UNIVERSIDADE SÃO JUDAS TADEU

Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação *Stricto Sensu*

Mestrado Profissional em Engenharia Civil

EUCLYDES FERRER DE ALMEIDA JUNIOR

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS ELETRODOS E DA GEOMETRIA DOS CORPOS-DE-PROVA EM MEDIDAS DE IMPEDÂNCIA ELÉTRICA DE MATERIAIS À BASE DE CIMENTO

Prof. Dr. Sandro Martini

Orientador

São Paulo, SP – Brasil

2022

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca da Universidade São Judas Tadeu
Bibliotecária: Marieta Rodrigues Brechet - CRB 8/10384

Almeida Junior, Euclydes Ferrer de.
A4472e Estudo da influência dos eletrodos e da geometria dos corpos-de-prova em medidas de impedância elétrica de materiais à base de cimento. / Euclydes Ferrer de Almeida Junior. - São Paulo, 2022.
f. 79: il.; 30 cm.

Orientador: Sandro Martini.
Dissertação (mestrado) – Universidade São Judas Tadeu, São Paulo, 2022.

1. Impedância elétrica. 2. Cimento. 3. Eletrodos. I. Martini, Sandro. II. Universidade São Judas Tadeu, Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia Civil. III. Título.

CDD 22 – 624

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS ELETRODOS E DA GEOMETRIA DOS CORPOS-DE-PROVA EM MEDIDAS DE IMPEDÂNCIA ELÉTRICA DE MATERIAIS À BASE DE CIMENTO

EUCLYDES FERRER DE ALMEIDA JUNIOR

Composição da Banca Examinadora:

Prof. Dr.	Sandro Martini	Orientador	Universidade São Judas Tadeu
Prof. Dr.	Jeison Willian Gomes da Fonseca	Membro interno	Universidade São Judas Tadeu
Prof. Dr.	Ângelo Eduardo Battistini Marques	Membro externo	Instituto Mauá de Tecnologia

USJT

PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

Pós-Graduação Stricto Sensu

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO

Programa: Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil Código:

Curso: Mestrado Profissional

Aluno(a): Euclydes Ferrer de Almeida Júnior

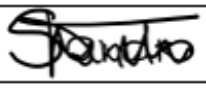
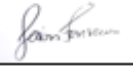
Orientador(a): Sandro Martini

Data: 31/01/2022Horário: 09:00 Local: Ambiente V

Título da Defesa de Dissertação

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS ELETRODOS E DA GEOMETRIA DOS CORPOS-DE-PROVA EM MEDIDAS DE IMPEDÂNCIA ELÉTRICA DE MATERIAIS À BASE DE CIMENTO

Comissão Examinadora

Nome	IES Origem	Assinatura	Resultado
Sandro Martini	Univ. São Judas Tadeu		Aprovado
Jeison Willian Gomes da Fonseca	Univ. São Judas Tadeu		Aprovado
Ângelo Eduardo Battistini Marques	Instituto Mauá de Tecnologia		Aprovado
		Resultado Final	Aprovado

Observações da Comissão Examinadora

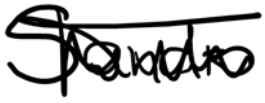
O candidato deve realizar todas as correções e observações apontadas pela banca.

OBSERVAÇAO: Esta ata só terá validade após a respectiva homologação pelo Conselho de Ensino, Pesquisa e Extensão (CEPE) da USJT, expressa em resolução. A homologação ocorrerá somente se todos os requisitos previstos no Regimento Geral de Pós-Graduação, no Regulamento Interno do curso e na legislação pertinente forem cumpridos.

Renan Pícolo Salvador

Coordenador(a) do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

Declaro que a Dissertação do aluno Euclydes Ferrer de Almeida Junior intitulada Estudo da influência dos eletrodos e da geometria dos corpos-de-prova em medidas de impedância elétrica de materiais à base de cimento, cuja defesa foi realizada em 31/01/2022 encontra-se devidamente corrigida e aprovada por mim, Prof. Dr. Sandro Martini e de acordo com as sugestões da banca examinadora.



Prof. Dr. Sandro Martini (orientador)

AGRADECIMENTOS

Aos corruptos e não corruptos do Brasil, por me abrir os olhos quanto ao que posso ou devo acreditar e esperar de uma política pública, por um dia ou por uma vida inteira.

Agradeço ao meu orientador, o professor Dr. Sandro Martini, pela amizade, paciência, opiniões, disponibilidade e constante atenção, tornando possível a realização deste trabalho de mestrado.

Aos técnicos dos Laboratórios de Engenharia Civil da Universidade São Judas Tadeu, Fernando e Cleiton, meu muito obrigado pela dedicação e atenção de sempre.

Aos alunos do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da USJT, muito obrigado pelo companheirismo, pela troca de experiências ao longo desta jornada e me tornando o Engenheiro Elétrico mais Civil do grupo.

Aos meus queridos companheiros na vida...

