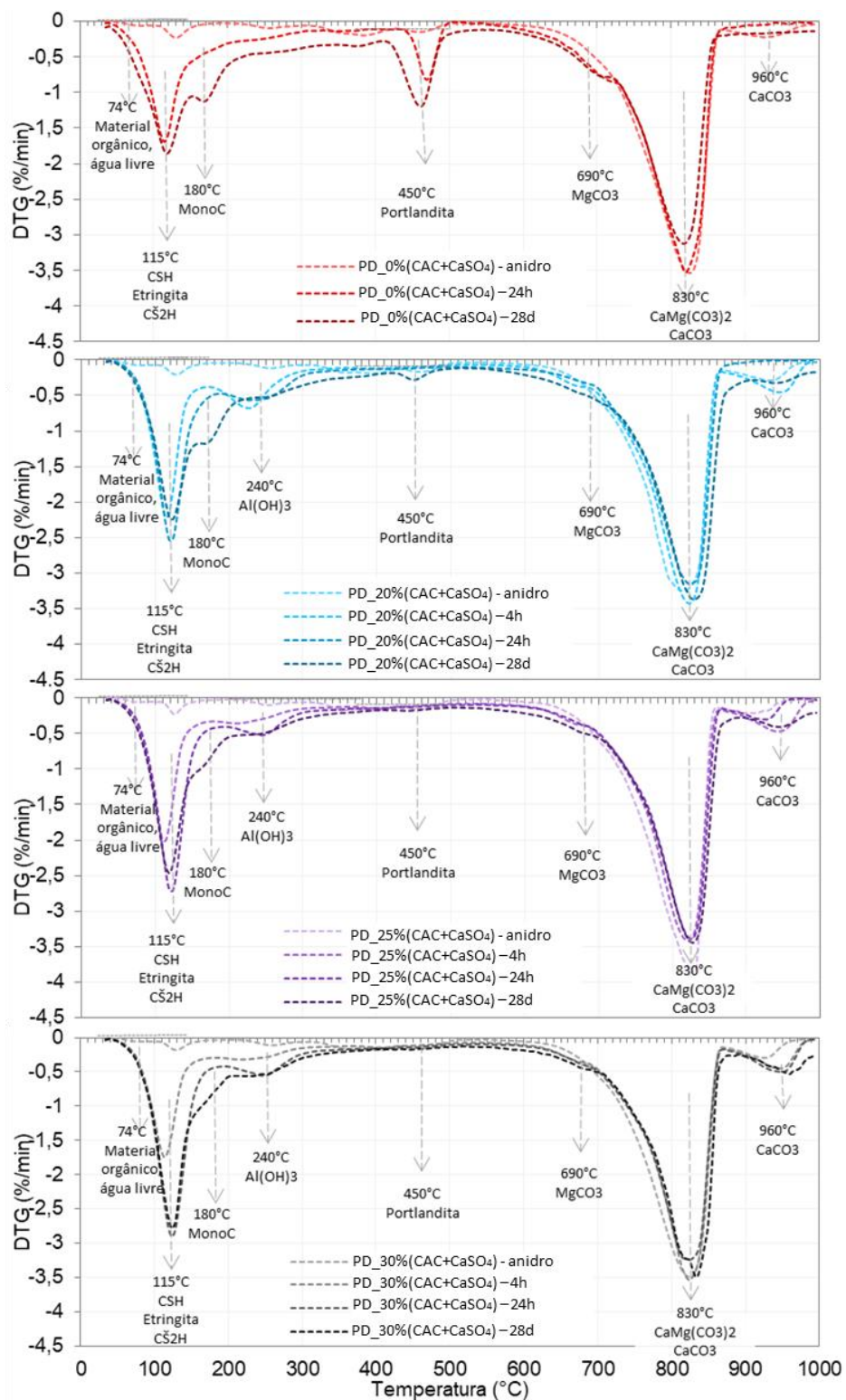
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 121 – DTG das pastas das argamassas autonivelantes com PA anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 122 – DTG das pastas das argamassas autonivelantes com PD anidras, após 4 horas, 24 horas e 28 dias com (a) 0% (b) 20%, (c) 25% e (d) 30%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

4.3 Análise comparativa de propriedades entre argamassas autonivelantes comerciais e formuladas em laboratório

As argamassas autonivelantes devem seguir alguns critérios que garantam adequada aplicação e durabilidade. Por isso, uma análise qualitativa foi realizada com o objetivo de escolher intervalos de propriedades que indiquem se determinada argamassa pode ser classificado como péssima, ruim, boa ou excelente. Os gráficos são exibidos na Figura 125, Figura 126, Figura 127, Figura 128, e Figura 129. Após análise de mercado e dos principais requisitos exigidos por fichas técnicas e estudos de artigos científicos, as principais propriedades referenciadas no comparativo, ou seja, de maior peso para avaliação, são descritas a seguir:

- Estado fresco: Fluidez inicial e Tempo de trabalhabilidade
- Resistência mecânica: Resistência à compressão inicial e a longo prazo
- Variação dimensional: Potencial de compensação da retração e Estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido

Outras propriedades como tempo de passagem pelo flow cup, resistência à flexão e tempo de pega muitas vezes não são descritos nesses documentos, portanto pode-se considerar de menor peso para avaliação.

Os valores obtidos de cada propriedade foram separados em intervalos e transformados na base 10, onde: 0 a 2,5 é péssimo, 2,5 a 5 é ruim, 5 a 7,5 é bom e 7,5 a 10 é excelente. Os intervalos para cada propriedade são descritos a seguir:

- Fluidez inicial (Diâmetro do flow 6 minutos):
 - Péssimo (0 - 2,5): $30 \text{ mm} \leq X < 77,5 \text{ mm}$
 - Ruim (2,5 – 5,0): $77,5 \text{ mm} \leq X < 125 \text{ mm}$
 - Bom (5,0 – 7,5): $125 \text{ mm} \leq X < 150 \text{ mm}$
 - Excelente (7,5 – 10): $150 \text{ mm} \leq X \leq 175 \text{ mm}$

Os intervalos para a fluidez inicial levam em consideração os seguintes fatores: O cilindro que é utilizado para o teste tem 30 mm de diâmetro interno, por isso o valor mínimo; O intervalo de 125 para 150 mm é o indicado para ser atingido caso o fornecedor da argamassa

não indique o teor de água (C09 COMMITTEE, 2019), por isso abaixo de 125 mm é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; O valor de 150 mm é comumente utilizado pelos formuladores como objetivo no momento de dosar o dispersante e o teor de água; O grupo de argamassas analisadas neste estudo apresentou formulações com 170 mm ou mais, como a PA_0%(CAC+CaSO₄); Argamassas muito fluídas podem apresentar exsudação ou segregação, pois isso o limite máximo de 175 mm.

➤ Tempo de trabalhabilidade:

- Péssimo (0 – 2,5): $0 \text{ min} \leq X < 15 \text{ min}$
- Ruim (2,5 – 5,0): $15 \text{ min} \leq X < 30 \text{ min}$
- Bom (5,0 – 7,5): $30 \text{ min} \leq X < 65 \text{ min}$
- Excelente (7,5 – 10): $65 \text{ min} \leq X \leq 100 \text{ min}$

Os intervalos para o tempo de trabalhabilidade levam em consideração os seguintes fatores: Algumas argamassas podem apresentar tempo de pega instantâneo, por isso valor mínimo 0 minutos; Argamassas autonivelantes comerciais de referência brasileira indicam tempo de trabalhabilidade 30 minutos, por isso abaixo disso é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; As argamassas Comerciais C e D apresentam tempo de trabalhabilidade próximo de 100 minutos, por isso este valor foi considerado como limite máximo de excelente; Apesar das Comerciais C e D apresentarem aspectos superficiais adequados devido à presença de aditivos, um tempo de trabalhabilidade extenso tem como desvantagem manter a argamassa exposta a agentes externos como a queda de objetivos que danificam o acabamento e ao vento e a elevada temperatura que pode resultar em aspecto de “pele de elefante”, que ocorre devido à exsudação na superfície, formando uma nata, que ao evaporar torna a superfície uma camada irregular e com ranhuras, como o caso de PA_0%(CAC+CaSO₄) e PD_0% (CAC+CaSO₄), e por isso para essas formulações o valor considerado é 5.

➤ Resistência à compressão inicial (4 horas):

- Péssimo (0 – 2,5): $0 \text{ MPa} \leq X < 1 \text{ MPa}$
- Ruim (2,5 – 5,0): $1 \text{ MPa} \leq X < 2 \text{ MPa}$
- Bom (5,0 – 7,5): $2 \text{ MPa} \leq X < 6 \text{ MPa}$
- Excelente (7,5 – 10): $6 \text{ MPa} \leq X \leq 10 \text{ MPa}$

Os intervalos para a resistência inicial levam em consideração os seguintes fatores: Argamassas autonivelante podem não apresentar resistência à compressão em 4 horas devido à ainda estar no estado fresco ou possuir lento desenvolvimento da resistência mecânica, por isso valor mínimo 0 MPa; Argamassas comerciais de referência brasileira apresentam 2 MPa em 4 horas, indicando que o produto poderia receber pouca carga como tráfego leve de pedestre, por isso abaixo disso é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; Argamassas internacionais de referência atingem rápido desenvolvimento da resistência mecânica atingindo patamares de 10 MPa, por isso esse limite máximo; É possível que uma argamassa atinja resistência à compressão 4 horas acima de 10 MPa, por isso na escala considerada ela estaria no limite máximo de excelente (10) independentemente do valor.

➤ Resistência à compressão a longo prazo (28 dias):

- Péssimo (0 – 2,5): $0 \text{ MPa} \leq X < 10 \text{ MPa}$
- Ruim (2,5 – 5,0): $10 \text{ MPa} \leq X < 20 \text{ MPa}$
- Bom (5,0 – 7,5): $20 \text{ MPa} \leq X < 30 \text{ MPa}$
- Excelente (7,5 – 10): $30 \text{ MPa} \leq X \leq 40 \text{ MPa}$

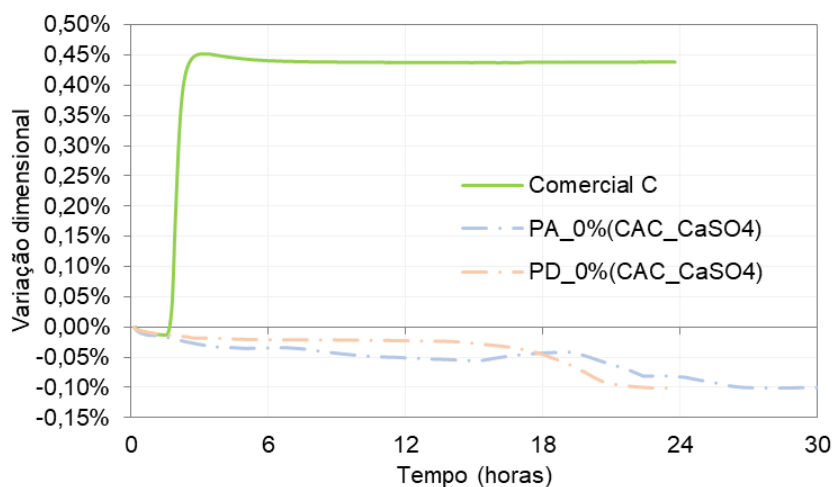
Os intervalos para a resistência à compressão a longo prazo levam em consideração os seguintes fatores: Argamassas podem não atingir resistência mecânica em 28 dias, por isso limite mínimo de 0 MPa; Argamassas autonivelantes de referência brasileiras atingem 20 MPa em 28 dias, por isso abaixo disso é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; Argamassas internacionais de referência podem atingir valores próximos de 40 MPa, por isso limite máximo; É possível que uma argamassa atinja resistência à compressão 28 dias acima de 40 MPa, por isso na escala considerada ela estaria no limite máximo de excelente (10) independentemente do valor. Porém, a elevada rigidez do sistema pode afetar o módulo de elasticidade do material, não permitindo a movimentação do produto endurecido e possibilitando o aparecimento de fissuras.

