

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

MAYARA SANTOS LOUREIRO

**INFLUÊNCIA DA ESCÓRIA DE ACIARIA LD EM ARGAMASSAS DE
ALTO DESEMPENHO**

VITÓRIA – ES

2023

MAYARA SANTOS LOUREIRO

**INFLUÊNCIA DA ESCÓRIA DE ACIARIA LD EM ARGAMASSAS DE
ALTO DESEMPENHO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Espírito Santo como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Pilar

Coorientador: Prof. Dr. Paulo Ricardo de Matos

VITÓRIA – ES

2023

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de
Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

L892i Loureiro, Mayara Santos, 1993-
Influência da escória de aciaria LD em argamassas de alto
desempenho / Mayara Santos Loureiro. - 2023.
115 f. : il.

Orientador: Ronaldo Pilar.
Coorientador: Paulo Ricardo de Matos.
Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade
Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Cimento Portland. 2. Escória (Metalurgia). 3. Argamassa.
I. Pilar, Ronaldo. II. Matos, Paulo Ricardo de. III. Universidade
Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. IV. Título.

CDU: 624

MAYARA SANTOS LOUREIRO

**INFLUÊNCIA DA ESCÓRIA DE ACIARIA LD EM ARGAMASSAS DE
ALTO DESEMPENHO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Espírito Santo como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Ronaldo Pilar

Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Prof. Dr. Paulo Ricardo de Matos

Universidade Federal de Santa Maria
Coorientador

Prof. Dr. Patrício José Moreira Pires

Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador interno

Profa. Dra. Georgia Serafim Araújo

Instituto Federal do Espírito Santo
Examinador externo

Prof. Dr. Ricardo André Fiorotti Peixoto

Universidade Federal de Ouro Preto
Examinador externo

Prof. Dr. César Augusto Casagrande

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Examinador externo

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me permitir ter a oportunidade desta conquista e por ser o meu suporte nos momentos de dificuldades.

Sou grata ao Prof^o Dr^o Ronaldo Pilar pela orientação ao longo de todo este período. Agradeço pela confiança e incentivo no desenvolvimento da pesquisa e, principalmente, pelo conhecimento compartilhado, de forma a contribuir com o meu crescimento pessoal e profissional.

Ao Prof^o Dr^o Paulo Ricardo de Matos pela constante disponibilidade na coorientação. Seu auxílio foi fundamental nesta pesquisa.

Aos professores do PPGEC, pelos ensinamentos.

Aos colegas de mestrado e todos os técnicos do LEMAC (UFES), onde grande parte dos ensaios foram realizados, pela ajuda prestada.

À toda a equipe da DMEE/SI/UFES pela parceria no dia a dia de trabalho.

Ao Nanotec (UFSC), representado pelo Prof. Dr. Lucas Onghero, pelo desenvolvimento dos ensaios de calorimetria.

Ao LINCE (UFRGS), representado pela Profa. Ana Paula Kirchheim e José da Silva Andrade Neto, pelo suporte nas análises termogravimétricas. E ao Lacer (UFRGS), Prof. Carlos Bergmann, pelo DRX.

À empresa Mizu pela doação do clínquer e da gipsita utilizados na produção do cimento empregado no estudo.

À empresa Arcelor Mittal Tubarão, representada pelo Diego Corrêa Magalhães, pelo fornecimento da escória de aciaria LD, pela realização da análise de FRX do resíduo e por todo apoio à pesquisa.

À toda minha família, em especial, à minha mãe e ao meu esposo, que nunca mediram esforços na busca do meu crescimento.

RESUMO

A escória de aciaria produzida nos fornos a oxigênio Lins Donawitz (escória de aciaria LD) é o principal coproduto da conversão do ferro gusa em aço, atingindo a marca de geração da aproximadamente 4,24 milhões de toneladas ao ano no Brasil. Por apresentar a característica de expansibilidade, o emprego desse resíduo como material de construção é limitado, contribuindo para a formação de um passivo ambiental. Por outro lado, há uma extensa demanda por materiais cimentícios pela indústria da construção civil, dos quais sabe-se que, durante seu processo de hidratação, são acometidos pela retração autógena, fenômeno potencializado em materiais com baixa relação água/aglomerante, como é o caso de concretos e argamassas de alto desempenho. Dessa forma, neste trabalho foi investigada a viabilidade técnica da utilização da escória de aciaria LD, como um substituto parcial ao cimento Portland na produção de argamassas de alto desempenho, com a finalidade de aprimorar as propriedades, especialmente no estado endurecido. Para tanto, foi desenvolvido um programa experimental onde foram dosadas amostras contendo teores de 5% e 10% de escória LD, além de duas relações a/ag (0,40 e 0,30). Foram avaliadas as propriedades de consistência, cinética das reações de hidratação, porosidade, resistência mecânica e variação dimensional dos compostos. Ao final do estudo, pôde-se identificar que o emprego da escória de aciaria LD como material cimentício suplementar promoveu uma ligeira redução na consistência das misturas (até 8% de redução no espalhamento) e o aumento da porosidade. Adicionalmente, a escória LD promoveu um pequeno prolongamento no período de indução em relação às amostras de referência, porém a diferença entre o calor total liberado pelas amostras não foi significativa. Com base nos resultados de resistência à compressão e análises termogravimétricas, observou-se que os valores foram equivalentes entre as argamassas de referência e aquelas contendo escória LD, nas primeiras idades. Com o avanço da hidratação identificou-se um maior ganho de resistência nas amostras contendo escória LD, estas podendo superar os valores de misturas que não empregam o resíduo. Na análise da variação dimensional, não foram verificadas alterações significativas nos resultados do desenvolvimento da retração autógena e não foi identificado uma ação expansiva da argamassa contendo escória de aciaria LD durante os 7 primeiros dias de hidratação. De posse dos resultados e análises realizadas, constata-se que o emprego da escória LD em substituição parcial ao clínquer Portland (em teores de até 10%) mostrou-se uma alternativa viável tecnicamente.

Palavras-chaves: Argamassa de alto desempenho; Escória de aciaria LD; Consistência; Hidratação; Retração autógena; Resistência à compressão.

ABSTRACT

The steel slag produced in the Lins Donawitz oxygen furnaces (BOF slag) is the main co-product of the process pig iron conversion into steel, reaching the generation mark of approximately 4.24 million tons per year in Brazil. Due it has expandability feature, the use of this waste product as a building material is limited, contributing to the formation of an environmental liability. On the other hand, there is an extensive demand for cementitious materials by the construction industry, of which it is known that, during their hydration process, they are affected by autogenous shrinkage. This is a phenomenon enhanced in materials with a low water/binder ratio, such as case of high-performance concretes and mortars. Therefore, this work investigated the technical feasibility of using BOF slag as a partial substitute for Portland cement in the production of high-performance mortars, in order to improve the properties, especially in the hardened state. For this purpose, an experimental program was developed where samples containing 5% and 10% of BOF slag and two w/b ratios (0.40 and 0.30) were dosed. The properties of consistency, kinetics of hydration reactions, porosity, mechanical resistance and dimensional variation of the compounds were evaluated. At the end of the study, it was possible to identify that the use of BOF slag as a supplementary cementitious material promoted a slight reduction in the consistency of the mixtures (up to 8% reduction in spreading) and an increased in porosity. Additionally, the BOF slag promoted a small extension in the induction period compared to the reference samples. However, the difference between the total heat released by the samples was not significant. Based on the compressive strength results and thermogravimetric analyses, it was observed that the values were equivalent between the reference mortars and those containing BOF slag, at the first ages. With the advancement of hydration, a greater gain in resistance was identified in the samples containing BOF slag, which could exceed the values of mixtures that do not use the residue. In the analysis of the dimensional variation, no significant alterations were verified in the results of the development of the autogenous shrinkage, furthermore an expansive action of the mortar containing BOF slag was not identified during the first 7 days of hydration. To sum up, with the results and analyzes carried out, it appears that the use of BOF slag in partial replacement of Portland clinker (in contents of up to 10%) proved to be a technically feasibility alternative.

Keywords: High-performance mortar; BOF slag; Consistency; Hydration; Autogenous shrinkage; Mechanical resistance.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Esquema representativo de um forno com conversor a oxigênio | 23 |
| Figura 2 - Resistência mecânica de concretos com escória LD: (a) a/c 0,5; (b) a/c 0,35 | 30 |
| Figura 3 – Comparativo entre a retração e expansão de um concreto normal e um concreto expansivo. | 35 |
| Figura 4 - Fluxograma do programa experimental | 37 |
| Figura 5 - Clínquer em estado bruto: (a) clínquer ensacado e armazenado; (b) amostra de clínquer pelotizado. | 43 |
| Figura 6 – Equipamentos utilizados na moagem do clínquer: (a) moinho de mandíbula; (b) moinho de bolas. | 43 |
| Figura 7 - Gráfico do Blaine em relação ao tempo de moagem do clínquer | 44 |
| Figura 8 - Clínquer homogeneizado | 45 |
| Figura 9 - Difratoograma do clínquer utilizado..... | 46 |
| Figura 10 – Equipamentos utilizados na moagem da gipsita: (a) moinho de martelo; (b) moinho de mandíbula; (c) moinho de argola..... | 48 |
| Figura 11 - Difratoograma da gipsita utilizada | 48 |
| Figura 12 - Sacos de escória fornecidos pela Arcelor Mittal na fração 0-19 mm | 49 |
| Figura 13 - Início do processo de moagem da escória LD: (a) resíduo no estado bruto para peneiramento na #4; (b) resíduo passante na #4 para moagem. ... | 50 |
| Figura 14 – Etapas da operação de moagem e armazenamento a escória LD: (a) Escória LD sendo removida do moinho do bolas após moagem; (b) Armazenamento da escória LD moída em sacos com sílica gel | 51 |
| Figura 15 - Ensaio de massa específica da escória de aciaria LD | 51 |
| Figura 16 - Gráfico do Blaine em relação ao tempo de moagem da escória LD | 52 |
| Figura 17 - Difratoograma da escória de aciaria LD utilizada..... | 54 |
| Figura 18 - Estrutura microscópica da escória de aciaria LD por MEV: (a1) x 100; (a2) x 500; (a3) x 1.000; (a4) x 2.000. | 55 |
| Figura 19 - Difratoograma do fíler calcário utilizado | 56 |
| Figura 20 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras de referência | 61 |

| | |
|---|----|
| Figura 21 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras com escória LD | 61 |
| Figura 22 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras com fíler calcário | 61 |
| Figura 23 - Aparato utilizado para avaliar a fluidez das argamassas: mini slump flow (mm)..... | 63 |
| Figura 24 - Representação esquemática da curva de fluxo de calor em função do tempo e critérios para determinação das variáveis | 64 |
| Figura 25 - Corpos de prova para ensaio de resistência à compressão: (a) molde cilíndrico de 5 x 10 cm; (b) corpos de prova moldados e cobertos para cura inicial; (c) desmoldagem dos cp's após 24 horas; (d) cura úmida dos cp's até a data de rompimento. | 65 |
| Figura 26 - Rompimento dos corpos de prova | 66 |
| Figura 27 - Bancada de retração: (a) moldagem de três compartimentos da bancada com argamassa autoadensável; (b) transdutores de medição da marca Gefran utilizados para medição de deslocamento..... | 67 |
| Figura 28 - Finalização do processo de moldagem da bancada de retração ... | 68 |
| Figura 29 - Misturador de alta energia para pastas..... | 70 |
| Figura 30 - Preparação das pastas para estabilização: (a) moldagem das pastas; (b) recipientes vedados nas primeiras 24h; (c) desmoldagem e colocação em recipientes maiores; (d) acondicionamento em solução de água e cal até a idade do estudo..... | 71 |
| Figura 31 - Procedimento de estabilização de hidratação: (a) cp após desmoldagem; (b) almofariz utilizado para moagem; (c) 3g de material para procedimento; (d) material imerso em álcool isopropílico; (e) funil de Buchner; (f) secagem da amostra em estufa. | 72 |
| Figura 32- Fluxo de calor da pasta contendo apenas clínquer e demais pastas contendo clínquer e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa) | 74 |
| Figura 33 - Fluxo de calor da pasta contendo apenas clínquer e LD e demais pastas contendo clínquer, escória LD e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)..... | 74 |
| Figura 34 - Curva típica de fluxo de calor de cimento | 75 |
| Figura 35 - Calor liberado da pasta contendo apenas clínquer e demais pastas contendo clínquer e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa) | 76 |

| | |
|--|-----|
| Figura 36 - Calor liberado da pasta contendo apenas clínquer e LD e demais pastas contendo clínquer, escória LD e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)..... | 77 |
| Figura 37 – Espalhamento (mini slump flow) das amostras de referência: (a) REF30; (b) REF40..... | 78 |
| Figura 38 - Espalhamento (mini slump flow) das amostras com a/ag 0,30 e 0,40 | 78 |
| Figura 39 – Curvas de fluxo de calor da pasta de referência e pasta com escória LD (relação a/ag 0,35 e teor de gipsita 5,5%) | 80 |
| Figura 40 - Curvas de calor total liberado da pasta de referência e pasta com escória LD (relação a/ag 0,35 e teor de gipsita 5,5%)..... | 81 |
| Figura 41 - Período de indução das pastas..... | 82 |
| Figura 42 - Resistência à compressão das argamassas com relação a/ag 0,30 aos 7, 28 e 91 dias. As barras representam ± 1 desvio padrão. | 83 |
| Figura 43 - Resistência à compressão das argamassas com relação a/ag 0,40 aos 7, 28 e 91 dias. As barras representam ± 1 desvio padrão. | 83 |
| Figura 44 - Índice de vazios das argamassas com a/ag 0,30 e 0,40..... | 88 |
| Figura 45 - Média das leituras da bancada de retração das argamassas REF30, LD30-5, LD30-10 e F30-10 durante 7 dias | 89 |
| Figura 46 - Leitura final (após 156 horas) da retração das amostras 0,30 | 90 |
| Figura 47 - Média das leituras da bancada de retração das argamassas REF40, LD40-5, LD40-10 e F40-10 durante 7 dias | 90 |
| Figura 48 - Leitura final (após 156 horas) da retração das amostras 0,40 | 91 |
| Figura 49 - Comparativo das médias das leituras de retração das argamassas com relação a/ag 0,30 e 0,40 | 92 |
| Figura 50 - Teores de Hidróxido de Cálcio (HC) das pastas estudadas aos 7 e 28 dias..... | 95 |
| Figura 51 - Teores de Água Quimicamente Combinada (HQC) das pastas estudadas aos 7 e 28 dias..... | 95 |
| Figura 52 - Retração das argamassas REF30 | 109 |
| Figura 53 - Retração das argamassas LD30-5..... | 109 |
| Figura 54 - Retração das argamassas LD30-10..... | 110 |
| Figura 55 - Retração das argamassas F30-10 | 110 |
| Figura 56 - Retração das argamassas REF40 | 111 |

| | |
|---|-----|
| Figura 57 - Retração das argamassas LD40-5..... | 111 |
| Figura 58 - Retração das argamassas LD40-10..... | 112 |
| Figura 59 - Retração das argamassas F40-10..... | 112 |
| Figura 60 - TG das pastas com relação a/ag 0,30 aos 7 dias | 113 |
| Figura 61 - TG das pastas com relação a/ag 0,30 aos 28 dias | 113 |
| Figura 62 - TG das pastas com relação 0,40 aos 7 dias | 114 |
| Figura 63 - TG das pastas com relação a/ag 0,40 aos 28 dias | 114 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|-----|
| Tabela 1 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD por diferentes pesquisadores. | 24 |
| Tabela 2 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD da Arcelor Mittal. | 25 |
| Tabela 3 - Amostras utilizadas na pesquisa e número de corpos de prova necessários | 41 |
| Tabela 4 - Análise quantitativa de fases (Rietveld) do clínquer utilizado..... | 47 |
| Tabela 5 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD empregada no estudo | 53 |
| Tabela 6 - Composição mineralógica das fases cristalinas da escória de aciaria LD utilizada..... | 54 |
| Tabela 7 - Quantidade em massa dos materiais para preparação de 1,8l de cada tipo de amostra (substituições realizadas em volume)..... | 62 |
| Tabela 8 - Quantidade de materiais para preparação de 100ml de pastas para estabilização..... | 70 |
| Tabela 9 - Ensaio de absorção por imersão em água..... | 87 |
| Tabela 10 - Número de corpos de prova cilíndricos para os ensaios de resistência à compressão..... | 105 |
| Tabela 11 - Número de corpos de prova cilíndricos para o ensaio de porosidade | 105 |
| Tabela 12 - Número de corpos de prova prismáticos para os ensaios de retração | 106 |
| Tabela 13 - ANOVA para os resultados de resistência à compressão aos 7, 28 e 91 dias..... | 107 |
| Tabela 14 - Teste de Tukey aplicado aos valores médios de resistência à compressão aos 7, 28 e 91 dias* | 108 |

LISTA DE QUADROS

| | |
|---|----|
| Quadro 1 - Variáveis aplicadas ao programa experimental..... | 39 |
| Quadro 2 - Níveis dos fatores para ensaios no estado fresco..... | 40 |
| Quadro 3 - Níveis dos fatores para ensaios de resistência à compressão, porosidade e retração/expansão | 40 |
| Quadro 4 - Resumo dos resultados das características físicas do clínquer | 46 |
| Quadro 5 - Resumo dos resultados das características físicas da escória LD. | 52 |
| Quadro 6 - Resumo dos resultados das características físicas do fíler calcário | 56 |
| Quadro 7 - Nomenclatura e composição das pastas utilizadas no ensaio de calorimetria de condução | 58 |
| Quadro 8 - Tipos de argamassas..... | 60 |
| Quadro 9 - Nomenclatura e composição das pastas utilizadas no ensaio de calorimetria de condução para avaliar o período de hidratação | 63 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

AQC – Água quimicamente combinada

ASTM – American Society for Testing and Materials

a/c – água/cimento

a/ag – água/aglomerante

CR – Compensador de Retração

cp – Corpo de prova

CP V ARI – Cimento Portland de alta resistência inicial

C₃A – Aluminato tricálcico

C₄AF – Ferro aluminato tetracálcico

C₂S – Silicato dicálcico

C₃S – Silicato tricálcico

C-S-H – Silicato de Cálcio Hidratado

DRX – Difractometria de Raio X

EDS – Espectrometria de Raio-X por energia dispersiva

HC – Hidróxido de cálcio

IAB – Instituto Aço Brasil

Lacer – Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul

LD – Lins Donawitz

LINCE – Laboratório de Inovação em Cimentos Ecoeficientes

LEMAC – Laboratório de Ensaio de Materiais de Construção

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa – Megapascal

Nanotec – Laboratório de Nanotecnologia da Universidade Federal de Santa Catarina

NBR – Norma Brasileira Registrada

PPGEC – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

RA – Retração Autógena

TG – Termogravimetria

UFES – Universidade Federal do Espírito Santo

UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)

UHPC – Ultra Alto Desempenho

UR – Umidade Relativa Interna

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1. INTRODUÇÃO | 17 |
| 1.1. JUSTIFICATIVA | 17 |
| 1.2. PROBLEMA DE PESQUISA | 18 |
| 1.3. OBJETIVOS | 18 |
| 1.3.1. Geral | 18 |
| 1.3.2. Específicos | 18 |
| 1.4. INSERÇÃO NO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL | 19 |
| 1.5. ESTRUTUTURAÇÃO DA DISSERTAÇÃO | 20 |
| 2. REVISÃO DE LITERATURA | 21 |
| 2.1. ESCÓRIA DE ACIARIA LD | 21 |
| 2.1.1. Processo produtivo | 22 |
| 2.1.2. Composição química | 24 |
| 2.1.3. Aplicações | 26 |
| 2.2. COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS DE ALTO DESEMPENHO | 30 |
| 2.2.1. Retração autógena | 30 |
| 2.2.2. Aditivos e adições empregados em misturas cimentícias de alto desempenho | 32 |
| 3. ABORDAGEM METODOLÓGICA | 36 |
| 3.1. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL | 38 |
| 3.1.1. Variáveis de pesquisa | 38 |
| 3.1.2. Planejamento fatorial dos experimentos | 40 |
| 3.2. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS | 42 |
| 3.2.1. Cimento | 42 |
| 3.2.1.1. Clínquer | 42 |
| 3.2.1.2. Gipsita | 47 |

| | |
|---|----|
| 3.2.2. Escória de aciaria LD | 48 |
| 3.2.2.1. Moagem da escória LD | 50 |
| 3.2.2.2. Massa específica e Blaine da escória LD | 51 |
| 3.2.2.3. Composição Química | 53 |
| 3.2.2.4. Composição Mineralógica | 53 |
| 3.2.2.5. Microestrutura | 55 |
| 3.2.3. Fíler calcário | 56 |
| 3.2.4. Agregados | 57 |
| 3.3. PROPORCIONAMENTO E PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS ... | 57 |
| 3.3.1. Proporcionamento das composições do cimento | 57 |
| 3.3.2. Preparação das amostras | 59 |
| 3.4. REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS | 62 |
| 3.4.1. Estado Fresco | 62 |
| 3.4.1.1. Consistência | 62 |
| 3.4.1.2. Cinética de hidratação | 63 |
| 3.4.2. Estado endurecido | 65 |
| 3.4.2.1. Resistência à compressão | 65 |
| 3.4.2.2. Porosidade | 66 |
| 3.4.2.3. Retração | 67 |
| 3.4.2.4. Microestrutura | 68 |
| 3.5. ANÁLISE DOS RESULTADOS | 73 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 74 |
| 4.1. AJUSTE DO TEOR DE SULFATOS | 74 |
| 4.2. ESTADO FRESCO | 77 |
| 4.2.1. Consistência | 77 |
| 4.2.2. Cinética de hidratação | 80 |

| | |
|---|-----|
| 4.2. ESTADO ENDURECIDO..... | 82 |
| 4.2.1. Resistência à compressão..... | 82 |
| 4.2.2. Porosidade | 86 |
| 4.2.3. Retração | 88 |
| 4.4.4. Microestrutura..... | 93 |
| 5. CONCLUSÃO..... | 96 |
| SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS | 98 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 99 |
| ANEXO I – Quantitativo de cp’s para o Programa Experimental..... | 105 |
| ANEXO II – Análise Estatística dos resultados de Resistência à Compressão..... | 107 |
| ANEXO III – Resultados individuais da variação dimensional dos prismas de argamassa | 109 |
| ANEXO IV – Gráficos de TG e DTG | 113 |

1. INTRODUÇÃO

1.1. JUSTIFICATIVA

A escória de aciaria produzida nos fornos a oxigênio Lins Donawitz (escória de aciaria LD) é o principal coproduto da conversão do ferro gusa em aço. A produção brasileira de aço bruto atingiu a marca de 36,2 milhões de toneladas em 2021 e o processo produtivo em conversores a oxigênio representa 75,34% desse total, com uma geração média de 155,5 kg do resíduo por tonelada de aço produzido (IAB, 2020; IAB, 2022). Sendo assim, a geração de escória de aciaria LD no Brasil é da ordem de 4,24 milhões de toneladas ao ano, e a falta do valor agregado ao produto e comprovações científicas para sua reutilização podem fazer com que sua produção gere um passivo ambiental.

Em virtude da alta demanda pela produção de cimento e concreto em todo o mundo, há um grande interesse por parte das indústrias do setor em encontrar materiais alternativos para substituir o uso de recursos naturais, comumente empregados (JIANG et al., 2018). Diante deste cenário, e considerando o elevado volume de produção da escória de aciaria LD, identifica-se a necessidade do desenvolvimento de estudos para analisar a viabilidade do emprego do material em misturas à base de cimento.

Nesse sentido, a escória de aciaria LD vem sendo estudada e apontada como uma alternativa em potencial para aplicação em diversos segmentos da construção civil. Contudo, determinados elementos da composição química conferem ao material a característica de expansibilidade, que é o maior limitador para o seu emprego como material de construção (DINIZ et al., 2017; LU et al., 2018).

Essa instabilidade volumétrica da escória de aciaria LD pode interferir nas propriedades de misturas cimentícias, de acordo com as condições de aplicação. Entretanto, sabe-se que o processo de hidratação de compostos cimentícios é acompanhado de variações no volume, resultando na ocorrência da retração, que pode ocasionar a fissuração dos materiais e comprometer a sua estabilidade dimensional e durabilidade. Esse fenômeno se torna ainda mais evidente, na forma da retração autógena, em misturas à base de cimento

Portland dosadas com uma baixa relação água/aglomerante, como as argamassas e concretos de alto desempenho.

Dessa forma, é proposto neste trabalho analisar o comportamento de argamassas com determinados percentuais de escória de aciaria LD como substituto parcial ao cimento Portland. Além disso, será verificada a viabilidade de explorar o potencial expansivo do resíduo como um compensador de retração, no intuito de produzir argamassas de alto desempenho com baixa retração.

1.2. PROBLEMA DE PESQUISA

Investigar a viabilidade técnica da incorporação da escória de aciaria LD em argamassas de alto desempenho, como um substituto parcial ao cimento Portland, em vista ao desempenho mecânico e à retração autógena.

1.3. OBJETIVOS

1.3.1. Geral

Investigar a viabilidade técnica da utilização da escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, na produção de argamassas de alto desempenho, com a finalidade de aprimorar as propriedades nas primeiras idades e no estado endurecido.

1.3.2. Específicos

- Avaliar o efeito da incorporação de diferentes percentuais da escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, no comportamento de argamassas de alto desempenho no estado fresco, por meio da consistência;

- Avaliar o efeito da incorporação de escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, na cinética de hidratação de pastas de cimentos compostos;
- Avaliar o efeito da incorporação de diferentes percentuais da escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, em propriedades do estado endurecido (resistência à compressão, porosidade e microestrutura) de argamassas de alto desempenho, em diferentes idades;
- Avaliar o efeito da incorporação de diferentes percentuais da escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, no comportamento expansivo e/ou no desenvolvimento da retração autógena de argamassas de alto desempenho.

1.4. INSERÇÃO NO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

Esta Dissertação de Mestrado é direcionada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Espírito Santo – PPGEC/UFES, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

O tema abordado no estudo está inserido dentro do Programa na área de Construção Civil e enquadra-se nas seguintes linha e projeto de pesquisa:

- Linha de pesquisa: Utilização de Resíduos e Subprodutos Industriais como Materiais de Construção;
- Projeto de pesquisa: Avaliação de propriedades físicas, químicas, mecânicas e durabilidade de coprodutos incorporados em matrizes cimentícias.

1.5. ESTRUTUTURAÇÃO DA DISSERTAÇÃO

Capítulo 1: Apresenta a introdução do conteúdo que será abordado no decorrer da dissertação de mestrado, demonstrando a justificativa da escolha do tema a ser estudado e indicando a inserção no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da UFES, o problema de pesquisa e os objetivos geral e específicos definidos.

Capítulo 2: Desenvolve uma análise mais ampla de fundamentação a respeito dos principais tópicos a serem discutidos no estudo por meio de uma revisão bibliográfica. Inicialmente, é discorrido sobre a escória de aciaria LD, com a apresentação dos conceitos básicos, processo produtivo e composição química. Além disso, também é feita uma abordagem a respeito da aplicação do resíduo, como um substituto parcial ao cimento Portland, por diferentes autores. Posteriormente, é tratado sobre os materiais cimentícios de alto desempenho, destacando a ocorrência da retração autógena nestes tipos de misturas e os aditivos e adições utilizados para mitigar a ocorrência deste fenômeno, com foco no aditivo compensador de retração.

Capítulo 3: Contempla a abordagem metodológica adotada para o desenvolvimento do estudo e descreve todas as etapas contidas no programa experimental que envolve a utilização da escória de aciaria LD como um substituto parcial ao cimento Portland. Este capítulo inclui, desde o planejamento do programa experimental e os materiais utilizados na preparação das amostras, até a descrição dos ensaios a serem realizados e a técnica prevista para análise dos resultados.

Capítulo 4: Expõe todos os resultados encontrados no decorrer do programa experimental e desenvolve as análises e discussões pertinentes, incluindo correlações com a literatura existente.

Capítulo 5: Apresenta as conclusões alcançadas a partir dos diferentes resultados obtidos e aponta as considerações finais da dissertação.

Ao final são apresentadas as referências utilizadas no decorrer da dissertação.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. ESCÓRIA DE ACIARIA LD

A escória de aciaria LD é obtida por meio do principal processo de conversão do ferro gusa em aço utilizado no Brasil e no mundo, que ocorre nos conversores a oxigênio. A produção brasileira de aço bruto foi de 36,2 milhões de toneladas em 2021 e o processamento em aciaria, por meio da utilização de fornos à oxigênio, são responsáveis pela conversão de 27.253 milhões de toneladas, ou seja, 75,34% da produção total (IAB, 2022).