"Só duas coisas são infinitas, o universo e a estupidez humana, mas não estou seguro sobre o primeiro." (Albert Einstein)

RESUMO

Materiais cimentícios são largamente empregados em todas as partes do mundo e são essenciais para a expansão das cidades. Dessa forma, a busca por métodos de caracterização de materiais cimentícios que sejam mais econômicos e sustentáveis tornam-se essenciais para os dias atuais. Nesse sentido, a caracterização elétrica por espectroscopia de impedância de corrente alternada (EICA) é uma alternativa frente os tradicionais métodos empregados pela construção. A EICA é uma técnica simples de ser utilizada e pode fornecer informações da microestrutura do compósito cimentício. Entretanto, questões relacionadas a geometria dos corpos-de-prova e ao tipo de eletrodo ainda precisam ser esclarecidas para a utilização correta da EICA. O objetivo dessa pesquisa foi investigar a influência da geometria dos corpos-de-prova e da quantidade de contatos elétricos no espectro de impedância elétrica. Uma campanha experimental foi desenvolvida para medir a impedância elétrica de argamassas cimentícias. Os resultados mostraram que a quantidade de contatos elétricos e o fator geométrico dos corpos-de-prova tem uma influência no espectro de impedância. Concluiu-se que as medidas de impedância devem ser realizadas com uma quantidade de contatos elétricos que promova uma maior área efetiva de contato e em corpos-de-prova com fatores geométricos entre 20 e 50. A partir desses resultados, uma segunda campanha experimental foi realizada para caracterizar eletricamente uma argamassa cimentícia. Um modelo de circuito equivalente foi utilizado e um ajuste desse modelo com os dados experimentais foi realizado. Os valores dos elementos de circuito puderam ser relacionados com as propriedades da microestrutura cimentícia. Um procedimento de medida de impedância elétrica em argamassas cimentícias também foi proposto para auxiliar pesquisadores e profissionais no uso da EICA. Cabe destacar que os resultados deste trabalho podem fornecer informações úteis para um estudo mais aprofundado sobre a evolução da microestrutura de compósitos à base de cimento utilizando a técnica de espectroscopia de impedância. Por último, é necessário citar a Agenda 2030, documento assinado em 2015 na cidade de Nova York, pelos 193 Estados-membros da Organização das Nações Unidas (ONU), que tem o objetivo de promover o desenvolvimento sustentável por meio de medidas e ações. Os países se comprometeram a implementar este plano de ação por meio de 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) e 169 metas. Dentro dos 17 objetivos, este trabalho relaciona-se com o ODS 9: Industria, Inovação e Infraestrutura.

Palavras-chave: Impedância Elétrica. Cimento. Eletrodos.

ABSTRACT

Cement materials are widely used in all parts of the world and are essential for the expansion of cities. Thus, the search for methods of characterization of cementitious materials that are more economical and sustainable has become essential nowadays. In this sense, electrical characterization by alternating current impedance spectroscopy (EICA) is an alternative to the traditional methods employed by construction. EICA is a simple technique to be used and can provide information on the microstructure of the cementitious composite. However, issues related to the geometry of the specimens and the type of electrode still need to be clarified for the correct use of the EICA. The aim of this research was to investigate the influence of the geometry of the specimens and the number of electrical contacts on the electrical impedance spectrum. An experimental campaign was developed to measure the electrical impedance of cementitious mortars. The results showed that the number of electrical contacts and the geometric factor of the specimens influence the impedance spectrum. It was concluded that the impedance measurements must be carried out with a number of electrical contacts that promote a greater effective contact area and in specimens with geometric factors between 20 and 50. Based on these results, a second experimental campaign was performed to electrically characterize a cementitious mortar. An equivalent circuit model was used, and an adjustment of this model with the experimental data was performed. The values of circuit elements can be related to the properties of the cementitious microstructure. An electrical impedance measurement procedure in cementitious mortars was also proposed to help researchers and professionals use EICA. It should be noted that the results of this work can provide helpful information for a deeper study on the evolution of the microstructure of cement-based composites using the impedance spectroscopy technique. Finally, it is necessary to mention the 2030 Agenda, a document signed in 2015 in New York City, by the 193 Member States of the United Nations (UN), which aims to promote sustainable development through measures and actions. Countries committed to implementing this action plan through 17 Sustainable Development Goals (SDGs) and 169 targets. Within the 17 objectives, this work is related to SDG 9: Industry, Innovation and Infrastructure.

Keywords: Electrical Impedance. Cement. Electrodes.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: arco de alta frequência da impedância complexa. Fonte: adaptado de (GU; XIE; BEAUDOIN, 1993) 18

Figura 2: símbolos de um resistor. 21

Figura 3: (a) símbolo elétrico do capacitor e (b) do indutor. 21

Figura 4: impedância elétrica de um bipolo. 22

Figura 5: Diagrama de Impedâncias. Fonte: (BOYLESTAD, 2012). 23

Figura 6: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um resistor ideal de 100 Ω. 24

Figura 7: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um capacitor ideal de 1 F. 25

Figura 8: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um indutor real de 1 F. 26

Figura 9: circuito RC série. 27

Figura 10: (a) módulo e (b) fase da impedância equivalente de uma associação série de um resistor de 100 Ω e um capacitor de 20 μF. 27

Figura 11: circuito RC paralelo. 28

Figura 12: (a) módulo e (b) fase da impedância equivalente de uma associação em paralela de um resistor de 100 Ω e um capacitor de 20 μF. 28

Figura 13: Diagrama de Nyquist para um circuito RC paralelo. Fonte: (DA SILVA *et al.*, 2021). 29

Figura 14: método dos dois pontos para medidas de resistividade elétrica do concreto. Fonte: (MILLARD; WENNER, 2015). 30

Figura 15: método dos quatro eletrodos para medir a resistividade elétrica do concreto. Fonte: adaptado de (PROCEQ S.A, 2017) 32

Figura 16: medida da resistividade do concreto através do método do eletrodo externo. Fonte: (LENCIONI, 2011) 33

Figura 17: Esquema elétrico para determinação da resistividade elétrica volumétrica. Fonte: (PÉREZ, 2015). 34

