

Avaliação da zona de transição interfacial pasta-agregado leve em concretos com sílica ativa e látex SBR

Rossignolo, J.A.

Laboratório de Construção Civil - Dep. de Arquitetura e Urbanismo - EESC/USP
Av. Trabalhador São-carlense, 400. São Carlos SP. CEP: 13570-960
e-mail: jarossi@sc.usp.br

RESUMO

Este trabalho aborda o efeito da sílica ativa e do látex de estireno-butadieno (SBR) na zona de transição entre a argila expandida (agregado leve) e a matriz de cimento Portland. Para a avaliação da zona de transição utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) associado a um sistema de análise quantitativa (espectrografia de Raios-X por dispersão de energia - EDS). No concreto de referência a zona de transição apresentou espessura de 30 μ m. Com a inclusão de sílica ativa ou de látex SBR nos concretos observou-se a redução da espessura da zona de transição para valores entre 20 e 25 μ m. Entretanto os menores valores da espessura da zona de transição, entre 8 e 15 μ m, foram obtidos para os concretos com sílica ativa e látex SBR.

Palavras chaves: Argila expandida, concreto leve, látex SBR, MEV, sílica ativa, zona de transição.

Evaluation of paste-aggregate interfacial transition zone on lightweight concrete with silica fume and styrene-butadiene latex

ABSTRACT

This paper deals with the effect of silica fume and styrene-butadiene latex (SBR) on the microstructure of the interfacial transition zone (ITZ) between Portland cement paste and lightweight aggregates (expanded clay). Scanning Electron Microscope (SEM) equipped with an energy dispersive X-ray analysis system (EDS) was used to determine the interfacial transition zone thickness. In the plain concrete a marked ITZ around the aggregate particles (30 μ m) was observed, while in concretes with silica fume or latex SBR the ITZ was less pronounced (20-25 μ m). However, the better results were observed in concretes with silica fume and latex SBR (8-15 μ m).

Keywords: Lightweight aggregate concrete, expanded clay, ITZ, silica fume, SBR latex, SEM.

1 INTRODUÇÃO

Pesquisas realizadas a partir de 2000 no Laboratório de Construção Civil (LCC) da Escola de Engenharia de São Carlos – EESC/USP, indicam que há um grande potencial da utilização conjunta de sílica ativa e látex de estireno-butadieno (SBR) na melhoria de desempenho das propriedades dos concretos com agregados leves, especialmente as relacionadas à durabilidade e à resistência mecânica [1-5].

Para melhor compreender a atuação do látex SBR e da sílica ativa nos concretos leves, este trabalho apresenta uma análise do efeito desses materiais na espessura e na estrutura da zona de transição entre o agregado leve e a matriz de cimento.

Segundo MONTEIRO [6], antes que qualquer trabalho sistemático seja feito para aperfeiçoar a microestrutura da matriz de cimento, visando a melhoria das propriedades do concreto, devem ser priorizados estudos que abordem a melhoria da microestrutura da zona de transição interfacial que existe entre o agregado e a matriz de cimento, uma vez que muitas propriedades importantes do concreto são significativamente influenciadas pelas características dessa zona de transição.

Diversas pesquisas apresentam a forte relação existente entre a espessura e a qualidade da zona de transição interfacial e algumas propriedades dos concretos, tais como resistência mecânica, módulo de deformação, mecanismo de propagação de fissuras e permeabilidade de agentes agressivos nos concretos,

justificando, assim, a grande importância do estudo da zona de transição interfacial agregado-matriz dos concretos [7, 8].

Algumas pesquisas apresentam resultados demonstrando que as adições minerais são capazes de produzir uma significativa redução da espessura da zona de transição agregado-matriz, além da densificação dessa região, contribuindo, dessa forma, para a melhoria do desempenho das propriedades relativas à resistência mecânica e à durabilidade dos concretos [6, 9-11].

A sílica ativa é considerada uma adição mineral bastante efetiva na redução da espessura da zona de transição agregado-matriz. Nos resultados obtidos por MONTEIRO e METHA [12, 13], verificou-se a redução da espessura da zona de transição de 50 μm , em concretos com agregados tradicionais sem adições minerais, para valores inferiores a 10 μm , em concretos com sílica ativa.