A cada tonelada de aço produzida são geradas, em média, 622 kg de resíduos e coprodutos, sendo que a parcela de produção das escórias de aciaria, em suas diferentes formas de processamento, é de cerca de 25% desse total (IAB, 2020). Identifica-se, então, que a produção total de escória de aciaria LD no Brasil é de, aproximadamente, 4,24 milhões de toneladas ao ano.

A sigla LD se refere à especificação de que o material é oriundo dos conversores Linz Donawitz, nome derivado das cidades austríacas de Linz e Donawitz, onde o processo produtivo foi desenvolvido (GLOBALSLAG, 2011). Em inglês, o resíduo é comumente denominado como *Basic Oxygen Furnace slag* ou *BOF slag*, devido à utilização de uma lança de oxigênio puro durante o processo de conversão do ferro gusa em aço nos fornos.

Segundo o Instituto Aço Brasil (IAB), a aplicação mais relevante do material é a utilização como base para pavimentação de vias e estradas, tendo uma destinação ainda muito reduzida para a utilização em materiais cimentícios, como o concreto (IAB, 2020).

A maior limitação para o emprego da escória de aciaria LD é a característica de expansibilidade, que é devida à presença de óxidos de cálcio e de magnésio, em suas fases livres, e também ao conteúdo metálico.

2.1.1. Processo produtivo

As rotas tecnológicas empregadas para a fabricação do aço são a rota integrada, constituída basicamente pelas fases de redução, refino e laminação, e a rota semi-integrada, que não consta a etapa de redução.

A rota integrada representa mais de 80% da produção total de aço no Brasil (IAB, 2020) e é o processo produtivo responsável pela geração da escória de aciaria LD, resíduo oriundo da transformação do ferro gusa em aço.

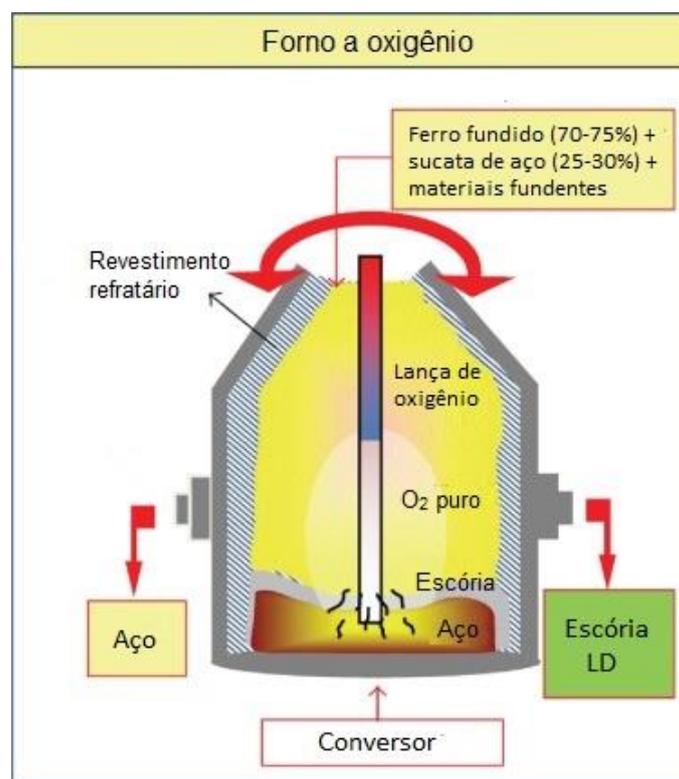
A produção por meio desta rota é feita a partir do minério de ferro, que é reduzido para fabricação do ferro gusa em alto-forno e, em seguida, direcionado para as aciarias onde é realizado o processo de refino em fornos a oxigênio para obtenção do aço (IAB, 2020).

No processo de refino, os fornos a oxigênio são carregados com o ferro fundido, produzido no alto forno, e com sucata de aço. A utilização da sucata representa uma função importante no resfriamento do forno e na manutenção da temperatura, de aproximadamente 1600°C, para que as reações químicas necessárias para a conversão das matérias primas em aço ocorram (YILDIRIM; PREZZI, 2011).

Além disso, para o ajuste dos teores dos constituintes e eliminação de elementos químicos indesejáveis no aço, são adicionados materiais fundentes como a cal e a dolomita. Esses compostos são introduzidos, juntamente aos ciclos de lançamento de oxigênio 99% puro aos fornos, e sua combinação com as impurezas originam a formação da escória (YILDIRIM; PREZZI, 2011).

É apresentado na Figura 1 esquema representativo de um forno a oxigênio em que é realizada a conversão do ferro gusa em aço e, por fim, gerada a escória de aciaria LD.

Figura 1 - Esquema representativo de um forno com conversor a oxigênio



Fonte: Adaptado de Yildirim e Prezzi (YILDIRIM; PREZZI, 2011)

Nota-se que a carga adequada do forno a oxigênio consiste em aproximadamente 70 a 75% de ferro fundido e 25 a 30% de sucata de aço, além do possível acréscimo de materiais fundentes para auxiliar no controle do processo produtivo.

Ao final do processo, são gerados o aço e a escória de aciaria LD, que ficam separados devido à diferença de densidade. O aço produzido solidifica na forma de lingotes ou em máquinas de lingotamento contínuo para moldagem e segue para a finalização com a laminação (IAB, 2020). Já a escória é conduzida para o resfriamento, para então, ser submetida ao beneficiamento.

Verifica-se que a escória de aciaria LD é um produto diretamente ligado à produção do aço e que é de extrema relevância no processo. O resíduo cumpre funções concernentes a proteção dos refratários e a conservação da temperatura dos fornos a oxigênio, além da finalidade no controle de materiais constituintes e presença de impurezas, interferindo de forma expressiva na qualidade produtiva do aço.

2.1.2. Composição química

A escória de aciaria LD é um material que apresenta elevada heterogeneidade e sua composição é determinada pelas reações químicas entre os escorificantes e os elementos removidos durante o processo de refino do ferro gusa. Dessa forma, a composição química das escórias de aciaria LD pode apresentar variações conforme as condições de operação e especificações do aço produzido.

Independentemente da variação de teores e constituintes que podem ser identificados, os elementos preponderantes na composição química da escória LD são os óxidos de cálcio – CaO, óxido de ferro – Fe₂O₃ e dióxido de silício – SiO₂, conforme os dados apresentados na Tabela 1, com os resultados de ensaios referentes a composição química do material, obtidos por diferentes autores.

Tabela 1 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD por diferentes pesquisadores.

| Referência | Reddy; Pradhan; Chandra (2006) | Yildirim; Prezzi (2011) | Wang et al. (2013) | Lu et al. (2018) |
|--------------------------------|-----------------------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------|
| CaO | 52,3 | 39,40 | 38,62 | 38,5 |
| Fe ₂ O ₃ | 16,2 | 30,23 | 25,49 | 28,7 |
| SiO ₂ | 15,3 | 11,97 | 15,45 | 18,1 |
| MgO | 1,1 | 9,69 | 7,68 | 7,2 |
| Al ₂ O ₃ | 1,3 | 2,16 | 5,37 | 2,4 |
| MnO | 0,4 | 2,74 | 1,94 | - |
| P ₂ O ₅ | 3,1 | 1,00 | 1,62 | - |
| SO ₃ | - | 0,12 | 0,18 | - |
| Na ₂ O | - | 0,25 | - | - |
| Cr ₂ O ₃ | 0,2 | 0,20 | | |
| TiO ₂ | - | 0,40 | - | - |
| K ₂ O | - | 0,05 | - | - |
| Cl | | 0,01 | | |
| LOI | - | 1,8 | - | 4,4 |

Fonte: A Autora

No estudo realizado por Canal; Rosário; Pires (2020), que analisaram a escória de aciaria LD oriunda do processo produtivo da empresa Arcelor Mittal de Tubarão, localizada no município da Serra - ES, foram obtidos resultados semelhantes para composição química do resíduo em relação aos estudos dos autores já mencionados. Destaca-se que essa mesma empresa foi a fornecedora do material para o desenvolvimento do programa experimental proposto neste trabalho.

O ensaio realizado pelos autores foi o de Fluorescência de Raio-X, que verifica as composições químicas em percentual de óxidos predominantes nas amostras, os principais componentes identificados também foram o CaO, Fe₂O₃ e SiO₂ que somados representam 82,5% dos constituintes da escória, conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD da Arcelor Mittal.

| Óxidos | Escória LD |
|--------------------------------|-------------------|
| CaO | 43,4 |
| Fe ₂ O ₃ | 26,4 |
| SiO ₂ | 12,7 |
| MgO | 5 |
| Al ₂ O ₃ | 4,9 |
| MnO | 3,2 |
| P ₂ O ₅ | 1,3 |
| SO ₃ | 0,16 |
| Na ₂ O | 0,17 |
| TiO ₂ | 0,36 |
| K ₂ O | <0,1 |
| SrO | 0,1 |

Fonte: Adaptada de Canal; Rosário; Pires (2020)

Elevados teores de CaO são encontrados nas escórias de aciaria, comumente acima de 35%, devido à adição da cal ou dolomita ao longo do processo de conversão. Durante a conversão, a cal pode não ser completamente dissolvida, de modo que o teor de cal livre pode ser superior a 12% (YILDIRIM; PREZZI,

2011). Segundo Canal; Rosário; Pires (2020) essa quantidade de óxido de cálcio livre presente na amostra é fundamental na análise da expansibilidade da escória.

É importante destacar, ainda, a incidência do óxido de magnésio (MgO) nas escórias de aciaria LD, variando entre 1 e 10% do total de seus constituintes, visto que esse elemento também representa um aspecto importante na característica expansiva das escórias.

De acordo com Zago (2019), a cal e o magnésio livres podem ser gerados na escória de aciaria LD tanto pela dissolução incompleta dos óxidos, quando adicionados ao conversor durante o refino, quanto pela decomposição durante o resfriamento lento da escória fundida, podendo permanecer aprisionados no interior da escória.

A escória de aciaria LD é uma escória básica, ou seja, o índice de basicidade (razão CaO/SiO_2) é superior a um, em geral em torno de três. Segundo Reddy; Pradhan; Chandra (REDDY; PRADHAN; CHANDRA, 2006) existe uma relação entre o aumento do índice de basicidade e o aumento no teor de cal livre na escória, o que, conseqüentemente, acarreta a maior instabilidade volumétrica na hidratação. Além disso, as escórias de elevada basicidade apresentam menor capacidade de formação de estrutura vítrea, mesmo se submetidas aos resfriamentos rápidos.

Conforme mencionado por Diniz et al. (2017) a principal desvantagem da aplicação da escória de aciaria LD na construção civil é a expansibilidade, que é devida, além da hidratação do CaO e MgO, à oxidação do conteúdo metálico presente na composição.

2.1.3. Aplicações

O uso mais expressivo das escórias de aciaria na indústria da construção civil é como base de pavimentação de vias e estradas. No ano de 2020, 78% dos agregados siderúrgicos de aciaria foram aplicados como bases e sub-bases de estradas, 8% como nivelamento de terrenos, e apenas 1% na produção de concreto (IAB, 2020).

Motivado pela extensa demanda por materiais cimentícios, em especial o concreto, que é o material construtivo mais consumido no mundo, é de grande interesse a identificação de materiais substitutos aos convencionalmente empregados. Este atrativo se deve tanto pelas questões ambientais, devido à redução no consumo de recursos naturais, como por questões econômicas, tendo em vista o menor custo para aquisição de resíduos industriais.

Em contrapartida, o volume de produção de escória de aciaria LD é expressivo, o que desperta o interesse na pesquisa em busca de investigar a viabilidade da aplicação do resíduo em materiais cimentícios.

A fim de ampliar o emprego da escória de aciaria LD a materiais à base de cimento e concreto, diversas pesquisas têm sido desenvolvidas em todo o mundo (JIANG et al., 2018). Dentre as formas de incorporação do resíduo é identificado na literatura as aplicações como matéria-prima para a fabricação de clínquer, adição na produção de cimento, substituição parcial em misturas com cimento Portland e como agregados graúdos e miúdos.

O uso da escória LD como aglomerante, em substituição parcial ao cimento Portland, se deve ao fato de o processo de geração da escória conferir ao material uma composição química e mineralógica que podem fornecer propriedades cimentícias e contribuir com o desempenho de misturas que utilizem esse material.

Contudo, a atividade hidráulica, que é uma propriedade fundamental em um material utilizado como aglomerante, é inferior em relação ao clínquer, pelo fato de a principal fase encontrada ser silicato dicálcico - C_2S e conter reduzido teor de C_3S (ZAGO, 2019). A reatividade baixa da escória LD é devida, provavelmente, à estrutura densa e ao grande tamanho dos cristais formado em temperatura elevadas ($\sim 1600^\circ C$), além da contribuição que é obtida com um processo de resfriamento lento (JIANG et al., 2018).

Vários métodos são empregados para, além de obter a estabilidade volumétrica, conferir maior reatividade às escórias. Dentre esses métodos, está o resfriamento de forma rápida da escória e a moagem intensa.

O resfriamento de forma acelerada proporciona uma estrutura com menor grau de cristalinidade e maior estabilidade volumétrica. Reddy; Pradhan; Chandra (REDDY; PRADHAN; CHANDRA, 2006) usaram um método de resfriamento rápido, ou seja, jatos de água de alta pressão, para acelerar a taxa de resfriamento e obtiveram uma composição mineralógica da escória tratada bastante alterada, o que resultou em aumento das propriedades cimentícias.

Já a moagem intensa tem como finalidade o aumento da área específica da amostra e, conseqüentemente, conferir maior reatividade. Tanto a finura quanto a área superficial específica da escória LD exibem efeitos significativos nas propriedades mecânicas e na durabilidade das argamassas de cimento (JIANG et al., 2018). A reatividade do pó da escória LD pode ser melhorada por meio da moagem mecânica, contudo, ainda assim, é relativamente menor que a atividade hidráulica do cimento (WANG, Qiang; YANG; YAN, 2013).

Com relação à influência e desempenho da escória de aciaria LD, aplicada como substituto parcial ao cimento Portland, a literatura dispõe de resultados ainda divergentes ao avaliar as propriedades das misturas analisadas.

Lu et al (2018) analisaram os efeitos da substituição de 20% de cimento por finos de escória de aciaria LD, com tamanho de partículas menor que 0,15 mm, na produção de argamassas cimentícias. Os resultados apresentaram uma redução significativa da resistência à compressão e aumento na expansão volumétrica das argamassas.

A redução na resistência à compressão, em comparação com a argamassa de referência, é devida, provavelmente, à baixa taxa de hidratação da escória de aciaria LD utilizada no estudo, que teve um processo de resfriamento lento (LU et al., 2018). Ao examinar os efeitos da taxa de resfriamento sobre a mineralogia e as características cimentícias da escória LD, há um indicativo de que a escória LD que passa por resfriamento lento, raramente tem propriedades cimentícias (REDDY; PRADHAN; CHANDRA, 2006).

Gan et al. (2015) realizaram um estudo com a substituição de cimento por escória de aciaria LD em porcentagens de 5, 10 e 15%, e área de superfície específica do resíduo de 410, 490, e 580 m²/kg. Foi utilizado um processamento

para resfriamento ao ar da escória de aciaria LD com uma alta taxa, obtendo propriedades diferentes do resíduo convencional, que é resfriado lentamente. Com substituição de 5, 10, e 15% do cimento por LD e finura de 410 m²/kg as propriedades mecânicas declinaram. Já com a substituição de 5% por LD com finura de 490 e 580 m²/kg, a resistência à compressão foi elevada, enquanto com 15% de substituição as resistências reduziram.

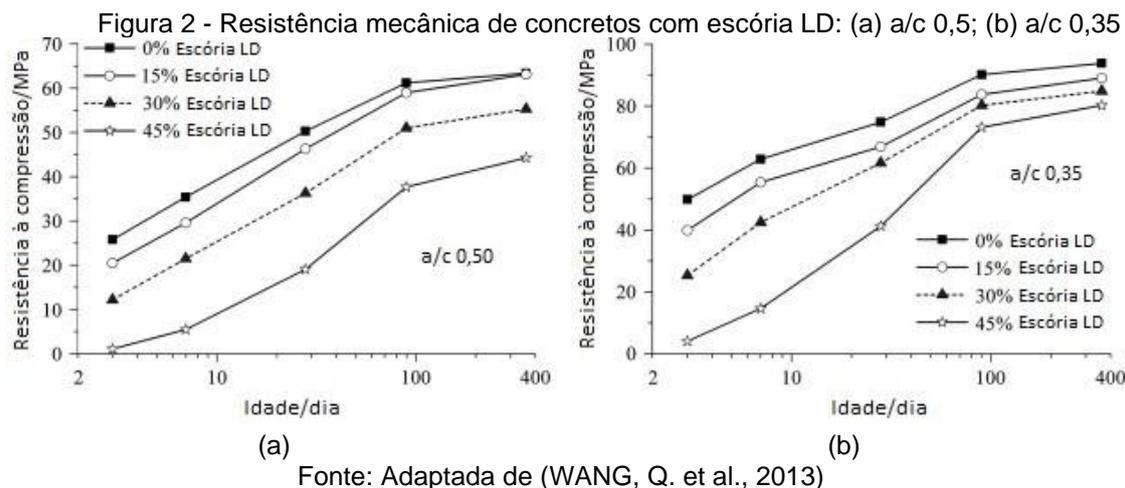
Os resultados mostram que, com o aumento da substituição de 5 para 15% de escória LD, houve a redução da resistência. Além disso, com a utilização do resíduo com maior área de superfície específica, a substituição resulta no aumento da resistência das argamassas. Contudo, com o elevação da área de superfície específica de 490 para 580 m²/kg, o incremento na resistência foi pequeno, o que indica que a resistência nem sempre evolui com o aumento da área de superfície específica (GAN et al., 2015).

Estudos indicam, ainda, que a área de superfície específica da escória de aciaria deve estar compreendida na faixa entre 400 e 500 m²/kg a fim de preservar a capacidade aglomerante nas misturas (JIANG et al., 2018).

O uso de pó de escória de aciaria LD, como um material cimentício suplementar, pode impactar diretamente na resistência à compressão de componentes, como o concreto. Wang et al. (2013) avaliaram a influência da substituição de 15, 30 e 45% do cimento por escória de aciaria LD, com área de superfície específica de 453 m²/kg.

Na Figura 2 são apresentados os resultados dos ensaios de resistência à compressão do concreto, em que é possível verificar que a resistência diminui à medida que a razão de substituição da escória LD aumenta, especialmente para relação água/cimento de 0,5, quando comparada com as misturas com relação a/c de 0,35.

Contudo, é possível verificar que ocorre um incremento considerável da resistência a compressão do concreto com escória LD em relação ao concreto de referência com o decorrer do tempo e da hidratação. Assim, há uma indicação de que o concreto com escória LD pode ter uma menor resistência nas primeiras idades, mas pode sofrer uma melhoria maior na resistência à medida que avança as idades (JIANG et al., 2018).



2.2. COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS DE ALTO DESEMPENHO

As misturas cimentícias de alto desempenho são caracterizadas por possuírem propriedades superiores às de materiais convencionais, como trabalhabilidade, resistência mecânica e durabilidade. Assim sendo, o emprego destes tipos de materiais é crescente no mercado da construção civil, tendo em vista a busca por elevados desempenhos.

Para atingir as características propostas pelos materiais de alto desempenho, é comumente empregado nas misturas uma relação água/cimento (a/c) inferior a 0,40, considerada como de grande consumo de ligante e reduzida quantidade de água.

Em decorrência dessa reduzida reserva de água para as reações de hidratação do cimento, os materiais cimentícios de alto desempenho são, em geral, acometidos pela ocorrência da retração autógena (RA). Esse fenômeno tem o potencial para desenvolver tensões de tração induzidas e causar fissuras no material (PILAR et al., 2021).

2.2.1. Retração autógena

A fissuração é um dos possíveis meios de entrada de agentes agressivos em materiais cimentícios, comprometendo assim, seu desempenho e durabilidade. Desse modo, é fundamental o entendimento dos mecanismos causadores dessa manifestação patológica, de forma a identificar maneiras de prevenir e controlar a sua ocorrência.

A retração é um fenômeno que acomete materiais cimentícios e tem como consequência o possível surgimento de fissuras no material. De modo geral, esta ocorrência está relacionada a deformações em pastas de cimento, argamassas e concretos, sem que seja necessária a ocorrência de qualquer tipo de carregamento ou reações químicas deletérias e expansivas (ISAIA, 2011).

Apesar de não haver um consenso na literatura quanto à terminologia associada a esses fenômenos, as variações volumétricas ocasionadas pela retração podem ser classificadas em plástica, autógena, por secagem e por carbonatação.

Diferente da retração por secagem, a retração autógena é intensificada, além de tender a iniciar de forma mais rápida, em decorrência da redução da relação água/cimento e a densificação da microestrutura das misturas (TAZAWA; MIYAZAWA, 1995).

O desenvolvimento da retração do tipo autógena é identificado de forma mais intensa em materiais cimentícios de alto desempenho, demandando melhor entendimento quando se opta por trabalhar com esse tipo de material. Essa ocorrência se justifica pelas baixas relações a/c adotadas para a produção dessas misturas, podendo ocasionar até a falha do material (POLAT; DEMIRBOĞA; KARAGÖL, 2017).

A retração autógena (*autogenous shrinkage*), também denominada de retração química, é definida como a alteração absoluta do volume da pasta de cimento resultante da hidratação dos materiais cimentícios (ZHANG et al., 2013).

A RA ocorre pela autodessecação nas primeiras idades que, fisicamente, é a redução da umidade relativa interna (UR) do material e, mecanicamente, confere uma retração global do material (LOPES, 2011).

Assim, o fenômeno se dá pela redução macroscópica do volume de materiais cimentícios em relação ao volume da mistura inicial dos seus componentes. Essa alteração volumétrica é causada pela tensão capilar resultante da autodessecação e devido, também, ao consumo de água durante as reações de hidratação sem que ocorra, necessariamente, a troca de umidade do material com o meio.

Em geral, a RA ocorre nas primeiras 24 horas após o contato do material cimentício com a água, período em que a mistura ainda não tem resistência à tração suficiente para resistir às tensões de retração, o que pode originar na propagação de fissuras (WU et al., 2017).

Diante do exposto, é notória que a avaliação da retração autógena é fundamental para a investigação da alteração inicial de volume da pasta de cimento, que pode ocasionar a formação de fissuras. A partir desta análise é possível compreender os fatores que influenciam na ocorrência desse fenômeno e identificar soluções capazes de mitigar ou prevenir a sua ocorrência (ZHANG et al., 2013).

2.2.2. Aditivos e adições empregados em misturas cimentícias de alto desempenho

Os aditivos e adições, bem como o tipo de cimento e agregados, são constituintes que interferem diretamente da retração autógena de misturas cimentícias de alto desempenho, com potencial tanto para intensificar como de mitigar a sua ocorrência.

As adições minerais, empregadas como materiais cimentícios suplementares, podem ser incorporadas às misturas a fim de reduzir a retração autógena. Esse comportamento pode ser observado com a utilização de cinzas volantes que, devido à sua hidratação lenta em comparação ao cimento, aumenta a proporção efetiva de água para aglutinante por efeito de diluição, reduzindo assim a retração autógena precoce (WU et al., 2017).

Já com o emprego de diferentes tipos de fílers como substituto parcial ao cimento Portland, não foram identificadas diferenças significativas de retração autógena em concretos autoadensáveis nas leituras realizadas até os seis dias de hidratação das misturas (CRAEYE et al., 2010).

Contudo, o emprego de altas dosagens de materiais cimentícios suplementares como a sílica ativa em compostos de alto desempenho proporcionam o aumento da retração autógena. Essa ocorrência é devida ao refinamento da estrutura de poros que proporciona maior pressão capilar e, conseqüentemente, maior autodessecação (GHAFARI et al., 2016).

Com relação ao emprego de escória como material cimentício suplementar, há uma tendência de aumento na retração com a crescente substituição. Contudo, a literatura ainda apresenta resultados controversos ao expressar o real efeito da adição no desenvolvimento da retração autógena (WU et al., 2017).

Além das adições, os aditivos são produtos incorporados às misturas cimentícias, como argamassas e concretos, capazes de promover alterações em determinadas propriedades, conforme as necessidades de aplicações, como para contribuir no controle da retração autógena.

O aditivo é um produto químico que, em geral, é adicionado e misturado em quantidade não superior a 5% da massa de ligante total, com o objetivo de modificar suas propriedades no estado fresco e/ou no estado endurecido (ABNT, 2019). Contudo, a referida norma estabelece, ainda, que a quantidade de aditivo pode ser superior a 5% para algumas aplicações específicas, como ocorre para aditivos compensadores de retração.

Atualmente, os aditivos químicos integram as misturas cimentícias em razão das diversas vantagens que proporcionam às propriedades de engenharia desses compostos (ISAIA, 2011). Sendo assim, grande parte do concreto produzido no mundo contém um ou mais aditivos, com uma estimativa de que 80 a 90% dessa produção, em países desenvolvidos, incluam esses produtos (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Há uma grande variabilidade nos tipos e na composição química dos aditivos, além disso, muitos deles desempenham mais de uma função e a classificação é realizada de acordo com a finalidade de uso principal. Diante deste cenário, os aditivos indicados como forma de mitigar a retração autógena de misturas à base de cimento Portland são os aditivos redutores de retração e os aditivos expansivos (PILAR et al., 2021).

O aditivo redutor de retração (RR) possui como função principal a redução da retração autógena, atuando na diminuição da tensão superficial da água presente no concreto (ABNT, 2019). Dessa forma, o agente redutor de retração retarda o desenvolvimento da tensão capilar na superfície e diminui a fissuração

no estado plástico, especialmente em concretos de alto desempenho (WU et al., 2017).

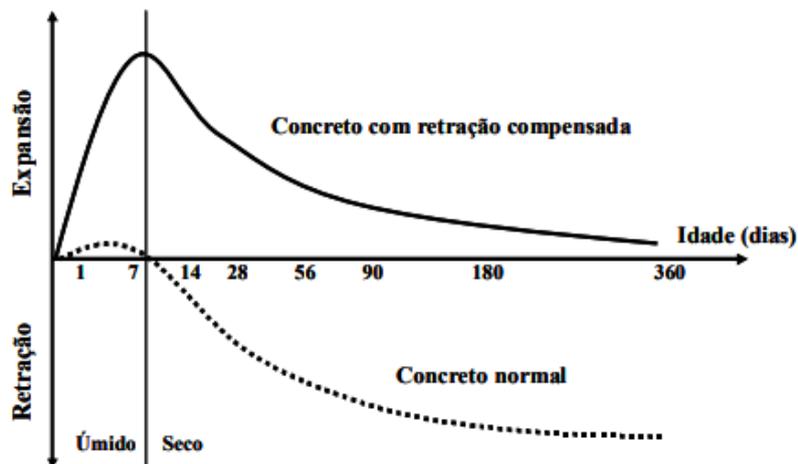
Já os aditivos expansivos ou compensadores de retração (CR), como denominado pela norma brasileira de aditivos, é um tipo de produto que, ao reagir com a mistura de cimento e água, produz etringita ou hidróxido de cálcio, além de possíveis outros compostos expansivos, levando ao aumento de volume, que induz o concreto a expandir e compensar as forças de retração (ABNT, 2019).

Essa mesma definição também é apresentada por Nagataki; Gomi (1998) que descrevem o aditivo expansivo como aquele que, quando misturado com cimento e água, produz etringita ou hidróxido de cálcio, através da reação de hidratação, com o objetivo de promover uma expansão controlada do concreto.

Ainda de acordo com os autores, foram realizados estudos empregando aditivo expansivo em concreto de alta fluidez, com o objetivo de aumento no desempenho e compensação da retração do material. Os resultados obtidos destacam o retardamento no desenvolvimento da resistência inicial e a baixa incidência de fissuras em relação à mistura de referência sem o uso do aditivo.

Em muitos casos, o efeito expansivo da etringita pode ser considerado deletério ao concreto, por ocorrer em pontos isolados, de maneira retardada e imprevista. Contudo, a distribuição uniforme e intencional do hidrato confere ao material a característica desejada, como pode ser visto na Figura 3, com a proporção de retração e expansão de um concreto normal e um concreto expansivo (NETO; CINCOTTO; REPETTE, 2007).

Figura 3 – Comparativo entre a retração e expansão de um concreto normal e um concreto expansivo.



Fonte: Neto;Cincotto;Repetto (2007).