➤ Potencial de compensação da retração (variação dimensional em 24 horas):

- Péssimo (0 – 2,5): $-0,20\% \leq X < -0,10\%$
- Ruim (2,5 – 5,0): $-0,10\% \leq X < 0\%$
- Bom (5,0 – 7,5): $0\% \leq X < +0,225\%$
- Excelente (7,5 – 10): $+0,225\% \leq X \leq +0,45\%$

Os intervalos para o potencial de compensação da retração levam em consideração os seguintes fatores: As argamassas autonivelantes sem CAC+CaSO₄ atingiram valor de retração -0,10% após endurecimento, em torno de 24 horas como visto na Figura 123, por isso abaixo deste valor é considerado péssimo, independentemente do valor; O limite mínimo de péssimo (0) em -0,20% foi admitido pois não foi encontrada referência para esse comportamento; O limite intermediário foi considerado 0% pois é um indicativo de estabilidade dimensional, por isso abaixo deste é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; Não foi encontrada referência que apresente limite máximo de expansão para essa metodologia, por isso foi considerada a ideia de quanto maior a expansão da argamassa mais ela tem potencial de compensar a retração (não havendo fissuras ou empenamento por expansão), por isso o limite máximo admitido foi o encontrado para a argamassa comercial C, expansão de +0,45% observada na Figura 123; O valor máximo para excelente foi considerado +0,45% pois trata-se de uma argamassa comercial internacional de referência, mas caso fossem analisadas apenas argamassas formuladas em laboratório, o valor considerado deveria ser melhor avaliado, pois expansões exageradas podem ocorrer devido a sulfato de cálcio excedente ou cimento envelhecido. Além disso, a expansão excessiva pode afetar de forma negativa a aderência entre argamassa e substrato, diminuindo a vida útil do produto.

Figura 123 – Variação dimensional do estado fresco para o endurecido em função do tempo para as argamassas autonivelante Comercial C, PA_0%(CAC+CaSO₄) e PD_0%(CAC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

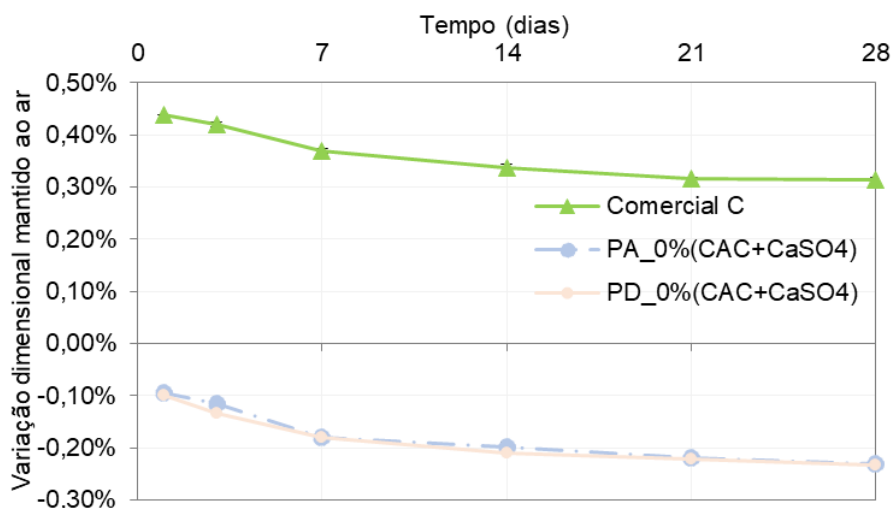
➤ Estabilidade dimensional da argamassa desde a mistura até 28 dias:

- Péssimo (0 – 2,5): $-0,23\% \leq X < -0,115\%$
- Ruim (2,5 – 5,0): $-0,115\% \leq X < 0\%$
- Bom (5,0 – 7,5): $0\% \leq X < +0,15\%$
- Excelente (7,5 – 10): $+0,15\% \leq X \leq +0,30\%$

Os intervalos da estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido levam em consideração os seguintes fatores: Como não foram encontradas referências normalizadas para essa propriedade em argamassas autonivelantes, os valores máximo e mínimo foram obtidos através do resultados após 28 dias, admitindo que o ponto inicial de medição em 24 horas é o valor encontrado no equipamento Walter & Bai conforme observado na Figura 64, Figura 111 e Figura 112; Como as argamassas PA_0% e PD_0% foram as únicas que não apresentaram compensação da retração, o limite de péssimo considerado foi a retração no valor de -0,23%, conforme observado na Figura 124, que também exibe o valor máximo obtido de +0,30% para a Comercial C; O limite intermediário foi considerado 0% pois é um indicativo de estabilidade dimensional, por isso abaixo deste é ruim ou péssimo e acima é bom ou excelente; Alguns formuladores utilizam como referência o Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB, 1993) para avaliar a susceptibilidade à fissuração em argamassas de revestimento, que indica que uma variação no comprimento superior a -0,12% torna o sistema

suscetível a apresentar fissuras e entre -0,07% e -0,12% o sistema tem média suscetibilidade à fissuração, porém, como não é considerada o tipo de argamassa autonivelante e também a expansão inicial causada pela compensação da retração, esses valores não foram admitidos neste estudo.

Figura 124 – Variação dimensional em relação ao tempo até 28 dias das argamassas Comercial C, PA_0%(CAC+CaSO₄) e PD_(CAC+CaSO₄), mantidas ao ar considerando valor inicial 24 horas o obtido pelo equipamento Walter&Bai ao estabilizar.



Fonte: Elaborado pela autora.

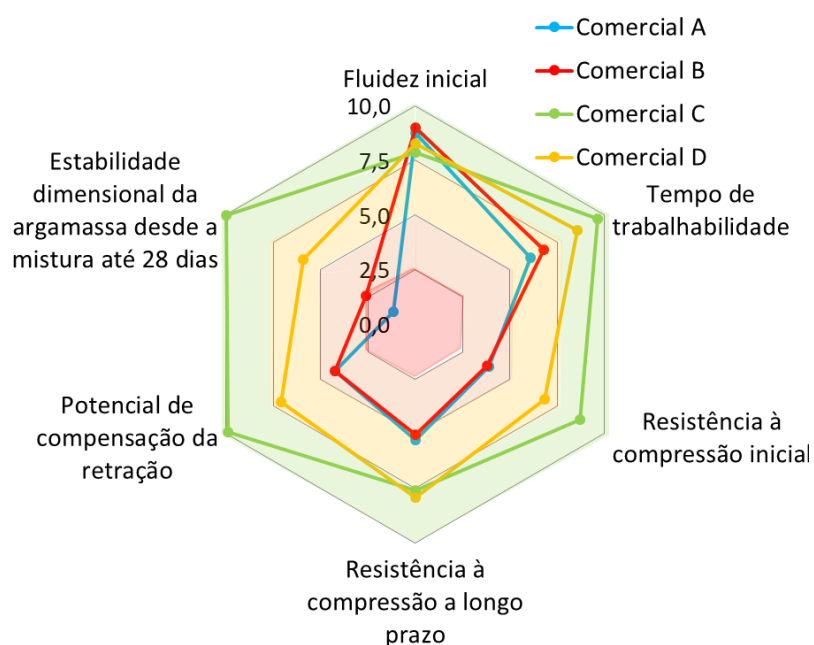
Os valores considerados como limites dos intervalos para as propriedades citadas acima são resumidos na Tabela 20. Tais números foram admitidos de forma arbitrária e relativa, pois não há relação direta e estabelecida em padrões de normas e guias. Portanto a avaliação foi realizada através de um panorama geral baseado em informações tecnológicas, científicas e experiência profissional.

Tabela 20 – Resumo dos limites considerados de cada propriedade considerando a base 10.

Propriedades	Base 10				
	0	2,5	5	7,5	10
Fluidez inicial (mm)	30	77,5	125	150	175
Tempo de trabalhabilidade (min)	0	15	30	65	100
Resistência à compressão inicial (MPa)	0	1	2	6	10
Resistência à compressão a longo prazo (MPa)	0	10	20	30	40
Potencial de compensação da retração (%)	-0,200	-0,100	0	+0,225	+0,450
Estabilidade dimensional da argamassa desde a mistura até 28 dias (%)	-0,230	-0,115	0	+0,150	+0,300

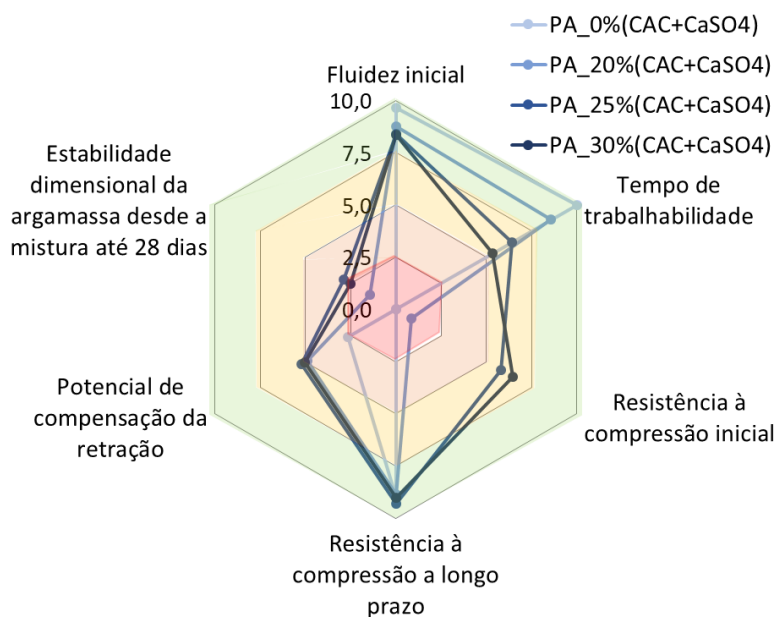
As análises demonstraram que as argamassas Comerciais C e D apresentaram melhor desempenho em comparação as Comerciais A e B, principalmente em relação à resistência mecânica e variação dimensional. Em relação às argamassas com sistema ternário OPC-CAC- CaSO_4 , nenhuma foi classificada como boa ou excelente em relação a estabilidade dimensional no estado fresco até o endurecido, considerando que não há referência de qual seria um valor adequado de compensação da retração e o limite máximo de excelente ser baseado na argamassa Comercial C, um produto importado. Porém, para a fluidez e resistência à compressão inicial e a longo prazo elas se enquadram na categoria de bom ou excelente. O tempo de trabalhabilidade só se mostrou com tendência de bom desempenho para o PA. Os grupos de argamassas que mais variaram em relação ao teor de substituição foram os com cimento PA e PD.