Nos concretos modificados com látex SBR, observa-se, também, a melhoria das características da zona de transição agregado-matriz, como a redução da quantidade de hidróxido de cálcio (CH) e da porosidade, efeitos que podem ser atribuídos ao acúmulo de polímero nesta região. A zona de transição entre o agregado e a matriz de cimento apresenta maior quantidade de água do que a matriz de cimento, decorrência do efeito parede, e, conseqüentemente, maior quantidade de polímero, uma vez que nos concretos modificados o polímero está disperso no meio aquoso. Com isso, observa-se a redução da quantidade de CH, devido às reações do grupo carboxílico das partículas do copolímero com os íons Ca^{2+} , liberados durante o processo de hidratação do cimento, reduzindo, assim, a quantidade de Ca^{2+} disponível para a formação do CH, e ao preenchimento dos poros na zona de transição pelo polímero durante o processo de coalescência [14-16].

Para melhor compreender a atuação do látex SBR e da sílica ativa na microestrutura dos concretos leves, este trabalho apresenta uma análise do efeito desses materiais na zona de transição entre o agregado leve (argila expandida) e a matriz de cimento. Utilizou-se a análise quantitativa por EDS (espectrografia de Raios-X por dispersão de energia) associada ao MEV (microscópio eletrônico de varredura) para a análise da zona de transição agregado-matriz. As análises foram realizadas no Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC), em Lisboa, Portugal.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados para a produção dos concretos foram: cimento Portland de alta resistência inicial (CPV ARI), com massa específica de 3,12 g/cm^3 e área específica *Blaine* de 4.687 cm^2/g ; sílica ativa com massa específica de 2,21 g/cm^3 , área específica de 18.000 cm^2/g e teor de SiO_2 de 94,3%; superplastificante do tipo SPA (melamina sulfonato formaldeídico) com massa específica de 1,11 g/cm^3 e teor de sólidos de 16,5%; látex de estireno-butadieno (SBR) com teor de sólidos de 50% e massa específica de 1,02 g/cm^3 ; areia natural com dimensão máxima de 2,4 mm e massa específica de 2,63 g/cm^3 ; e dois tipos de argila expandida de fabricação nacional, fornecidos pela empresa CINEXPAN Argila Expandida Ltda. (Tabela 1).

Tabela 1: Características e propriedades dos agregados leves.

Agregado	D_{max} NBR 7211(1982) (mm)	Massa específica NBR 9776 (1987) (g/cm^3)	Massa unitária NBR 7251 (1982) (g/cm^3)	Absorção de água (%) (em massa)		
				30 min.	60 min.	24 h
Cinexpan 0500	4,8	1,51	0,86	1,8	2,7	6,0
Cinexpan 1506	9,5	1,11	0,59	2,7	3,5	7,0

Os concretos foram produzidos com relação água/aglomerante de 0,40 para todas as dosagens, utilizando-se a relação cimento/agregado de 1:1, em massa, com a composição dos agregados de 30% de areia e 70% de argila expandida (35% Cinexpan 0500 e 35% Cinexpan 1506), em massa. Os agregados utilizados estavam acondicionados em ambiente seco e protegido ($25 \pm 3^\circ\text{C}$ e $60 \pm 15\%$ UR). Foi utilizado o teor de 10% de sílica ativa (S/C), em relação à massa de cimento. O látex SBR foi utilizado nos teores de polímero/cimento (P/C) de 5 e 10%, em massa. Nos concretos com sílica ativa foi utilizado o aditivo superplastificante no teor de 1,5% em relação à massa de cimento (Tabela 2).

Tabela 2: Teores de sílica ativa, látex SBR e superplastificante dos concretos.

Concreto	Sílica Ativa (S/C) (em massa)	Látex SBR (P/C) (em massa)	SPA*
1 (ref.)	-	-	-
2	10	-	1,5
3	-	5	-
4	-	10	-
5	10	5	1,5
6	10	10	1,5

* % em relação à massa de cimento.

Foram moldados 5 corpos-de-prova de 35 mm de diâmetro e 70 mm de altura para cada tipo de concreto. Após a moldagem, os corpos-de-prova foram acondicionados em câmara úmida ($23 \pm 2^\circ\text{C}$ e $95 \pm 5\%$ UR) e desmoldados após 24 horas. Em seguida, os corpos-de-prova sem látex SBR permaneceram na câmara úmida por mais 27 dias e os com látex SBR, por mais 6 dias. Após o período de cura úmida, os corpos-de-prova foram envolvidos em um filme plástico e armazenados em uma sala climatizada ($25 \pm 3^\circ\text{C}$ e $60 \pm 15\%$ UR) até a realização das análises experimentais, que ocorrem aos 100 dias de idade das amostras [17].