A formação da etringita em concretos com aditivos expansivos, à base de sulfoaluminato de cálcio, ocorre no período inicial de hidratação. Tal expansão, por sua vez, deve ser restringida por tensões contrárias à tensão gerada pela retração, a fim de impedir a formação de fissuras nas misturas (NETO; CINCOTTO; REPETTE, 2007). É válido ressaltar que os sulfoaluminatos de cálcio são empregados para produzir concretos de retração compensada, parcial ou total, de acordo com o teor utilizado (ISAIA, 2011).

3. ABORDAGEM METODOLÓGICA

A metodologia adotada no presente estudo teve como objetivo a investigação da viabilidade da incorporação da escória de aciaria LD em argamassas de alto desempenho, como um substituto parcial ao cimento Portland.

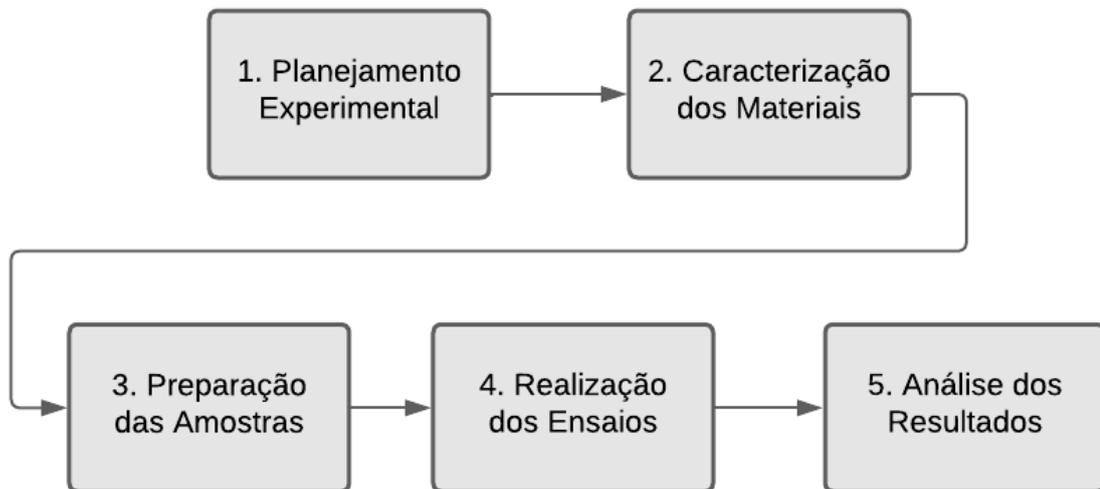
Para tanto, o desenvolvimento da análise proposta consistiu em um programa experimental que foi executado, em sua maioria, no Laboratório de Ensaios e Materiais de Construção (LEMAC), da Universidade Federal do Espírito Santos (UFES). Além disso, determinados ensaios foram realizados em parceria com o Laboratório Nanotec, da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Laboratórios LINCE e Lacer da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e o Laboratório da Aciaria da Arcelor Mittal Tubarão.

A finalidade do programa experimental desenvolvido foi identificar os teores mais adequados de incorporação da escória LD, finamente moída, de forma a aprimorar as propriedades de materiais cimentícios no estado fresco (consistência e cinética das reações) e endurecido (porosidade, resistência à compressão, variação dimensional e microestrutura) e, ainda, buscar neutralizar ou reduzir a ocorrência da retração autógena em argamassas de alto desempenho.

A fim de subsidiar a pesquisa, foram avaliadas as características particulares do resíduo empregado, o comportamento do material associado a misturas cimentícias no estado fresco, no desenvolvimento da hidratação e do perfil de expansão e/ou retração ao longo do tempo, além da influência no estado endurecido.

A partir da definição do objetivo principal do estudo a ser realizado, foram estabelecidas as etapas necessárias para o cumprimento das análises propostas e obtenção dos resultados. Desta forma, o programa experimental será desenvolvido conforme as etapas previstas e esquematizadas no fluxograma da Figura 4.

Figura 4 - Fluxograma do programa experimental



Fonte: A Autora

É possível observar, por meio do fluxograma apresentado na

Figura 4, que o programa experimental desenvolvido foi subdividido em 5 etapas, sendo elas:

- Planejamento Experimental;
- Caracterização dos Materiais;
- Preparação das Amostras;
- Realização dos Ensaios; e
- Análise dos Resultados.

As etapas mencionadas têm função específica dentro do programa e são interdependentes. Cada uma delas é abordada de forma mais detalhada a seguir.

3.1. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

A primeira etapa do programa experimental contempla o planejamento prévio de experimentos e a definição das variáveis de pesquisa.

Associado à revisão de literatura, que permite identificar as estratégias, técnicas e ensaios a serem empregados, o planejamento experimental tem grande relevância, visto que fundamenta e delimita a metodologia para o programa experimental proposto. Além disso, o planejamento experimental viabiliza a elaboração de uma pesquisa de forma organizada, planejada e que inclua uma análise estatística com precisão e confiabilidade.

3.1.1. Variáveis de pesquisa

O planejamento experimental iniciou com a definição das variáveis de pesquisa necessárias para alcançar o objetivo do estudo proposto, sendo elas, variáveis de resposta, variáveis independentes e variáveis de controle.

As variáveis de resposta, também conhecidas como variáveis dependentes, são aquelas para as quais o experimento está direcionado a medir e analisar, como as propriedades dos materiais em estudo. São as variáveis de interesse em um experimento e estão susceptíveis a variações, conforme a manipulação das variáveis independentes.

As variáveis independentes ou fatores controláveis são parâmetros do processo que foram definidos a serem estudados com a variação de níveis no experimento, podendo influenciar, determinar ou afetar os resultados obtidos para as variáveis de respostas.

Já os fatores constantes ou variáveis de controle são aqueles mantidos invariáveis, de forma a padronizar e não interferir nos experimentos realizados.

A relação das variáveis de pesquisa a serem consideradas no decorrer dos experimentos do presente trabalho estão relacionadas no Quadro 1.

Quadro 1 - Variáveis aplicadas ao programa experimental

| | | |
|--|--|---|
| Variáveis de Resposta | Estado Fresco | Consistência |
| | | Cinética das reações |
| | Estado Endurecido | Resistência à compressão |
| | | Porosidade |
| | | Retração/Expansão |
| | | Microestrutura |
| Variáveis independentes | % de incorporação da escória de aciaria LD ou fíler calcário | 0% |
| | | 5% |
| | | 10%* |
| | Relação a/ag | 0,40 |
| | | 0,30 |
| | Idade | 7 dias |
| | | 28 dias |
| | | 91 dias |
| | Fatores constantes | Materiais empregados (clínquer, gipsita, areia, escória LD, fíler calcário e aditivo) |
| Protocolo e energia de mistura | | |
| Condições de mistura e cura/acomodação (temperatura e umidade) | | |
| Geometria dos corpos de prova | | |

*Foi definido o teor de 10% de fíler calcário para a produção de misturas com função de uma segunda amostra de referência, além das misturas REF com 0% (clínquer+gipsita), para avaliar o efeito fíler da escória LD.

Fonte: A Autora

Ressalta-se, a possibilidade da ocorrência de fatores não controláveis, também chamados de fatores de ruídos, como falhas de operação e possíveis alterações de temperatura e umidade. Esses fatores podem ocasionar erros experimentais, que podem se refletir com o aumento do desvio padrão.

3.1.2. Planejamento fatorial dos experimentos

O planejamento dos experimentos a serem realizados nesta pesquisa será do tipo fatorial, de modo a considerar a interação entre todos os níveis das variáveis independentes sobre as variáveis de resposta.

As variáveis independentes e os níveis dos fatores definidos para o desenvolvimento dos ensaios no estado fresco e no estado endurecido são apresentados nas Quadros 2 e 3, respectivamente.

Quadro 2 - Níveis dos fatores para ensaios no estado fresco

| Variáveis independentes | Níveis | |
|---|--------|-----|
| Percentagem de incorporação de escória LD | 5% | 10% |
| Percentagem de incorporação de fíler | 10% | |
| Relação água/aglomerante | 0,3 | 0,4 |

Fonte: A Autora

A partir da combinação dos dados constantes no Quadro 2, totalizam-se 8 (oito) amostras distintas para a realização dos ensaios no estado fresco. Dentre elas são:

- duas amostras de referência, com a/ag de 0,40 e 0,30;
- quatro amostras variando as porcentagens de incorporação da escória LD e a relação a/agl;
- duas amostras contendo 10% de fíler calcário e variando somente a relação a/g.

Quadro 3 - Níveis dos fatores para ensaios de resistência à compressão, porosidade e retração/expansão

| Variáveis independentes | Níveis | | |
|---|--------|-----|----|
| Percentagem de incorporação de escória LD | 5% | 10% | |
| Percentagem de incorporação de fíler | 10% | | |
| Relação água/aglomerante | 0,3 | 0,4 | |
| Idades | 7 | 28 | 91 |

Fonte: A Autora

Já com base nas informações do Quadro 3, foram incluídos os níveis de variação das idades das amostras para a realização da avaliação do estado endurecido, considerando que, para os ensaios de retração/expansão foram avaliados até os 7 dias, para os ensaios de porosidade aos 28 dias e para os ensaios de resistência à compressão aos 7, 28 e 91 dias.

Para o levantamento do quantitativo de corpos de prova e análise do estado endurecido foi considerado, ainda, a repetitividade necessária para a aquisição de resultados representativos, conforme consta no ANEXO I. Ressalta-se que a NBR 7215 estabelece o número mínimo de quatro corpos de prova e foram utilizados seis, e a NBR 9778 prescreve pelo menos dois corpos de prova e foram empregados três.

Foram totalizados 144 corpos de prova cilíndricos para o ensaio de resistência à compressão, 24 corpos de prova cilíndricos para avaliação da porosidade e outros para 24 corpos de prova prismáticos para a análise da retração/expansão das misturas. De modo geral, foi necessário um total 192 corpos de prova para os ensaios no estado endurecido, além do material destinado à caracterização, ensaios no estado fresco, período de hidratação e demais análises.

Dessa forma, os traços das argamassas utilizadas, com seus respectivos teores da escória LD ou fíler calcário, e o número de corpos de prova necessários para a realização dos ensaios são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Amostras utilizadas na pesquisa e número de corpos de prova necessários

| Nomenclatura | Relação a/ag | Teor de LD | Teor de Fíler | Nº cp's estimado |
|--------------|--------------|------------|---------------|------------------|
| REF40 | | 0% | 0% | 24 |
| LD40-5 | 0,4 | 5% | 0% | 24 |
| LD40-10 | | 10% | 0% | 24 |
| F40-10 | | 0% | 10% | 24 |
| REF30 | | 0% | 0% | 24 |
| LD30-5 | 0,3 | 5% | 0% | 24 |
| LD30-10 | | 10% | 0% | 24 |
| F30-10 | | 0% | 10% | 24 |
| Total | | | | 192 |

Fonte: A Autora

3.2. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

3.2.1. Cimento

O cimento empregado na produção das amostras para o desenvolvimento deste estudo foi um cimento Portland sem adições, proporcionado em laboratório. O material foi produzido a partir do fornecimento do clínquer e da gipsita em estado bruto, os quais foram fornecidos por uma fábrica de cimento da região da grande Vitória/ES, e em conformidade com os requisitos estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018).

Optou-se pela composição do cimento pela necessidade de analisar exclusivamente o comportamento da escória de aciaria LD nas misturas, tendo em vista que os cimentos disponíveis no mercado possuem adições minerais na sua composição, mesmo que em teores baixos, como é o caso do CP V ARI, que contém entre 0 e 10% de material carbonático.

A utilização de um cimento puro, composto exclusivamente de clínquer e gipsita, foi uma tentativa de evitar possíveis interações que possam ocorrer entre o resíduo estudado e as adições já presentes nos demais tipos de cimentos, podendo interferir nos resultados.

De forma sucinta, o processo de produção do cimento foi dividido em três etapas: moagem e caracterização do clínquer e da gipsita, detalhadas a diante, e a composição do cimento, detalhadas no item 3.3.1 referente ao proporcionamento do cimento.

3.2.1.1. Clínquer

O clínquer utilizado em toda a pesquisa foi fornecido por meio de uma parceria com a empresa MIZU, localizada em Vitória/ES. O material foi disponibilizado, em seu estado bruto, em diversos sacos plásticos e armazenados sobre paletes de madeira em local seco e coberto, conforme apresentado nas imagens da Figura 5.

Figura 5 - Clínquer em estado bruto: (a) clínquer ensacado e armazenado; (b) amostra de clínquer pelotizado.



Fonte: A Autora

O processo de moagem do clínquer foi realizado utilizando o moinho cilíndrico de bolas disponível no LEMAC/UFES, contendo carga abrasiva formada por esferas metálicas que totalizam 50 kg. A carga de material a ser moído foi fixada em lotes de 5 kg para cada batelada. Inicialmente, foi feita a limpeza do equipamento e da carga abrasiva, bem como efetuada a ambientação com o clínquer, a fim de minimizar possíveis contaminações.

Antes de o material ser colocado no moinho de bolas, foi realizada uma pré-moagem no moinho de mandíbula, para redução das partículas de clínquer bruto, e feito o peneiramento na peneira #4, com abertura de 4,76 mm, para remoção das partículas maiores. O material passante seguiu para o processo no moinho de bolas. Os moinhos empregados são apresentados na Figura 6.

Figura 6 – Equipamentos utilizados na moagem do clínquer: (a) moinho de mandíbula; (b) moinho de bolas.



Fonte: A Autora

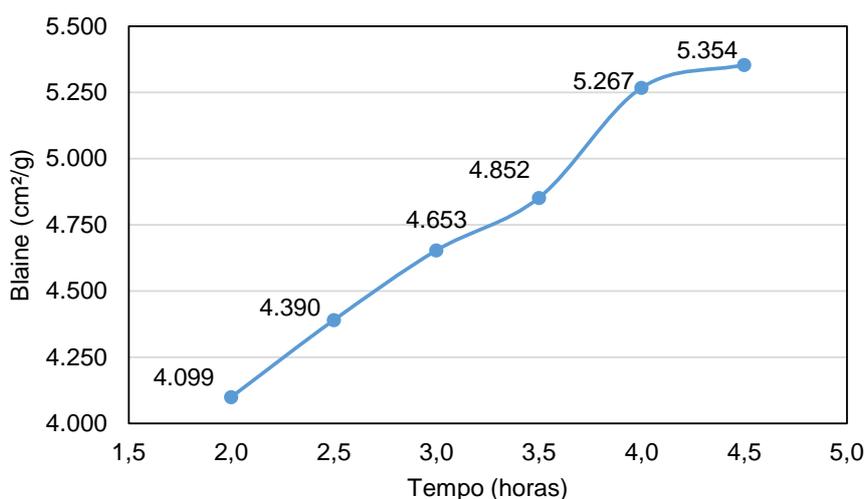
Foi realizado uma amostragem inicial, retirando 5 gramas de material, com moagem de 2 horas (7.440 ciclos), com base no tempo já determinado em um processo de moagem semelhante, realizado por Rodrigues (2018). Em seguida, foram retiradas amostras de 30 em 30 minutos, totalizando 6 amostras, até 4,5 horas de moagem.

A determinação do tempo de moagem foi precedida pela realização de testes de finura pelo método de Blaine e também pelo teor de material retido na peneira de abertura de 75 μm . Como referência, foi admitido uma finura semelhante ao CP V, que atinge um valor de Blaine de aproximadamente 500 m^2/kg .

A massa específica do clínquer foi determinada através do ensaio no frasco de Le Chatelier, conforme preconizado na norma ABNT NBR 16605 (2017), obtendo o resultado de 3,19 g/cm^3 .

A partir do dado obtido referente à massa específica, foi realizado o ensaio de determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine), de acordo com a ABNT NBR 16372 (2015). Os resultados obtidos para amostras com diferentes tempos de moagem são apresentados na Figura 7 e a média dos valores de finura para o tempo final determinado de 4,5 horas foi de 5.354 cm^2/g (534,4 m^2/kg).

Figura 7 - Gráfico do Blaine em relação ao tempo de moagem do clínquer



Fonte: A Autora

Além disso, também foi feito o ensaio do índice de finura por meio da peneira #200, com abertura de 75 μm , conforme ABNT NBR 11579 (2012), atingindo a porcentagem de 1,84% de material retido.

Definido o tempo de moagem de 4,5 horas, após o ciclo de moagem de cada 5 kg do clínquer, o material era removido do moinho de bolas e armazenado. Ao todo, foram moídos 100 kg de clínquer para a realização de todos os ensaios previstos.

Finalizado os ciclos de moagem, foi feito o peneiramento na peneira 150 μm para remoção de grãos que não foram completamente moídos e a homogeneização de todo material a fim de formar um único lote, homogêneo.

Para o procedimento de homogeneização, foi utilizado um tonel plástico de 140 litros com fechamento rosqueável, no qual o clínquer foi depositado após a moagem. O tonel foi fechado e realizado o processo de homogeneização do clínquer moído. Na Figura 8 é apresentado o tonel com o clínquer, após o procedimento.

Figura 8 - Clínquer homogeneizado



Fonte: A Autora

Com a finalização do processo, o clínquer foi devidamente armazenado em sacos plásticos contendo aproximadamente 5 kg. Além disso, o material foi protegido com um segundo saco plástico contendo sílica gel, a fim de absorver possíveis umidades. Todo material ensacado retornou para o tambor, em que foi vedado por uma membrada plástica, além de uma tampa rosqueada, ficando assim, armazenado ao longo da pesquisa.

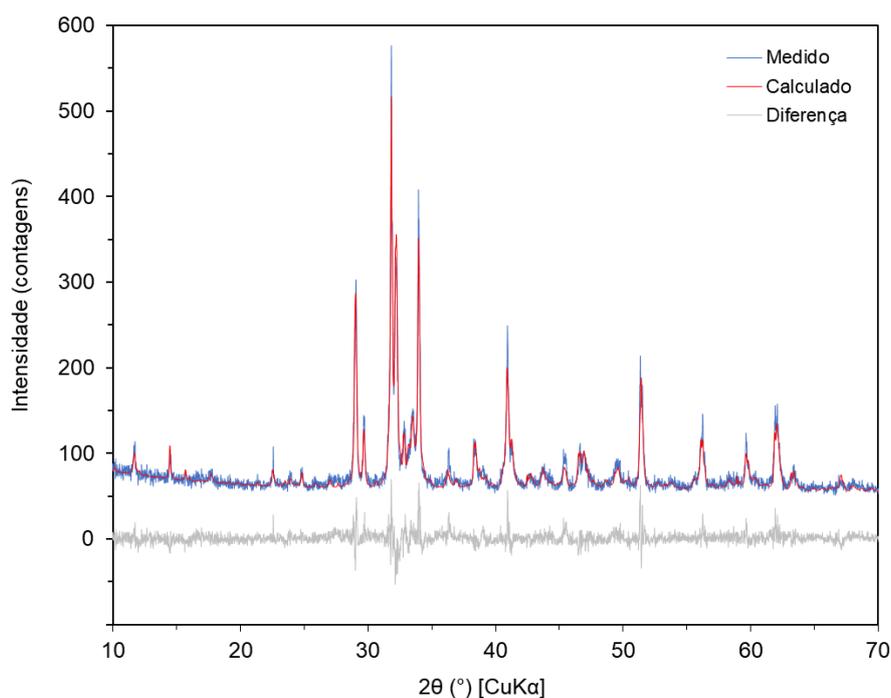
O resumo dos resultados dos ensaios com as características físicas do clínquer preparado para realização dos ensaios é apresentado no Quadro 4. A Figura 9 apresenta o difratograma do clínquer utilizado, e a Tabela 4 apresenta sua composição mineralógica obtida pelo método de Rietveld, que foi executado pelo Lacer (UFRGS) .

Quadro 4 - Resumo dos resultados das características físicas do clínquer

| Método de Ensaio | Resultado |
|---|--------------------------|
| Massa específica (ABNT NBR 16605:2017) | 3,19 g/cm ² |
| Finura pelo Método de Blaine (ABNT NBR 16372:2015) | 5.354 cm ² /g |
| Material retido na peneira nº 200 (ABNT NBR 11579:2012) | 1,84% |

Fonte: A Autora

Figura 9 - Difratograma do clínquer utilizado



Fonte: A Autora

Tabela 4 - Análise quantitativa de fases (Rietveld) do clínquer utilizado

| Fase | % |
|--|-------|
| Silicato tricálcico (C ₃ S) | 75,21 |
| Silicato dicálcico (C ₂ S_beta) | 8,37 |
| Silicato tricálcico (C ₃ A_cub) | 1,56 |
| Aluminato tricálcico (C ₃ A_ot) | 1,12 |
| Ferro aluminato tetracálcico (C ₄ AF) | 11,05 |
| Portlandita | 2,12 |
| Cal | 0,14 |
| Periclásio | 0,44 |

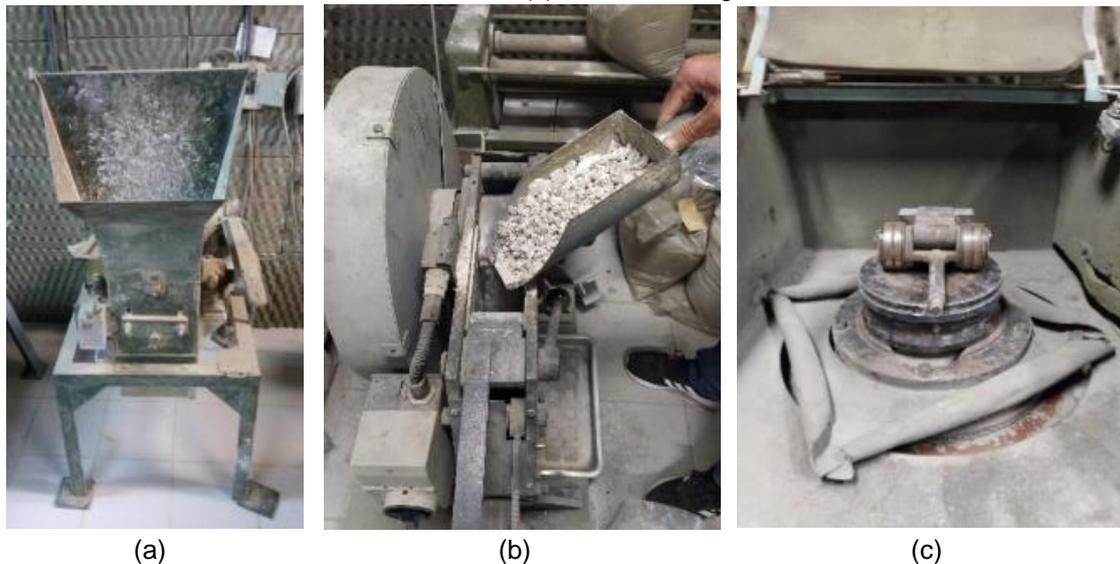
Fonte: A Autora

3.2.1.2. Gipsita

Para a moagem da gipsita foi necessário, inicialmente, o emprego do moinho de martelo (Figura 10a) para redução do mineral, que foi recebido em seu estado bruto, podendo ser classificado como brita 3. Em seguida, o material passou pelo moinho de mandíbula (Figura 10b) para, enfim, seguir para o moinho de argolas (Figura 10c).

No moinho de argolas, o objetivo era alcançar um dimensionamento de material que não interferisse na finura do cimento, ou seja, passante na peneira #200, com abertura de 75 µm. Para tanto, foi inserido 60 g de gipsita durante 2 minutos de moagem, a fim de obter o material na finura desejada. A Figura 11 apresenta o difratograma da gipsita empregada. A análise quantitativa de fases Rietveld indicou que este é composto por 95,45% gipsita e 4,55% anidrita.

Figura 10 – Equipamentos utilizados na moagem da gipsita: (a) moinho de martelo; (b) moinho de mandíbula; (c) moinho de argola.



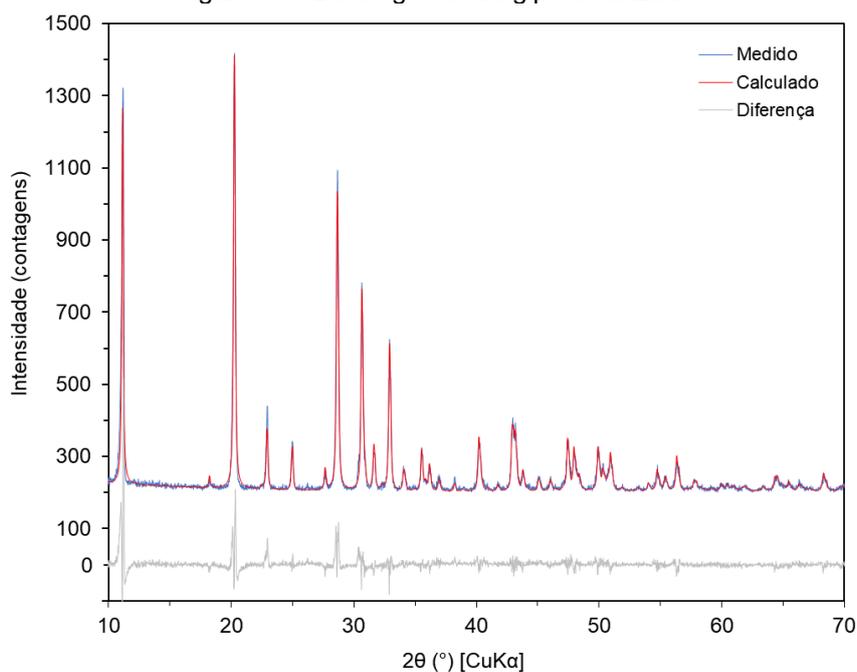
(a)

(b)

(c)

Fonte: A Autora

Figura 11 - Difratoograma da gipsita utilizada



Fonte: A Autora

3.2.2. Escória de aciaria LD

A escória de aciaria LD utilizada nos experimentos é originária do processo produtivo do aço da empresa Arcelor Mittal Tubarão, localizada no município de Serra - ES. O resíduo é destinado para os pátios da empresa ao final do processo

produtivo de acordo com a granulometria de formação, sendo separado e disponibilizado pela empresa nas frações de 0-19 mm, 19-32 mm e 32-75 mm.

A fim de otimizar a etapa de moagem, tendo em vista que foi planejado no estudo a incorporação do material finamente moído como substituto parcial ao cimento Portland, a escória LD foi solicitada e adquirida na fração de 0-19 mm de um lote recém-gerado e submetido ao processo de separação magnética na siderurgia, conforme Figura 12.

Figura 12 - Sacos de escória fornecidos pela Arcelor Mittal na fração 0-19 mm



Fonte: A Autora

Foram analisadas as características físico-química e microestrutural da escória de aciaria LD. Para tanto, foram realizados os seguintes ensaios:

- Fluorescência de Raio-X (FRX): com o objetivo de verificar a composição química;
- Difractometria de Raio-X (DRX): a fim de obter informações sobre a composição mineralógica;
- Microscopia eletrônica de varredura (MEV): utilizado para avaliação da microestrutura e morfologia das partículas.

Os respectivos ensaios de caracterização foram realizados a fim de contribuir para o maior entendimento acerca das propriedades e comportamento da escória de aciaria LD.

Preliminar ao emprego nas misturas como substituto parcial ao cimento e sua devida caracterização, a escória de aciaria LD passou por um processamento por meio da moagem e definição da massa específica e finura, conforme discorrido nos itens que seguem.

3.2.2.1. Moagem da escória LD

A escória LD fornecida pela empresa Arcelor Mittal Tubarão, na fração de 0-19mm, foi peneirada na peneira #4, com abertura de 4,76 mm para remoção das partículas grossas, e o resíduo passante seguiu para o processo de moagem. Estas etapas de preparação para a moagem estão representadas na Figura 13.

Figura 13 - Início do processo de moagem da escória LD: (a) resíduo no estado bruto para peneiramento na #4; (b) resíduo passante na #4 para moagem.



Fonte: A Autora

Assim como o clínquer, descrito no item 3.2.1.1., a moagem do resíduo foi realizada por meio do moinho de bolas disponível no LEMAC a cada 5 kg de escória de aciaria LD, onde foi utilizada uma carga abrasiva de 50 kg de esferas de aço por um período de 2 horas (7440 ciclos).

Após o ciclo de moagem de cada 5 kg da escória LD, o material foi removido do moinho de bolas e armazenado até a finalização de todo o processo. Ao final dos ciclos foi feita a homogeneização de todo material no próprio moinho de bolas e, posteriormente, foi peneirado na peneira com abertura de 150 μm para remoção de grãos que não foram completamente moídos.

O resíduo finalizado foi armazenado em sacos intercalados com sílica gel para absorção de possíveis umidades. As etapas de moagem da escória LD mencionadas estão representadas na Figura 14.