Figura 18: (a) Modelo de circuito equivalente, (b) modelo simplificado e (c) diagrama de Nyquist para as medidas de EICA considerando apenas Z_{ARC}. Fonte: (DA SILVA *et al.*, 2021) 36

Figura 19: - (a) Representação esquemática e (b) modelo simplificado da microestrutura do concreto (Fonte: ref. (SONG, 2000)).....40

Figura 20 - Diagrama de Nyquist de uma amostra de cimento Portland no início da hidratação (Fonte: ref. (SEONG *et al.*, 2014)).....41

Figura 21 – Diagrama de Nyquist de uma amostra de argamassa saturada com 1 mol/L de NaCl. (A) Evolução do dia 0 ao dia 28 (B) evolução do dia 28 até o final do experimento (Fonte: ref. (GU *et al.*, 1992)). 43

Figura 22: (a) inserção dos eletrodos e (b) moldagem da argamassa.....50

Figura 23: placa de EICA da *Analog Devices.*.....51

Figura 24: conexão funcional da placa *Analog Devices.*.....52

Figura 25: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cilíndricos com 18 contatos elétricos. 53

Figura 26: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cilíndricos com 10 contatos elétricos. 54

Figura 27: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova prismático com 12 contatos elétricos. 55

Figura 28: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova prismático com 8 contatos elétricos. 56

Figura 29: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbico com 16 contatos elétricos. 58

Figura 30: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbico com 8 contatos elétricos. 59

Figura 31: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbicos imersos em água.....60

Figura 32: circuito elétrico para a execução da medida de impedância.....61

Figura 33: eletrodos e a disposição dos contatos elétricos.....63

Figura 34: na coluna da esquerda estão os Diagramas de Nyquist e na coluna da direita estão os módulos da impedância em função da frequência para as idades de (a) 0 dia, (b) 3 dias e (c) 15 dias de hidratação. A linha vermelha é o resultado do ajuste realizado pela Equação 18. 64

Figura 35: (a) circuito RC paralelo utilizado e em (b) o circuito em termos das impedâncias. 65

Figura 36: metodologia para a caracterização com EICA. 68

Figura 37: (a) detalhes dos eletrodos e (b) a produção do corpo-de-prova com os eletrodos pré-moldados. 70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: impedância dos parâmetros de rede. A grande complexa *j* é definida como $j = \sqrt{-1}$. 23

Tabela 2: resumo dos diferentes circuitos equivalentes encontrados na literatura. (Fonte: adaptado de (HU *et al.*, 2019) 38

Tabela 3: variação em modelado e experimental por determinados parâmetros elétricos com o aumento do tempo de hidratação (Fonte: ref. (GU *et al.*, 1992)). 42

Tabela 4: designação do cimento CP II-F 32 47

Tabela 5: parâmetros da água fornecida pela SABESP..... 48

Tabela 6: corpos-de-prova e eletrodos. 49

Tabela 7: parâmetros extraídos do ajuste entre os dados experimentais e o modelo de circuito equivalente proposto. 67

SUMÁRIO

1. Introdução 16

1.1. Objetivos 19

1.2. Estrutura do trabalho 19

2. Referencial teórico 20

2.1. Resistência elétrica 20

2.2. Lei de Ohm 20

2.3. Capacitância e indutância 21

2.4. Impedância elétrica 22

2.5. Comportamento dos componentes passivos ideais com a frequência 23

2.6. Diagrama de Nyquist 29

2.7. Técnicas de medidas elétricas em compósitos cimentícios 29

2.7.1. Método de dois eletrodos 29

2.7.2. Método de Werner 31

2.7.3. Método do eletrodo externo 33

2.7.4. Método da resistividade elétrica volumétrica 33

2.8. Espectroscopia de impedância de corrente alternada 35

2.8.1. Modelos baseados em microestrutura 39

2.8.2. Aplicação de medições de EICA no monitoramento do processo de hidratação do cimento 40

2.8.3. Aplicação da EICA na avaliação da corrosão do aço 43

2.8.4. Tipos de contatos 44

3. Análise da influência da geometria dos corpos-de-prova e o dos contatos elétricos 47

3.1. Materiais 47

3.2. Confecção dos eletrodos 48

3.3. Dosagem e produção dos corpos-de-prova 48
3.4. Ensaio de impedância elétrica 50
3.5. Resultados e discussões 52
3.6. Conclusões do capítulo 62
4. Caracterização elétrica de argamassas cimentícias por EICA 63
4.1. Materiais e métodos 63
4.2. Resultados e discussões 64
4.3. Conclusões do capítulo 67
5. Procedimento de caracterização de argamassas cimentícias pela espectroscopia de impedância. 68
5.1. Sistema a ser caracterizado 69
5.2. Experimento de impedância 69
5.3. Circuito equivalente 71
5.4. Ajuste dos diagramas 71
5.5. Caracterização do sistema 72
6. Conclusões 73
7. Referências 74

1. Introdução

Dentre os materiais de construção civil disponíveis, os compósitos cimentícios têm sido amplamente empregados como uma solução estrutural no desenvolvimento das cidades (PENTTALA, 1997). Isso é devido, entre vários fatores, aos seus elementos constituintes serem relativamente baratos e encontrados na maior parte do mundo (SELIM; SALEM, 2010). Além disso, as estruturas elaboradas podem assumir diversas formas arquitetônicas e possuírem boa resistência mecânica (SALAMA, 2017).