A análise da zona de transição entre o agregado e a matriz de cimento foi feita por meio da verificação quantitativa dos principais produtos da hidratação de cimento nas proximidades do agregado, tais como CH (hidróxido de cálcio), C-S-H (silicato de cálcio hidratado), AFt (etringita) e AFm (monosulfoaluminato de cálcio). Essa análise foi feita utilizando os resultados das pesquisas realizadas por TAYLOR e NEWBURY [18], WASSERMAN e BENTUR [19], assim como KJELLSSEN *et al.* [11], onde foram apresentados valores numéricos entre as relações das massas atômicas de alguns óxidos presentes na matriz de cimento (SiO_2 [Si], CaO [Ca], Fe_2O_3 [Fe], Al_2O_3 [Al] e SO_3 [S]) para associá-las à presença dos produtos do cimento hidratado, como apresentado abaixo:

$$\text{C-S-H:} \quad 0,8 \leq \text{Ca/Si} \leq 2,5 \quad (\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} \leq 0,2 \quad (1)$$

$$\text{CH:} \quad \text{Ca/Si} \geq 10 \quad (\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} \leq 0,04 \quad \text{S/Ca} \leq 0,04 \quad (2)$$

$$\text{AFm:} \quad \text{Ca/Si} \geq 4 \quad (\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} > 0,4 \quad \text{S/Ca} > 0,15 \quad (3)$$

Assim, a determinação da espessura da zona de transição agregado-matriz para os 6 tipos de concreto (Tabela 2), com 100 dias de idade, foi realizada com a representação dos perfis de Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca, utilizando a análise semiquantitativa por EDS (espectrografia de Raios-X por dispersão de energia) associada ao MEV (microscópio eletrônico de varredura), em vários pontos ao longo de uma linha perpendicular à interface agregado-matriz. A análise das amostras foi realizada no Núcleo de Química (NQ) do Departamento de Materiais de Construção (DMC) do Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC), em Lisboa, Portugal, utilizando um microscópio eletrônico da marca JEOL, modelo JSM-6400, com filamento de tungstênio.

Para cada tipo de concreto foram analisados 10 perfis, com 15 pontos cada, ao longo de uma linha perpendicular à interface agregado-matriz (Figura 1). O comprimento do perfil analisado, perpendicular à interface, foi de aproximadamente 180 μm , sendo 40 μm no agregado e 140 μm na matriz de cimento. Foram utilizadas cinco amostras polidas para cada tipo de concreto, preparadas segundo a metodologia descrita em ROSSIGNOLO [20]. Foram analisados dois perfis em cada amostra. A Figura 1 apresenta um exemplo do perfil analisado nas amostras polidas de concreto.

Na escolha e na análise das amostras polidas de concreto, para o estudo da interface entre o agregado e a matriz de cimento, foram tomados os seguintes cuidados: foram utilizadas as amostras do centro do corpo-de-prova; o corte das amostras foi feito em planos perpendiculares ao sentido de moldagem; e foram analisadas as interfaces ao redor dos agregados que apresentaram dimensão máxima (9,5 mm) na superfície analisada, evitando assim, regiões com probabilidade de exsudação, como as partes superior e inferior do agregado [20].

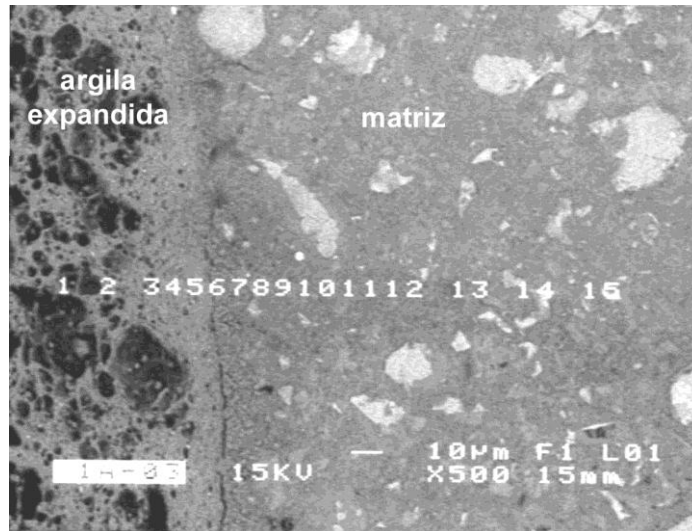


Figura 1: Micrografia (MEV) do perfil de análise nas amostras polidas de concreto (concreto tipo 1).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 2 a 7 apresentam os resultados da análise semiquantitativa por EDS associado ao MEV, para os 6 tipos de concreto.