Figura 14 – Etapas da operação de moagem e armazenamento a escória LD: (a) Escória LD sendo removida do moinho do bolas após moagem; (b) Armazenamento da escória LD moída em sacos com sílica gel



Fonte: A Autora

3.2.2.2. Massa específica e Blaine da escória LD

A massa específica da escória LD, foi determinada através do ensaio no frasco de Le Chatelier (Figura 15), conforme preconizado na norma NBR 16605 (ABNT, 2017), obtendo o resultado de $3,41 \text{ g/cm}^3$.

Figura 15 - Ensaio de massa específica da escória de aciaria LD

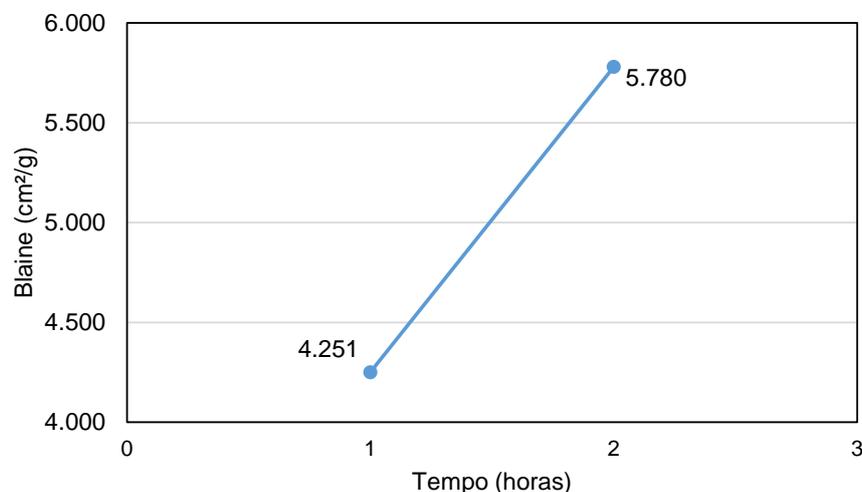


Fonte: A Autora

Com base no dado referente à massa específica, prosseguiu-se com o ensaio de determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar, denominado Método de Blaine, conforme as especificações contidas na NBR 16372 (ABNT, 2015). Os resultados obtidos com a moagem são apresentados na Figura 16 e

a média dos resultados dos ensaios de finura para o tempo de 2 horas de moagem perfazem o valor de 5.780 cm²/g (578,0 m²/kg).

Figura 16 - Gráfico do Blaine em relação ao tempo de moagem da escória LD



Fonte: A Autora

Conforme estudos já realizados com o emprego da escória de aciaria LD como substituto ao cimento, o intervalo de finura do material deve ser compreendida entre 400 e 600 m²/kg para a obtenção de resultados satisfatórios (LU et al., 2018; GAN et al., 2015; WANG et al., 2013).

Além disso, também foi feito o ensaio do índice de finura por meio da peneira 75 µm conforme ABNT NBR 11579 (ABNT, 2012), atingindo a porcentagem de 3,42% de material retido.

O resumo dos resultados dos ensaios com as características físicas da escória de aciaria LD é apresentado no Quadro 5.

Quadro 5 - Resumo dos resultados das características físicas da escória LD

| Método de Ensaio | Resultado |
|--|--------------------------|
| Massa específica (ABNT NBR 16605:2017) | 3,41 g/cm ³ |
| Finura pelo Método de Blaine (ABNT NBR 16372:2015) | 5.780 cm ² /g |
| Material retido na peneira nº200 (ABNT NBR 11579:2012) | 3,42% |

Fonte: A Autora

3.2.2.3. Composição Química

A composição química do lote de escória de aciaria LD empregado no programa experimental, obtido a partir do ensaio de FRX, é apresentado na Tabela 5. O ensaio, que identifica a composição química dos óxidos predominantes nas amostras, foi realizado no laboratório da Arcelor Mittal, empresa fornecedora do resíduo. A análise foi realizada em um equipamento de FRX da marca Thermo Scientific, modelo ARL 9900 Series, em uma amostra com modelo de pastilha prensada.

Tabela 5 - Composição química em porcentagem da escória de aciaria LD empregada no estudo

| Óxidos | CaO | FeO | SiO ₂ | MgO | Al ₂ O ₃ | MnO | P ₂ O ₅ | S |
|--------|------|-------|------------------|-----|--------------------------------|-----|-------------------------------|------|
| % | 43,0 | 26,19 | 12,8 | 6,9 | 3,8 | 2,9 | 1,8 | 0,02 |

Fonte: A Autora

Como pode ser observado, os principais componentes identificados foram o CaO, Fe₂O₃ e SiO₂, que representam 82% dos constituintes da escória LD. Verifica-se, ainda, que o índice de basicidade (razão CaO/SiO₂) do material é igual a 3,4. Os resultados obtidos foram semelhantes aos mencionados na revisão de literatura com relação à composição química do resíduo relatada por diferentes autores (REDDY; PRADHAN; CHANDRA, 2006; YILDIRIM; PREZZI, 2011; WANG; YANG; YAN, 2013. LU et al., 2018; CANAL; ROSÁRIO; PIRES, 2020).

3.2.2.4. Composição Mineralógica

A análise da composição mineralógica da escória de aciaria LD foi realizada por meio da difratometria de raio-X (DRX). O material de amostragem foi previamente moído e peneirado na malha 100, com abertura 150 µm, e enviado para o laboratório.

O difratograma é apresentado na Figura 17, enquanto os resultados da composição mineralógica referentes à fração cristalina são apresentados na Tabela 6. É importante salientar que foi observada a presença da *RO phase*,

uma solução sólida de MgO, MnO, CaO e FeO sem estrutura cristalina definida (KOUROUNIS et al., 2007; ZHANG et al., 2011; MA et al., 2022). A ausência de informações cristalográficas, bem como sua contribuição pouco cristalina ao difratograma, impediram sua quantificação. Assim, a Tabela 6 apresenta a composição mineralógica relativa à fração cristalina identificada.

Figura 17 - Difratograma da escória de aciaria LD utilizada

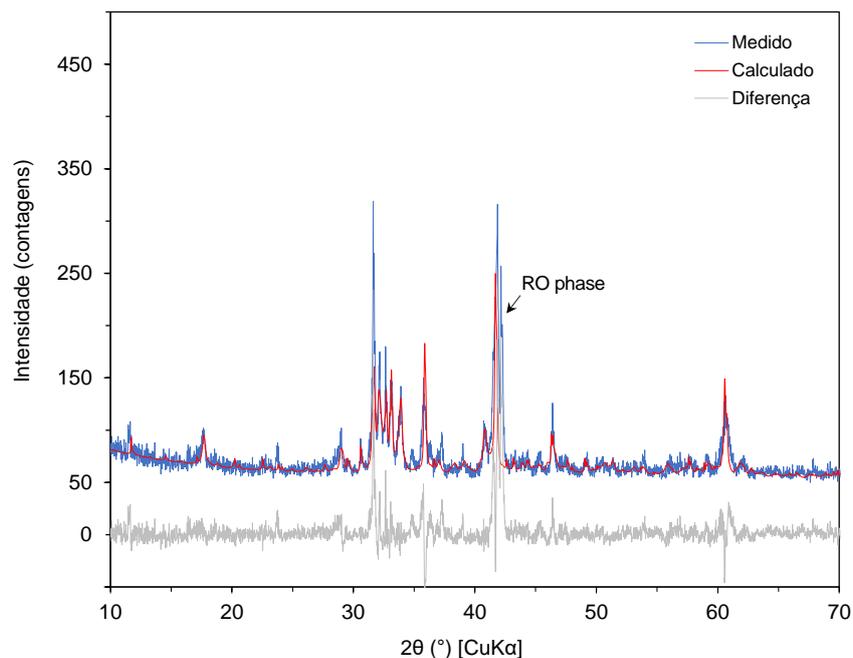


Tabela 6 - Composição mineralógica das fases cristalinas da escória de aciaria LD utilizada

| Fases | % |
|--|-------|
| Silicato dicálcico (C ₂ S_beta) | 28,51 |
| Silicato dicálcico (C ₂ S_alpha) | 5,83 |
| Silicato tricálcico (C ₃ S) | 25,33 |
| Wuestita (FeO) | 17,08 |
| Srebrodolskita (Ca ₂ Fe ₂ O ₅) | 6,81 |
| Merwinita (Ca ₃ Mg(SiO ₄) ₂) | 5,21 |
| Portlandita (Ca(OH) ₂) | 5,07 |
| Ferro aluminato tetracálcico (C ₄ AF) | 3,30 |
| Dolomita (CaMg(CO ₃) ₂) | 1,60 |
| Calcita (CaCO ₃) | 0,71 |
| Periclásio | 0,53 |

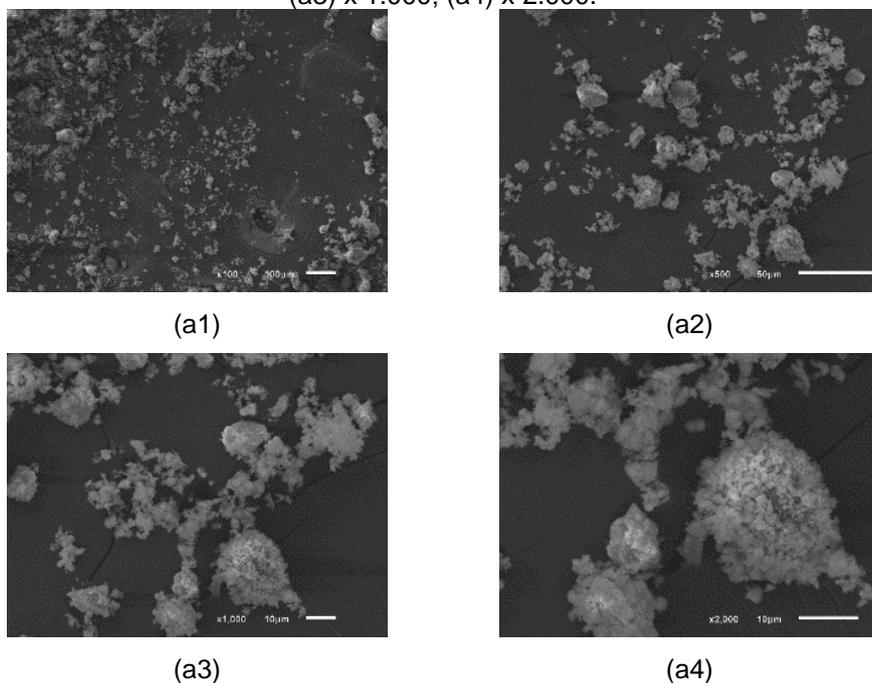
Fonte: A Autora

3.2.2.5. Microestrutura

A Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi empregada para avaliar a microestrutura e morfologia das partículas. A morfologia das partículas pode ser expressa por três propriedades independentes, sendo elas: forma, angularidade e textura da superfície. Tais propriedades desempenham importante função e podem afetar diretamente as características dos compósitos cimentícios.

As imagens da escória de aciaria LD obtidas a partir do MEV, são apresentados na Figura 18.

Figura 18 - Estrutura microscópica da escória de aciaria LD por MEV: (a1) x 100; (a2) x 500; (a3) x 1.000; (a4) x 2.000.



Fonte: A Autora

A partir da análise das imagens do MEV, pode-se observar que as partículas de escória de aciaria LD moída são volumétricas e apresentam certa rugosidade na superfície. Resultados semelhantes foram relatados por Franco de Carvalho et al. (2019) que analisaram partículas de escória LD com área de superfície específica semelhante ao estudado ($5.416 \text{ cm}^2/\text{g}$) e identificaram rugosidade moderada e bordas arredondadas.

3.2.3. Fíler calcário

O fíler calcário utilizado na pesquisa foi recebido pela própria empresa fabricante de clínquer, já moído na finura empregada pela indústria. Logo, não houve a necessidade da realização de procedimento de moagem com o material.

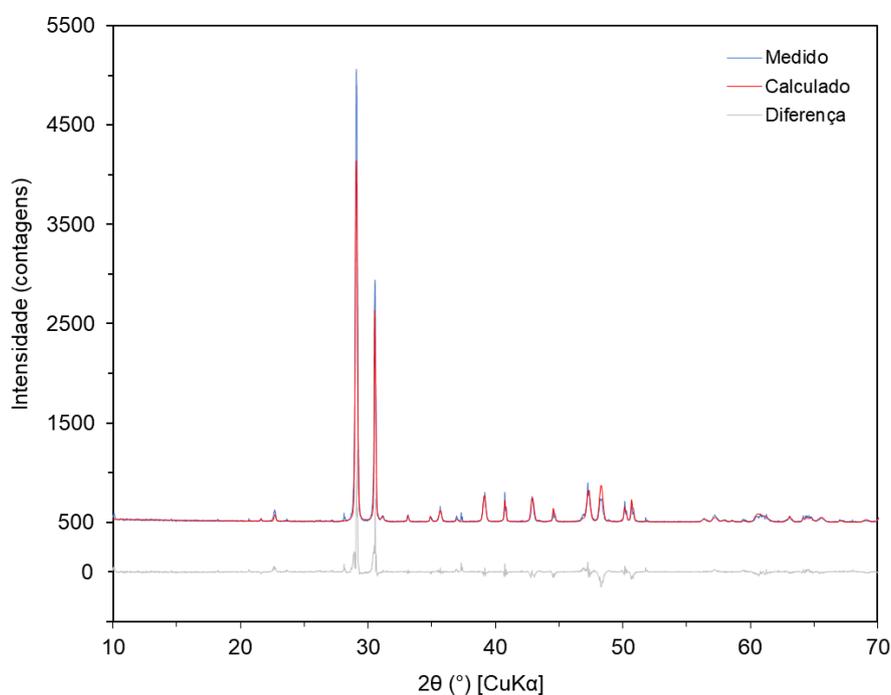
Foram determinadas a massa específica e a finura pelo método de Blaine, conforme apresentado no Quadro 6. A Figura 19 apresenta o difratograma do fíler calcário empregado. A análise quantitativa de fases Rietveld indicou que este é composto por 68,09% calcita e 31,91% dolomita.

Quadro 6 - Resumo dos resultados das características físicas do fíler calcário

| Método de Ensaio | Resultado |
|--|--------------------------|
| Massa específica (ABNT NBR 16605:2017) | 2,69 g/cm ³ |
| Finura pelo Método de Blaine (ABNT NBR 16372:2015) | 3.807 cm ² /g |

Fonte: A Autora

Figura 19 - Difratograma do fíler calcário utilizado



Fonte: A Autora

3.2.4. Agregados

A programa experimental adotado foi realizado, em sua grande parte, em amostras de argamassa. Sendo assim, os agregados que foram utilizados nos ensaios foram agregados miúdos.

Para estes estudos em argamassa, usou-se como agregado miúdo uma areia natural quartzosa de cava. Como tratamento, toda a areia foi peneirada na peneira de abertura de malha 2 mm, para remoção de partículas indesejadas e, na sequência, colocadas na mufla em temperatura de 450°C por um período de uma hora, a fim de eliminar a matéria orgânica presente.

A caracterização do material se deu por meio da definição da massa específica e módulo de finura, conforme as normas NBR 16916 (ABNT, 2021) e NBR 7211 (ABNT, 2022), respectivamente. O valor da massa específica encontrada foi de 2,60 g/cm³ e o módulo de finura de 1,89. De acordo com a distribuição granulométrica do agregado miúdo, o material fica compreendido dentro da zona utilizável.

3.3. PROPORCIONAMENTO E PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

3.3.1. Proporcionamento das composições do cimento

O teor de gipsita, adicionado ao clínquer para composição de um cimento tem a importante função de controle do tempo de pega e das reações iniciais de hidratação. Quando em contato com a água, a hidratação do C₃A (aluminato tricálcico) presente no clínquer ocorre de forma imediata e, devido a isso, o sulfato de cálcio é adicionado para controlar sua reatividade e solubilidade, possibilitando o uso do cimento como material de construção (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O controle da hidratação dos aluminatos é necessária, tendo em vista que, caso ocorra anteriormente à dos silicatos, as reações do C₃S (silicato tricálcico) são inibidas, afetando a resistência à compressão inicial das pastas confeccionadas com materiais cimentícios (SCRIVENER; JUILLAND; MONTEIRO, 2015).

Devido à importância da adequada quantidade de sulfato de cálcio que deve ser adicionado ao cimento, após a moagem e definição da finura do clínquer e da gipsita, foi realizado um estudo para identificação da porcentagem ideal de gipsita a ser empregada nas amostras.

A análise para o proporcionamento da mistura de cimento foi feita por meio dos resultados do ensaio de calorimetria de condução utilizando o calorímetro de condução isotérmico Thermometric TAM AIR de oito canais, com sistema informatizado de aquisição de dados e frequência média de leitura a cada 30 s. O estudo foi executado no Laboratório Nanotec, do Departamento de Engenharia Civil, da Universidade Federal de Santa Catarina.

O ensaio foi realizado em pasta, com relação água/aglomerante de 0,35, tanto para misturas somente com clínquer e gipsita, como para misturas com clínquer, escória LD e gipsita. As variações nas porcentagens de gipsita foram de 3,5%, 4%, 4,5%, 5%, 5,5% e 6%. As nomenclaturas e as composições utilizadas são apresentadas no Quadro 7.

Quadro 7 - Nomenclatura e composição das pastas utilizadas no ensaio de calorimetria de condução

| Nomenclatura* | Composição** |
|----------------------|--|
| C | 100% Clínquer + 0% gipsita |
| C-3,5%GPS | 96,5% Clínquer + 3,5% gipsita |
| C-4,0%GPS | 96,0% Clínquer + 4,0% gipsita |
| C-4,5%GPS | 95,5% Clínquer + 4,5% gipsita |
| C-5,0%GPS | 95,0% Clínquer + 5,0% gipsita |
| C-5,5%GPS | 94,5% Clínquer + 5,5% gipsita |
| C-6,0%GPS | 94,0% Clínquer + 6,0% gipsita |
| C+LD | 100% (Clínquer + escória LD) + 0% gipsita |
| C+LD-3,5%GPS | 96,5% (Clínquer + escória LD) + 3,5% gipsita |
| C+LD-4,0%GPS | 96,0% (Clínquer + escória LD) + 4,0% gipsita |
| C+LD-4,5%GPS | 95,5% (Clínquer + escória LD) + 4,5% gipsita |
| C+LD-5,0%GPS | 95,0% (Clínquer + escória LD) + 5,0% gipsita |
| C+LD-5,5%GPS | 94,5% (Clínquer + escória LD) + 5,5% gipsita |
| C+LD-6,0%GPS | 94,0% (Clínquer + escória LD) + 6,0% gipsita |

*Nomenclatura utilizada apenas para o ensaio de calorimetria de condução isotérmica.

**Nas misturas "C+LD", foi fixada a proporção clínquer:escória em 90:10.

Fonte: A Autora

3.3.2. Preparação das amostras

A etapa de preparação das amostras compreende a definição dos traços para produção das argamassas utilizadas nos ensaios, com diferentes teores de incorporação de resíduo estudado e relações água/aglomerante (a/ag).

De forma a avaliar o comportamento de argamassas de alto desempenho em que a retração autógena ocorre de forma mais intensa, foram adotadas as relações a/ag de 0,40 e 0,30 para a composição das amostras.

A proporção dos constituintes das argamassa em massa foi de 1:1,50:0,40 (cimento, areia e água), para as amostras referentes à relação a/ag de 0,40, e de 1:1,50:0,30, para o grupo de análise relacionado a a/ag de 0,30. A composição das misturas, com os devidos ajustes necessários, teve como referência as proporções já utilizadas previamente por autores como De Matos et al. (2020).

Por se tratar de argamassas de alto desempenho autoadensáveis, fez-se uso de aditivo redutor de água. O ajuste do teor de aditivo se deu de modo que as misturas de referência atingissem um valor de espalhamento (mini *slump flow*) entre 240 e 260 mm, conforme prescrito pela EFNARC (2002).

O aditivo empregado foi o ADVA 458 UHPC da GCP, que é um superplastificante base policarboxilato com a finalidade de alcançar alta fluidez em misturas de com relação água/aglomerante baixas, por meio de um elevado poder de dispersão de partículas (GCP, 2022).

Com relação aos teores de incorporação de escória de aciaria LD, os percentuais utilizados foram fundamentados em revisão de literatura em trabalhos de autores que utilizaram o resíduo como substituição parcial ao cimento em argamassas e concretos (LU et al., 2018; GAN et al., 2015; WANG et al., 2013). Baseado nas pesquisas, foram produzidas amostras de referência, sem a incorporação da escória de aciaria LD, e amostras com teores de 5 e 10% do resíduo finamente moído.

Com o objetivo de melhor avaliar o desempenho da escória estudada, foram também dosadas argamassas contendo filer calcário. Para tanto, foi adotado a

mesma composição das argamassas que as demais misturas empregadas no estudo, contudo, apenas contendo a substituição de 10% de fíler.

Portanto, foram dosadas argamassas de referência somente com o cimento Portland produzido, argamassas contendo 5% e 10% de escória LD em substituição parcial ao cimento Portland da mistura e argamassas contendo 10% de fíler também como substituto ao cimento Portland. Todas as misturas foram preparadas para duas relações água/aglomerante (a/ag) distintas, 0,30 e 0,40. As substituições foram efetuadas em volume, uma vez que o comportamento no estado fresco das misturas também foi avaliado.

Desse modo, foram avaliadas oito composições distintas de argamassas de alto desempenho autoadensáveis para o desenvolvimento do programa experimental proposto e análise das propriedades pré-estabelecidas. Dentre elas, dois tipos serão de referência e as demais com as devidas variações do resíduo em estudo e com fíler, conforme apresentado no Quadro 8.

Quadro 8 - Tipos de argamassas

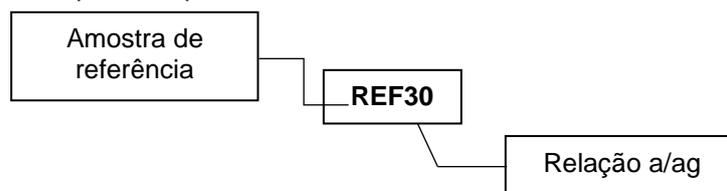
| Nomenclatura | Tipo de mistura | Nº de níveis de variação | | Quantidade de mistura por tipo |
|--------------|--|--------------------------------|----------------------------|--------------------------------|
| | | Teor de substituição (5% e 10) | Relação a/ag (0,30 e 0,40) | |
| REF40 | Misturas de referência | - | 2 | 2 |
| REF30 | | | | |
| LD40-5 | Misturas com escória LD como substituto parcial ao aglomerante | 2 | 2 | 4 |
| LD40-10 | | | | |
| LD30-5 | | | | |
| LD30-10 | | | | |
| F40-10 | Misturas com fíler calcário como substituto ao aglomerante | 1 | 2 | 2 |
| F30-10 | | | | |
| TOTAL | | | | 8 |

Fonte: A Autora

Com o intuito de facilitar a leitura e a utilização dos nomes das misturas na pesquisa, foi adotada uma nomenclatura abreviada, respeitando o tipo de amostra, a relação água/aglomerante e o teor de escória LD. As Figuras 20, 21 e 22 exemplificam a nomenclatura adotada.

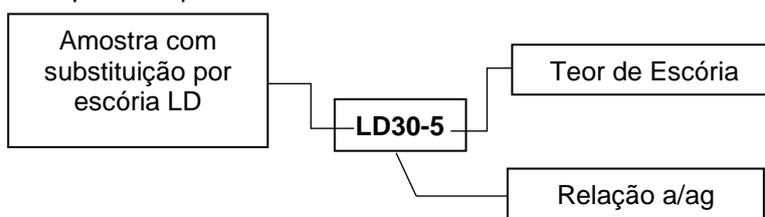
No caso da Figura 20, a sigla REF30 refere-se a uma mistura de referência com a relação água/aglomerante 0,3. Na Figura 21, LD30-5 refere-se a uma argamassa com substituição parcial de cimento pela escória LD com um teor de 5% e de relação água/aglomerante de 0,30. Já a Figura 22 representa a argamassa com 10% de fíler e relação a/agl 0,30, por meio da nomenclatura F30-10.

Figura 20 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras de referência



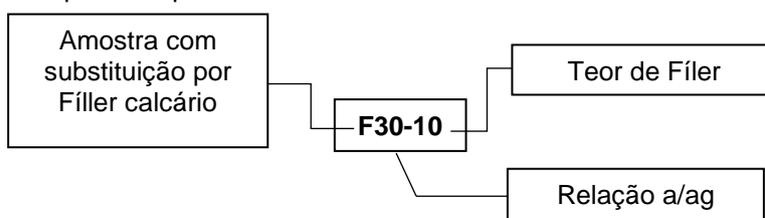
Fonte: A Autora

Figura 21 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras com escória LD



Fonte: A Autora

Figura 22 - Esquema explicativo da nomenclatura das amostras com fíler calcário



Fonte: A Autora

A quantidade, em massa, de cada material utilizado para preparação das argamassas está disposta na Tabela 7. A base para o cálculo das quantidades utilizadas foi o volume de 1,8 litros de cada mistura, conforme a capacidade da argamassadeira utilizada e os ensaios desenvolvidos.

Tabela 7 - Quantidade em massa dos materiais para preparação de 1,8l de cada tipo de amostra (substituições realizadas em volume)

| Amostra | Clínquer (g) | Gipsita (g) | Escória LD | Fíler (g) | Areia (g) | Água (g) | Aditivo (g) |
|---------|--------------|-------------|------------|-----------|-----------|----------|-------------|
| REF40 | 1.318,16 | 76,72 | 0,00 | 0,00 | 2.092,32 | 557,95 | 3,51 |
| LD40-5 | 1.252,25 | 72,88 | 74,56 | 0,00 | 2.092,32 | 557,95 | 3,51 |
| LD40-10 | 1.186,34 | 69,05 | 149,12 | 0,00 | 2.092,32 | 557,95 | 3,51 |
| F40-10 | 1.186,34 | 69,05 | 0,00 | 117,64 | 2.092,32 | 557,95 | 3,51 |
| REF30 | 1.428,89 | 83,16 | 0,00 | 0,00 | 2.268,08 | 453,62 | 8,50 |
| LD30-5 | 1.357,45 | 79,00 | 80,82 | 0,00 | 2.268,08 | 453,62 | 8,50 |
| LD30-10 | 1.286,00 | 74,85 | 161,65 | 0,00 | 2.268,08 | 453,62 | 8,50 |
| F30-10 | 1.286,00 | 74,85 | 0,00 | 127,52 | 2.268,08 | 453,62 | 8,50 |

Fonte: A Autora

3.4. REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS

Definidas as composições das misturas a serem utilizadas no decorrer do estudo, foi dado início aos ensaios para avaliação das propriedades pré-determinadas no planejamento experimental, a fim de avaliar o comportamento do estado fresco, o período de hidratação e o estado endurecido de amostras contendo a escória de aciaria LD como substituto parcial ao cimento.

3.4.1. Estado Fresco

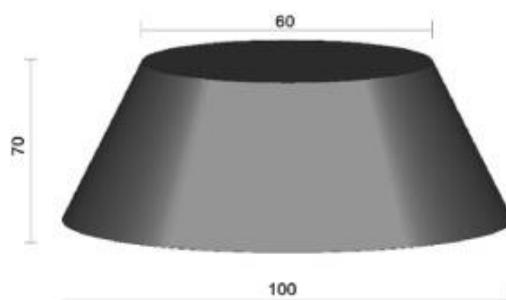
3.4.1.1. Consistência

O ensaio de consistência teve como objetivo avaliar a interferência da escória de aciaria LD, empregada como substituto parcial ao cimento Portland, no espalhamento das misturas e, conseqüentemente, na demanda de aditivos.

O ensaio de espalhamento (*mini slump flow*) foi executado, adaptando os procedimentos preconizado na NBR 13276 (ABNT, 2016), sem a aplicação de quedas na mesa, que avalia a fluidez das argamassas em mesa de consistência. Por se tratar de argamassas de alto desempenho e autoadensáveis, não foram

aplicados os golpes entre camadas durante o preenchimento do molde e nem mesmo efetuado a movimentação da manivela do aparelho para provocar o abatimento do tronco de cone. O aparato utilizado no ensaio é representado na Figura 23.

Figura 23 - Aparato utilizado para avaliar a fluidez das argamassas: mini *slump flow* (mm)



Fonte: MATOS et al. (2020)

3.4.1.2. Cinética de hidratação

A cinética de hidratação das amostras foi analisada a partir do desenvolvimento do ensaio de calorimetria de condução isotérmica. O ensaio visa identificar a influência da incorporação da escória de aciaria LD na liberação do calor de hidratação de misturas cimentícias em relação às composições de referência.