No entanto, devido às mais variadas condições físicas e ambientais, agentes deletérios podem penetrar na estrutura porosa do compósito cimentício e afetar a sua durabilidade (ALEXANDER; BEUSHAUSEN, 2019; TANG *et al.*, 2015). Portanto, a durabilidade do compósito depende, em grande parte, das propriedades da microestrutura da matriz cimentícia, como a distribuição de tamanho dos poros e a forma das interconexões (PLANK *et al.*, 2015). Uma rede de poros mais finos e com menos conectividade, leva a uma menor permeabilidade e, consequentemente, maior durabilidade. Por outro lado, uma microestrutura muito porosa com maior grau de interconexões, resulta em maior permeabilidade e menor durabilidade.

Portanto, o estudo da durabilidade é baseado no conhecimento e entendimento dos mecanismos de transporte de gases e líquidos agressivos ao compósito através de poros e fissuras (SUI *et al.*, 2019). Nesse contexto, a utilização das técnicas elétricas pode ser uma estratégia eficaz para caracterizar compósitos cimentícios. Os métodos elétricos têm algumas vantagens sobre os métodos tradicionais de investigação microestrutural, entre as quais destacam-se (MENDES *et al.*, 2018):

- Experimentos elétricos podem ser realizados nas condições locais e em tempo real, o que é extremamente significativo quando a amostra está em um estado fresco.
- Métodos elétricos são técnicas não destrutivas, que não requerem pré-tratamentos antes do teste, de modo que a microestrutura original pode ser preservada ao máximo.
- O estímulo dos métodos elétricos é sempre pequeno e, portanto, tem efeito menor no desenvolvimento da microestrutura.
- As condições de teste dos métodos elétricos podem ser muito mais facilmente alcançadas em comparação com outros métodos.

- A maioria dos equipamentos elétricos para a realização das medidas estão disponíveis comercialmente e são relativamente mais baratos do que os convencionais equipamentos utilizados pela construção civil.

O principal objetivo das técnicas elétricas consiste na determinação da resistividade elétrica do compósito cimentício e/ou do comportamento da impedância elétrica. A resistividade elétrica é utilizada para quantificar as propriedades condutoras e dielétricas da microestrutura do compósito. Em termos gerais, a resistividade elétrica do compósito pode ser descrita como a capacidade do material de resistir a passagem da corrente elétrica (íons), quando submetido a um campo elétrico externo. Desta forma, a determinação da resistividade elétrica pode ser usada para avaliar o tamanho e a extensão da interconectividade de poros.

A resistividade elétrica ρ é uma característica intrínseca do material e é independente da geometria da amostra. A Equação 1 descreve a relação entre a resistividade elétrica e resistência elétrica (BOYLESTAD, 2012):

$$\rho = kR \qquad \text{(Eq. 1)}$$

sendo R a resistência elétrica do compósito e k um fator que depende da geometria da amostra, bem como, da distância entre eletrodos no dispositivo de teste. Na prática, a resistência elétrica é medida diretamente por um instrumento ou dispositivo de teste e a resistividade é calculada a partir da Equação 1.

Entretanto, é importante destacar que a maioria das aplicações reais em matrizes cimentícias contém elementos de circuito mais sofisticados e um comportamento mais complexo que os observados numa resistência elétrica simples. Nesse sentido, a impedância elétrica substitui a resistência elétrica, pois em corrente alternada senoidal existem outros efeitos além do resistivo que influenciam a passagem da corrente como, por exemplo, os efeitos capacitivos e indutivos. Dessa forma, a impedância elétrica é um termo mais geral que permite avaliar a evolução da microestrutura do compósito ao longo do tempo.

Dados de Espectroscopia de Impedância de Corrente Alternada (EICA) típicos de uma matriz cimentícia, plotados no plano complexo (Figura 1), mostram o surgimento de um arco na faixa de altas frequências e uma pequena parte de um segundo arco em uma região de frequência relativamente baixa. O arco de alta frequência (AAF) é atribuído ao comportamento de impedância da matriz e o segundo arco é devido à contribuição da capacitância e resistência da superfície de contato entre os eletrodos e a matriz. Dessa forma,

um circuito elétrico contendo impedâncias pode ser utilizado para modelar o comportamento da microestrutura (HU *et al.*, 2019).

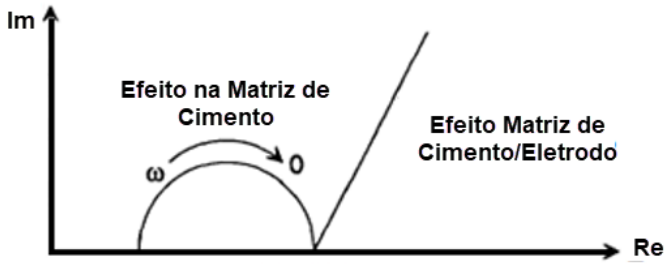


Figura 1: arco de alta frequência da impedância complexa. Fonte: adaptado de (GU; XIE; BEAUDOIN, 1993)

A maioria dos estudos envolvendo a EICA em materiais à base de cimento utilizam um processo de medição baseado em contatos diretos e indiretos entre dois eletrodos (HU *et al.*, 2019). A técnica de contato direto inclui o método de pré-moldagem dos eletrodos (BERG *et al.*, 1998; MCCARTER; GARVIN, 1989) e o método de contato amostra-eletrodo desmoldado (ALONSO *et al.*, 1998). O método de contato indireto requer um meio entre os eletrodos e a amostra. O meio pode incluir pasta de cimento (DOTELLI; MARI, 2001), papel de seda umedecido com uma solução de NaOH (ZHONG; SHI; CHEN, 2002), material não condutor, como um entreferro (ANDRADE *et al.*, 1999) ou material isolante (CORMACK; MACPHEE; SINCLAIR, 2015).