Figura 125 – Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas Comerciais A, B, C e D.



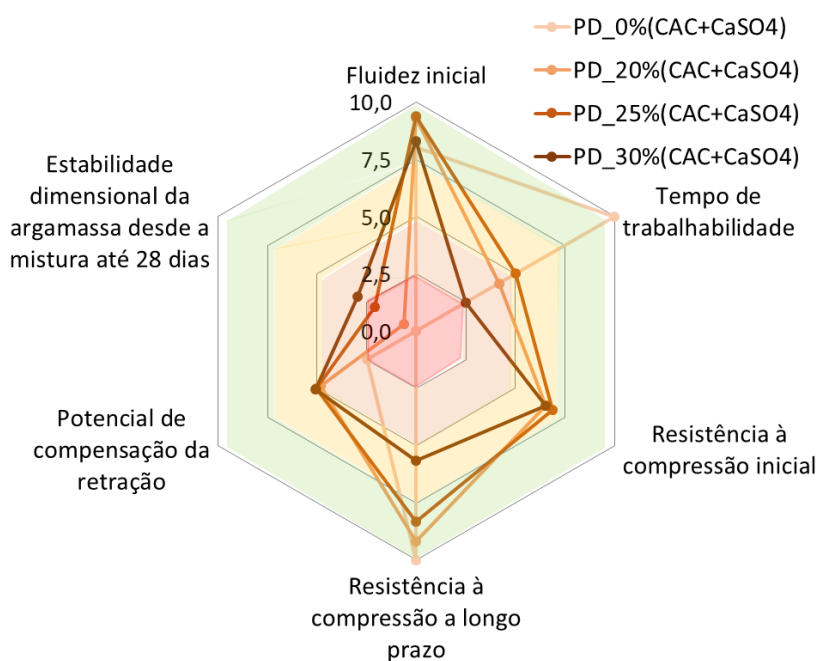
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 126 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PA_0%, PA_20%, PA_25% e PA_30%(AC+CaSO₄).



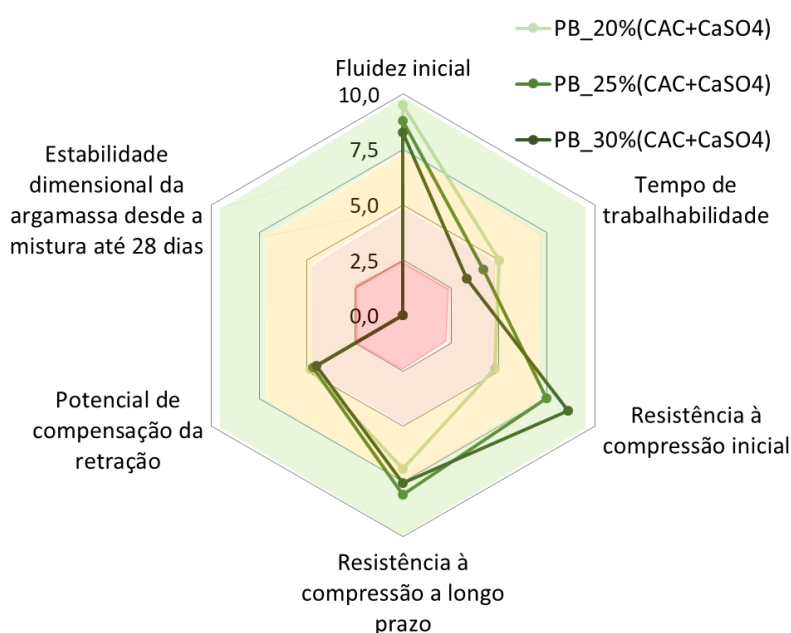
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 127 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PD_0%, PD_20%, PD_25% e PD_30%(AC+CaSO₄).



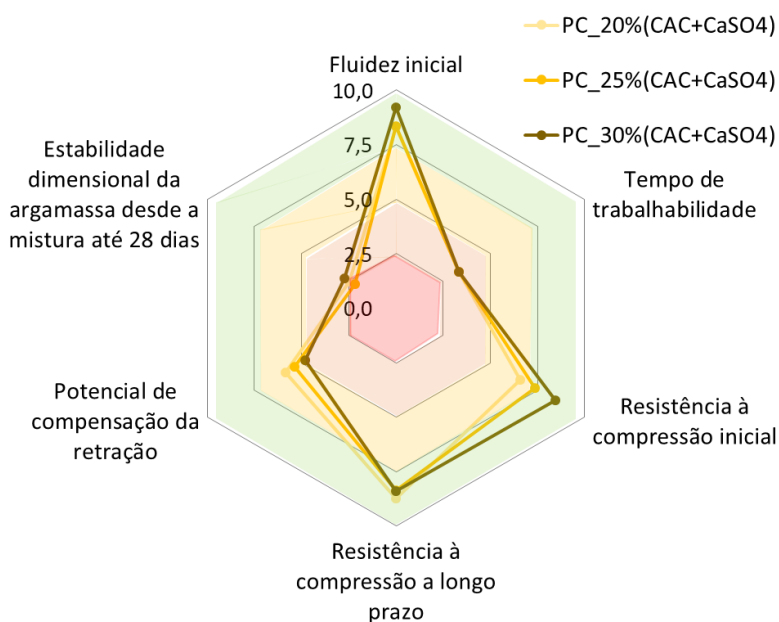
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 128 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PB_20%, PB_25% e PB_30%(AC+CaSO₄)



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 129 - Análise na base 10 das propriedades fluidez inicial, tempo de trabalhabilidade, Resistência à compressão inicial, Resistência à compressão a longo prazo, Potencial de compensação da retração e estabilidade dimensional do estado fresco até o endurecido das argamassas PC_20%, PC_25% e PC_30%(AC+CaSO₄).



Fonte: Elaborado pela autora.

5. CONCLUSÃO

Este estudo avaliou como a presença de aluminato de cálcio (CAC) e anidrita (CaSO_4) afeta as propriedades de argamassas autonivelantes com teor de ligantes rico em cimento Portland comparando quatro fabricantes diferentes de CP V ARI e considerando três teores de substituição do Portland (20%, 25% e 30%). Também foi realizado um comparativo de desempenho frente a quatro argamassas autonivelantes já consolidadas no mercado, duas de origem norte-americana e duas de origem brasileira.

A análise demonstrou que argamassas autonivelantes geralmente apresentam mesma natureza reológica, de comportamento tixotrópico, tendência dilatante de forma geral e com baixa tensão de escoamento. O tempo de trabalhabilidade pôde ser relacionado com a cinética de consolidação, ou seja, o momento que a componente elástica G' inicia o seu crescimento exponencial é próximo ao momento em que a argamassa perde sua trabalhabilidade. E, enquanto que o teor de $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$ não tem interferência significativa nos parâmetros reológicos devido a presença de aditivos que se mantêm constantes, a componente elástica G' é afetada da seguinte forma: quanto maior esse teor, mais rápido ocorrerá o crescimento exponencial e, portanto, a perda de trabalhabilidade. Isso é afetado principalmente pela precipitação do hidrato etringita que aumenta a concentração de sólidos devido a incorporação de água na sua estrutura, diminuindo a distância entre os cristais. A dissolução dos anidros e precipitação da etringita coincide também com o aumento do calor de hidratação que pôde ser associado ao tempo de pega, o qual diminui com o aumento do teor de $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$, onde o início de pega ocorre no período de aceleração e o final no de desaceleração do fluxo de calor.

A compensação da retração das argamassas também tem seu início e grau da expansão influenciados pelo teor $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$ e pelo tipo de sulfato de cálcio oriundo do cimento Portland, ou seja, para cimentos apenas com hemidrato na sua composição (PA, PB e PC), a compensação da retração começou mais rapidamente e o grau de expansão foi maior com o aumento deste teor. Porém, se o cimento conter dihidrato, cimento PD, esse comportamento não é afetado significativamente. A resistência à compressão inicial também segue o padrão do item anterior, para cimentos Portland apenas com hemidrato na sua composição, quanto maior o teor $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$ maior será a resistência à compressão inicial, enquanto que para o cimento PD essa propriedade permanece constante.

A presença do dihidrato também afetou significativamente as propriedades a longo prazo, onde o aumento do teor de $\text{CAC}+\text{CaSO}_4$ diminuiu a resistência mecânica e também a retração

em 28 dias. Os DRX mostraram que neste grupo ocorre um bloqueio, ou retardo, da dissolução das fases silicatos de cálcio. Outras informações obtidas pelos difratogramas, considerando todas as argamassas, foram que o teor de etringita formada nas primeiras 24 horas do sistema sofre uma redução até 28 dias, que traz como consequência a formação do monossulfato de cálcio. Também ocorre uma queda do teor de calcita que pode ter sido consumida para formação de monocarboaluminato de cálcio e hemicarboaluminato de cálcio.

Este trabalho possibilitou uma melhor compreensão sobre as argamassas autonivelantes de referência existentes no mercado, como quais são os sistemas de ligantes utilizados e quais comportamentos e requisitos são compreendidos como aceitáveis pelo aplicador, principalmente em relação a fluidez e trabalhabilidade, mas outros que ainda não apresentam requisitos claros sobre desempenho, como resistência mecânica e variação dimensional. Além disso, a metodologia de avaliação das propriedades utilizando técnicas detalhadas apresentou as evidências necessárias para o entendimento de que as argamassas formuladas com sistema ternário OPC-CAC-CaSO₄ com cimento Portland do mesmo tipo, CP V ARI, sofrem variações dependendo do fabricante deste, principalmente devido ao tipo de sulfato de cálcio da sua composição. A compensação da retração foi um dos comportamentos analisados, que através da utilização do equipamento Walter & Bai, foi possível considerar a variação dimensional que ocorre desde minutos após a mistura até 24 horas, ou seja, desde o estado fresco até a sua transição para o endurecido, sendo possível correlacionar com quando ocorre a estabilidade final deste comportamento após 28 dias.