Os valores obtidos para as relações $(Al+Fe)/Ca$ e S/Ca indicam que nenhum dos concretos estudados apresentou teores significativos de AFm ou de AFt, assumindo que os elementos Al, Fe e S estão presentes na matriz de cimento, predominantemente nas fases AFt e AFm. Observa-se, também, que não houve uma região preferencial para a formação de AFm e AFt, como por exemplo, na zona de transição agregado-matriz. Com isso, a espessura da zona de transição foi determinada por meio da análise do comportamento da relação Ca/Si , que apresentou variação significativa na região próxima ao agregado, possibilitando, assim, a identificação da zona de transição.

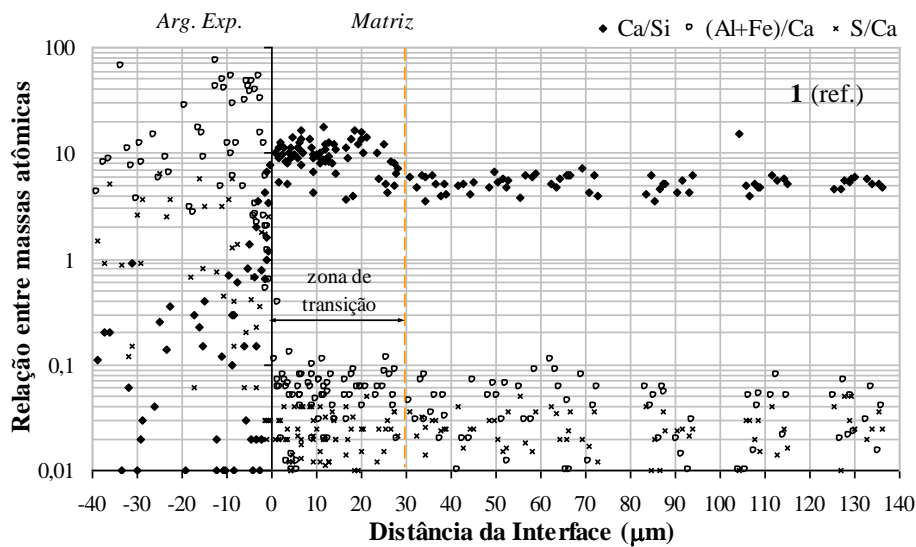


Figura 2: Relações Ca/Si , $(Al+Fe)/Ca$ e S/Ca do concreto 1 (Referência).

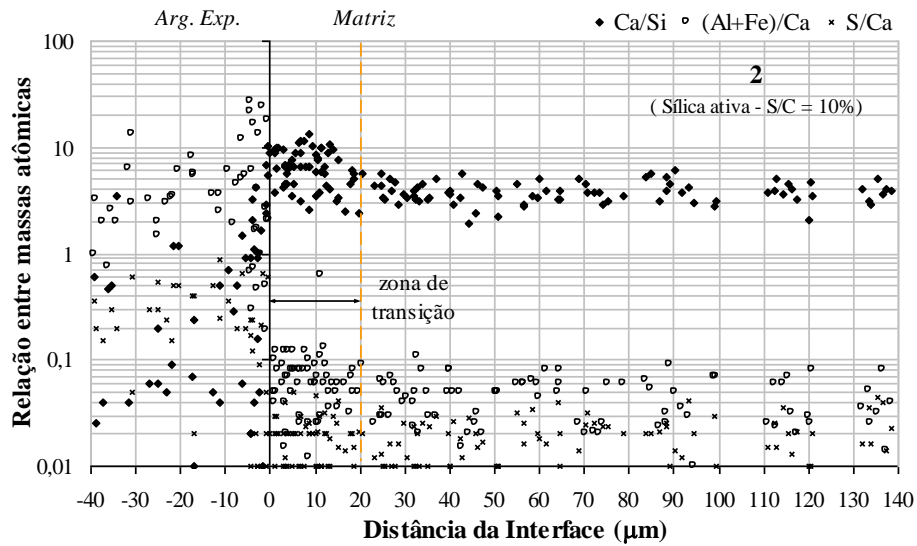


Figura 3: Relações Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca do concreto 2 (S/C=10%).