Ford *et al.* (2004) realizaram medições de EICA em pasta de cimento usando diferentes materiais de eletrodo e métodos de contato. Os autores descobriram que um arco de baixa frequência está associado aos métodos de contato utilizados entre os eletrodos e a amostra. No entanto, os autores não investigaram quantitativamente o grau de influência dos eletrodos. Andrade *et al.* (1999) mostraram que uma impedância de contato entre os eletrodos e a amostra tem um efeito significativo no arco de alta frequência de materiais à base de cimento. A impedância de contato pode sobrepor-se à impedância de materiais à base de cimento e aumentar a constante dielétrica da pasta de cimento.

Com base na breve discussão acima, pode-se notar que os efeitos da interface entre o eletrodo e a pasta de cimento na medida da impedância são controversos e precisam de estudos. Portanto, o escopo desse trabalho foi investigar a influência dos eletrodos e da geometria dos corpos-de-prova no espectro de impedância elétrica de sistemas cimentícios. Um programa experimental foi estabelecido para avaliar o comportamento da impedância elétrica. Espera-se que os resultados possam ser utilizados para: (1) compreender melhor as

características da EICA aplicadas em materiais à base de cimento, (2) caracterizar eletricamente um sistema cimentício e (3) elaborar um procedimento de medida de impedância em sistemas cimentícios.

1.1. Objetivos

O objetivo geral desse trabalho foi investigar a influência dos eletrodos e a forma geométrica dos corpos-de-prova sobre a impedância elétrica de sistemas cimentícios. Para alcançar o objetivo foram estipulados os seguintes objetivos específicos:

I. Medir e avaliar a impedância elétrica em função da quantidade de contatos elétricos nos eletrodos e da geometria dos corpos-de-prova.

II. Caracterizar a impedância elétrica de compósitos através da técnica de EICA.

III. Elaborar um procedimento de testes de EICA para ser utilizado em materiais à base de cimento.

1.2.Estrutura do trabalho

Este trabalho está divido da seguinte forma:

- **Capítulo 1**: são apresentados o contexto do trabalho, motivações e objetivos.
- **Capítulo 2**: é dedicado ao referencial teórico do trabalho, onde são apresentados as definições e os fundamentos necessários para a compreensão dos resultados.
- **Capítulo 3**: é dedicado ao procedimento experimental e aos resultados obtidos das medidas de impedância, considerando diferentes geometrias de corpos-de-prova e quantidade de contatos elétricos.
- **Capítulo 4**: é apresentado a caracterização elétrica de uma argamassa cimentícia com um ajuste de um modelo de circuito equivalente e a consequente determinação dos elementos de circuito.
- **Capítulo 5**: é desenvolvido um procedimento para a realização de medidas de impedância em materiais à base de cimento.
- **Conclusões**: estão expostas as conclusões obtidas nesse trabalho.
- **Referências**: estão listadas as referências citadas ao longo do texto.

2. Referencial teórico

2.1.Resistência elétrica

A resistência elétrica (R) é definida como uma propriedade do material de se opor à passagem de um fluxo de elétrons, a corrente elétrica. A densidade de corrente elétrica e o campo elétrico aplicado guardam uma relação de proporcionalidade, cuja constante de proporcionalidade é a condutividade elétrica do material (σ). A resistividade elétrica do material (ρ) é inversamente proporcional a essa condutividade. Portanto, a resistência elétrica de um material é diretamente proporcional a sua resistividade elétrica (BOYLESTAD, 2012). A unidade de medida da resistência elétrica no Sistema Internacional de Unidades é o Ohm (Ω). Os materiais podem ser divididos de acordo com a sua resistividade elétrica, sendo eles:

- Isolantes: são os materiais que apresentam grande resistividade elétrica, pois em sua estrutura atômica há pouquíssimos elétrons livres, sendo necessária a aplicação de um potencial (tensão) muito elevado para estabelecer um nível de corrente mensurável. Madeira seca, borracha, isopor e vidro são exemplos destes materiais.
- Semicondutores: estes materiais possuem resistividade elétricas intermediárias entre isolantes e condutores. Entretanto, nesses materiais a resistividade elétrica pode ser alterada com a dopagem de outros elementos. São amplamente utilizados na indústria eletrônica, sendo o silício e germânio os exemplos mais comuns destes materiais.
- Condutores: são materiais que possuem uma grande quantidade de elétrons livres. Apresentam baixa resistividade elétrica. Metais são exemplos de materiais condutores.

2.2. Lei de Ohm

A Lei de Ohm estabelece que a tensão entre os terminais de uma resistência é diretamente proporcional à corrente que flui através dela. A resistência elétrica é a constante de proporcionalidade que relaciona a tensão e a corrente. A Lei de Ohm está representada na Equação 1 (BOYLESTAD, 2012):

$$R = \frac{V}{I} \qquad \text{(Eq. 1)}$$

sendo:

R a resistência elétrica (Ω),

V é a tensão elétrica entre os terminais do bipolo ôhmico (V),

I é a corrente elétrica que atravessa o bipolo ôhmico (A).

Os componentes dos circuitos cujas características elétricas são tipicamente resistivas são chamados de resistores e são representados pelos símbolos mostrados na Figura 2. Os resistores, que podem ser utilizados em uma grande variedade de aplicações elétricas, são normalmente compostos de carbono ou bobinados. Além disso, os resistores podem ser fabricados utilizando óxido bruto ou filmes metálicos finos para uso em circuitos híbridos, ou podem ainda ser incorporados em circuitos integrados semicondutores.

Figura 2: símbolos de um resistor.