Como nesta etapa o teor de 5,5% de gipsita já havia sido definido, a análise foi desenvolvida em pastas com relação água/aglomerante de 0,35, tanto para a mistura de clínquer e 5,5% de gipsita, como para mistura com clínquer, 10% de escória LD e 5,5% de gipsita. O fluxo de calor e o calor acumulado foram normalizados considerando a massa de clínquer, gipsita e escória LD (quando adicionada), como aglomerantes. As nomenclaturas e as composições utilizadas são apresentadas no Quadro 9.

Quadro 9 - Nomenclatura e composição das pastas utilizadas no ensaio de calorimetria de condução para avaliar o período de hidratação

| Nomenclatura* | Composição |
|----------------|--|
| C-5,5%GPS | 94,5% Clínquer + 5,5% gipsita |
| C+LD-5,5%GPS** | 94,5% (Clínquer + escória LD) + 5,5% gipsita |

*Nomenclatura utilizada apenas para o ensaio de calorimetria de condução isotérmica.

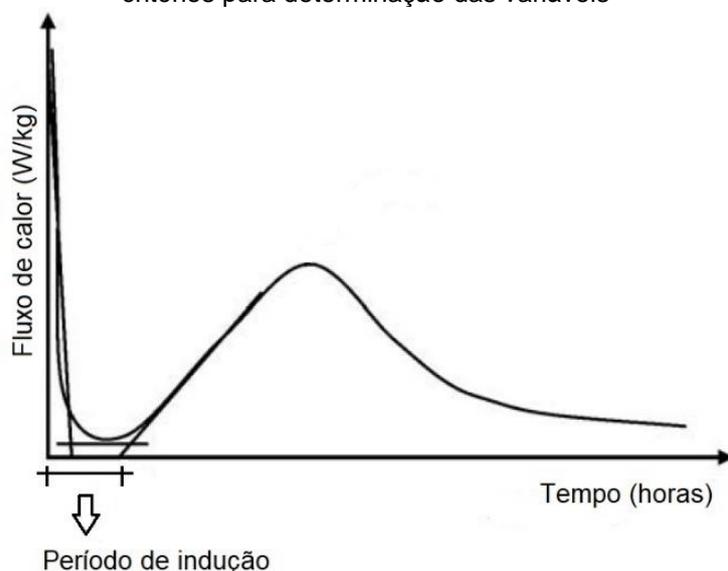
**Nas misturas "C+LD", foi fixada a proporção clínquer:escória em 90:10, em massa.

Fonte: A Autora

Foi adotado como metodologia, para efeitos de comparação das misturas, o início do período de indução ocorrendo ainda nas primeiras leituras do calorímetro (T_0) e se estendendo até o início da curva de aceleração da hidratação. Para tanto, foi realizada uma adaptação no método empregado por Betioli et al. (2009), tendo em vista que não foi utilizado o misturador interno do calorímetro, em que as leituras captam desde o primeiro contato da água com os materiais ainda secos. Foi empregado um misturador externo, com leituras sendo iniciadas, aproximadamente, 10 minutos após o contato com a água.

Desta forma, o final do período de indução foi estabelecido no ponto de intersecção das extrapolações do seu trecho horizontal e da linha de regressão do período de aceleração da taxa de liberação de calor (ou fluxo de calor), como é mostrado na Figura 24 e em conformidade com os critérios adotados por Betioli et al. (2009). Logo, o tempo adotado como o período de indução foi calculado a partir do tempo zero até o cruzamento das retas nos gráficos de fluxo de calor das amostras. Já a taxa máxima de liberação de calor foi obtida por meio da leitura diretamente nos dados.

Figura 24 - Representação esquemática da curva de fluxo de calor em função do tempo e critérios para determinação das variáveis



Fonte: Adaptado de (BETIOLI et al., 2009)

3.4.2. Estado endurecido

No estado endurecido as misturas em estudo foram analisadas quanto às propriedades de resistência à compressão e porosidade, além do relevante aspecto relacionado ao emprego da escória de aciaria LD em misturas cimentícias, que é a formação de compostos expansivos.

3.4.2.1. Resistência à compressão

O desenvolvimento da resistência à compressão das argamassas foi avaliado em corpos de prova cilíndricos, conforme os procedimentos de ensaio estabelecidos pela NBR 7215 (ABNT, 2019b), com as devidas alterações nas composições das argamassas, como previsto no item 3.3.2, além das adaptações também adotadas no processo de adensamento, por se tratar de argamassas autoadensáveis.

Para os ensaios de resistência à compressão foram moldados seis corpos de prova cilíndricos de 5 x 10 cm, para cada uma das amostras e idades estudadas, a saber, 7, 28 e 91 dias. Os corpos de prova foram desmoldados com 24 horas, após a moldagem, e submetidos ao processo de cura úmida até a data de rompimento. O processo de moldagem e cura dos corpos de prova é apresentado na Figura 25. Nas idades previstas, os corpos de prova foram rompidos em uma prensa Amsler, com capacidade de 50 toneladas, mostrada na Figura 26.

Figura 25 - Corpos de prova para ensaio de resistência à compressão: (a) molde cilíndrico de 5 x 10 cm; (b) corpos de prova moldados e cobertos para cura inicial; (c) desmoldagem dos cp's após 24 horas; (d) cura úmida dos cp's até a data de rompimento.



(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: A Autora

Figura 26 - Rompimento dos corpos de prova



Fonte: A Autora

3.4.2.2. Porosidade

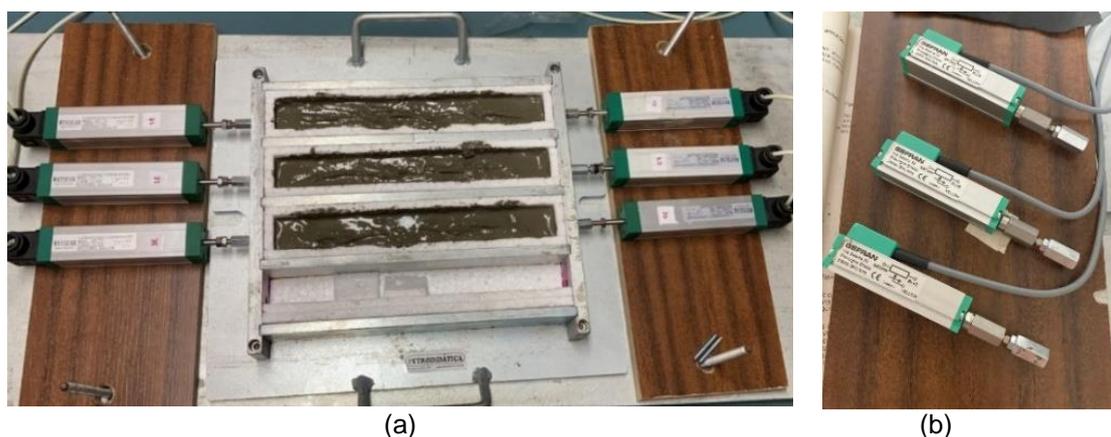
A porosidade de misturas cimentícias, de forma geral, tem interferência direta na durabilidade dos materiais no estado endurecido. Desta forma, a influência da incorporação da escória de aciaria LD na porosidade das amostras de argamassas foi analisada por meio da realização do ensaio de absorção por imersão em água, de acordo com as especificações da NBR 9778 (ABNT, 2009).

3.4.2.3. Retração

Para analisar a variação dimensional das misturas estudadas, foram moldados prismas de argamassa de 2,5 x 2,5 x 28,5 cm em uma bancada, conectados nas extremidades por transdutores de deslocamento, conforme ASTM C490/C490M (ASTM, 2017).

A bancada de retração possui quatro compartimentos prismáticos, conforme mostrado na Figura 27, que foram moldados com todos os oito tipos de amostras definidas no programa experimental. Dentre as repartições, foram instrumentadas apenas três para a medição da retração/expansão das misturas, tendo em vista a quantidade de seis transdutores disponíveis.

Figura 27 - Bancada de retração: (a) moldagem de três compartimentos da bancada com argamassa autoadensável; (b) transdutores de medição da marca Gefran utilizados para medição de deslocamento.



Fonte: A Autora

Conforme também pode ser observado na Figura 27, todas as faces dos prismas foram revestidas com isopor de 12 mm de espessura para evitar um possível confinamento do prisma na forma e, conseqüentemente, interferir nas leituras de deformação. Para facilitar a operação de moldagem dos prismas de argamassa, foi colocado ainda um plástico contínuo sobre o isopor para garantir a estanqueidade da forma.

Foram adotados chapas de madeira para impossibilitar a movimentação dos aparelhos de medição, deixando livre apenas os cursores que promovem a leitura. Além disso, ao término da moldagem dos prismas, foram aplicadas várias demãos de impermeabilizante da marca Vedacit para garantir a estanqueidade

da face superior das argamassas. A Figura 28 representa estas etapas de finalização da montagem de uma das amostras executadas, por meio da estabilização dos leitores e impermeabilização dos prismas.

Figura 28 - Finalização do processo de moldagem da bancada de retração



Fonte: A Autora

As leituras da variação dimensional das amostras de argamassa do programa experimental, representadas por três prismas, foram computadas por até sete dias na bancada. As primeiras seis horas de leitura, após a moldagem, foram desconsideradas, tendo em vista ser o período de acomodação da argamassa na forma. Deste modo, o tempo zero considerado nesta pesquisa foi a partir de seis horas no momento da moldagem dos prismas.

Como os transdutores de medição utilizados para o monitoramento das argamassas são de grande sensibilidade, todos os ensaios foram desenvolvidos em ambiente com temperatura controlada e acesso restrito.

Finalizado o período de leitura estabelecido no programa, a bancada era desmontada para retirada dos prismas e remontada para a moldagem das demais misturas.

3.4.2.4. Microestrutura

O estudo da microestrutura dos compostos formados com a hidratação é fundamental para o entendimento das propriedades e desempenho dos materiais. Portanto, foi adotado na pesquisa a avaliação da microestrutura por

meio da técnica de termogravimetria (TG), a partir do material oriundo do processo de estabilização de hidratação, nas idades de 7 e 28 dias.

Os ensaios foram executados no LINCE (UFRGS) em um equipamento TGA 2 (Mettler Toledo), utilizando aproximadamente 20 mg de amostra em cadinho de alumina, com taxa de aquecimento de 20°C/min e atmosfera de ar sintético. Os teores de água quimicamente combinada (AQC) e hidróxido de cálcio (HC) foram calculados com base nos intervalos de perda de massa de 40-550°C e 400-500°C, respectivamente. Para isso, foram usadas as Equações 1 e 2, normalizando os resultados para 100 g de pasta conforme sugerido por Lothenbach; Durdziński; Weerd (2016).

$$\text{AQC} = \frac{M_{40} - M_{550}}{M_{550} \times (1 + \frac{a}{ag})} \quad (1)$$

$$\text{HC} = \frac{M_{400} - M_{500}}{M_{550} \times (1 + \frac{a}{ag})} \times \frac{74}{18} \quad (2)$$

Em que: M_x é a massa medida na TG para à uma temperatura x , a/ag é a relação água/aglomerante em massa, e $74/18$ é a relação molar entre $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e H_2O . Vale salientar que a água livre foi removida pelo processo de parada da hidratação (detalhado posteriormente), então toda a perda de massa até 550°C pode ser atribuída à água quimicamente ligada.

3.4.2.4.1. Preparação dos corpos de prova

Inicialmente, foi feita a preparação dos corpos de prova de pastas de cimento. As pastas foram preparadas conforme as relações água/aglomerante previstas no estudo, ou seja, 0,40 e 0,30. Contudo, foi adotado apenas o teor de substituição de cimento por escória LD de 10%, a fim de reduzir o número de amostras e otimizar as análises.

Para a confecção das pastas foi empregado um misturador de alta energia da marca Makita, apresentado na Figura 29. A quantidade, em massa, de cada material utilizado para preparação do volume de 100 ml das misturas para moldagem das amostras está disposta na Tabela 8.

Figura 29 - Misturador de alta energia para pastas



Fonte: A Autora

Tabela 8 - Quantidade de materiais para preparação de 100ml de pastas para estabilização

| Amostra | Clínquer (g) | Gipsita (g) | Escória LD (g) | Água (g) |
|----------------|---------------------|--------------------|-----------------------|-----------------|
| REF40 | 132,44 | 7,71 | 0,00 | 56,06 |
| LD40-10 | 119,20 | 6,94 | 14,98 | 56,06 |
| F40-10 | 119,20 | 6,94 | 11,82 | 56,06 |
| REF30 | 154,03 | 8,96 | 0,00 | 48,90 |
| LD30-10 | 138,63 | 8,07 | 17,43 | 48,90 |
| F30-10 | 138,63 | 8,07 | 13,75 | 48,90 |

Fonte: A Autor

Após a mistura, as pastas foram colocadas em recipientes plásticos com diâmetro aproximado de 3 cm e altura de 2 cm e foram vedados com tampa. Após as 24 horas iniciais, as amostras foram removidas desses recipientes, acondicionadas em outro recipiente plástico com dimensões maiores e imersas em solução de água com cal até a idade do estudo. A Figura 30 representa as etapas de preparação dos corpos de prova.

Figura 30 - Preparação das pastas para estabilização: (a) moldagem das pastas; (b) recipientes vedados nas primeiras 24h; (c) desmoldagem e colocação em recipientes maiores; (d) acondicionamento em solução de água e cal até a idade do estudo.



(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: A Autora

Nas idades de 7 e 28 dias os corpos de prova foram retirados da solução e preparadas para o ensaio por meio da interrupção da hidratação.

3.4.2.4.2. Interrupção das reações de hidratação e preparo das amostras

Nas idades pré-determinadas no estudo, foi realizada a interrupção das reações de hidratação e secagem da amostra, retirando a água livre, a fim de manter estabilizar e preservar a microestrutura para a realização do ensaio. Este procedimento é essencial para armazenamento das amostras e para a obtenção de dados confiáveis de diferentes amostras na mesma idade (SNELLINGS et al., 2018).

A metodologia empregada no processo de interrupção das reações de hidratação foi a recomendada por Snellings et al. (2018). O procedimento

consiste em fragmentar a pasta de cimento hidratada com um almofariz, até reduzir a amostra a 1 mm e imergir 3 g de material em 100 ml de isopropanol por 15 minutos. Em seguida, deve-se proceder a filtragem da amostra à vácuo no funil de Buchner, lavá-la com mais 20 ml de isopropanol e também em 20 ml de éter dietílico. Por fim, deve-se manter as amostras em estufa ventilada a 40°C por 8 minutos. Segundo esses autores, esse procedimento preserva melhor os hidratos, permitindo maior precisão para a análise semi-quantitativa das fases cristalinas.

O procedimento empregado para interrupção das reações de hidratação das pastas é exemplificado na Figura 31.

Figura 31 - Procedimento de estabilização de hidratação: (a) cp após desmoldagem; (b) almofariz utilizado para moagem; (c) 3g de material para procedimento; (d) material imerso em álcool isopropílico; (e) funil de Buchner; (f) secagem da amostra em estufa.



Fonte: A Autora

3.5. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Na última etapa do programa experimental, após a finalização de todos os ensaios previstos, procedeu-se com análise dos dados obtidos. Inicialmente, os dados dos ensaios foram compilados e calculado as médias, desvio padrão e análise estatística de variância (ANOVA), quando pertinente. Na sequência, foram feitas as análises, comparações com a literatura, inferências e levantamento de hipóteses.

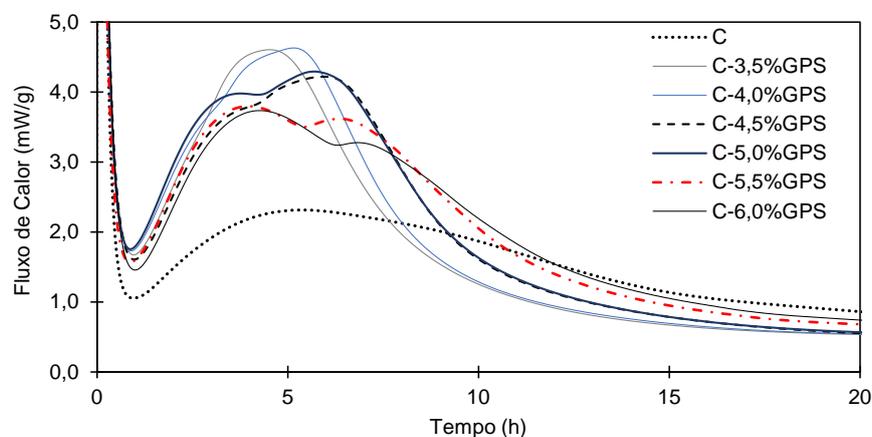
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. AJUSTE DO TEOR DE SULFATOS

Foi realizado um estudo para identificação da porcentagem ideal de gipsita a ser empregada nas amostras para proporcionamento da mistura de cimento.

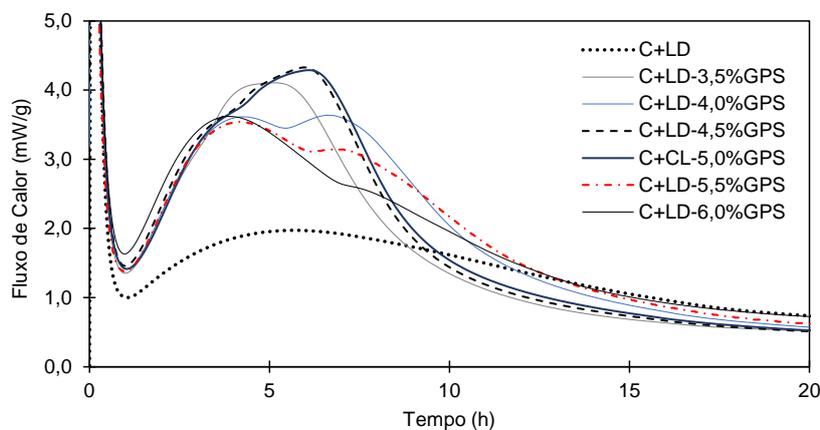
Os resultados obtidos nos ensaios de calorimetria de condução são apresentados nas Figuras 32 e 33, que representam as curvas de fluxo de calor decorrente da hidratação das pastas analisadas.

Figura 32- Fluxo de calor da pasta contendo apenas clínquer e demais pastas contendo clínquer e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)



Fonte: A Autora

Figura 33 - Fluxo de calor da pasta contendo apenas clínquer e LD e demais pastas contendo clínquer, escória LD e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)



Fonte: A Autora

Ao entrar em contato com a água, a reação do C_3A é controlada pela presença dos sulfatos, permitindo a hidratação do C_3S . A dissolução do aluminato é retomada quando há o esgotamento dos sulfatos na solução e ocorre um novo pico de reações do C_3A e formação da etringita (SCRIVENER; JUILLAND; MONTEIRO, 2015). Este pico de dissolução do C_3A , é apresentado na Figura 34, que exemplifica a curva típica de fluxo de calor de cimento, utilizado como a referência para determinação do teor de gipsita empregado no estudo.

Figura 34 - Curva típica de fluxo de calor de cimento



Fonte: Adaptado de Scrivener; Juilland; Monteiro (2015)

Deseja-se que o pico de liberação de calor pela hidratação do C_3A ocorra posteriormente ao pico de liberação de calor relacionado à hidratação do C_3S . Desta forma, é possível observar que, tanto para as misturas somente com clínquer, como para as misturas com escória de aciaria LD, o teor de 5,5% de gipsita é o que representa os resultados mais adequados e em conformidade com a literatura.

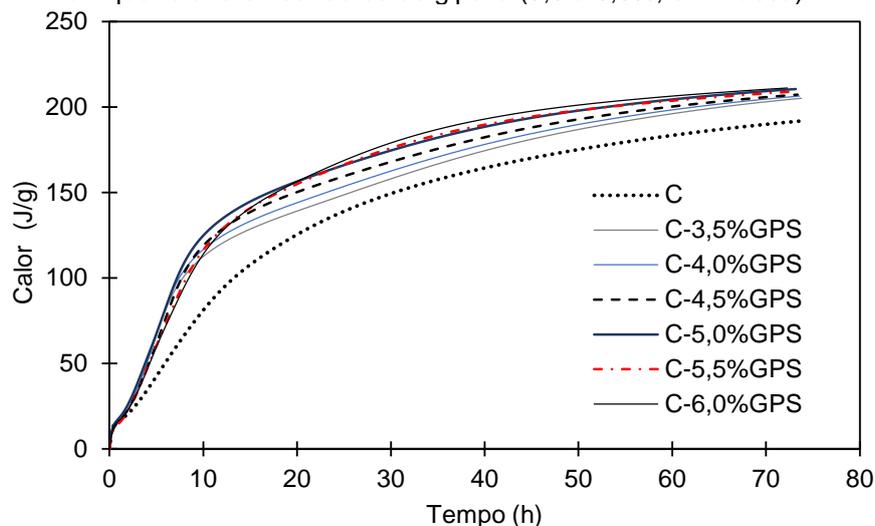
Esta constatação pode ser extraída tendo em vista a definição das curvas de fluxo de calor para as misturas com 5,5% de gipsita, tendo o primeiro pico maior que o segundo, e este ocorrendo em torno de 10 horas a partir do início da hidratação. É interessante salientar que, apesar da ausência da gipsita acelerar

a reação do C_3A , esta ausência resultou em menores taxas de liberação de calor nos dois sistemas (com e sem escória de aciaria LD). Isso pode ser explicado pelo fato de que a presença de íons sulfato altera a morfologia do C-S-H e aumenta a força iônica na solução de poros, acelerando a hidratação do C_3S conforme verificado por Andrade Neto et al. (2022a,b).

Apesar de haver variações na quantidade de sulfatos nos cimentos comerciais, a depender da quantidade e tipo de C_3A existente, o valor identificado no estudo está compatível com os teores relatados por autores como Mehta; Monteiro (2014), que descrevem a faixa compreendida entre 5% a 6% de gipsita para cimentos Portland normalmente retardados.

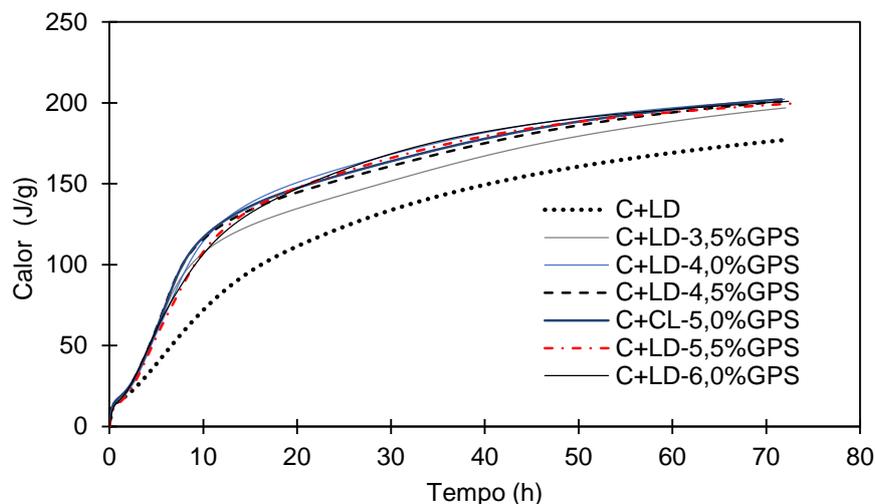
Além disso, por meio do ensaio de calorimetria de condução, também foi possível obter os resultados de calor total liberado durante a hidratação das pastas, que são apresentados nas Figuras 35 e 36. Muito embora, não tenha se observado variações significativas no calor total liberado entre as pastas contendo gipsita (Figura 35) e entre as pastas contendo gipsita + LD (Figura 36), observa-se que as misturas contendo 5,5% de gipsita (contendo ou não escória LD), obtiveram um dos mais altos valores de calor total liberado ao longo do tempo. O calor total liberado é comumente correlacionável com o desempenho mecânico da composição.

Figura 35 - Calor liberado da pasta contendo apenas clínquer e demais pastas contendo clínquer e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)



Fonte: A Autora

Figura 36 - Calor liberado da pasta contendo apenas clínquer e LD e demais pastas contendo clínquer, escória LD e diferentes teores de gipsita (3,5 a 6,0%, em massa)



Fonte: A Autora

4.2. ESTADO FRESCO

Conforme proposto no programa experimental, abaixo são abordados os resultados de consistência das argamassas e período de indução das pastas utilizadas para aferir a influência da escória de aciaria LD nas propriedades das misturas.

4.2.1. Consistência

Inicialmente foi ajustado os teores de aditivo para as misturas de referência com relação água/aglomerante de 0,30 e 0,40, como mostrado na Figura 37, atendendo ao intervalo de espalhamento entre 240 e 260 mm, o que caracteriza a argamassa como autoadensável (EFNARC, 2002)

Para a mistura REF40, foi alcançado o valor de espalhamento de 258 mm, quando acrescentado 3,51 g do aditivo plastificante. Já para a mistura REF30, foi necessário 8,50 g de aditivo para um espalhamento de 266 mm.

Como já era esperado, quanto maior a quantidade de água na mistura, menor foi o teor de aditivo redutor de água necessário para valores semelhantes de consistência. No caso específico das amostras de referência, a mistura REF30 teve um aumento no consumo de aditivos de 142,2% em relação a mistura REF40.

Figura 37 – Espalhamento (mini slump flow) das amostras de referência: (a) REF30; (b) REF40.

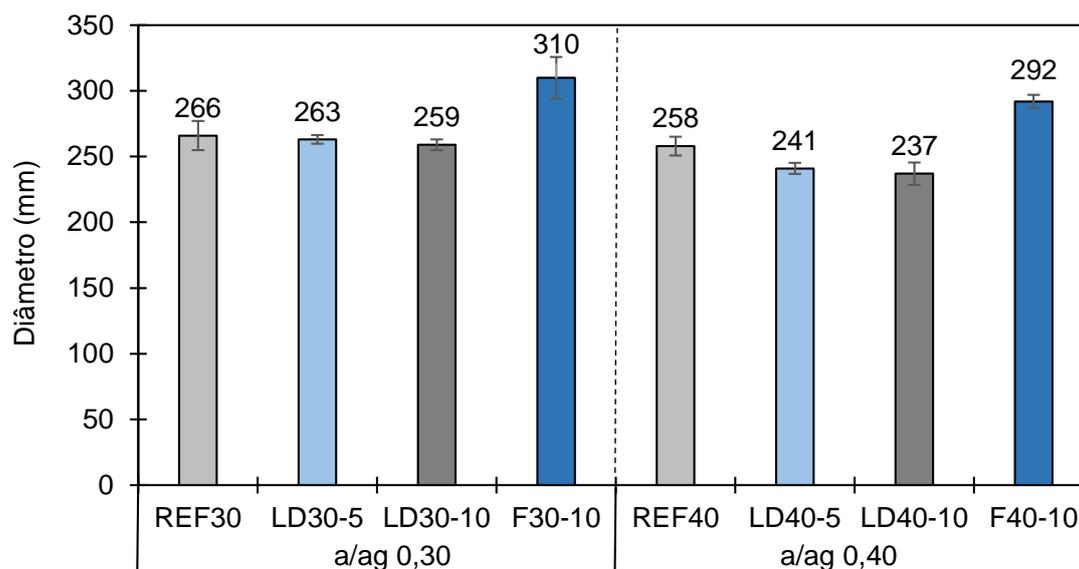


Fonte: A Autora

A partir da definição da quantidade de aditivo das misturas de referência, foram realizados os ensaios nas demais amostras com incorporação de escória LD e fíler calcário, empregando o mesmo teor de aditivo plastificante, para efeitos de comparação e análise da influência do resíduo estudado na consistência de argamassas.

Os resultados encontrados para o índice de consistência são apresentados na Figura 38.

Figura 38 - Espalhamento (mini slump flow) das amostras com a/ag 0,30 e 0,40



Fonte: A Autora

Conforme pode ser observado, tanto para as misturas com relação a/ag 0,30, como para as com relação 0,40, a incorporação da escória LD nas argamassas reduziu a fluidez das misturas, quando comparado com as misturas de referência. Observa-se, ainda, que o aumento do teor de incorporação de escória também reduziu o espalhamento. Por exemplo, nas misturas com relação água/aglomerante de 0,40, contendo 5% e 10% de incorporação de escória, obteve-se uma redução no valor de espalhamento, em relação à referência, de 6,60% e 8,14%, respectivamente.

Os dados do presente estudo, podem ser correlacionados com a análise de MEV da escória LD moída, em que foram identificadas partículas arredondadas e com superfícies rugosas, além do fato da escória ter um maior valor de área superficial Blaine (5.780 cm²/g) que o clínquer (5.354 cm²/g). Tais características de partículas vão ao encontro do resultado de redução da fluidez das misturas encontrados, tendo em vista que a rugosidade e a maior área superficial possibilitam a retenção da água de amassamento livre, aumentando o atrito interno entre as partículas.