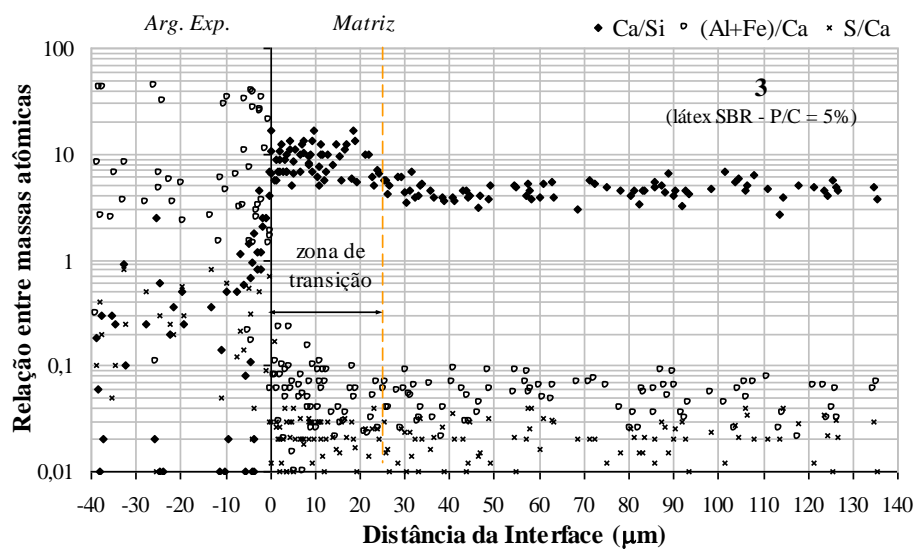


Figura 4: Relações Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca do concreto 3 (P/C=5%).

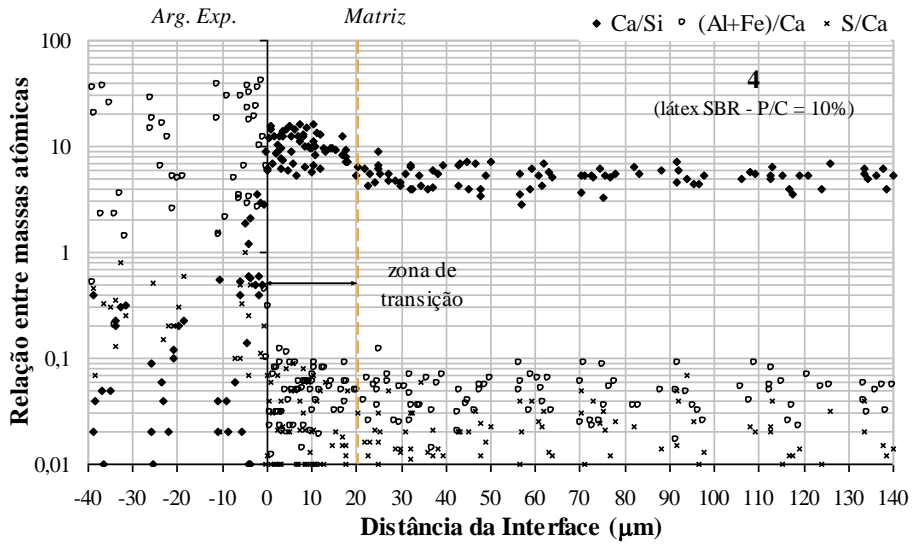


Figura 5: Relações Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca do concreto 4 (P/C=10%).