2.3.Capacitância e indutância

Um par de condutores quaisquer, com uma mesma quantidade de carga elétrica, mas de sinais opostos e mantidos por uma diferença de potencial é denominado capacitor. O capacitor é um dispositivo elétrico, cuja grandeza física associada a ele é a capacitância (C). O capacitor é um dispositivo que armazena carga elétrica ou energia eletrostática. Já um indutor (L) é um bipolo que pode armazenar energia magnética, transportada pela corrente que o atravessa. A Figura 3 mostra os símbolos elétricos do capacitor e do indutor.

Figura 3: símbolo elétrico do (a) capacitor e (b) do indutor.

2.4. Impedância elétrica

Ao analisar um circuito em corrente alternada, as noções de resistência também devem ser alteradas. Enquanto no circuito de corrente contínua atribui-se a resistência elétrica apenas a resistores nos circuitos, em corrente alternada, capacitores e indutores também oferecem resistência a passagem de corrente. A resistência que estes componentes apresentam em corrente alternada são denominadas resistências reativas ou reatâncias.

Considerando que um bipolo elétrico (qualquer dispositivo elétrico com dois terminais acessíveis), como representado na Figura 4, esteja submetido a uma tensão alternada senoidal e ainda percorrido por uma a corrente elétrica alternada também senoidal, a impedância complexa do bipolo é definida de acordo com a Equação 3.

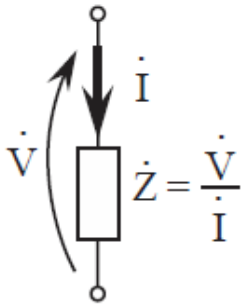


Figura 4: impedância elétrica de um bipolo.

$$\dot{Z} = \frac{\dot{V}}{\dot{I}} \qquad \text{(Eq. 3)}$$

sendo:

$\dot{Z}$ a impedância elétrica,

$\dot{V}$ é a representação da tensão elétrica no domínio complexo,

$\dot{I}$ é a representação da corrente elétrica no domínio complexo.

A Equação 3 é conhecida como a “Lei de Ohm em corrente alternada”, por analogia à expressão da Lei de Ohm aplicada num resistor em corrente contínua. A Tabela 1 apresenta a impedância dos parâmetros de rede em circuitos elétricos.

Tabela 1: impedância dos parâmetros de rede. A grande complexa *j* é definida como $j = \sqrt{-1}$.

Dispositivo	Impedância
Resistor (*R*)	$Z_R = R$
Capacitor (*C*)	$Z_C = \frac{1}{j\omega C}$
Indutor (*L*)	$Z_L = j\omega L$

A impedância também pode ser representada em um plano complexo. De uma maneira generalizada, ao representar os ângulos de fase à resistência, à reatância indutiva e à reatância capacitiva no plano complexo, como observado na Figura 5, é possível analisar alguns comportamentos que sempre ocorrem. A resistência sempre aparecerá na parte positiva do eixo dos números reais, a reatância indutiva sempre aparecerá na parte positiva do eixo dos números imaginários e a reatância capacitiva sempre aparecerá na parte negativa do eixo dos números imaginários. O resultado é um diagrama de impedâncias que pode refletir valores individuais e o valor total da impedância de qualquer circuito de corrente alternada (BOYLESTAD, 2012).

Se a impedância total tiver um ângulo de 0º, o circuito é resistivo por natureza. Se ela tiver mais próxima de 90º, o circuito é indutivo por natureza. Se estiver mais próxima de -90º, o circuito é capacitivo por natureza (BOYLESTAD, 2012).

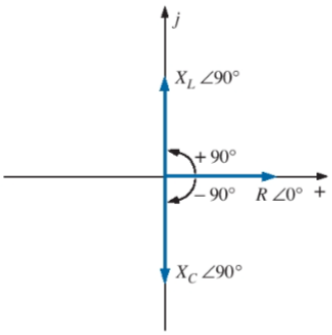


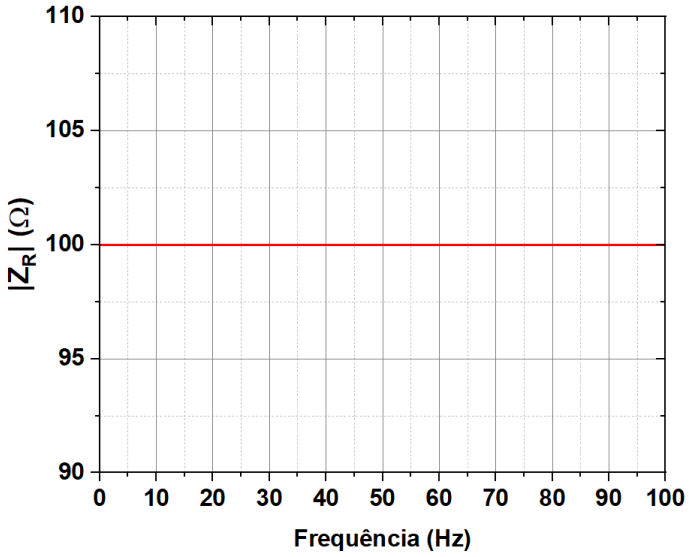
Figura 5: Diagrama de Impedâncias. Fonte: (BOYLESTAD, 2012).