Todavia, como ainda existem dificuldades nas avaliações das argamassas autonivelantes tanto nos laboratórios como nas aplicações in loco, pois não há valores de referência para todas as propriedades e comportamento, as análises podem ser qualitativas ou arbitrarias devido a um histórico sem parâmetros totalmente definidos. Os desafios para o futuro devem levar em consideração a tradução de como os valores de desempenho em campo devem ser correlacionados com o que é encontrado em laboratório, através do aprimoramento de pesquisas científicas, desenvolvimento tecnológico e normalização com requisitos específicos. Assim, o conhecimento pode ser disseminado entre a comunidade acadêmica, industrial, o consumidor e o aplicador, não limitando mais as informações a pequenos nichos de empresas fabricantes deste tipo de produto.

5.1 Sugestões para estudos futuros

A avaliação das argamassas autonivelantes pode ser aprimorada através do crescimento de análises científicas e tecnológicas. Pois isso, as sugestões para estudos futuros são:

- Análises científicas: A formação otimizada da etringita foi a principal causa da obtenção das propriedades de resistência mecânica nas primeiras horas e compensação da retração. Porém, a análise pode ser aprimorada além da obtenção da intensidade do pico principal nos difratogramas dos materiais anidros e hidratados.
 - Análise quantitativa por difração de raios X da fase etringita através do método de Rietveld, com o objetivo de obter a curva do teor deste hidrato ao longo do tempo;
 - Análise qualitativa por difração de raios X de modo in situ, possibilitando apresentar uma curva de crescimento da intensidade nas primeiras horas de hidratação do estado fresco para o endurecido, e não apenas um ponto que neste caso foi após 4 horas de hidratação, ou seja, monitorar de forma detalhada a cinética de formação da etringita;
 - Microscopia eletrônica de varredura, de modo a identificar qual a morfologia da etringita, se possui aspecto de agulha ou prismático;
 - Avaliação do pH da solução, pois este é um indicativo de como a microestrutura da etringita pode variar dependendo do teor de sulfato na solução;
 - Elaborar o esquema do sistema ternário observado na Figura 8 e na Figura 41 não pelo teor de cada ligante utilizado, mas sim pelos óxidos destes que afetam o potencial de formação da etringita de forma direta.
- Análises tecnológicas: Além das propriedades sugeridas pela ASTM C1708 / C1708M-19 que foram avaliadas neste trabalho, as seguintes avaliações podem ser obtidas:
 - Resistência à abrasão: Teste também sugerido pela ASTM C1708, é importante porque o piso fica exposto aos agentes abrasivos no local de trabalho antes da aplicação do revestimento final, a perda de massa indicaria se o produto é Underlayment (perda de massa após 200 ciclos de abrasão) ou Overlayment

(perda de massa após 50 ciclos) sendo possível ser classificado como superfície de desgaste final.

- Módulo de elasticidade: A avaliação desta propriedade apresenta um indicativo da rigidez do produto, que pode afetar a aderência entre argamassa e substrato, principalmente em produtos que atingem elevada resistência mecânica;
- Água Residual ou água livre: Principalmente em argamassas autonivelantes consideradas Underlayment, esta avaliação é um indicativo de quando o piso pode ser liberado para aplicação de revestimentos como vinílicos, laminados, madeira, tapete, borracha e epóxi, já que se a água residual estiver elevada a aderência entre revestimento e argamassa será prejudicada.

6. REFERÊNCIAS

- ABCP. **Associação Brasileira de cimento Portland. Guia básico de utilização do cimento Portland**. São Paulo, Brasil, 2002.
- ABNT. **Associação brasileira de normas técnicas. NBR 16697 - Cimento Portland - Requisitos**. , 2018.
- ACI COMMITTEE 223. **Guide for the Use of Shrinkage Compensating Concrete**. American Concrete Institute, 2010.
- AMATHIEU, L.; SCRIVENER, K.; BIER, T. A. **Calcium aluminate cement**. Edinburg: 2001.
- AMATHIEU, L.; VALDELIÈVRE, B.; ESTIENNE, F. Calcium aluminate cement: a polyvalent binder for various applications in the dry mortar industry. 2016.
- ANN, K.; CHO, C.-G. Corrosion Resistance of Calcium Aluminate Cement Concrete Exposed to a Chloride Environment. **Materials**, v. 7, n. 2, p. 887–898, 28 jan. 2014.
- AZIMI, G.; PAPANGELAKIS, V. G.; DUTRIZAC, J. E. Modelling of calcium sulphate solubility in concentrated multi-component sulphate solutions. **Fluid Phase Equilibria**, v. 260, n. 2, p. 300–315, nov. 2007.
- BEZERRA, M. S. **Relatório técnico 34 perfil da gipsita**. 2009.
- BIER, T. A.; AMATHIEU, L. **Calcium aluminate cement (CAC) in building chemistry formulations**. . Em: CONCHEM CONGRESS. 1997.
- BIER, T. A.; ESTIENNE, F.; AMATHIEU, L. **Shrinkage measurements, shrinkage compensation in binders containing calcium aluminate cement**. . Em: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CALCIUM ALUMINATE CEMENTS. Edimburgh, Scotland: 2001.
- BIZZOZERO, J. **Hydration and dimensional stability of calcium aluminate cement based systems**. Suíça: École polytechnique fédérale de Lausanne, 2014.
- BLOTT, S. J.; PYE, K. GRADISTAT: a grain size distribution and statistics package for the analysis of unconsolidated sediments. **Earth Surface Processes and Landforms**, v. 26, n. 11, p. 1237–1248, out. 2001.
- BULLARD, J. W. et al. Mechanisms of cement hydration. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 12, p. 1208–1223, dez. 2011.
- C09 COMMITTEE. **Test Methods for Self-leveling Mortars Containing Hydraulic Cements**. Pensilvânia, Estados unidos: ASTM International, 2019.
- CARDOSO, F. A. **Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico**. Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana—São Paulo: Universidade de São Paulo, 11 set. 2009.
- CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. **Rotational Rheometry Applied for the Evaluation of Mixing and Rheological Behavior of BASF – Germany Self-Leveling Mortars with Different Combinations of Admixtures**. Polytechnic School - University of São Paulo, Laboratory of Ecoefficiency and Microstructure of Materials, 2007.
- CHAUNSALI, P. et al. **Bridge decks: mitigation of cracking and increased durability**. Illinois, Estados Unidos: Illinois Center for Transportation, 2013.

- CHAVDA, M. A.; KINOSHITA, H.; PROVIS, J. L. Modification of a calcium aluminate cement system to prevent conversion to cubic hydrates and minimise corrosion of encapsulated aluminium metal. 2022.
- CICHINELLI, G. Revista Técnica - Execução de contrapiso autonivelante industrial. n. 192, 2012.
- CINCOTTO, M. A. **Análise térmica dos ligantes e seus materiais**. São Paulo, Brasil, 2014.
- CINCOTTO, M. A.; JOHN, V. M. Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais. **IBRACON**, p. 727, 2017.
- COLLEPARDI, M. et al. Crack-free concrete for outside industrial floors in the absence of wet curing and contraction joints. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, n. 10, p. 887–891, nov. 2008.
- COSTA, C. M.; NACCACHE, M.; VARGES, P. **Caracterização reológica de fluidos complexos**. Rio de Janeiro, Brasil, 2017.
- CSTB, C. S. E. T. D. B. Certification CSTB des enduits monocouches d'imperméabilisation – Cahier MERUC. 1993.
- DA SILVA, J. O. **Produto RT 68 - Perfil Do Cimento**. [s.l.] J. Mendo consultoria, 2009.
- DA SILVA, S. H. L. **Desenvolvimento de formulações de argamassa autonivelante para pisos e avaliação da retração por secagem**. Curitiba, Brazil: Universidade Federal do Paraná, 2016.
- DAS, A. et al. Early-age rheology and hydration control of ternary binders for 3D printing applications. **Cement and Concrete Research**, v. 162, p. 107004, dez. 2022.
- DE FRANÇA, M. S. et al. Influence of mixing process on mortars rheological behavior through rotational rheometry. **Construction and Building Materials**, v. 223, p. 81–90, out. 2019.
- DE GASPARO, A. et al. Quantitative distribution patterns of additives in self-leveling flooring compounds (underlayments) as function of application, formulation and climatic conditions. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 4, p. 313–323, abr. 2009.
- DEMIR, İ.; SEVİM, O.; TEKİN, E. The effects of shrinkage-reducing admixtures used in self-compacting concrete on its strength and durability. **Construction and Building Materials**, v. 172, 31 mar. 2018.
- DI NICOLANTONIO, M.; ROSSI, E.; ALEXANDER, T. (EDS.). **Advances in Additive Manufacturing, Modeling Systems and 3D Prototyping: Proceedings of the AHFE 2019 International Conference on Additive Manufacturing, Modeling Systems and 3D Prototyping, July 24-28, 2019, Washington D.C., USA**. Cham: Springer International Publishing, 2020. v. 975
- EGLE, T. Revista Técnica - Contrapiso autonivelante. n. 40, p. 164, 2010.
- EMOTO, T.; BIER, T. A. Rheological behavior as influenced by plasticizers and hydration kinetics. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 5, p. 647–654, maio 2007.
- ESPING, O. **Early age properties of self-compacting concrete - effects of fine aggregate and limestone filler**. Göteborg, Sweden: Chalmers university of technology, 2007.
- EVJU, C.; HANSEN, S. The kinetics of ettringite formation and dilatation in a blended cement with β -hemihydrate and anhydrite as calcium sulfate. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 12, p. 2310–2321, dez. 2005.

FENTIMAN, C.; MANGABHAI, R.; SCRIVENER, K. **Calcium Aluminates**. . Em: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE 2014. Avignon, France: 2014a.

FENTIMAN, C.; MANGABHAI, R.; SCRIVENER, K. **Calcium Aluminates: Proceedings of the International Conference 2014**. . Em: CALCIUM ALUMINATES: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE 2014. Avignon, France: 2014b.

FEYS, D.; VERHOEVEN, R.; DE SCHUTTER, G. Fresh self compacting concrete, a shear thickening material. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 7, p. 920–929, jul. 2008.

FORTES, G. M. **Obtenção e caracterização de cimentos sulfobelíticos sintetizados a partir do resíduo de bauxita**. São Carlos, Brasil: Universidade Federal de São Carlos, 2013.

GEORGIN, J. F. et al. Development of self-leveling screed based on calcium sulfoaluminate cement: Modelling of curling due to drying. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, n. 9, p. 769–778, out. 2008.

GIROTTO, L. S.; BARBOSA, M. P.; MACIEL, G. F. Avaliação do comportamento reológico na retração plástica e na fissuração de argamassas de concreto auto-adensável. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 7, n. 1, p. 24–52, fev. 2014.

GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; NEUBAUER, J. **Refined ettringite structure for quantification of hydration in cement pastes**. Alemanha: University of Erlangen-Nuremberg, 2006.

GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; NEUBAUER, J.; SCHWESIG, P. Mineralogical characteristics of Ettringites synthesized from solutions and suspensions. **Cement and Concrete Research**, v. 36, n. 1, p. 65–70, jan. 2006.