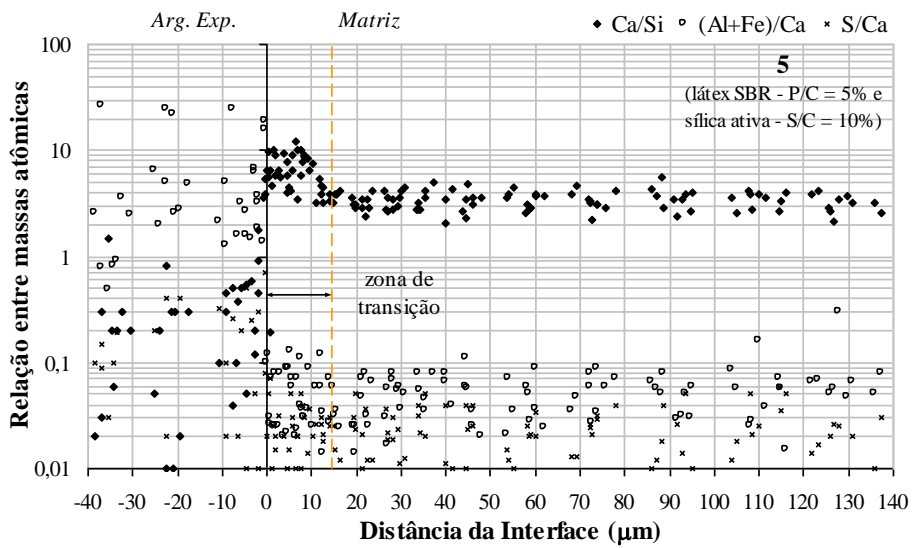


Figura 6: Relações Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca do concreto 5 (P/C=5% e S/C=10%).

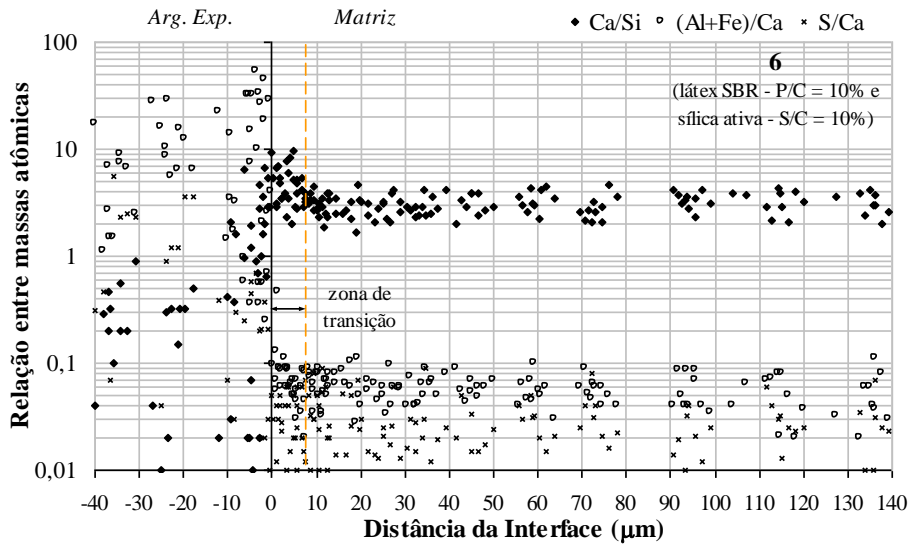


Figura 7: Relações Ca/Si, (Al+Fe)/Ca e S/Ca do concreto 6 (P/C=10% e S/C=10%).

A espessura da zona de transição foi definida como a distância entre a interface agregado-matriz e o ponto em que os valores da relação Ca/Si apresentaram estabilização [20]. Os valores das espessuras da zona de transição, para os concretos analisados, são apresentados na Figura 8. A espessura da zona de transição obtida para o concreto de referência, aproximadamente 30 µm, está muito próximo dos valores obtidos por VIEIRA [21] para concretos leves sem adições ou aditivos.

Os resultados apresentados demonstram que a utilização de sílica ativa ou de látex SBR provoca a redução significativa da espessura da zona de transição agregado-matriz, além da diminuição do teor de CH nessa região, em comparação ao concreto de referência, que pode ser constatada pela redução dos valores da relação Ca/Si na zona de transição (Figuras 3 a 5).

A redução de 33% da espessura da zona de transição com a utilização de 10% sílica ativa, em relação à massa de cimento, pode ser explicada pelos seguintes fatores: menor permeabilidade do concreto fresco, causando assim menor acúmulo de água de exsudação na superfície do agregado; presença de vários núcleos de cristalização que contribuem para a formação de cristais menores de hidróxido de cálcio e com menor tendência de cristalização em orientações preferenciais; e a gradual densificação do sistema dos produtos de hidratação por meio de ações pozolânicas entre o hidróxido de cálcio e a sílica ativa.