De fato, Roslan et al. (2016) avaliaram a influência da escória de aciaria nas propriedades do concreto no estado fresco, por meio do ensaio de abatimento, e foi identificada a redução no abatimento à medida que aumentava o teor do resíduo nas misturas. Os autores relatam que os resultados podem ser consequência da textura rugosa da superfície das partículas de escória moída, capazes de reter parte da água de amassamento da mistura, aumentando o atrito entre as partículas e, conseqüentemente, travando o movimento.

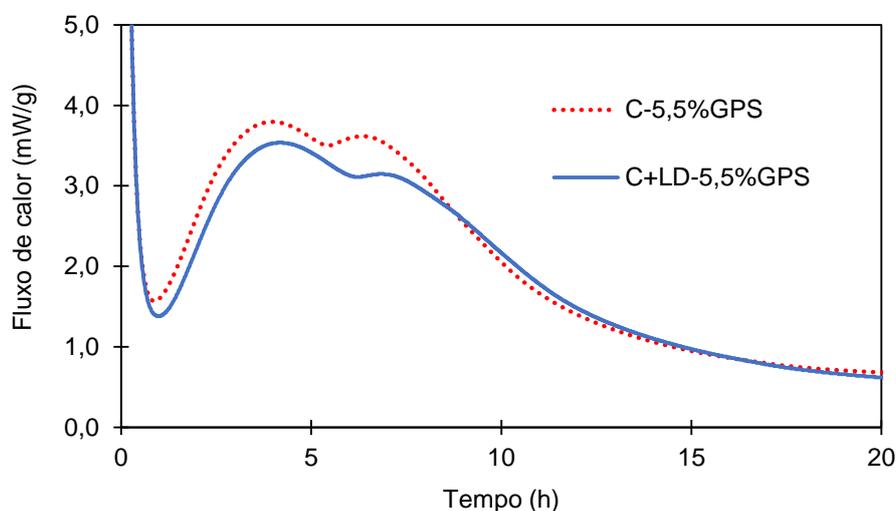
Com relação à incorporação do fíler calcário nas misturas, identificou-se que a adição propiciou o aumento da fluidez das argamassas quando comparada às argamassas de referência e em relação às misturas com escória LD. Por exemplo, as misturas contendo fíler tiveram um aumento no valor de espalhamento de 17% e 13%, quando comparado com as referências 0,30 e 0,40, respectivamente. Este comportamento pode ser atribuído ao efeito físico do fíler calcário, que melhora a distribuição do tamanho de partículas na mistura e seu formato, podendo reduzir a demanda de água. Diferentemente do que ocorre com a escória LD, quando o fíler ocupa parte dos vazios na mistura, é

disponibilizado água adicional que proporciona a redução do atrito entre as partículas e melhora a trabalhabilidade (HAWKINS; TENNIS; DETWILER, 2005).

4.2.2. Cinética de hidratação

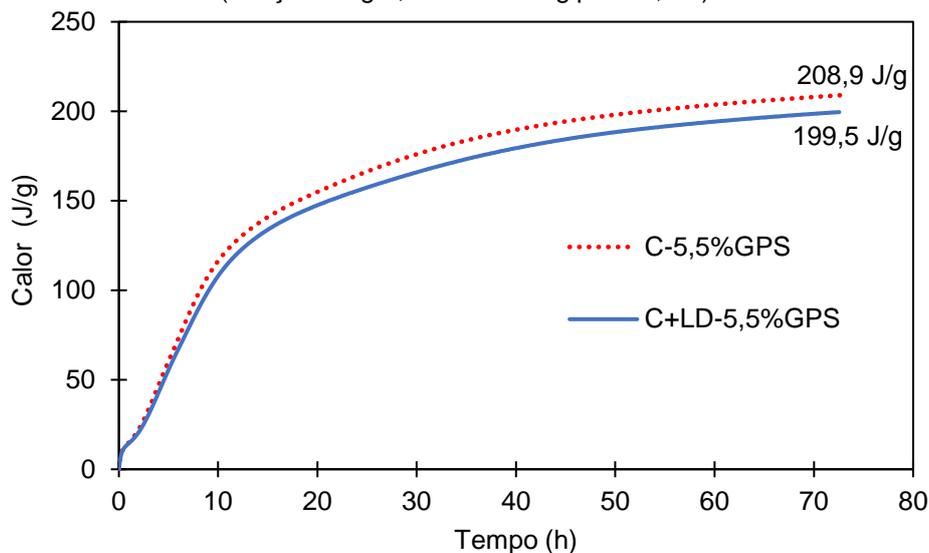
As curvas de fluxo de calor e calor total liberado da pasta de referência, contendo 94,5% de clínquer e 5,5% gipsita, e da amostra comparativa, constituído por 94,5% de clínquer composto (85,05% clínquer + 9,45% escória LD) e 5,5% de gipsita, ambas com relação água/aglomerante de 0,35, são apresentadas nas Figuras 39 e 40. Observa-se que a incorporação de escória na pasta promoveu um deslocamento na curva de fluxo de calor, com um ligeiro retardo na cinética de hidratação. Contudo, a diferença observada entre as curvas de calor acumulado (<10 J/g) está dentro da própria variabilidade esperada pela medida – da ordem de 13 J/g (WADSÖ et al., 2016) – e é compatível com a variabilidade em testes interlaboratoriais reportados recentemente (POTT et al., 2023).

Figura 39 – Curvas de fluxo de calor da pasta de referência e pasta com escória LD (relação a/ag 0,35 e teor de gipsita 5,5%)



Fonte: A Autora

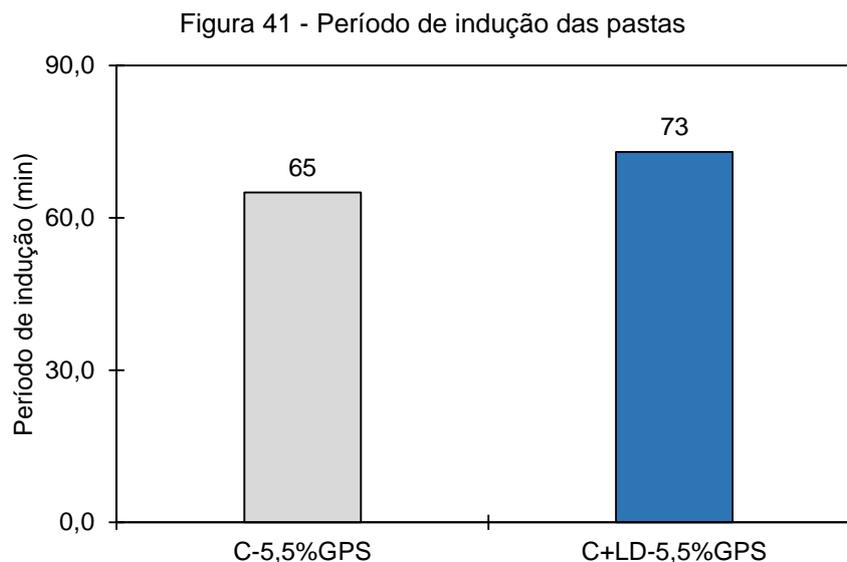
Figura 40 - Curvas de calor total liberado da pasta de referência e pasta com escória LD (relação a/ag 0,35 e teor de gipsita 5,5%)



Fonte: A Autora

O período de indução foi estimado em função das curvas de fluxo de calor das pastas ensaiadas, com os resultados apresentados na Figura 42. Nota-se, portanto, que a incorporação de escória LD promoveu um aumento no período de indução da pasta em cerca de 11%, saindo de 65 minutos (mistura de referência) para 73 minutos (pasta contendo escória LD), conforme apresentado na Figura 41.

Os dados podem ser explicados pelas hipóteses apresentadas por Zhuang e Wang (2021), os quais observaram que a incorporação de escória de aciaria aumenta a concentração de íons Ca^{2+} na solução de poros, dificultando a precipitação de portlandita e o crescimento e nucleação de C-S-H. Resultados similares também foram encontrados nos estudos realizados por Yang et al. (2018). De toda forma, um prolongamento no período de indução em 8 minutos não parece trazer diferenças práticas significativas no uso da escória LD em substituição ao cimento.



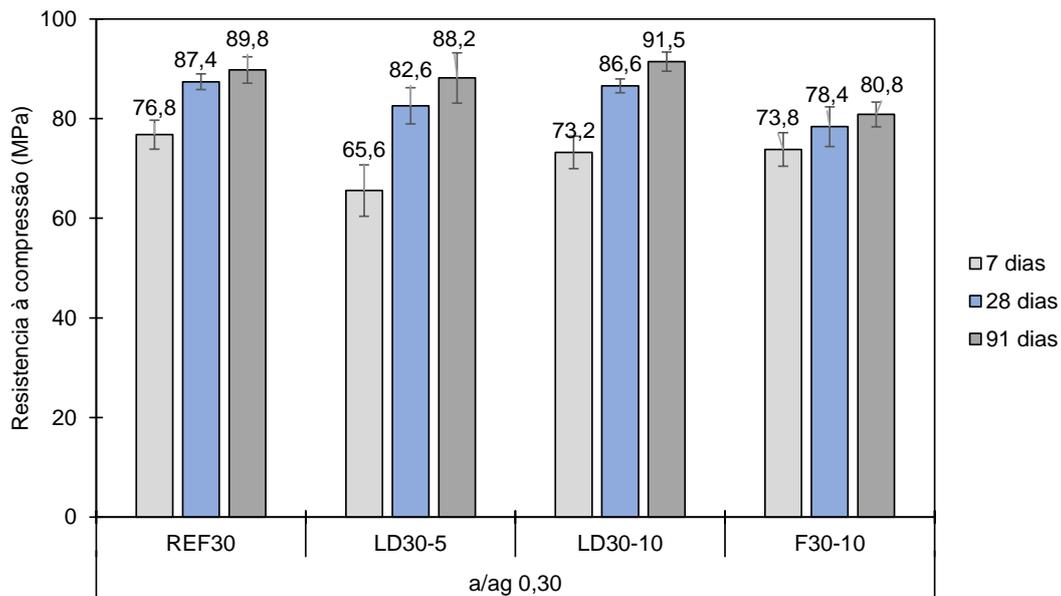
Fonte: A Autora

4.2. ESTADO ENDURECIDO

4.2.1. Resistência à compressão

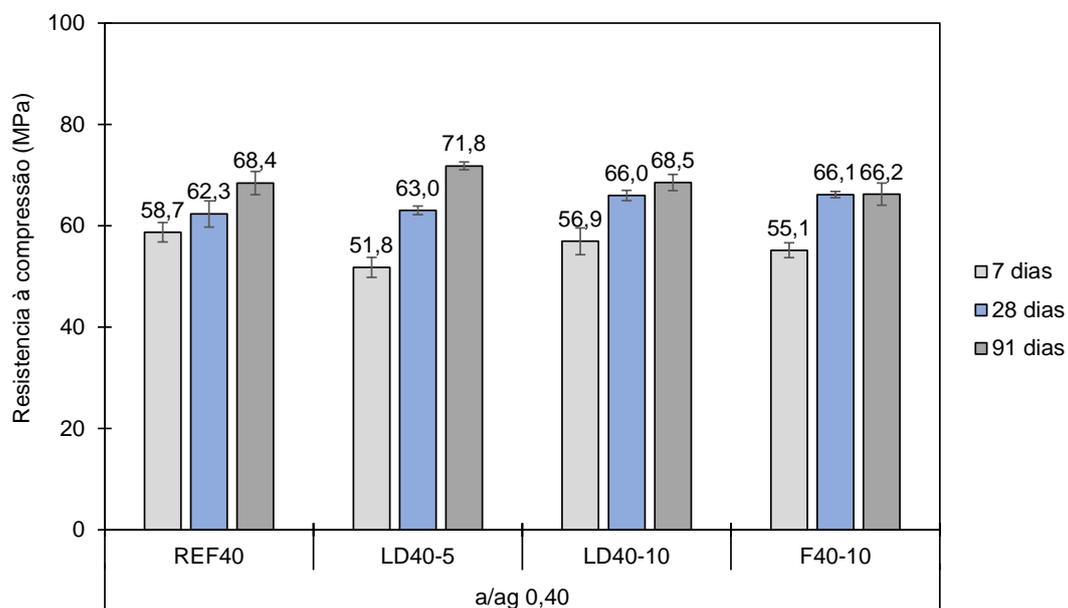
Nas Figuras 42 e 43 são apresentados os resultados de resistência mecânica à compressão dos corpos de prova de argamassas com escória de aciaria LD, bem como, as misturas de referência e com fíler. Conforme previsto, a resistência mecânica à compressão obtida nas argamassas com relação a/ag 0,30 foi superior à encontrada nas argamassas com relação 0,40. Como exemplo, os valores de resistência mecânica à compressão da argamassa REF30 foram 76,8; 87,4; e 89,8 MPa aos 7, 28 e 91 dias, respectivamente, enquanto para a argamassa REF40 foram de 58,7; 62,3; e 68,4 MPa, aos 7, 28 e 91 dias, respectivamente.

Figura 42 - Resistência à compressão das argamassas com relação a/ag 0,30 aos 7, 28 e 91 dias. As barras representam ± 1 desvio padrão.



Fonte: A Autora

Figura 43 - Resistência à compressão das argamassas com relação a/ag 0,40 aos 7, 28 e 91 dias. As barras representam ± 1 desvio padrão.



Fonte: A Autora

De modo geral, pôde-se observar que os valores de resistência à compressão foram similares, em ordem de grandeza, entre as argamassas de referência e aquelas contendo escória de aciaria LD e filer, para as respectivas idades e relações a/ag avaliadas.

Nota-se que a incorporação de escória LD nas argamassas reduziu os valores de resistência aos 7 dias quando comparado com as misturas de referência, independente do teor de escória. Esses dados estão em linha com os resultados de calorimetria de condução, indicando um aumento do período de indução e redução do calor total liberado das pastas quando incorporado a escória LD.

Para as amostras com relação água/aglomerante 0,30, houve uma redução na resistência aos 7 dias em 15% para LD30-5 e 5% para LD30-10 em relação à REF30. Observa-se que, ainda aos 7 dias de hidratação, os valores de resistência das argamassas LD30-10 (73,2 MPa) e F30-10 (73,8 MPa), que possuem o mesmo teor de substituição, foram similares.

Nas idades mais avançadas, 28 e 91 dias, os valores de resistência das argamassas com a/ag 0,30 contendo escória, foram maiores que os das argamassas contendo fíler. Verifica-se, também, que a mistura LD30-10, aos 91 dias, obteve valor superior de resistência à compressão (+2%), em relação a argamassa de referência.

Já os resultados para as misturas com relação água/aglomerante 0,40, foi identificada menor diferença entre as resistências nas primeiras idades e todas as misturas com escória LD alcançaram valores de resistência superiores à mistura de referência nas idades mais avançadas.

A redução nos valores de resistência, aos 7 dias, das argamassas LD40-5 e LD40-10 foi de aproximadamente 12% e 3% em relação à REF40, respectivamente.

Aos 28 e 91 dias, ambas as misturas contendo escória de aciaria LD superaram a resistência à compressão da referência. Por exemplo, o valor de resistência mecânica da argamassa LD40-10 foi 6% maior que a da argamassa de referência, aos 28 dias de idade, e a resistência da argamassa LD40-5 foi 5% maior que REF40, aos 91 dias.

Comparando os resultados de resistência das misturas com escória LD e fíler calcário, com relação a/ag 0,40, observa-se que os valores são muito semelhantes em todas as idades para as amostras com o mesmo teor de substituição (10%), representando uma diferença de 3%, como pode ser

exemplificado por meio dos dados de LD40-10 e F40-10. Os valores de resistência mecânica à compressão da argamassa LD40-10 foram 56,9; 66,0; e 68,5 MPa aos 7, 28 e 91 dias, respectivamente, enquanto para a argamassa F40-10 foram de 55,71; 66,1; e 66,2 Mpa, aos 7, 28 e 91 dias, respectivamente.

Os resultados de resistência à compressão estão em linha com os dados obtidos por Roslan et al. (2016), que estudaram concretos contendo incorporação de escória LD, em substituição ao cimento. Conforme os autores, o concreto produzido com 15% de substituição de cimento por escória de aciaria apresentou resistência à compressão equivalente ao de referência aos 28 dias e chegando a superar em aproximadamente 10% aos 91 dias.

Wang et al. (2013) também avaliaram a influência da substituição do cimento por escória de aciaria LD, em teores de 15, 30 e 45%, no desenvolvimento da resistência à compressão de concretos. De acordo com os autores, houve uma redução na resistência em função do aumento da substituição, sendo a mistura com 15% a que apresentou valores mais próximos da referência. Nos resultados foi identificado, ainda, o incremento considerável da resistência das misturas com escória LD em relação ao concreto de referência, com o decorrer do tempo de hidratação. Como exemplo, a mistura com 15% de substituição teve uma queda na resistência de 20% aos 7 dias, o que reduziu para 8% aos 91 dias, em comparação com a referência.

Apesar de apresentar propriedade hidráulica fraca, devido à baixa quantidade de fases mineralógicas como alita, belita, brownmillerita e ferrita, técnicas de ativação, como a mecânica (moagem), podem melhorar a atividade cimentícia da escória de aciaria. Sendo assim, o seu pó pode melhorar significativamente a resistência mecânica das amostras (MARTINS et al., 2021).

Os resultados encontrados no presente estudo, assim como nas pesquisas mencionadas da literatura, vão ao encontro do argumento proposto por Jiang et al (2018), que afirma que as misturas cimentícias produzidas com escória de aciaria LD podem apresentar valores de resistência à compressão inferiores à referência nas primeiras idades. Contudo, com o avanço da hidratação há um desenvolvimento considerável na resistência, podendo se aproximar, e até superar, os valores de misturas que não empregam o resíduo.

A fim de identificar os efeitos das variáveis (relação a/ag, componentes das misturas e teor de substituição de cimento) sobre a resistência à compressão, foi realizada a ANOVA (Tabela 13 – ANEXO II) dos resultados das argamassas aos 7, 28 e 91 dias. Pode-se verificar que a relação a/ag teve interferência nos resultados nas três idades analisadas e que, aos 28 dias, todas as variáveis influenciaram nos valores de resistência à compressão das amostras analisadas. Salienta-se, ainda, que aos 91 dias, o teor de substituição de cimento por escória de aciaria LD (5% ou 10%) não gerou efeitos significativos nos resultados de resistência à compressão.

Com o intuito de ratificar as conclusões acerca dos resultados de resistência à compressão encontrados, também foi realizado o teste de Tukey (Tabela 14 – ANEXO II). A comparação múltipla das médias dos resultados, que representa 95% de confiabilidade, possibilita a constatação de determinadas amostras estatisticamente semelhantes.

Com relação aos resultados para a relação a/ag 0,30, observa-se que, aos 7 dias, apenas a mistura LD30-5 apresenta diferença significativa de resultado, onde foi identificado uma redução na resistência, conforme apresentado na Figura 42. Aos 28 dias, as amostras REF 30 e LD30-5 foram consideradas estatisticamente iguais e, aos 91 dias, apenas F30-10 foi significativamente inferior e diferente das demais misturas.

Já com base nas análises dos resultados de resistência à compressão para a relação a/ag 0,40, aos 7 dias, somente a mistura LD40-5 foi significativamente menor que REF40. Destaca-se que, aos 28 e 91 dias, todas as amostras foram estatisticamente iguais conforme a análise estatística realizada, podendo-se inferir que a substituição de cimento Portland por escória de aciaria LD em até 10% não gerou influência significativa nos resultados de resistência à compressão.

4.2.2. Porosidade

Assim como para o ensaio de resistência à compressão, o ensaio de absorção por imersão em água foi precedido pela moldagem de corpos de prova cilíndricos. O desenvolvimento do ensaio e a medição dos dados foram feitas

conforme a NBR 9778 (ABNT, 2009), e os resultados são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Ensaio de absorção por imersão em água

| Amostra | A - Absorção (%) | Iv - Índice de Vazios (%) | ps - Massa específica da amostra seca | psat - Massa específica da amostra saturada | pr - Massa específica real |
|----------------|-------------------------|----------------------------------|--|--|-----------------------------------|
| REF40 | 10,46 | 20,60 | 1,97 | 2,18 | 2,48 |
| LD40-5 | 10,54 | 20,93 | 1,99 | 2,19 | 2,51 |
| LD40-10 | 10,56 | 21,14 | 2,00 | 2,21 | 2,54 |
| F40-10 | 10,91 | 21,71 | 1,99 | 2,21 | 2,54 |
| REF30 | 7,28 | 15,37 | 2,11 | 2,27 | 2,50 |
| LD30-5 | 7,16 | 15,27 | 2,13 | 2,28 | 2,52 |
| LD30-10 | 7,39 | 15,69 | 2,12 | 2,28 | 2,52 |
| F30-10 | 7,77 | 16,21 | 2,09 | 2,25 | 2,49 |

Fonte: A Autora

Conforme previsto e em concordância com pesquisas de autores como Cook; Hover (1999), a absorção e o índice de vazios das argamassas com relação a/ag 0,40 foi superior aos valores encontrados nos cp's com relação a/ag 0,30. Isso se deve à redução da porosidade e ao refinamento dos poros com o emprego de relações a/ag menores.

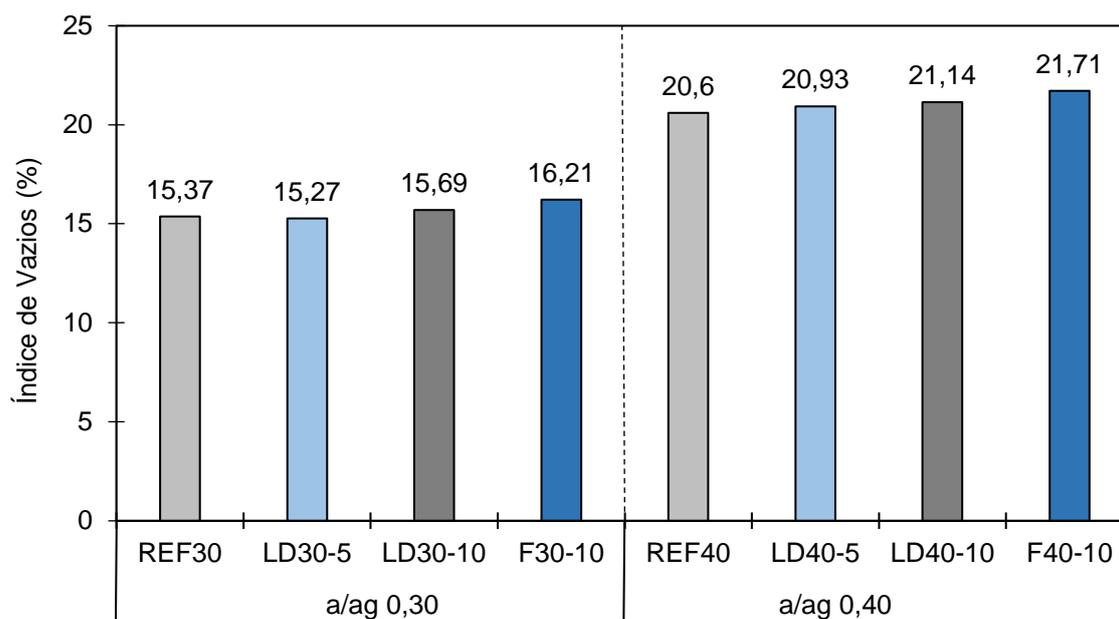
Pode ser observado também o aumento da massa específica das argamassas, independente da relação a/ag, com a incorporação de escória de aciaria LD. Este dado pode ser explicado pelo fato de a massa específica da escória LD empregada (3,41 g/cm³) ser superior à do cimento (3,19 g/cm³), interferindo também na massa específica da mistura.

Além disso, nota-se que há um aumento dos valores de absorção e de índice de vazios das argamassas com incorporação de escória LD, independente da relação a/ag, exceto para a amostra LD30-5. O mesmo ocorre, de forma um pouco mais intensa, com a utilização do fíler calcário. Por exemplo, o índice de vazios das argamassas LD40-10 e LD30-10 foi de aproximadamente 2% maior que suas respectivas referências, REF40 e REF30. Já as misturas F40-10 e F30-

10 apresentaram índice de vazios 5% maior que REF40 e REF30, respectivamente.

A Figura 44 possibilitam a visualização da tendência ao aumento do índice de vazios nas amostras com substituição de cimento por escória de aciaria LD e por fíler calcário, tanto para relação a/ag 0,40, como 0,30.

Figura 44 - Índice de vazios das argamassas com a/ag 0,30 e 0,40



Fonte: A Autora

A revisão de literatura desenvolvida por Martins et al. (2021) concluem que a substituição parcial de cimento por escória de aciaria moída pode aumentar a porosidade no curto prazo, reduzindo no decorrer das idades. O aumento da porosidade é devido à rugosidade identificada na superfície dos grãos, possibilitando a sua interligação e resultando em misturas mais permeáveis.

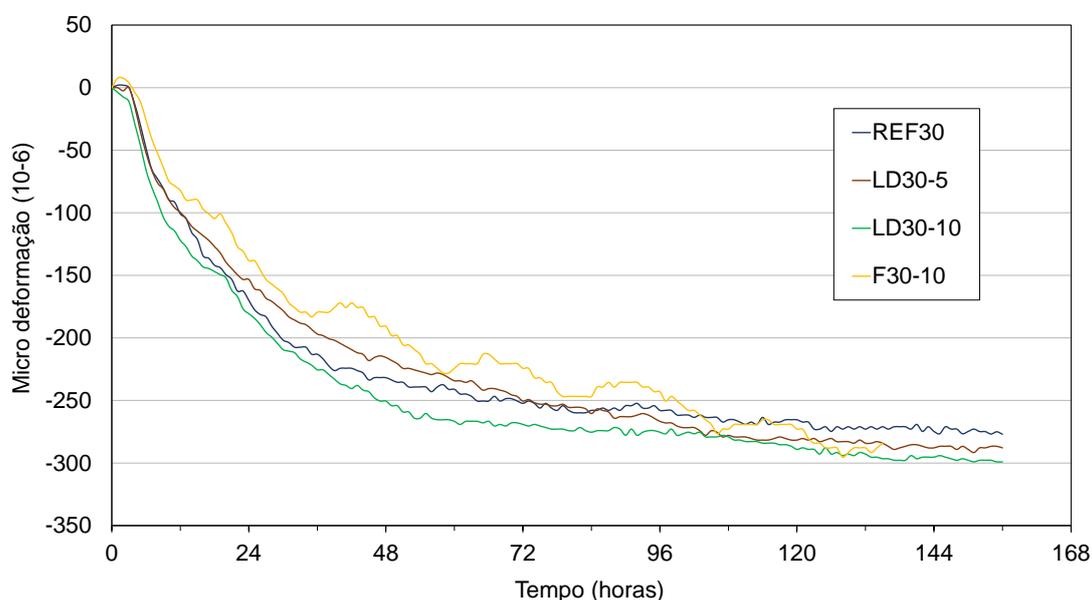
4.2.3. Retração

Cada composição das argamassas previstas no estudo foi preparada e moldada em três compartimentos da bancada. As curvas de retração dos três prismas de cada argamassa, com relação a/ag 0,30 e 0,40, são apresentados no ANEXO III.

Ao final das leituras individuais, procedeu-se com a compilação dos dados dos três prismas de cada tipo de argamassa prevista no programa experimental e determinada a média para cada amostra.

As curvas médias de retração, determinadas entre os três prismas de cada argamassa com relação água/aglomerante 0,30, são apresentadas na Figura 45.

Figura 45 - Média das leituras da bancada de retração das argamassas REF30, LD30-5, LD30-10 e F30-10 durante 7 dias

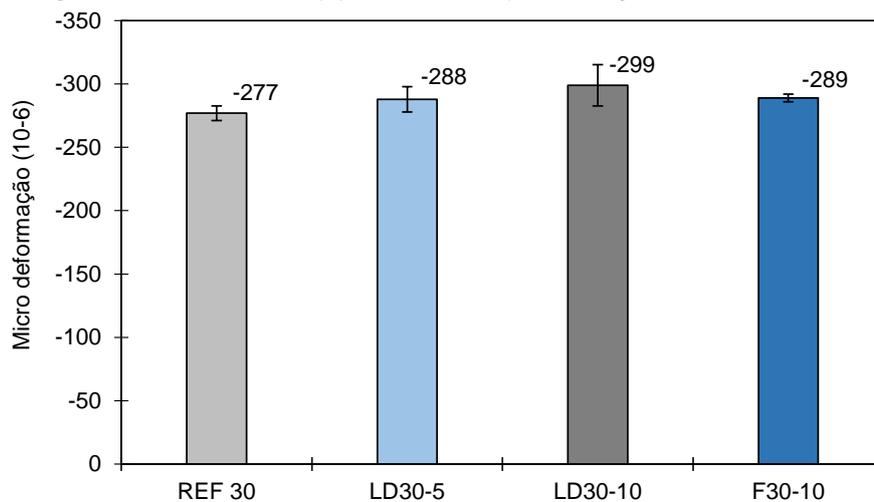


Fonte: A Autora

Com base nas curvas de deformação, observa-se que as argamassas REF30, LD30-5 e LD30-10 apresentam valores de retração autógena muito próximos, variando na faixa de 250-300 microdeformações. Observa-se, ainda, que não foi constatado ação expansiva do resíduo nas misturas, sendo identificado até de um aumento marginal nos valores de retração.