2.5. Comportamento dos componentes passivos ideais com a frequência

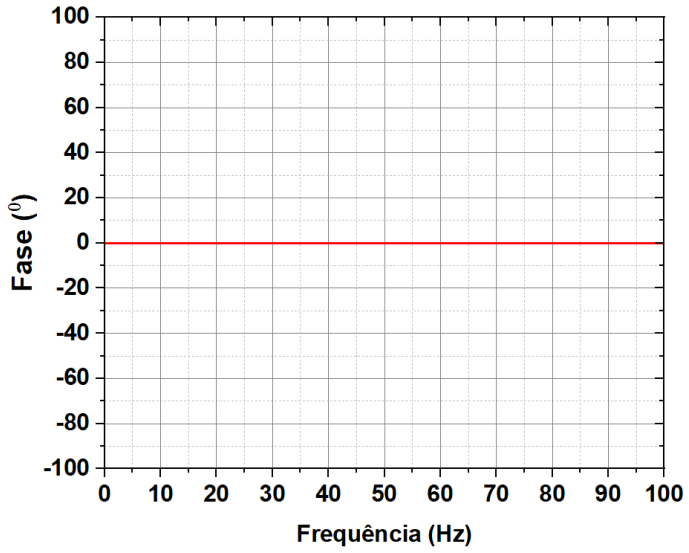
Para avaliar a impedância de sistemas cimentícios é fundamental entender o comportamento dos bipolos passivos (recebem energia) em função da frequência.

- **Resistor ideal**

Para um resistor ideal de resistência constante, o módulo da sua impedância não depende da frequência, ou seja, o módulo da impedância será uma constante igual ao valor da resistência *R* para qualquer frequência. A Figura 6 (a) ilustra o comportamento do módulo da impedância para um resistor ideal de 100 Ω. De modo similar, a fase da impedância será nula e constante em todas as frequências, como ilustrado na Figura 6 (b).



(a)

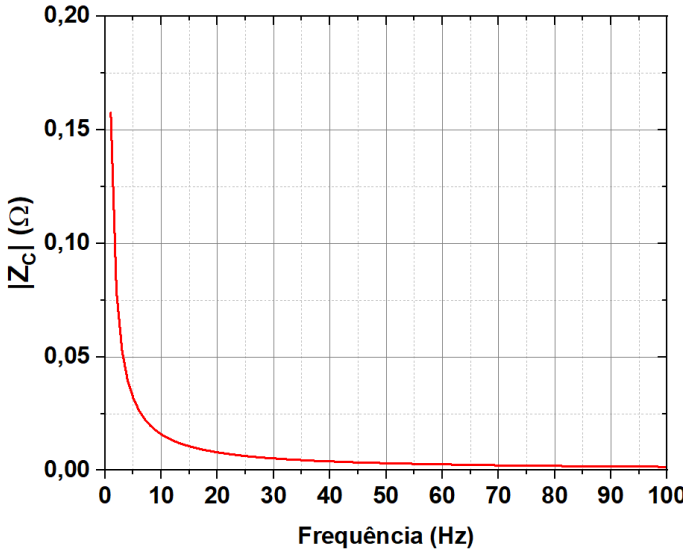


(b)

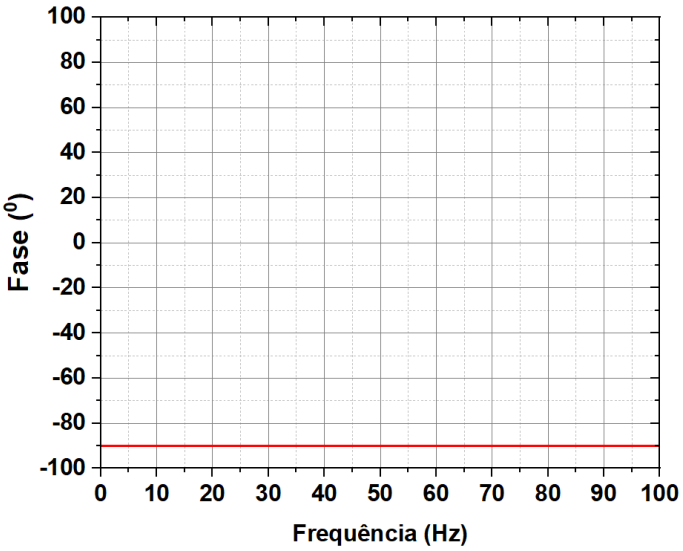
Figura 6: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um resistor ideal de 100 Ω.

- **Capacitor ideal**

Para um capacitor ideal, o módulo da impedância decresce de forma inversamente proporcional a frequência conforme ilustra a Figura 7 (a), já a fase é uma constante negativa de -90^0, como mostra a Figura 7 (b).



(a)

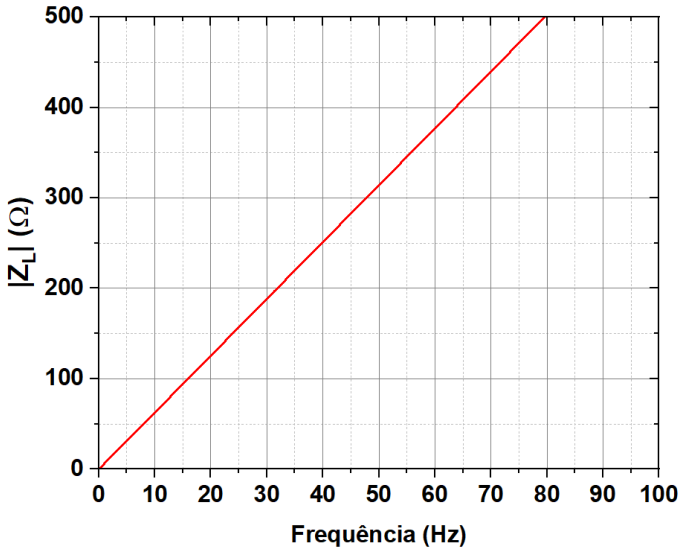


(b)