GOŁASZEWSKI, J. Influence of cement properties on new generation superplasticizers performance. **Construction and Building Materials**, v. 35, p. 586–596, out. 2012.

GU, P. et al. Early Strength Development and Hydration of Ordinary Portland Cement/Calcium Aluminate Cement Pastes. **Advanced Cement Based Materials**, v. 6, n. 2, p. 53–58, ago. 1997.

GU, P.; FU, Y.; BEAUDOIN, J. J. A study of the hydration and setting behaviour of OPC-HAC pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 24, n. 4, p. 682–694, 1994.

HARTMANN, F. A.; MENGEL, L. C.; PLANK, J. P. Effects of exposure to atmospheric moisture and CO₂ on the performance of a ternary binder system and chemical admixtures in a self-levelling underlayment. **Construction and Building Materials**, v. 350, p. 128911, out. 2022.

HOANG, K.; JUSTNES, H.; GEIKER, M. Early age strength increase of fly ash blended cement by a ternary hardening accelerating admixture. **Cement and Concrete Research**, v. 81, p. 59–69, mar. 2016.

HOLANDA, F. DO C.; SCHMIDT, H.; QUARCIONI, V. A. Influence of phosphorus from phosphogypsum on the initial hydration of Portland cement in the presence of superplasticizers. **Cement and Concrete Composites**, v. 83, p. 384–393, out. 2017.

HOPPE FILHO, J. et al. Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte II): Índice de atividade pozolânica com cimento Portland (IAP), difração de raios-X (DRX) e termogravimetria (TG/DtG). **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 22, n. 3, 10 ago. 2017.

JANG, S.-J. et al. The Effect of Shrinkage-Compensation on the Performance of Strain-Hardening Cement Composite (SHCC). **Sustainability**, v. 11, n. 5, p. 1453, 8 mar. 2019.

JIANG, F.; MAO, Z.; YU, L. Hydration and Expansion Characteristics of MgO Expansive Agent in Mass Concrete. **Materials**, v. 15, n. 22, p. 8028, 14 nov. 2022.

JÚNIOR, E. I. F. **Influência do tipo de cimento Portland no desempenho de pastas e argamassas a partir de medidas calorimétricas: uma contribuição ao estudo de desempenho do concreto**. São Paulo, Brasil: Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT, 2018.

KIGHELMAN, J. **Hydration and structure development of ternary binder system as used in self-levelling compounds**. [s.l.] Swiss Fed. Inst. Technol. Lausanne, 2007.

KOSMATKA, S. H.; WILSON, M. L. The guide to applications, methods, and materials. 2011.

KUDO, E. K.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Avaliação de argamassas colantes por reometria rotacional. **Ambiente Construído**, v. 13, n. 2, p. 125–137, jun. 2013.

KWASNY-ECHTERHAGEN, R.; AMATHIEU, L.; ESTIENNE, F. **Calcium aluminate cement: a polyvalent binder for various applications in the building industry**. Em: INTERNATIONAL CONFERENCE ON DRY MIXES. St Petersburg: 2003.

LAM, N. N. structuration investigation of fast - setting self leveling underlayment based on ettringite binder. 2021.

LEES, J. M.; GRUFFYDD-JONES, B.; BURGOYNE, C. J. Expansive cement couplers. **Construction and Building Materials**, v. 9, n. 6, p. 413–423, dez. 1995.

LI, W. THE PROPERTIES AND HYDRATION OF PORTLAND CEMENT CONTAINING CALCIUM SULFOALUMINATE CEMENT. **Ceramics - Silikaty**, p. 364–373, 17 set. 2018.

LISKA, M.; WILSON, A.; BENSTED, J. Special Cements. Em: **Lea's Chemistry of Cement and Concrete**. [s.l.] Elsevier, 2019. p. 585–640.

LOBO, C.; COHEN, M. D. Pore structure development in type K expansive cement pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 21, n. 2–3, p. 229–241, mar. 1991.

MARIANI, B. B. UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA ESCOLA POLITÉCNICA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL. 2018.

MARTIN, I. Impact of calcium sulfate type and additions on hydration and properties of ettringite-based systems. 2015.

MATSCHKEI, T.; LOTHENBACH, B.; GLASSER, F. P. The AFm phase in Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 2, p. 118–130, fev. 2007.

MIN, D.; MINGSHU, T. Formation and expansion of ettringite crystals. **Cement and Concrete Research**, v. 24, n. 1, p. 119–126, 1994.

MOHAMMED, S.; SAFIULLAH, O. Optimization of the SO₃ content of an Algerian Portland cement: Study on the effect of various amounts of gypsum on cement properties. **Construction and Building Materials**, v. 164, p. 362–370, mar. 2018.

MOTA, R. M. **Avaliação da influência da temperatura de moagem do clínquer e do tempo de armazenamento do cimento no comportamento da falsa pega do cimento portland CPI-S**. Sergipe, Brasil: Universidade Federal de Sergipe, 2019.

NAKAGAWA, K. et al. A study of hydration of amorphous calcium aluminate by selective dissolution analysis. **Cement and Concrete Research**, v. 20, n. 4, p. 655–661, jul. 1990.

NAKAKURA, E. H.; BUCHER, H. R. E. **Pisos autonivelantes: propriedades e instalação**. . Em: II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Bahia, Brasil: 1997.

NEHRING, J. et al. Acceleration of OPC by CAC in binary and ternary systems: The role of pore solution chemistry. **Cement and Concrete Research**, v. 107, p. 264–274, maio 2018.

NISHIKAWA, A. Technology of monolithic refractories. n. 1, p. 57–68, 1984.

OLIVEIRA, F. T. Influência do tipo de filer na resistência à compressão de cimentos LC³. 2018.

ONISHI, K.; BIER, T. A. Investigation into relations among technological properties, hydration kinetics and early age hydration of self-leveling underlayments. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 7, p. 1034–1040, jul. 2010.

OPRAVIL, T. et al. The synthesis and characterization of an expansive admixture for M-type cements I. The influence of free CaO to the formation of ettringite. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 111, n. 1, p. 517–526, jan. 2013.

PALOU, M. et al. Formation and stability of crystallohydrates in the non-equilibrium system during hydration of sab cements. 2005.

PARKER, K. M.; SHARP, J. H. Refractory calcium aluminate cements. n. 81, p. 35–42, 1982.

PENNA FIRME RODRIGUES, P. **Pisos Industriais com Concreto de Retração Compensada**. , 2019.

PÉRA, J.; AMBROISE, J. New applications of calcium sulfoaluminate cement. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 4, p. 671–676, abr. 2004.

PEREIRA, V. M.; CAMARINI, G. Fresh and Hardened Properties of Self-Leveling Mortars with Porcelain and Red Ceramic Wastes. **Advances in Civil Engineering**, v. 2018, p. 1–11, 11 jun. 2018.

PILAR, R.; FERRON, R. D.; REPETTE, W. L. Fresh properties of HPSCC containing SRA and expansive admixtures. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 23, n. 3, 18 out. 2018.

PILEGGI, R. G. e-Mat - Revista de Ciência e Tecnologia de Materiais de Construção. **Anais...**2006.

PURI, A.; VOICU, G.; BADANOIU, A. Expansive Binders in the Portland Cement - Calcium Aluminate Cement - Calcium Sulfate System. **REV. CHIM.**, 2010.

QOKU, E. et al. Impact of sulphate source on the hydration of ternary pastes of Portland cement, calcium aluminate cement and calcium sulphate. **Cement and Concrete Composites**, v. 131, p. 104502, ago. 2022.

QORLLARI, A. et al. **Investigation of ternary binder based systems in terms of Calorimetry, Shrinkage and In-Situ XRD**. 2017 UBT International Conference. **Anais...** Em: UNIVERSITY FOR BUSINESS AND TECHNOLOGY INTERNATIONAL CONFERENCE. Durres, Albania: University for Business and Technology, 29 out. 2017.

REGO, A. **Cimento Aluminoso Vantagens e benefícios na Química da Construção**. . Em: ESPAÇO INOVAÇÃO - ANAPRE. São Paulo, Brasil, 2017.

REGO, A.; ALT, C.; FAVIER, S. **A new generation PCE superplasticizer dedicated to flooring applications**. . Em: SIXTH LATIN AMERICAN DRYMIX MORTAR CONFERENCE. São Paulo, Brazil, 2019.

REGO, A.; EVANGELISTA, P. **Portland cement acceleration with calcium aluminate cement**. , 2016.

REVEST BRASIL. **Aplicação de Primers em Pisos - Revest Brasil**. Disponível em: <<https://www.revestbrasil.com.br/aplicacao-de-primers-em-pisos>>. Acesso em: 20 jan. 2023.

ROJAS, C. M.; CINCOTTO, M. A. Influência da estrutura molecular dos policarboxilatos na hidratação do cimento Portland. **Ambiente Construído**, v. 13, n. 3, p. 267–283, set. 2013.

ROMANO, R. C. DE O. **Incorporação de ar em materiais cimentícios aplicados em construção civil**. Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana—São Paulo: Universidade de São Paulo, 8 mar. 2013.

ROMANO, R. C. DE O.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. **Concreto: Ciência e tecnologia - Propriedades do concreto no estado fresco**. , 2011.

RUBIN, A. P. **Argamassas autonivelantes industriais para contrapiso- análise do desempenho físico-mecânico frente a argamassas dosadas na obra**. Porto Alegre, Brazil: Universidade do Rio Grande do Sul, 2015.

SAKANO, V. K. **Metodologia para aquisição de sinal elétrico e tratamento de dados em reômetros servo controlados**. Mestrado em Engenharia de Construção Civil e Urbana—São Paulo: Universidade de São Paulo, 1 jul. 2016.

SALOMÃO, R.; PANDOLFELLI, V. C. Hidratação e desidratação de óxido de magnésio em concretos refratários. 2008.

SCHAEFER, C. O. Valorização de fonte alternativa de sulfato de cálcio para a produção de argamassas autonivelantes. 2013.

SCHRAMM, G. *A Practical Approach to Rheology and Rheometry*. 1998.

SCRIVENER, K. et al. Advances in understanding cement hydration mechanisms. **Cement and Concrete Research**, v. 124, p. 105823, out. 2019.

SCRIVENER, K. L.; JUILLAND, P.; MONTEIRO, P. J. M. Advances in understanding hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 38–56, dez. 2015.

SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. (EDS.). **A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials**. 0. ed. [s.l.] CRC Press, 2018.

SHAH, P. S. **Recent Advances in concrete technology and application of nanotechnology**. . Em: 50° BRAZILIAN CONCRETE CONGRESS. Bahia, Brasil: 2008.

SKAPA, R. R. **Skapa, “Optimum sulfate content of Portland cement”, Masaryk Un., Brno (2009)**. Tchêquia: Masaryk University, 2009.

SKLIROS, V. et al. **Precipitation of MgCO₃·3H₂O from aqueous solutions: the role of Mg²⁺:CO₃²⁻ concentration ratio, pH and temperature**. . Em: 15° INTERNATIONAL CONGRESS OF THE GEOLOGICAL SOCIETY OF GREECE. Grécia: 2019.