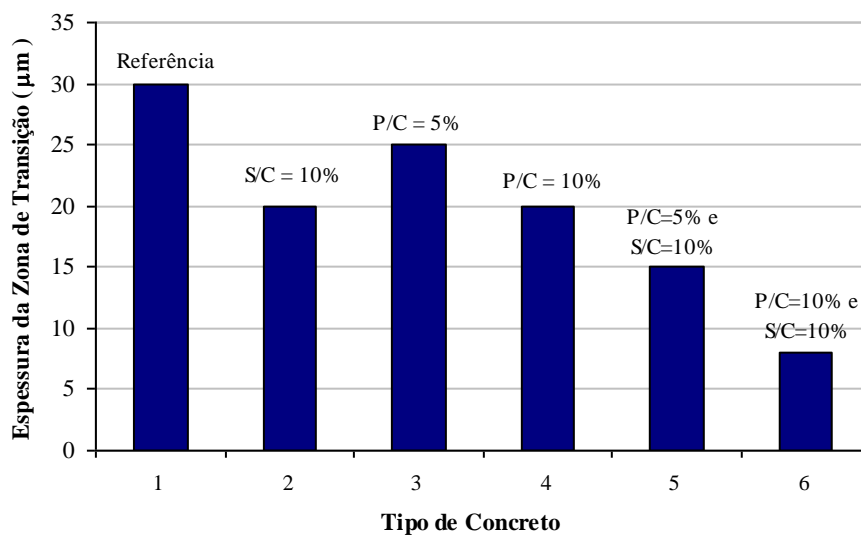


Figura 8: Valores da espessura da zona de transição agregado-matriz dos concretos analisados.

Nos concretos modificados com látex SBR, os valores da redução da espessura da zona de transição agregado-matriz foram 17% (P/C = 5%) e 33% (P/C = 10%). Esse efeito pode ser explicado, segundo os resultados de algumas pesquisas recentes [14-16], por dois fatores: a interação química entre as partículas de polímero e alguns produtos da hidratação do cimento, especialmente o Ca^{2+} , que alteram a quantidade e a composição de alguns produtos da hidratação do cimento, em especial do hidróxido de cálcio (CH); e a redução da porosidade na matriz de cimento na região próxima ao agregado, uma vez que essa região, normalmente, apresenta maior quantidade de água do que a matriz de cimento, decorrência do efeito parede, e, conseqüentemente, maior quantidade de polímero, uma vez que nos concretos modificados o polímero está homogêneamente disperso no meio aquoso.

Nos concretos que utilizaram conjuntamente sílica ativa e látex SBR, foram observados os maiores valores da redução da espessura da zona de transição, 50% (P/C = 5% e S/C=10%) e 73% (P/C = 10% e S/C=10%), e os menores teores de CH nessa região, analisando-se comparativamente os valores da relação Ca/Si (Figuras 6 e 7), demonstrando assim um sinergismo desses dois produtos na melhoria da qualidade da matriz de cimento na zona de transição agregado-matriz.

4 CONCLUSÕES

Nos resultados obtidos das análises microestruturais dos concretos leves observou-se que a utilização de 10% sílica ativa, em relação à massa de cimento, ocasionou a redução de 33% da espessura da zona de transição agregado-matriz em relação ao concreto de referência. Nos concretos modificados com látex SBR os valores da redução da espessura da zona de transição agregado-matriz foram 17% (P/C = 5%) e 33% (P/C = 10%), em comparação ao concreto de referência.

Os maiores valores da redução da espessura da zona de transição foram obtidos para os concretos leves que utilizaram conjuntamente a sílica ativa e o látex SBR, sendo a redução de 50% para concretos com P/C = 5% e S/C = 10% e de 73% para concretos com P/C = 10% e S/C = 10%, em relação ao concreto de referência.

Por fim, observou-se que nos concretos com sílica ativa ou látex SBR, além da redução da espessura da zona de transição, houve uma melhoria da qualidade dos produtos de hidratação do cimento Portland nessa região, conseqüência da diminuição do teor de CH. Esse efeito foi mais acentuado nos concretos que utilizaram conjuntamente sílica ativa e látex SBR.

5 AGRADECIMENTOS

O autor agradece à Fundação de Apoio à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP pelo suporte financeiro desta pesquisa, assim como ao Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC) de Lisboa, Portugal, pelo apoio na realização das análises experimentais.