Na Figura 46 é apresentado os valores finais de retração das amostras com relação a/ag 0,30 após 156 horas, onde identifica-se o incremento da retração em 4% e 8% das argamassas LD30-5 e LD30-10, respectivamente, em relação à REF30. Contudo, essa variação parece estar dentro da variabilidade do ensaio, considerando as barras de erro.

Figura 46 - Leitura final (após 156 horas) da retração das amostras 0,30

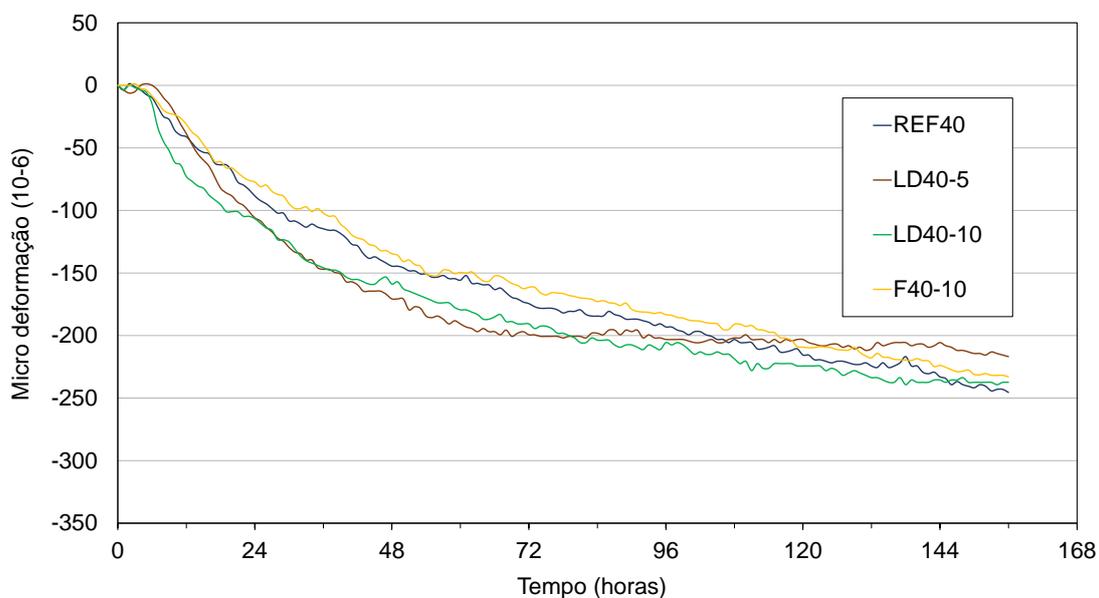


Fonte: A Autora

Da mesma forma que em 0,30, ao final das leituras individuais dos prismas, procedeu-se com a compilação dos dados dos três prismas de cada tipo de argamassa com relação a/ag 0,40 e o registro da média dos resultados.

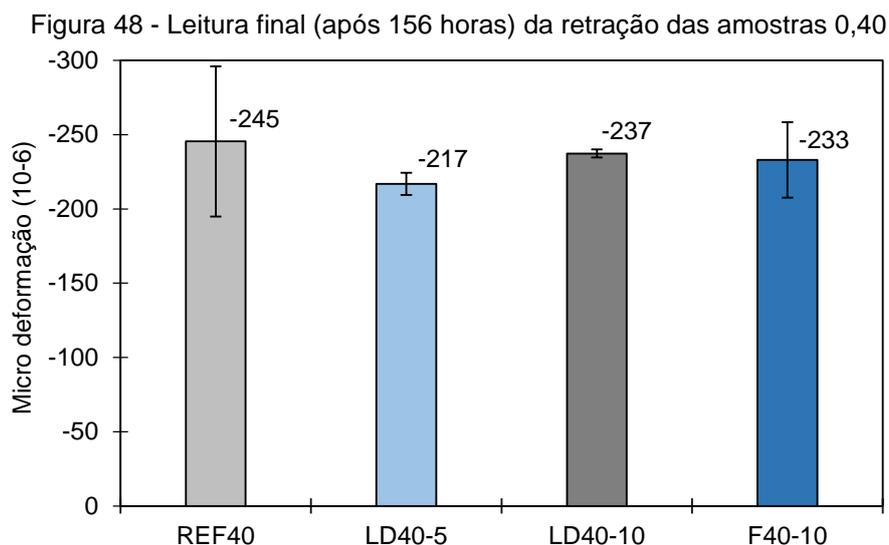
O resultado comparativo entre as médias das misturas com relação a/ag 0,40 é apresentado na Figura 47.

Figura 47 - Média das leituras da bancada de retração das argamassas REF40, LD40-5, LD40-10 e F40-10 durante 7 dias



Fonte: A Autora

Todas as argamassas com relação água/aglomerante 0,40 apresentaram valores de retração autógena variando entre 200 e 250 microdeformações. De maneira oposta ao identificado nos resultados das misturas com relação a/ag 0,30, nestas é observado determinada redução nos valores finais da retração autógena aos sete dias, como pode ser visualizado de forma esquemática na Figura 48.

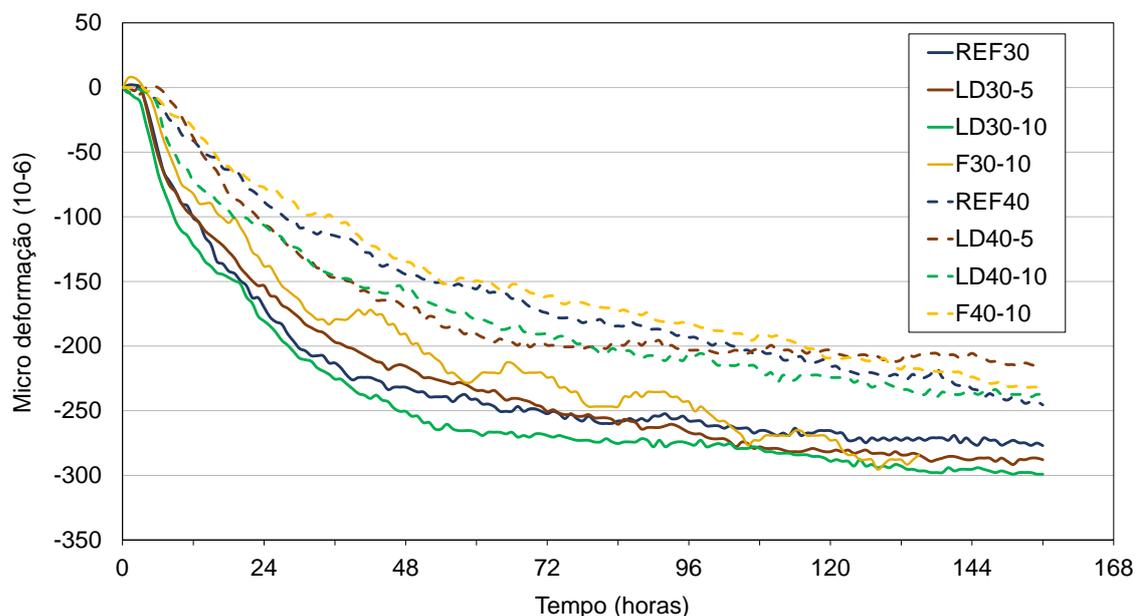


Fonte: A Autora

Pode-se verificar a redução em 12% e 3% da retração das argamassas LD40-5 e LD40-10, respectivamente, em relação à REF30. Além disso, foi observada a redução de 5% na retração da amostra com filer em comparação com a referência.

De forma geral e conforme já mencionado, a retração tende a ocorrer de forma mais intensa em compósitos cimentícios com reduzida relação água/aglomerante, devido à densificação da microestrutura que gera tensões. Este dado pode ser observado ao comparar os resultados dos ensaios de retração das argamassas com relação 0,30 superiores aos de 0,40, conforme representado na Figura 49.

Figura 49 - Comparativo das médias das leituras de retração das argamassas com relação a/ag 0,30 e 0,40



Fonte: A Autora

Para ambos os traços empregados no estudo, pôde-se observar que a incorporação da escória de aciaria LD, como substituto parcial ao cimento Portland, não proporcionou alterações significativas nos resultados do desenvolvimento da retração autógena em relação às amostras de referência, para uma mesma relação a/ag. A maior diferença identificada em 7 dias foi de redução de 12% da retração autógena de uma argamassa com escória LD, comparado à referência.

Conforme abordado na revisão de literatura, os dados referentes à ação da escória no desenvolvimento da retração autógena ainda não são consolidados (WU et al., 2017). Tendo em vista que os resultados obtidos nos ensaios demonstraram que a escória de aciaria LD não proporcionou interferências relevantes no desenvolvimento da retração autógena, os dados foram semelhantes aos encontrados com a ação de diferentes tipos de filers como substituto parcial ao cimento Portland. Conforme relatado por Craeye et al. (2010), não foram identificadas diferenças significativas de retração autógena em concretos autoadensáveis nas leituras realizadas até os seis dias de hidratação das misturas.

Além disso, na análise da variação dimensional conforme o programa experimental proposto neste estudo, não foi identificado uma ação expansiva da argamassa, quando incorporado a escória de aciaria LD, durante os 7 primeiros dias de hidratação.

De fato, a ativação mecânica por meio do processo de moagem, além de proporcionar o aumento da atividade hidráulica, conforme mencionado por autores como Wang; Yang; Yan (2013), Jiang et al. (2018) e Martins et al. (2021), pode ter contribuído para acelerar a hidratação dos óxidos com potencial expansivo existentes na composição química da escória LD, a saber: óxido de cálcio e óxido de magnésio.

Essa hidratação precoce dos óxidos pode ter sido responsável por dissipar a expansão que as argamassas apresentariam, uma vez que grande parte dela pode ter ocorrido ainda no estado fresco das misturas. Em outras palavras, o processo de moagem interfere na cinética de hidratação da escoria, expandindo, se for o caso, em uma fase que a argamassa pode absorver esta deformação na forma viscosa, propiciando a estabilidade volumétrica da argamassa no estado endurecido.

Ao serem consumidos logo que entram em contato com a água de amassamento, a ação dos óxidos expansivos pode ser controlada, de forma a inibir a sua ocorrência de forma tardia, com as misturas já endurecidas, que poderia ocasionar fissuras no material com o comprometimento da resistência e durabilidade.

4.4.4. Microestrutura

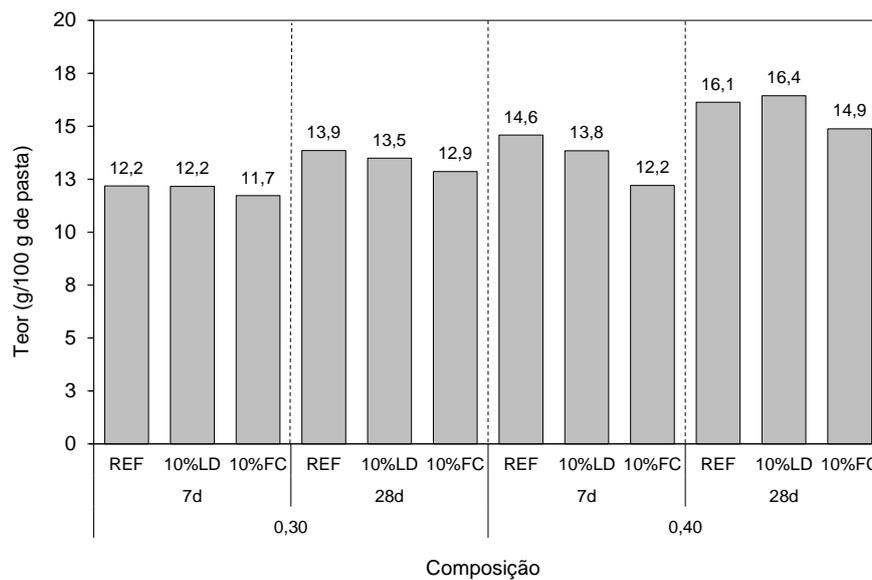
Os valores calculados de hidróxido de cálcio (HC) e água quimicamente combinada (AQC) são apresentados nas Figuras 50 e 51, respectivamente. As curvas de perda de massa e da derivada de perda de massa (DTG) das misturas de pastas nas idades analisadas, que foram referência para o cálculo do HC e da AQC constam do ANEXO IV.

Nota-se que, de modo geral, houve uma redução no teor de HC com a incorporação da escória LD e do fíler calcário. A mesma tendência foi observada para AQC. Isso pode ser explicado pela menor presença de clínquer nestas misturas, resultando na menor formação de produtos hidratados. Contudo, nota-se que os teores de AQC das amostras com substituição de cimento por escória de aciaria LD foram, em geral, 4-6% inferiores aos das respectivas amostras REF, indicando que a incorporação da escória compensou parcialmente a remoção do clínquer em termos de formação de produtos hidratados. Além disso, os teores de AQC das amostras contendo escória LD foram ligeiramente superiores aos identificados com o mesmo teor de substituição por fíler.

Um comportamento oposto foi observado para a incorporação de 10% de escória LD e $a/ag = 0,40$ aos 28 dias, a qual apresentou os maiores teores de AQC e HC. Pode-se presumir que isso ocorreu em função desta ser a condição mais favorável para a hidratação do cimento – isto é, maior relação a/ag e idade analisada – onde possivelmente a escória promoveu a maior formação de produtos hidratados, por efeito fíler ou pela reação de suas fases anidras, compensando a redução parcial do teor de cimento. De fato, foi constatada uma fração apreciável de C_2S , C_3S e C_4AF na composição escória LD (Tabela 6), que têm propriedades aglomerantes. Também foi observado um aumento nos teores de AQC e HC dos 7 para os 28 dias para todas as amostras, coerente com o avanço na hidratação do cimento.

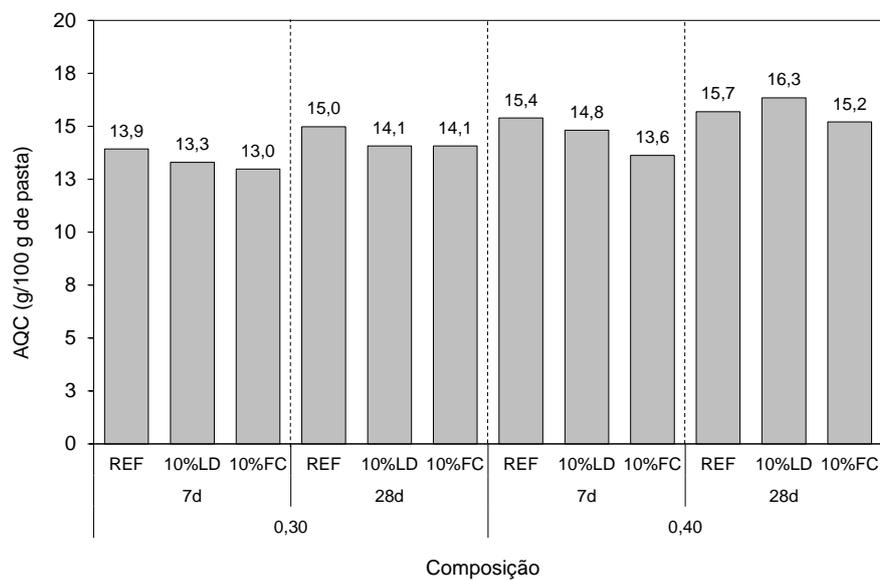
Nota-se que, de modo geral, os teores de AQC (Figura 51) corroboraram os resultados de resistência à compressão (Figuras 42 e 43) para uma dada relação a/ag ; na maioria dos casos, as amostras REF apresentaram as maiores resistências e teores de AQC aos 7 e 28 dias, seguidas pelas amostras LD-10 e F-10. Algumas exceções foram observadas, e podem estar relacionadas ao índice de vazios diferente das misturas (Figura 44).

Figura 50 - Teores de Hidróxido de Cálcio (HC) das pastas estudadas aos 7 e 28 dias



Fonte: A Autora

Figura 51 - Teores de Água Quimicamente Combinada (HQC) das pastas estudadas aos 7 e 28 dias



Fonte: A Autora

5. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos com o desenvolvimento do programa experimental proposto nesta dissertação, pôde-se avaliar a influência da escória de aciaria LD moída em misturas cimentícias, empregada como substituto parcial ao clínquer Portland, em propriedades no estado fresco e endurecido.

No ensaio de consistência, a incorporação da escória LD nas argamassas reduziu o espalhamento das misturas em relação à referência e às amostras com fíler calcário, o que foi observado de forma mais acentuada com o aumento do teor de substituição de 5% para 10%. Além disso, também foi verificado o aumento no índice de vazios das argamassas contendo escória LD. Tanto a redução na fluidez, como o aumento da porosidade, pode ser consequência da rugosidade identificada na superfície das partículas de escória de aciaria LD e da maior área superficial específica do resíduo em comparação ao cimento.

A análise da cinética das reações, permitiu identificar que a incorporação de escória de aciaria LD promoveu um ligeiro aumento no período de indução, correlacionável com o retardo no tempo de pega. Todavia, o calor total liberado ao longo das primeiras 72 horas de hidratação pelas amostras com e sem escória LD foram equivalentes, dentro da variabilidade esperada pelo ensaio.

De modo geral, pôde-se observar que os valores de resistência à compressão foram similares, em ordem de grandeza, entre as argamassas de referência e aquelas contendo escória de aciaria LD e fíler, para as respectivas idades avaliadas. Apesar de ter ocorrido uma redução nos valores de resistência à compressão aos 7 dias, nas idades mais avançadas (28 e 91 dias), foi observado que a resistência de algumas argamassas contendo escória de aciaria LD foi maior que as argamassas de referência e aquelas contendo fíler calcário. Com relação aos resultados para a relação a/ag 0,30, observou-se que, aos 91 dias, as amostras contendo escória LD foram estatisticamente iguais à referência. Já para a relação a/ag 0,40, aos 28 e 91 dias, todas as amostras foram estatisticamente iguais, podendo-se inferir que a substituição de cimento Portland por escória de aciaria LD em até 10% não gerou influência significativa nos resultados de resistência à compressão.

Os resultados das análises termogravimétricas corroboraram com os dados de resistência à compressão e sustentam o argumento de que as misturas cimentícias produzidas com escória de aciaria LD podem apresentar valores de resistência à compressão equivalentes às da referência nas primeiras idades; já com o avanço da hidratação, há um maior ganho de resistência nas amostras contendo escória LD, estas podendo superar os valores de misturas que não empregam o resíduo.

Na análise da variação dimensional, pôde-se observar que a incorporação da escória de aciaria LD como substituto parcial ao cimento Portland não proporcionou alterações significativas nos resultados de retração autógena em relação às amostras de referência e com fíler calcário, para uma mesma relação a/ag. Salienta-se que não foi identificada uma ação expansiva da argamassa, quando incorporado a escória de aciaria LD, durante os 7 primeiros dias de hidratação.

Diante do exposto, pôde-se constatar que a incorporação da escória LD em substituição parcial ao clínquer Portland (em teores de até 10%) mostrou-se uma alternativa viável tecnicamente. O emprego do resíduo levou a desempenhos no estado fresco, retração e estado endurecido equivalentes aos do cimento contendo apenas clínquer e gipsita. Ainda, foram observadas resistências mecânicas superiores e índices de vazios inferiores para as argamassas contendo escória LD em comparação a argamassas contendo fíler calcário (este, presente na maioria dos cimentos Portland normatizados no Brasil), indicando uma maior durabilidade das composições contendo o resíduo.

SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Alguns aspectos citados neste trabalho podem ser estudados de forma mais expressiva, a fim de contribuir com o entendimento acerca da influência da escória de aciaria em misturas cimentícias de alto desempenho:

- Avaliar a variação dimensional das argamassas com escória de aciaria LD por um período de tempo superior a sete dias;
- Avaliar a caracterização do resíduo e sua forma de ação quando resfriado de forma acelerada;
- Avaliar a influência do resíduo como substituto parcial ao cimento Portland em propriedades de misturas de concreto.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT. **ABNT NBR 11579: Cimento Portland - Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μ m (nº200).** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2012

_____. **ABNT NBR 11768-1 Aditivos químicos para concreto de cimento Portland. Parte 1: Requisitos.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2019a

_____. **ABNT NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2016

_____. **ABNT NBR 16372: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine).** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2015

_____. **ABNT NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2017

_____. **ABNT NBR 16697: Cimentos Portland - Requisitos.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2018

_____. **ABNT NBR 16916: Agregado miúdo - Determinação da densidade e absorção de água.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2021

_____. **ABNT NBR 7211: Agregados para concreto - Requisitos.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2022

_____. **ABNT NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2019b

_____. **ABNT NBR 9778: Argamassa e concreto endurecido - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.** . Rio de Janeiro: [s.n.] , 2009

ANDRADE NETO, José S.; DE MATOS, Paulo R.; et al. Hydration and interactions between pure and doped C3S and C3A in the presence of different calcium sulfates. **Cement and Concrete Research**, v. 159, p. 106893, set. 2022.

ANDRADE NETO, José S.; RODRÍGUEZ, Erich D.; et al. Hydration of C3S and

Al-doped C3S in the presence of gypsum. **Cement and Concrete Research**, v. 152, p. 106686, fev. 2022.

ASTM. **ASTM C490/C490M: Standard Practice for Use of Apparatus for Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar and Concrete**. . [S.l: s.n.]. , 2017

BETIOLI, A.M. et al. Effect of HMEC on the consolidation of cement pastes: Isothermal calorimetry versus oscillatory rheometry. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 5, p. 440–445, maio 2009.

CANAL, Raísa Tótola; ROSÁRIO, Carlos Vinícius Soares; PIRES, Patrício José Moreira. Estudo de Viabilidade do Uso de Escória de Aciaria e Resíduo de Rochas Ornamentais Como Lastro Ferroviário. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 5, p. 23335–23352, 2020.

COOK, Raymond A.; HOVER, Kenneth C. Mercury porosimetry of hardened cement pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 29, n. 6, p. 933–943, jun. 1999.

CRAEYE, B. et al. Effect of mineral filler type on autogenous shrinkage of self-compacting concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 6, p. 908–913, jun. 2010.

DINIZ, Dayse Horta et al. Blast Oxygen Furnace Slag as Chemical Soil Stabilizer for Use in Roads. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 29, n. 9, set. 2017.

EUROPEAN FEDERATION SPECIALIST CONSTRUCTION CHEMICALS AND CONCRETE SYSTEMS (EFNARC). **Specification and Guidelines for Self-Compacting Concrete**. . EFNARC: [s.n.]. , 2002

FRANCO DE CARVALHO, José Maria et al. More eco-efficient concrete: An approach on optimization in the production and use of waste-based supplementary cementing materials. **Construction and Building Materials**, v. 206, p. 397–409, maio 2019.

GAN, Lei et al. Strength activity index of air quenched basic oxygen furnace steel slag. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 22, n. 3, p. 219–225,

2015.

GCP. **ADVA® 458 UHPC**. Disponível em: <<https://gcpat.com.br/pt-br/solutions/products/adva-high-range-water-reducers/adva-458-uhpc>>. Acesso em: 22 dez. 2022.

GHAFAARI, Ehsan et al. Effect of supplementary cementitious materials on autogenous shrinkage of ultra-high performance concrete. **Construction and Building Materials**, v. 127, p. 43–48, 2016.

GLOBALSLAG. **Basics of slag production**. Disponível em: <<https://www.globalslag.com/magazine/articles/604-basics-of-slag-production>>. Acesso em: 22 dez. 2022.

HAWKINS, Peter; TENNIS, Paul D.; DETWILER, Rachel J. **The Use of Limestone in Portland Cement: A State-of-Art Review**. Skokie, Illinois, USA: Portland Cement Association, 2005.

INSTITUTO AÇO BRASIL - IAB. **A Siderurgia em Números 2022**. Disponível em: <https://acobrasil.org.br/site/wp-content/uploads/2022/05/AcoBrasil_Mini_anuario_2022.pdf>.

_____. **Relatório de sustentabilidade 2020**. Disponível em: <<https://www.acobrasil.org.br/relatoriodesustentabilidade/assets/pdf/PDF-2020-Relatorio-Aco-Brasil-COMPLETO.pdf>>.

ISAIA, Geraldo Cechella. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, 2011.

JIANG, Y. et al. Characteristics of steel slags and their use in cement and concrete—A review. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 136, 2018.

KOUROUNIS, S. et al. Properties and hydration of blended cements with steelmaking slag. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 6, p. 815–822, jun. 2007.

LOPES, Anne Neiry de Mendonça. **Mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência contendo aditivo redutor de retração e seus efeitos na macro e microestrutura**. 2011. 281 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto

Alegre., 2011.

LOTHENBACH, Barbara; DURDZIŃSKI, Paweł; WEERDT, Klaartje De. Thermogravimetric analysis. **A Pract. Guid. to Microstruct. Anal. Cem. Mater.** 1st. ed. [S.l: s.n.], 2016. p. 177–211.

LU, T. et al. Use of basic oxygen furnace slag fines in the production of cementitious mortars and the effects on mortar expansion. **Construction and Building Materials**, v. 167, 2018.

MA, Fei et al. The mechanism of pristine steel slag for boosted performance of fly ash-based geopolymers. **Journal of the Indian Chemical Society**, v. 99, n. 8, p. 100602, ago. 2022.

MARTINS, Ana Carolina Pereira et al. Steel slags in cement-based composites: An ultimate review on characterization, applications and performance. **Construction and Building Materials**, v. 291, p. 123265, jul. 2021.

MATOS, Paulo Ricardo de. et al. Self-compacting mortars produced with fine fraction of calcined waste foundry sand (WFS) as alternative filler: Fresh-state, hydration and hardened-state properties. **Journal of Cleaner Production**, v. 252, p. 119871, 2020.

MEHTA, P. k.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto - Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 2^a ed. [S.l: s.n.], 2014.

NAGATAKI, S; GOMI, H. Expansive admixtures (mainly ettringite). v. 20, p. 163–170, 1998.

NETO, Antônio Acacio de Melo; CINCOTTO, Maria Alba; REPETTE, Wellington Longuini. Efeito do aditivo compensador de retração (SCA) no cimento Portland de alta resistência inicial. 2007, [S.l: s.n.], 2007. p. 1–14.

PILAR, Ronaldo et al. Rheological behavior of low shrinkage very high strength self-compacting concrete. **Construction and Building Materials**, v. 286, p. 122838, 7 jun. 2021.

POLAT, Riza; DEMIRBOĞA, Ramazan; KARAGÖL, Fatma. The effect of nano-MgO on the setting time, autogenous shrinkage, microstructure and mechanical properties of high performance cement paste and mortar. **Construction and**

Building Materials, v. 156, p. 208–218, 2017.

POTT, U. et al. Characterization data of reference materials used for phase II of the priority program DFG SPP 2005 “Opus Fluidum Futurum – Rheology of reactive, multiscale, multiphase construction materials”. **Data in Brief**, v. 47, p. 108902, abr. 2023.

REDDY, A. Srinivasa; PRADHAN, R. K.; CHANDRA, Sanjay. Utilization of Basic Oxygen Furnace (BOF) slag in the production of a hydraulic cement binder. **International Journal of Mineral Processing**, v. 79, n. 2, p. 98–105, 2006.

RODRIGUES, Larissa Helena Carnielli Howat. **Análise da incorporação do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais tratado termicamente na composição do cimento portland**. 2018. 2018.

ROSLAN, Nurul Hidayah et al. Performance of steel slag and steel sludge in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 104, p. 16–24, fev. 2016. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061815306814>>.

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

SNELLINGS, Ruben 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.

TAZAWA, Ei-Ichi; MIYAZAWA, Shingo. Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 25, n. 2, p. 281–287, 1995.

WADSÖ, Lars et al. Calorimetry. **A Pract. Guid. to Thermogravim. Anal.** 1st. ed. [S.l: s.n.], 2016. p. 37–74.

WANG, Q. et al. Influence of steel slag on mechanical properties and durability of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 47, 2013.