SNELLINGS, R. et al. RILEM TC-238 SCM recommendation on hydration stoppage by solvent exchange for the study of hydrate assemblages. **Materials and Structures**, v. 51, n. 6, p. 172, 13 dez. 2018.

SOUSA RIBEIRO, M. S. Expansive cement blend for use in shrinkage-compensating mortars. **Materials and Structures**, v. 31, n. 6, p. 400–404, jul. 1998.

STABLER, C. et al. **Impact of different calcium sulfate sources on the early hydration of two different grades of calcium aluminate cement**. . Em: CALCIUM ALUMINATES: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE 2014. Avignon, France: 2014.

SUÁREZ, S.; ROCA, X.; GASSO, S. Product-specific life cycle assessment of recycled gypsum as a replacement for natural gypsum in ordinary Portland cement: application to the Spanish context. **Journal of Cleaner Production**, v. 117, p. 150–159, mar. 2016.

SUN, S. B. et al. Effect of Anhydrite on Cement-Based Self-Leveling Mortar. **Applied Mechanics and Materials**, v. 863, p. 59–63, fev. 2017.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2nd ed ed. London: T. Telford, 1997.

TBT COMMITTEE. **ASTM C845 Standard specification for Expansive Hydraulic Cement**. [s.l.] ASTM International, 2018.

TORRÉNS-MARTÍN, D.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L.; BLANCO-VARELA, M. T. Conduction calorimetric studies of ternary binders based on Portland cement, calcium aluminate cement and calcium sulphate. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 114, n. 2, p. 799–807, nov. 2013.

TRAUCHESSEC, R. et al. Hydration of ordinary Portland cement and calcium sulfoaluminate cement blends. **Cement and Concrete Composites**, v. 56, p. 106–114, fev. 2015.

VIECILI, M. J. C.; HASTENPFLUG, D.; GIRARDI, R. Comparativo entre o teste de Vicat e a calorimetria semi-adiabática para determinação do tempo de início e fim de pega em cimentos Portland. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 23, n. 3, 18 out. 2018.

WATANABE, K.; ISHIKAWA, M.; WAKAMATSU, M. Rheology of castables refractories. **Taikabutsu Overseas**, n. 9, p. 41–53, 1989.

WEBB, P. A. Volume and Density Determinations for Particle Technologists. 2001.

XU, L.; WANG, P.; ZHANG, G. Formation of ettringite in Portland cement/calcium aluminate cement/calcium sulfate ternary system hydrates at lower temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 31, p. 347–352, jun. 2012a.

XU, L.; WANG, P.; ZHANG, G. Calorimetric study on the influence of calcium sulfate on the hydration of Portland cement–calcium aluminate cement mixtures. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 110, n. 2, p. 725–731, nov. 2012b.

YANG, Z. et al. Factors Influencing the Hydration, Dimensional Stability, and Strength Development of the OPC-CSA-Anhydrite Ternary System. **Materials**, v. 14, n. 22, p. 7001, 18 nov. 2021.

YOSHINO, R.; HIGUCHI, T.; UDAGAWA, H. **hydration analysis of rapid-hardening mortars with amorphous calcium aluminate additives**. . Em: 12TH INTERNATIONAL CONGRESS ON THE CHEMISTRY OF CEMENT. Montreal, Canada: 2007.

YU, B. et al. Synthesis of Al(OH)₃ Nanostructures from Al(OH)₃ Microagglomerates via Dissolution-Precipitation Route. **Journal of Nanomaterials**, v. 2013, p. 1–6, 2013.

ZHANG, S. et al. Effect of calcium sulfate type and dosage on properties of calcium aluminate cement-based self-leveling mortar. **Construction and Building Materials**, v. 167, p. 253–262, abr. 2018.

ZUNINO, F.; SCRIVENER, K. The reaction between metakaolin and limestone and its effect in porosity refinement and mechanical properties. **Cement and Concrete Research**, v. 140, p. 106307, fev. 2021.

APÊNDICE

Os valores das propriedades das argamassas autonivelantes seguindo ASTM C1708 / C1708M-19 “Métodos de teste para argamassas autonivelantes contendo cimentos hidráulicos” (C09 COMMITTEE, 2019) são exibidos da Tabela 21 a Tabela 40.

Tabela 21 – Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas comerciais A, B, C e D.

Argamassas comerciais	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Diâmetro do flow 6 min (mm)	163	165	154	158
Diâmetro do flow 20 min (mm)	149	163	159	166
Diâmetro do flow 30 min (mm)	148	162	165	163
Tempo de passagem pelo flow cup 6 min (seg)	37	40	67	68
Tempo de passagem pelo flow cup 20 min (seg)	43	48	64	70
Tempo de passagem pelo flow cup 30 min (seg)	46	53	63	69

Tabela 22 – Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas comerciais A, B, C e D.

Argamassas comerciais	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Tempo de trabalhabilidade (min)	45	55	95	80
Tempo de pega inicial (min)	174	164	119	142
Tempo de pega final (min)	204	194	149	192

Tabela 23 – Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas comerciais A, B, C e D.

Argamassas comerciais	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Resistência à compressão 4 horas (MPa)	1,6	1,5	7,9	4,9
Resistência à compressão 24 horas (MPa)	5,0	6,7	15,5	16,8
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	13,2	8,9	27,1	28,1
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	21,2	20,3	30,4	31,6
Desvio padrão - RC 4h (MPa)	0,03	0,02	0,28	0,21
Desvio padrão - RC 24h (MPa)	0,10	0,30	1,60	2,01
Desvio padrão - RC 7d (MPa)	0,33	0,99	0,56	1,95
Desvio padrão - RC 28d (MPa)	1,07	0,70	0,66	1,41
Coeficiente de variação - RC 4h	2,2%	1,3%	3,6%	4,2%
Coeficiente de variação - RC 24h	2,0%	4,4%	10,3%	12,0%
Coeficiente de variação - RC 7d	2,5%	11,1%	2,1%	6,9%
Coeficiente de variação - RC 28d	5,1%	3,4%	2,2%	4,5%
Resistência à tração na flexão 24 horas (MPa)	2,5	2,3	4,0	3,9
Resistência à tração na flexão 28 dias (MPa)	8,5	7,1	10,3	9,5
Desvio padrão - RF 24h (MPa)	0,04	0,04	0,30	0,13
Desvio padrão - RF 28d (MPa)	0,79	0,65	0,59	0,85
Coeficiente de variação - RF 4h	1,5%	1,6%	7,5%	3,4%
Coeficiente de variação - RF 24h	9,3%	9,1%	5,7%	8,9%

Tabela 24 – Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas comerciais A, B, C e D. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas comerciais A, B, C e D. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.

Argamassas Comerciais	Comercial A	Comercial B	Comercial C	Comercial D
Varição dimensional 24h - Walter&Bai (%)	-0,031%	-0,031%	0,439%	0,187%
Ar - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Ar - Variação dimensional 3 dias	-0,025%	-0,003%	-0,019%	-0,056%
Ar - Variação dimensional 7 dias	-0,055%	-0,026%	-0,070%	-0,105%
Ar - Variação dimensional 14 dias	-0,112%	-0,052%	-0,102%	-0,121%
Ar - Variação dimensional 21 dias	-0,138%	-0,068%	-0,122%	-0,125%
Ar - Variação dimensional 28 dias	-0,145%	-0,079%	-0,124%	-0,131%
Ar - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Ar - Desvio padrão - VD 3d	0,005%	0,005%	0,004%	0,003%
Ar - Desvio padrão - VD 7d	0,003%	0,005%	0,005%	0,007%
Ar - Desvio padrão - VD 14d	0,023%	0,000%	0,007%	0,006%
Ar - Desvio padrão - VD 21d	0,029%	0,008%	0,003%	0,008%
Ar - Desvio padrão - VD 28d	0,029%	0,004%	0,005%	0,007%
Ar - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Ar - Coeficiente de variação 3 dias	18,4%	159,1%	20,5%	5,4%
Ar - Coeficiente de variação 7 dias	6,2%	17,7%	6,5%	6,9%
Ar - Coeficiente de variação 14 dias	20,3%	0,5%	7,2%	4,7%
Ar - Coeficiente de variação 21 dias	20,9%	12,0%	2,5%	6,1%
Ar - Coeficiente de variação 28 dias	19,8%	5,0%	4,4%	5,5%
Água - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Água - Variação dimensional 3 dias	0,005%	0,011%	0,006%	0,013%
Água - Variação dimensional 7 dias	0,023%	0,028%	0,017%	0,014%
Água - Variação dimensional 14 dias	0,028%	0,040%	0,025%	0,014%
Água - Variação dimensional 21 dias	0,036%	0,041%	0,025%	0,013%
Água - Variação dimensional 28 dias	0,036%	0,040%	0,025%	0,012%
Água - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Água - Desvio padrão - VD 3d	0,005%	0,001%	0,003%	0,004%
Água - Desvio padrão - VD 7d	0,003%	0,001%	0,003%	0,002%
Água - Desvio padrão - VD 14d	0,004%	0,003%	0,005%	0,007%
Água - Desvio padrão - VD 21d	0,002%	0,006%	0,003%	0,006%
Água - Desvio padrão - VD 28d	0,002%	0,007%	0,000%	0,007%
Água - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Água - Coeficiente de variação 3 dias	93,5%	5,1%	55,5%	28,6%
Água - Coeficiente de variação 7 dias	14,3%	2,0%	18,5%	15,1%
Água - Coeficiente de variação 14 dias	15,1%	7,7%	19,0%	49,4%
Água - Coeficiente de variação 21 dias	5,0%	15,3%	10,5%	46,6%
Água - Coeficiente de variação 28 dias	6,5%	17,6%	1,9%	61,3%

Tabela 25 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - A	PA_0% (CAC+CaSO4)	PA_20% (CAC+CaSO4)	PA_25% (CAC+CaSO4)	PA_30% (CAC+CaSO4)
Diâmetro do flow 6 min (mm)	172	163	159	159
Diâmetro do flow 20 min (mm)	167	164	154	160
Diâmetro do flow 30 min (mm)	160	155	156	150
Tempo de passagem pelo flow cup 6 min (seg)	42	33	33	33
Tempo de passagem pelo flow cup 20 min (seg)	44	39	41	45
Tempo de passagem pelo flow cup 30 min (seg)	43	43	47	55

Tabela 26 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - A	PA_0% (CAC+CaSO4)	PA_20% (CAC+CaSO4)	PA_25% (CAC+CaSO4)	PA_30% (CAC+CaSO4)
Tempo de trabalhabilidade (min)	100	80	50	35
Tempo de pega inicial (min)	1552	240	173	118
Tempo de pega final (min)	1692	325	208	163

Tabela 27 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - A	PA_0% (CAC+CaSO4)	PA_20% (CAC+CaSO4)	PA_25% (CAC+CaSO4)	PA_30% (CAC+CaSO4)
Resistência à compressão 4 horas (MPa)	0,0	0,3	3,3	4,3
Resistência à compressão 24 horas (MPa)	2,4	6,5	9,5	12,4
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	26,7	26,4	27,8	27,0
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	36,1	35,4	37,1	36,0
Desvio padrão - RC 4h (MPa)	0,00	0,04	0,24	0,13
Desvio padrão - RC 24h (MPa)	0,30	0,20	0,31	0,71
Desvio padrão - RC 7d (MPa)	3,63	1,34	0,57	1,96
Desvio padrão - RC 28d (MPa)	3,80	1,55	0,75	0,88
Coefficiente de variação - RC 4h	-	10,7%	7,3%	2,9%
Coefficiente de variação - RC 24h	12,9%	3,1%	3,3%	5,7%
Coefficiente de variação - RC 7d	13,6%	5,1%	2,1%	7,3%
Coefficiente de variação - RC 28d	10,5%	4,4%	2,0%	2,4%
Resistência à tração na flexão 24 horas (MPa)	0,4	2,5	3,2	3,5
Resistência à tração na flexão 28 dias (MPa)	10,3	8,7	9,5	10,3
Desvio padrão - RF 24h (MPa)	0,04	0,18	0,24	0,19
Desvio padrão - RF 28d (MPa)	0,07	0,76	2,00	0,89
Coefficiente de variação - RF 4h	8,8%	7,2%	7,5%	5,3%
Coefficiente de variação - RF 24h	0,7%	8,8%	21,0%	8,6%

Tabela 28 – Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PA e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.