6 BIBLIOGRAFIA

- [1] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., MORAIS, J.A., “High-performance LWAC for precast structures: Properties in the fresh and hardened state”, In: *Second International Symposium on Structural Lightweight Aggregate Concrete*, v. 1, pp. 699-708, Kristiansand, NORUEGA, 2000.
- [2] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., “Polymer modified lightweight aggregate concrete: Properties in fresh state, strength and water absorption”, In: *10th International Congress on Polymers in Concrete*, pp. 01-06, Honolulu, HAWAI, 2001.
- [3] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., “Mechanical properties of polymer-modified lightweight aggregate concrete”, *Cement and Concrete Research*, v. 32, pp. 329-34, 2002.
- [4] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., MORAIS, J.A., “Properties of high-performance LWAC for precast structures with Brazilian lightweight aggregates”, *Cement and Concrete Composites*, v. 25, n. 1, pp. 77-82, 2003.
- [5] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., “Durability of polymer-modified lightweight aggregate concrete”, *Cement and Concrete Composites*, v. 26, pp. 375-380, 2004.

- [6] MONTEIRO, P.J.M., *Caracterização da microestrutura do concreto: Fases e interfaces; aspectos de durabilidade e de microfissuração*, Tese livre docência, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.
- [7] MONTEIRO, P.J.M., *Microstructure of concrete and its influence on the mechanical properties*, Dissertação mestrado, University of California, Berkeley, 1985.
- [8] MASO, J.C., “Influence of the interfacial transition zone on composite mechanical properties”, *Interfacial Transition Zone in Concrete*, ed. by MASO, J.C., E & FN SPON, London, pp.103-16, 1996.
- [9] PAULON, V.A., *Estudos da microestrutura da zona de transição entre a pasta de cimento e o agregado*, Tese doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 1991.
- [10] ROSSIGNOLO, J.A., “Efeito da sílica ativa e do látex SBR na zona de transição interfacial pasta-agregado. Parte 1: agregado basáltico”, *e-Mat Revista de Ciência e Tecnologia de Materiais de Construção Civil*, v. 1, n. 2, pp. 105-113, 2004.
- [11] KJELLEN, K.O., WALLEVIK, O.H., FJÄLLBERG, L., “Microstructures and microchemistry of the paste-aggregate interfacial transition zone of high-performance concrete”, *Advances in Cement Research*, v. 10, n. 1, pp.33-40, 1998.
- [12] MONTEIRO, P.J.M., METHA, P.K., “Interaction between carbonate rock and cement paste”, *Cement and Concrete Research*, v. 16, pp. 127-32, 1986.
- [13] MONTEIRO, P.J.M., METHA, P.K., “Effect of aggregate, cement, and mineral admixtures on the microstructure of the transition zone”, *MRS Society*, Invited Paper, Boston, 1988.
- [14] SAKAI, E., SUGITA, J., “Composite mechanism of polymer modified cement”, *Cement and Concrete Research*, v. 25, n. 1, pp.127-35, 1995.
- [15] OLLITRAULY-FICHET, R., *et al.*, “Microstructural aspects in a polymer-modified cement”, *Cement and Concrete Research*, v. 28, n. 12, pp.1687-93, 1998.
- [16] BEELDENS, A., *et al.*, “Influence of polymer type on the structure of polymer modified cement mortar”, In: *21st International Conference on Cement Microscopy*, pp. 59-71, USA, 1999.
- [17] ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C., “Effect of curing condition on properties of polymer-modified lightweight concrete”, *Composites in Constructions*, A.A. Balkema Publishers, Porto, v. 1, pp. 67-72, 2001.
- [18] TAYLOR, H.F.W., NEWBURY, D.E., “An electron microprobe study of a mature cement paste”, *Cement and Concrete Research*, v. 14, pp. 565-73, 1984.
- [19] WASSERMAN, R., BENTUR, A., “Interfacial interactions in lightweight aggregate concretes and their influence on the concrete strength”, *Cement and Concrete Composites*, v. 18, pp. 67-76, 1996.
- [20] ROSSIGNOLO, J.A., *Concreto leve de alto desempenho modificado com SBR para pré-fabricados esbeltos - Dosagem, Produção, Propriedades e Microestrutura*, Tese doutorado, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.
- [21] VIEIRA, M.G., *Betões de elevado desempenho com agregados leves – Durabilidade e microestrutura*, Dissertação mestrado, Instituto Superior Técnico da Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, Portugal, 2000.