WANG, Qiang; YANG, Jianwei; YAN, Peiyu. Cementitious properties of super-fine steel slag. **Powder Technology**, v. 245, p. 35–39, 1 set. 2013.

WU, Linmei et al. Autogenous shrinkage of high performance concrete: A review. **Construction and Building Materials**, v. 149, p. 62–75, 2017.

YANG, Jianming et al. Influence of steel slag powders on the properties of MKPC paste. **Construction and Building Materials**, v. 159, p. 137–146, jan. 2018.

YILDIRIM, Irem Zeynep; PREZZI, Monica. Chemical, mineralogical, and morphological properties of steel slag. **Advances in Civil Engineering**, v. 2011, 2011.

ZAGO, Sara de Carvalho. **Avaliação da durabilidade do concreto da construção civil com a utilização de agregados de escória de aciaria LD**. 2019. 260 f. 2019.

ZHANG, Tongsheng et al. Measurement of chemical shrinkage of cement paste: Comparison study of ASTM C 1608 and an improved method. **Construction and Building Materials**, v. 48, p. 662–669, 2013.

_____. Preparation of high performance blended cements and reclamation of iron concentrate from basic oxygen furnace steel slag. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 56, n. 1, p. 48–55, nov. 2011.

ZHUANG, Shiyu; WANG, Qiang. Inhibition mechanisms of steel slag on the early-age hydration of cement. **Cement and Concrete Research**, v. 140, p. 106283, fev. 2021.

ANEXO I – Quantitativo de cp's para o Programa Experimental

Neste anexo são apresentadas as tabelas com o levantamento quantitativos dos corpos de prova para a realização dos ensaios no estado endurecido, conforme previsto no planejamento experimental.

Tabela 10 - Número de corpos de prova cilíndricos para os ensaios de resistência à compressão

| Amostra | Relação a/ag | % Escória LD | % Fíler | nº cp's 7 dias | nº cp's 28 dias | nº cp's 91 dias | nº cp's por amostra |
|---------|--------------|--------------|---------|----------------|-----------------|-----------------|---------------------|
| REF40 | 0,4 | 0% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| LD40-5 | | 5% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| LD40-10 | | 10% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| F40-10 | | 0% | 10% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| REF30 | 0,3 | 0% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| LD30-5 | | 5% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| LD30-10 | | 10% | 0% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| F30-10 | | 0% | 10% | 6 | 6 | 6 | 18 |
| TOTAL | | | | | | | 144 |

Fonte: A Autora

Tabela 11 - Número de corpos de prova cilíndricos para o ensaio de porosidade

| Amostra | Relação a/ag | % Escória LD | % Fíler | nº cp's 28 dias | nº cp's por amostra |
|----------|--------------|--------------|---------|-----------------|---------------------|
| REF40 | 0,4 | 0% | 0% | 3 | 3 |
| LD40-5 | | 5% | 0% | 3 | 3 |
| LD40-10 | | 10% | 0% | 3 | 3 |
| F40-10 | | 0% | 10% | 3 | 3 |
| REF30 | 0,3 | 0% | 0% | 3 | 3 |
| LD 30-5 | | 5% | 0% | 3 | 3 |
| LD 30-10 | | 10% | 0% | 3 | 3 |
| F30-10 | | 0% | 10% | 3 | 3 |
| TOTAL | | | | | 24 |

Fonte: A Autora

Tabela 12 - Número de corpos de prova prismáticos para os ensaios de retração

| Amostra | Relação a/ag | % Escória LD | % Fíler | nº cp's 7 dias | nº cp's por amostra |
|---------|--------------|--------------|---------|----------------|---------------------|
| REF40 | 0,4 | 0% | 0% | 3 | 3 |
| LD40-5 | | 5% | 0% | 3 | 3 |
| LD40-10 | | 10% | 0% | 3 | 3 |
| F40-10 | | 10% | 10% | 3 | 3 |
| REF30 | 0,3 | 0% | 0% | 3 | 3 |
| LD30-5 | | 5% | 0% | 3 | 3 |
| LD30-10 | | 10% | 0% | 3 | 3 |
| F30-10 | | 10% | 10% | 3 | 3 |
| TOTAL | | | | | 24 |

Fonte: A Autora

ANEXO II – Análise Estatística dos resultados de Resistência à Compressão

São apresentados neste anexo as tabelas da ANOVA (Tabela 13) e do Teste de Tukey (Tabela 14) realizados para avaliar a resistência à compressão das amostras de argamassa estudadas.

Tabela 13 - ANOVA para os resultados de resistência à compressão aos 7, 28 e 91 dias

| | Fonte | SQ | GL | MQ | F | Probabilidade |
|----------------|-------------|----------|----|----------|----------|---------------|
| 7 dias | a/ag | 2359,970 | 1 | 2359,970 | 252,5791 | 100% |
| | Componentes | 0,644 | 1 | 0,644 | 0,0689 | 21% |
| | Teor | 151,764 | 1 | 151,764 | 16,2427 | 100% |
| | Erro | 270,961 | 29 | 9,343 | | |
| 28 dias | a/ag | 3443,719 | 1 | 3443,719 | 366,8187 | 100% |
| | Componentes | 58,227 | 1 | 58,227 | 6,2023 | 98% |
| | Teor | 47,869 | 1 | 47,869 | 5,0989 | 97% |
| | Erro | 272,254 | 29 | 9,388 | | |
| 91 dias | a/ag | 2583,975 | 1 | 2583,975 | 283,6988 | 100% |
| | Componentes | 160,061 | 1 | 160,061 | 17,5734 | 100% |
| | Teor | 0,796 | 1 | 0,796 | 0,0874 | 23% |
| | Erro | 227,704 | 25 | 9,108 | | |

Fonte: A Autora

Tabela 14 - Teste de Tukey aplicado aos valores médios de resistência à compressão aos 7, 28 e 91 dias*

| | Amostras | {1} | {2} | {3} | {4} | {5} | {6} | {7} | {8} | Grupo** |
|---------|----------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|
| 7 dias | REF30 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | | 0,0002 | 0,5907 | 0,7775 | C |
| | LD30-5 | 0,0429 | 0,0002 | 0,0193 | 0,0030 | 0,0002 | | 0,0272 | 0,0142 | D |
| | LD30-10 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,5907 | 0,0272 | | 1,0000 | C |
| | F30-10 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,7775 | 0,0142 | 1,0000 | | C |
| | REF40 | | 0,0401 | 0,9922 | 0,7471 | 0,0001 | 0,0429 | 0,0001 | 0,0001 | A |
| | LD40-5 | 0,0401 | | 0,3729 | 0,8264 | 0,0001 | 0,0002 | 0,0001 | 0,0001 | B |
| | LD40-10 | 0,9922 | 0,3729 | | 0,9955 | 0,0001 | 0,0193 | 0,0001 | 0,0001 | A - B |
| | F40-10 | 0,7471 | 0,8264 | 0,9955 | | 0,0001 | 0,0030 | 0,0001 | 0,0001 | A - B |
| 28 dias | REF30 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | | 0,0475 | 0,9975 | 0,0002 | D |
| | LD30-5 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0475 | | 0,1794 | 0,2445 | B - C |
| | LD30-10 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,9975 | 0,1794 | | 0,0004 | C - D |
| | F30-10 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0002 | 0,2445 | 0,0004 | | B |
| | REF40 | | 0,9993 | 0,1911 | 0,2236 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | A |
| | LD40-5 | 0,9993 | | 0,4313 | 0,4588 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | A |
| | LD40-10 | 0,1911 | 0,4313 | | 1,0000 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | A |
| | F40-10 | 0,2236 | 0,4588 | 1,0000 | | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | A |
| 91 dias | REF30 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | | 0,9850 | 0,9546 | 0,0015 | B |
| | LD30-5 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,9850 | | 0,6586 | 0,0353 | B |
| | LD30-10 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,9546 | 0,6586 | | 0,0004 | B |
| | F30-10 | 0,0003 | 0,0056 | 0,0003 | 0,0002 | 0,0015 | 0,0353 | 0,0004 | | C |
| | REF40 | | 0,7434 | 1,0000 | 0,9439 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0003 | A |
| | LD40-5 | 0,7434 | | 0,7680 | 0,1353 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0056 | A |
| | LD40-10 | 1,0000 | 0,7680 | | 0,9313 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0003 | A |
| | F40-10 | 0,9439 | 0,1353 | 0,9313 | | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | A |

Fonte: A Autora

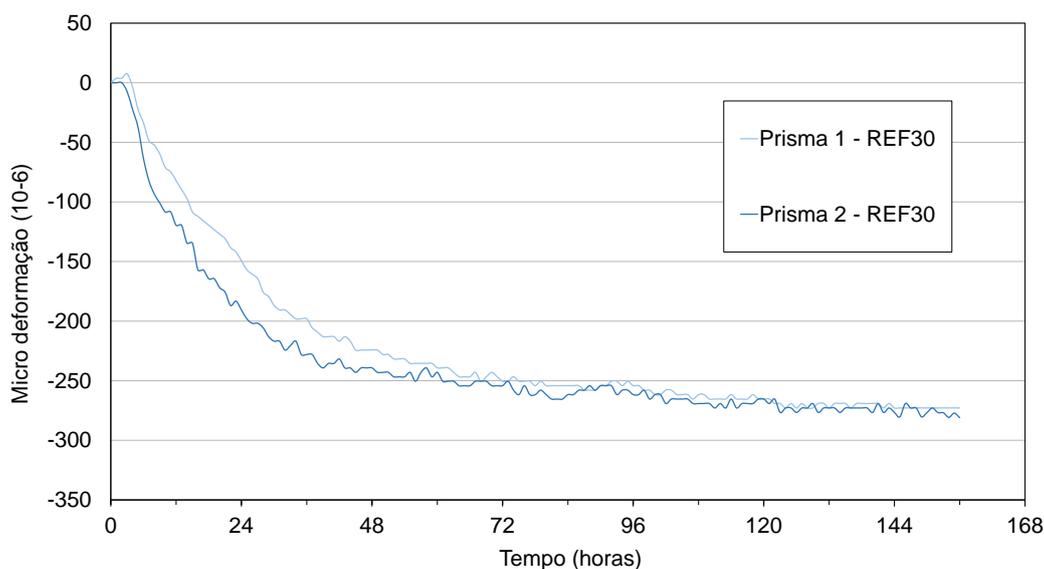
* $\alpha=0,5$; MS (erro quadrático médio) =9,29

**Amostras que não compartilham uma mesma letra são significativamente diferentes

ANEXO III – Resultados individuais da variação dimensional dos prismas de argamassa

Neste item estão relacionados os gráficos de retração obtidos por meio de bancada durante o período de sete dias de hidratação das amostras de argamassa. As curvas de retração dos três prismas de cada tipo de argamassa com relação a/ag 0,30 são apresentados nas Figuras 52, 53, 54 e 55, e com relação a/ag 0,40 são apresentados nas Figuras 56, 57, 58 e 59.

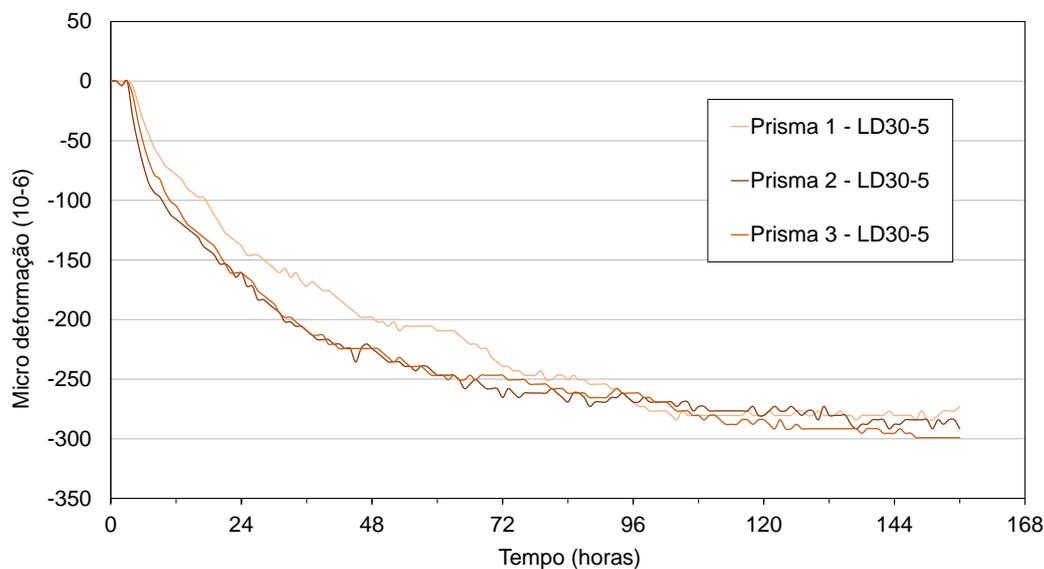
Figura 52 - Retração das argamassas REF30



*Houve problema na leitura do prisma 3 – REF30

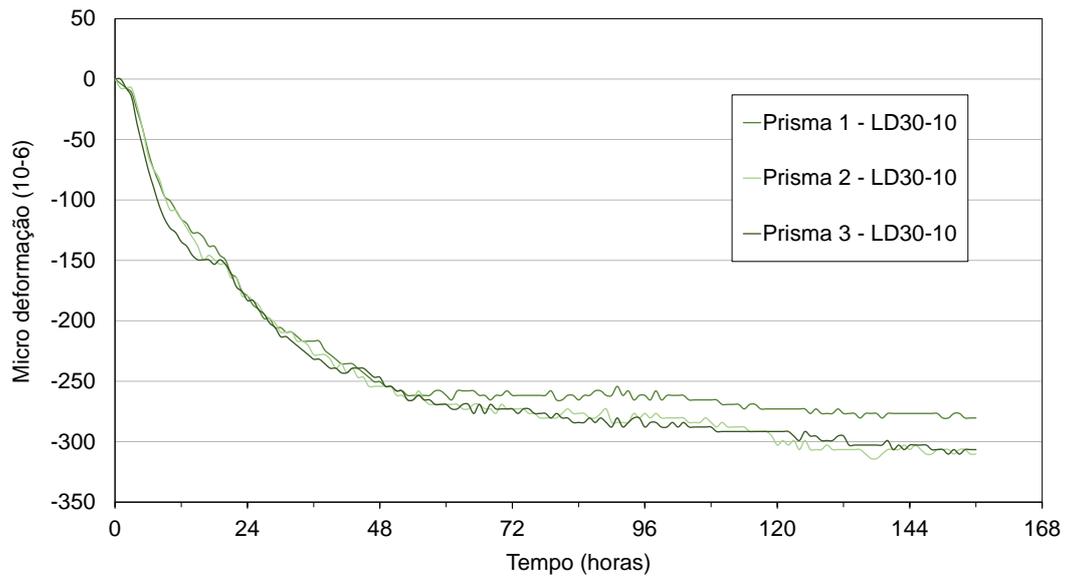
Fonte: A Autora

Figura 53 - Retração das argamassas LD30-5



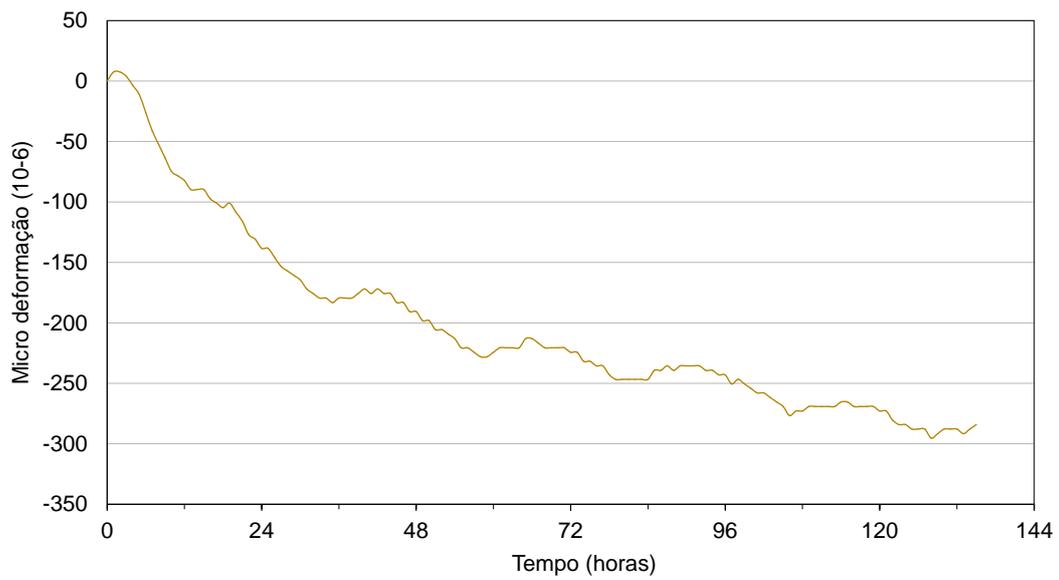
Fonte: A Autora

Figura 54 - Retração das argamassas LD30-10



Fonte: A Autora

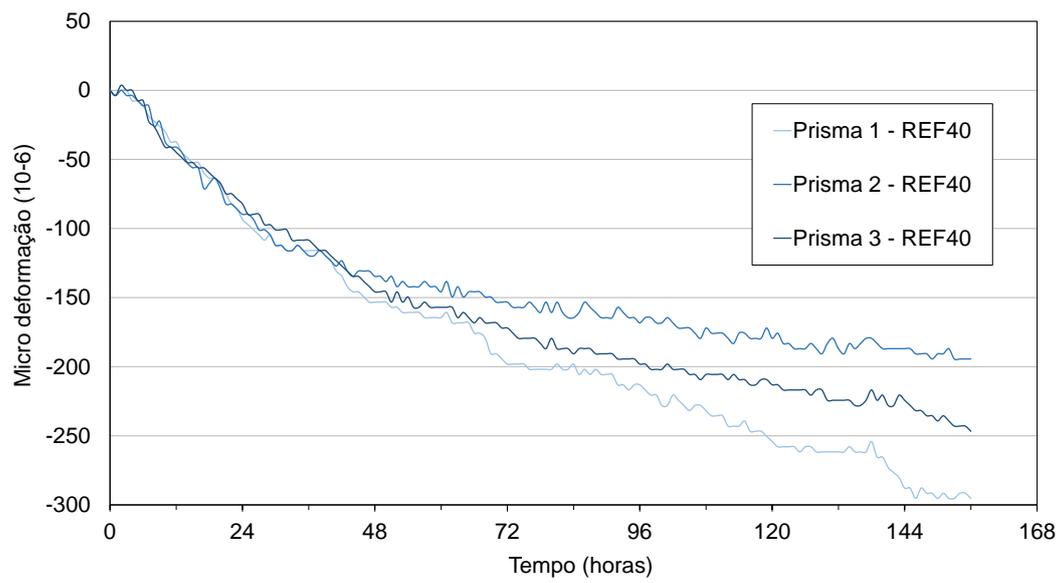
Figura 55 - Retração das argamassas F30-10



*Houve problema na leitura dos prismas 1 e 2 – F30-10

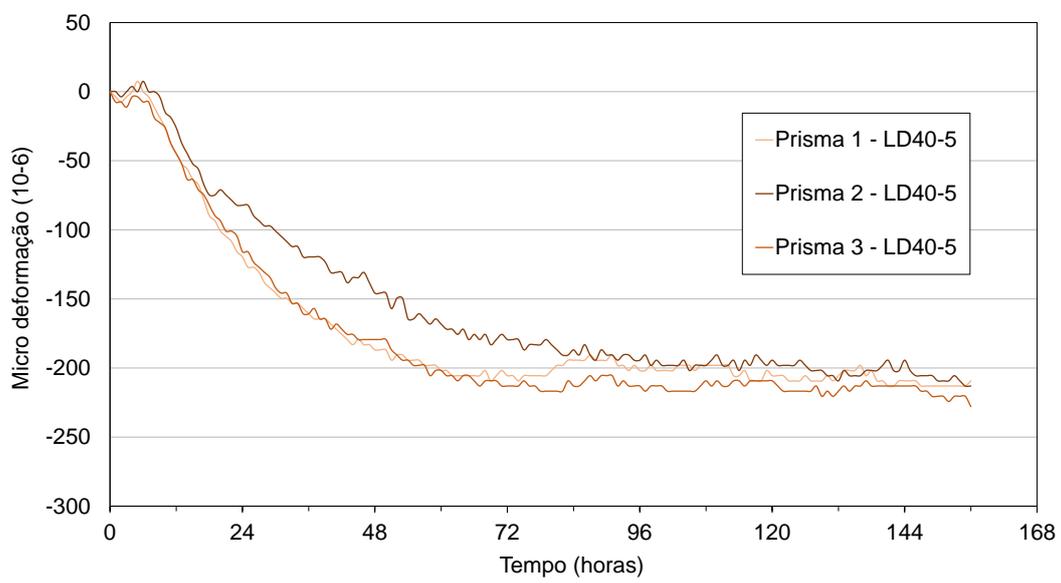
Fonte: A Autora

Figura 56 - Retração das argamassas REF40



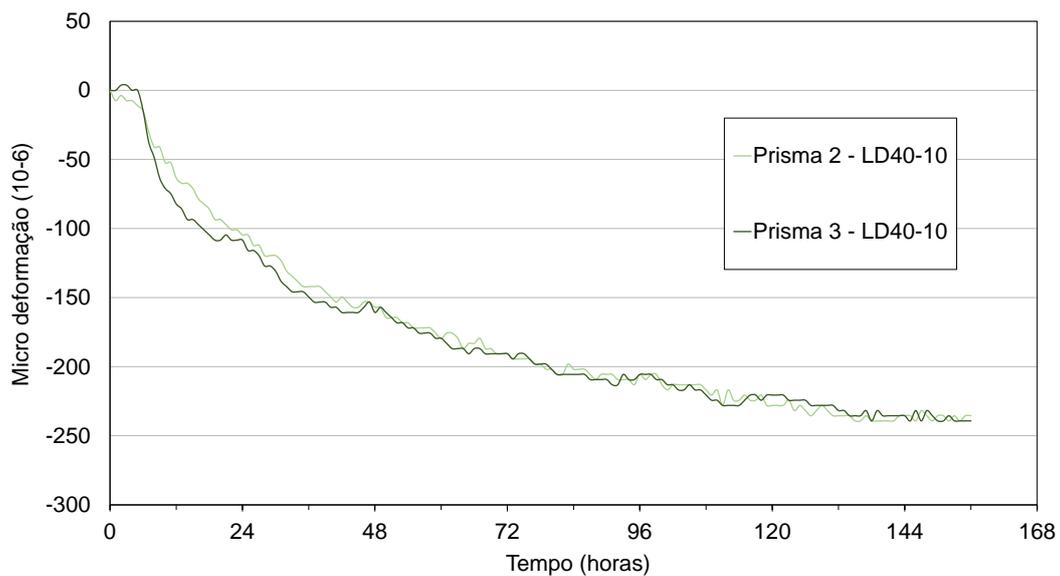
Fonte: A Autora

Figura 57 - Retração das argamassas LD40-5



Fonte: A Autora

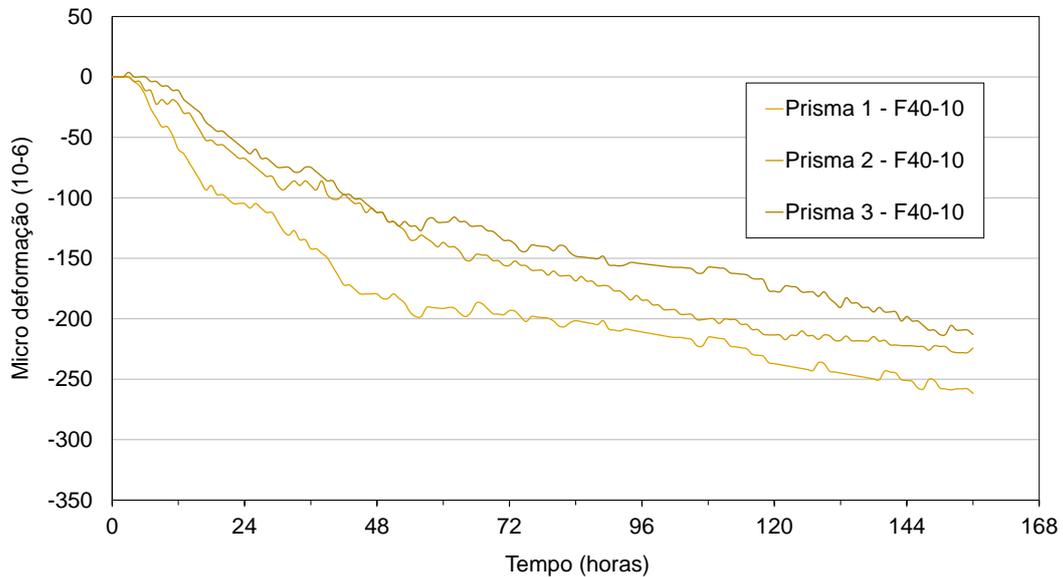
Figura 58 - Retração das argamassas LD40-10



*Houve problema na leitura do Prisma 1 – LD40-10

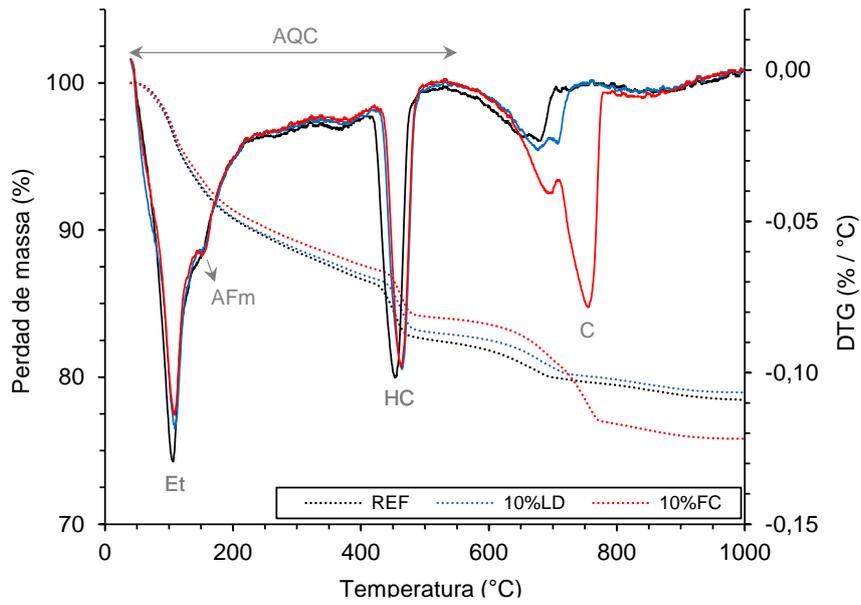
Fonte: A Autora

Figura 59 - Retração das argamassas F40-10



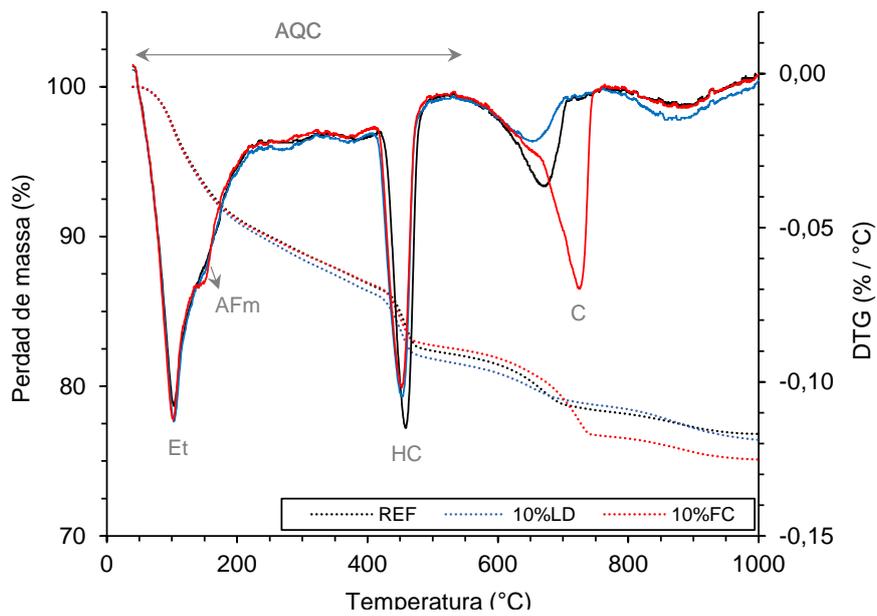
Fonte: A Autora

Figura 62 - TG das pastas com relação 0,40 aos 7 dias



Fonte: A Autora

Figura 63 - TG das pastas com relação a/ag 0,40 aos 28 dias



Fonte: A Autora