Argamassas com CP V ARI - A	PA_0% (CAC+CaSO4)	PA_20% (CAC+CaSO4)	PA_25% (CAC+CaSO4)	PA_30% (CAC+CaSO4)
Varição dimensional 24h - Walter&Bai	-0,087%	-0,004%	0,018%	0,003%
Ar - Varição dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Ar - Varição dimensional 3 dias	-0,021%	-0,019%	-0,009%	-0,015%
Ar - Varição dimensional 7 dias	-0,086%	-0,035%	-0,033%	-0,025%
Ar - Varição dimensional 14 dias	-0,104%	-0,070%	-0,049%	-0,076%
Ar - Varição dimensional 21 dias	-0,124%	-0,127%	-0,099%	-0,103%
Ar - Varição dimensional 28 dias	-0,135%	-0,161%	-0,116%	-0,119%
Ar - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Ar - Desvio padrão - VD 3d	0,001%	0,006%	0,005%	0,006%
Ar - Desvio padrão - VD 7d	0,007%	0,003%	0,014%	0,005%
Ar - Desvio padrão - VD 14d	0,009%	0,011%	0,008%	0,014%
Ar - Desvio padrão - VD 21d	0,005%	0,023%	0,007%	0,012%
Ar - Desvio padrão - VD 28d	0,010%	0,027%	0,013%	0,012%
Ar - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Ar - Coeficiente de variação 3 dias	6,8%	33,0%	53,8%	37,1%
Ar - Coeficiente de variação 7 dias	8,5%	9,6%	41,1%	22,0%
Ar - Coeficiente de variação 14 dias	8,5%	16,2%	17,0%	18,9%
Ar - Coeficiente de variação 21 dias	4,1%	17,8%	6,6%	12,0%
Ar - Coeficiente de variação 28 dias	7,4%	16,7%	11,3%	10,0%
Água - Varição dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Água - Varição dimensional 3 dias	0,034%	0,031%	0,007%	0,004%
Água - Varição dimensional 7 dias	0,041%	0,037%	0,029%	0,031%
Água - Varição dimensional 14 dias	0,044%	0,042%	0,035%	0,041%
Água - Varição dimensional 21 dias	0,039%	0,043%	0,037%	0,051%
Água - Varição dimensional 28 dias	0,042%	0,043%	0,044%	0,058%
Água - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Água - Desvio padrão - VD 3d	0,009%	0,008%	0,007%	0,011%
Água - Desvio padrão - VD 7d	0,012%	0,005%	0,005%	0,007%
Água - Desvio padrão - VD 14d	0,011%	0,008%	0,003%	0,005%
Água - Desvio padrão - VD 21d	0,012%	0,014%	0,002%	0,002%
Água - Desvio padrão - VD 28d	0,010%	0,010%	0,003%	0,004%
Água - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Água - Coeficiente de variação 3 dias	25,7%	26,9%	96,9%	297,8%
Água - Coeficiente de variação 7 dias	29,0%	13,6%	17,5%	21,0%
Água - Coeficiente de variação 14 dias	23,9%	18,8%	9,7%	11,7%
Água - Coeficiente de variação 21 dias	30,7%	33,1%	4,1%	3,6%
Água - Coeficiente de variação 28 dias	24,4%	23,2%	7,0%	7,3%

Tabela 29 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - D	PD_0% (CAC+CaSO4)	PD_20% (CAC+CaSO4)	PD_25% (CAC+CaSO4)	PD_30% (CAC+CaSO4)
Diâmetro do flow 6 min (mm)	156	168	169	158
Diâmetro do flow 20 min (mm)	163	157	159	120
Diâmetro do flow 30 min (mm)	160	136	132	71
Tempo de passagem pelo flow cup 6 min (seg)	27	34	36	34
Tempo de passagem pelo flow cup 20 min (seg)	30	52	49	85
Tempo de passagem pelo flow cup 30 min (seg)	32	88	74	200

Tabela 30 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - D	PD_0% (CAC+CaSO4)	PD_20% (CAC+CaSO4)	PD_25% (CAC+CaSO4)	PD_30% (CAC+CaSO4)
Tempo de trabalhabilidade (min)	100	25	30	15
Tempo de pega inicial (min)	1447	78	78	53
Tempo de pega final (min)	1527	113	108	77

Tabela 31 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - D	PD_0% (CAC+CaSO4)	PD_20% (CAC+CaSO4)	PD_25% (CAC+CaSO4)	PD_30% (CAC+CaSO4)
Resistência à compressão 4 horas (MPa)	0,0	4,42	4,97	4,43
Resistência à compressão 24 horas (MPa)	0,4	8,7	7,2	8,8
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	35,9	27,5	21,9	15,4
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	42,9	36,7	33,4	22,7
Desvio padrão - RC 4h (MPa)	0,00	0,26	0,10	0,52
Desvio padrão - RC 24h (MPa)	0,01	0,54	0,36	0,52
Desvio padrão - RC 7d (MPa)	2,00	0,23	1,76	1,12
Desvio padrão - RC 28d (MPa)	3,20	4,35	5,62	2,56
Coeficiente de variação - RC 4h	-	5,8%	2,0%	11,7%
Coeficiente de variação - RC 24h	2,6%	6,3%	5,0%	5,9%
Coeficiente de variação - RC 7d	5,6%	0,8%	8,0%	7,2%
Coeficiente de variação - RC 28d	7,5%	11,8%	16,8%	11,3%
Resistência à tração na flexão 24 horas (MPa)	0,1	2,6	2,5	2,5
Resistência à tração na flexão 28 dias (MPa)	9,3	11,8	7,9	6,6
Desvio padrão - RF 24h (MPa)	0,01	0,34	0,19	0,13
Desvio padrão - RF 28d (MPa)	3,20	1,00	0,29	1,20
Coeficiente de variação - RF 4h	9,1%	12,9%	7,6%	5,2%
Coeficiente de variação - RF 24h	34,3%	8,5%	3,7%	18,2%

Tabela 32 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PD e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.

Argamassas com CP V ARI - D	PD_0% (CAC+CaSO4)	PD_20% (CAC+CaSO4)	PD_25% (CAC+CaSO4)	PD_30% (CAC+CaSO4)
Variação dimensional 24h - Walter&Bai	-0,100%	-0,008%	0,005%	0,006%
Ar - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Ar - Variação dimensional 3 dias	-0,034%	-0,036%	-0,017%	-0,015%
Ar - Variação dimensional 7 dias	-0,080%	-0,091%	-0,043%	-0,024%
Ar - Variação dimensional 14 dias	-0,109%	-0,132%	-0,083%	-0,058%
Ar - Variação dimensional 21 dias	-0,120%	-0,170%	-0,117%	-0,093%
Ar - Variação dimensional 28 dias	-0,134%	-0,194%	-0,138%	-0,099%
Ar - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Ar - Desvio padrão - VD 3d	0,002%	0,006%	0,004%	0,001%
Ar - Desvio padrão - VD 7d	0,002%	0,018%	0,004%	0,002%
Ar - Desvio padrão - VD 14d	0,003%	0,012%	0,013%	0,010%
Ar - Desvio padrão - VD 21d	0,000%	0,025%	0,024%	0,018%
Ar - Desvio padrão - VD 28d	0,005%	0,034%	0,031%	0,013%
Ar - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Ar - Coeficiente de variação 3 dias	7,1%	16,4%	23,8%	7,4%
Ar - Coeficiente de variação 7 dias	2,5%	19,7%	9,9%	7,1%
Ar - Coeficiente de variação 14 dias	3,1%	8,9%	15,8%	17,6%
Ar - Coeficiente de variação 21 dias	0,3%	14,9%	20,9%	18,9%
Ar - Coeficiente de variação 28 dias	3,5%	17,5%	22,1%	13,4%
Água - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%	0%
Água - Variação dimensional 3 dias	0,017%	0,013%	-0,001%	0,005%
Água - Variação dimensional 7 dias	0,024%	0,028%	0,001%	0,002%
Água - Variação dimensional 14 dias	0,025%	0,037%	0,005%	-0,001%
Água - Variação dimensional 21 dias	0,028%	0,046%	0,013%	0,005%
Água - Variação dimensional 28 dias	0,058%	0,053%	0,015%	0,009%
Água - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-	-
Água - Desvio padrão - VD 3d	0,008%	0,001%	0,007%	0,003%
Água - Desvio padrão - VD 7d	0,009%	0,004%	0,007%	0,005%
Água - Desvio padrão - VD 14d	0,009%	0,001%	0,006%	0,005%
Água - Desvio padrão - VD 21d	0,009%	0,004%	0,006%	0,003%
Água - Desvio padrão - VD 28d	0,008%	0,001%	0,006%	0,005%
Água - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-	-
Água - Coeficiente de variação 3 dias	50,3%	9,5%	1090,5%	67,1%
Água - Coeficiente de variação 7 dias	35,7%	13,3%	506,1%	219,7%
Água - Coeficiente de variação 14 dias	35,7%	1,7%	125,5%	425,6%
Água - Coeficiente de variação 21 dias	30,4%	8,1%	42,0%	71,2%
Água - Coeficiente de variação 28 dias	13,6%	1,8%	38,7%	52,4%

Tabela 33 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - B	PB_20% (CAC+CaSO4)	PB_25% (CAC+CaSO4)	PB_30% (CAC+CaSO4)
Diâmetro do flow 6 min (mm)	170	163	158
Diâmetro do flow 20 min (mm)	148	132	125
Diâmetro do flow 30 min (mm)	130	119	98
Tempo de passagem pelo flow cup 6 min (seg)	35	32	36
Tempo de passagem pelo flow cup 20 min (seg)	60	59	76
Tempo de passagem pelo flow cup 30 min (seg)	90	91	180

Tabela 34 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - B	PB_20% (CAC+CaSO4)	PB_25% (CAC+CaSO4)	PB_30% (CAC+CaSO4)
Tempo de trabalhabilidade (min)	30	25	20
Tempo de pega inicial (min)	146	95	77
Tempo de pega final (min)	166	130	102

Tabela 35 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - B	PB_20% (CAC+CaSO4)	PB_25% (CAC+CaSO4)	PB_30% (CAC+CaSO4)
Resistência à compressão 4 horas (MPa)	1,9	6,0	7,8
Resistência à compressão 24 horas (MPa)	6,7	11,8	13,2
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	23,4	25,4	23,8
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	27,7	32,4	30,2
Desvio padrão - RC 4h (MPa)	0,20	0,34	0,38
Desvio padrão - RC 24h (MPa)	1,20	0,78	1,63
Desvio padrão - RC 7d (MPa)	0,68	1,60	1,33
Desvio padrão - RC 28d (MPa)	1,26	1,02	3,14
Coeficiente de variação - RC 4h	10,6%	5,7%	4,8%
Coeficiente de variação - RC 24h	17,8%	6,6%	12,4%
Coeficiente de variação - RC 7d	2,9%	6,3%	5,6%
Coeficiente de variação - RC 28d	4,5%	3,2%	10,4%
Resistência à tração na flexão 24 horas (MPa)	2,5	3,7	3,5
Resistência à tração na flexão 28 dias (MPa)	7,2	9,5	7,7
Desvio padrão - RF 24h (MPa)	0,21	0,02	0,37
Desvio padrão - RF 28d (MPa)	0,86	1,48	0,53
Coeficiente de variação - RF 4h	8,4%	0,6%	10,5%
Coeficiente de variação - RF 24h	12,0%	15,5%	6,9%

Tabela 36 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PB e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.

Argamassas com CP V ARI - B	PB_20% (CAC+CaSO4)	PB_25% (CAC+CaSO4)	PB_30% (CAC+CaSO4)
Varição dimensional 24h - Walter&Bai	-0,007%	-0,013%	-0,018%
Ar - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%
Ar - Variação dimensional 3 dias	-0,018%	-0,024%	-0,020%
Ar - Variação dimensional 7 dias	-0,113%	-0,072%	-0,064%
Ar - Variação dimensional 14 dias	-0,172%	-0,140%	-0,122%
Ar - Variação dimensional 21 dias	-0,198%	-0,207%	-0,180%
Ar - Variação dimensional 28 dias	-0,228%	-0,273%	-0,221%
Ar - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-
Ar - Desvio padrão - VD 3d	0,005%	0,002%	0,007%
Ar - Desvio padrão - VD 7d	0,008%	0,014%	0,015%
Ar - Desvio padrão - VD 14d	0,005%	0,018%	0,014%
Ar - Desvio padrão - VD 21d	0,005%	0,025%	0,027%
Ar - Desvio padrão - VD 28d	0,014%	0,041%	0,035%
Ar - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-
Ar - Coeficiente de variação 3 dias	25,0%	7,9%	37,2%
Ar - Coeficiente de variação 7 dias	6,9%	19,1%	23,8%
Ar - Coeficiente de variação 14 dias	2,7%	13,2%	11,7%
Ar - Coeficiente de variação 21 dias	2,5%	11,9%	15,0%
Ar - Coeficiente de variação 28 dias	6,2%	14,9%	15,7%
Água - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%
Água - Variação dimensional 3 dias	0,022%	0,026%	0,027%
Água - Variação dimensional 7 dias	0,043%	0,049%	0,062%
Água - Variação dimensional 14 dias	0,048%	0,061%	0,073%
Água - Variação dimensional 21 dias	0,054%	0,066%	0,083%
Água - Variação dimensional 28 dias	0,056%	0,071%	0,090%
Água - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-
Água - Desvio padrão - VD 3d	0,002%	0,006%	0,003%
Água - Desvio padrão - VD 7d	0,002%	0,004%	0,002%
Água - Desvio padrão - VD 14d	0,003%	0,003%	0,004%
Água - Desvio padrão - VD 21d	0,001%	0,003%	0,007%
Água - Desvio padrão - VD 28d	0,003%	0,001%	0,004%
Água - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-
Água - Coeficiente de variação 3 dias	8,5%	23,4%	10,9%
Água - Coeficiente de variação 7 dias	4,3%	7,4%	2,8%
Água - Coeficiente de variação 14 dias	6,6%	5,3%	5,0%
Água - Coeficiente de variação 21 dias	2,0%	4,4%	9,0%
Água - Coeficiente de variação 28 dias	6,2%	0,9%	4,1%

Tabela 37 - Diâmetro do flow e tempo de passagem pelo flow cup 6, 20 e 30 min das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - C	PC_20% (CAC+CaSO4)	PC_25% (CAC+CaSO4)	PC_30% (CAC+CaSO4)
Diâmetro do flow 6 min (mm)	158	159	167
Diâmetro do flow 20 min (mm)	129	134	140
Diâmetro do flow 30 min (mm)	116	116	115
Tempo de passagem pelo flow cup 6 min (seg)	33	33	33
Tempo de passagem pelo flow cup 20 min (seg)	68	65	73
Tempo de passagem pelo flow cup 30 min (seg)	111	121	126

Tabela 38 - Tempo de trabalhabilidade, pega inicial e final das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - C	PC_20% (CAC+CaSO4)	PC_25% (CAC+CaSO4)	PC_30% (CAC+CaSO4)
Tempo de trabalhabilidade (min)	20	20	20
Tempo de pega inicial (min)	108	99	77
Tempo de pega final (min)	143	134	107

Tabela 39 - Resistência à compressão 4h, 24h, 7d e 28d e resistência à tração na flexão 24h e 28d com desvio padrão das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 20%, 25% e 30%.

Argamassas com CP V ARI - C	PC_20% (CAC+CaSO4)	PC_25% (CAC+CaSO4)	PC_30% (CAC+CaSO4)
Resistência à compressão 4 horas (MPa)	4,5	5,8	7,5
Resistência à compressão 24 horas (MPa)	11,0	11,3	15,2
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	28,4	27,6	27,5
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	34,8	33,5	33,5
Desvio padrão - RC 4h (MPa)	0,10	0,94	0,10
Desvio padrão - RC 24h (MPa)	0,43	0,38	0,42
Desvio padrão - RC 7d (MPa)	0,83	3,17	1,04
Desvio padrão - RC 28d (MPa)	1,41	2,62	2,80
Coeficiente de variação - RC 4h	2,2%	16,3%	1,4%
Coeficiente de variação - RC 24h	3,9%	3,4%	2,8%
Coeficiente de variação - RC 7d	2,9%	11,5%	3,8%
Coeficiente de variação - RC 28d	4,0%	7,8%	8,3%
Resistência à tração na flexão 24 horas (MPa)	3,8	3,9	3,5
Resistência à tração na flexão 28 dias (MPa)	9,9	11,5	11,4
Desvio padrão - RF 24h (MPa)	0,24	0,20	0,37
Desvio padrão - RF 28d (MPa)	0,15	0,32	1,18
Coeficiente de variação - RF 4h	6,4%	5,1%	10,5%
Coeficiente de variação - RF 24h	1,5%	2,8%	10,4%

Tabela 40 - Valor de variação dimensional obtido no equipamento Walter & Bai em 24h das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Dados de variação dimensional nas idades 24h, 3d, 7d, 14d, 21d e 28d obtidos utilizando barras 25x25x285mm quando mantidas ao ar (Ar) e submersas em água (Água) das argamassas com cimento PC e teores de substituição do Portland CAC+CaSO4 0%, 20%, 25% e 30%. Os respectivos desvios padrão e coeficientes de variação também são demonstrados. (*) A variação dimensional 24h é 0% pois as outras idades variam a dimensão em relação a este primeiro valor medido.

Argamassas com CP V ARI - C	PC_20% (CAC+CaSO4)	PC_25% (CAC+CaSO4)	PC_30% (CAC+CaSO4)
Varição dimensional 24h - Walter&Bai	0,078%	0,034%	-0,008%
Ar - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%
Ar - Variação dimensional 3 dias	-0,021%	-0,025%	-0,007%
Ar - Variação dimensional 7 dias	-0,071%	-0,045%	-0,027%
Ar - Variação dimensional 14 dias	-0,107%	-0,084%	-0,063%
Ar - Variação dimensional 21 dias	-0,162%	-0,130%	-0,090%
Ar - Variação dimensional 28 dias	-0,195%	-0,164%	-0,095%
Ar - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-
Ar - Desvio padrão - VD 3d	0,003%	0,003%	0,003%
Ar - Desvio padrão - VD 7d	0,009%	0,009%	0,004%
Ar - Desvio padrão - VD 14d	0,007%	0,011%	0,009%
Ar - Desvio padrão - VD 21d	0,016%	0,012%	0,011%
Ar - Desvio padrão - VD 28d	0,019%	0,012%	0,012%
Ar - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-
Ar - Coeficiente de variação 3 dias	15,4%	11,9%	41,7%
Ar - Coeficiente de variação 7 dias	12,0%	20,3%	14,8%
Ar - Coeficiente de variação 14 dias	6,1%	13,1%	13,6%
Ar - Coeficiente de variação 21 dias	9,8%	9,1%	11,9%
Ar - Coeficiente de variação 28 dias	9,6%	7,4%	12,6%
Água - Variação dimensional 24 horas*	0%	0%	0%
Água - Variação dimensional 3 dias	0,032%	0,040%	0,004%
Água - Variação dimensional 7 dias	0,042%	0,051%	0,025%
Água - Variação dimensional 14 dias	0,053%	0,068%	0,051%
Água - Variação dimensional 21 dias	0,055%	0,074%	0,073%
Água - Variação dimensional 28 dias	0,064%	0,085%	0,073%
Água - Desvio padrão - VD 24h	-	-	-
Água - Desvio padrão - VD 3d	0,003%	0,007%	0,008%
Água - Desvio padrão - VD 7d	0,002%	0,008%	0,007%
Água - Desvio padrão - VD 14d	0,001%	0,006%	0,005%
Água - Desvio padrão - VD 21d	0,003%	0,007%	0,009%
Água - Desvio padrão - VD 28d	0,003%	0,005%	0,002%
Água - Coeficiente de variação 24 horas	-	-	-
Água - Coeficiente de variação 3 dias	9,3%	17,8%	218,6%
Água - Coeficiente de variação 7 dias	5,8%	16,4%	28,9%
Água - Coeficiente de variação 14 dias	1,6%	8,7%	9,5%
Água - Coeficiente de variação 21 dias	5,9%	9,5%	11,9%
Água - Coeficiente de variação 28 dias	4,1%	6,4%	3,1%