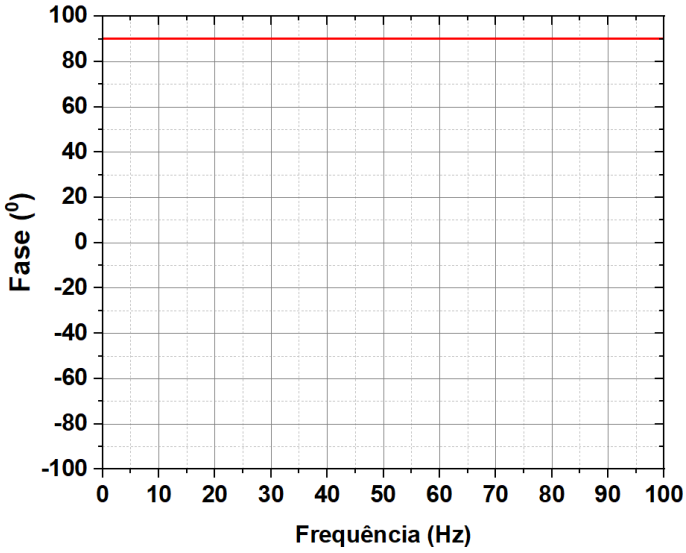
Figura 7: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um capacitor ideal de 1 F.

- **Indutor ideal**

Para um indutor ideal, o módulo da impedância cresce linearmente com a frequência, como pode ser observado na Figura 8 (a), enquanto a fase é uma constante de 90^0 para todas as frequências como ilustrado na Figura 8 (b).



(a)



(b)

Figura 8: (a) módulo e (b) fase para a impedância de um indutor real de 1 F.

- **Circuito RC série e RC paralelo**

Além do comportamento da impedância de bipolos individuais em função da frequência é importante também destacar o comportamento de algumas associações. A Figura 9 mostra um esquema de uma associação série de um resistor e um capacitor. A Figura 10 mostra o comportamento do módulo e da fase da impedância equivalente em série.

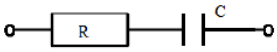
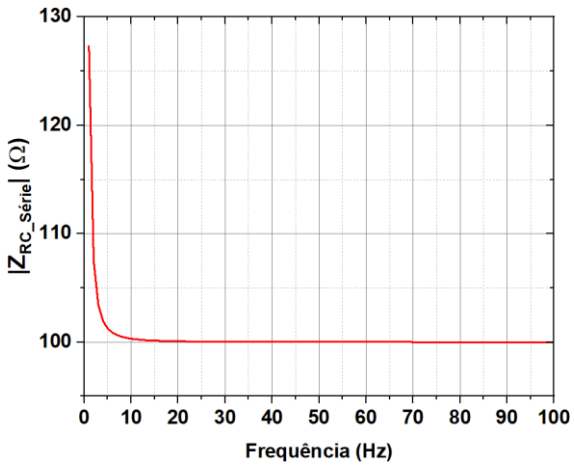
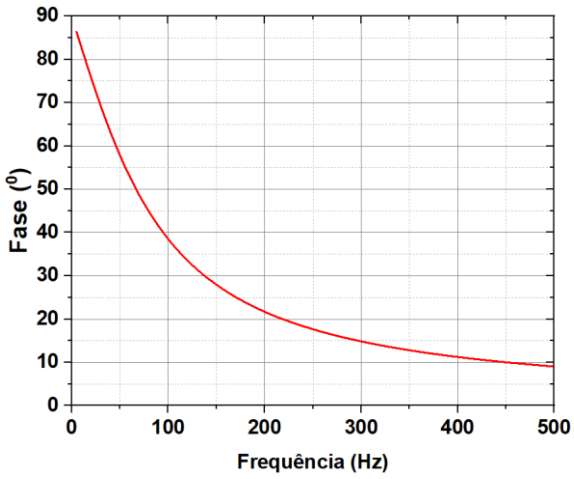


Figura 9: circuito RC série.



(a)



(b)

Figura 10: (a) módulo e (b) fase da impedância equivalente de uma associação série de um resistor de 100 Ω e um capacitor de 20 µF.

Já na Figura 11 está o esquema de uma associação paralela entre um resistor e um capacitor. A Figura 12 mostra o comportamento do módulo e da fase da impedância equivalente em paralelo.

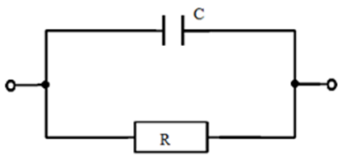
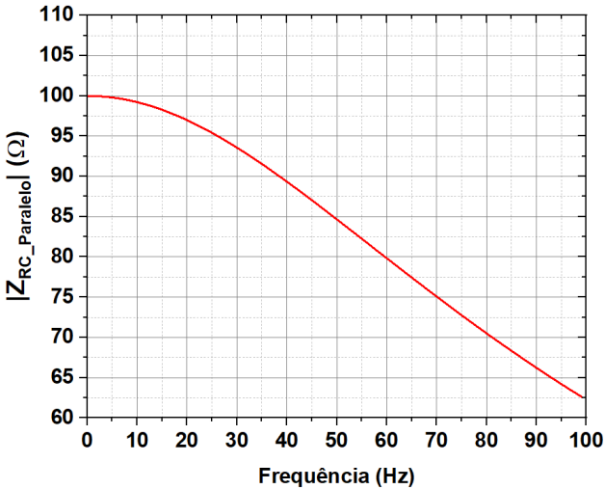
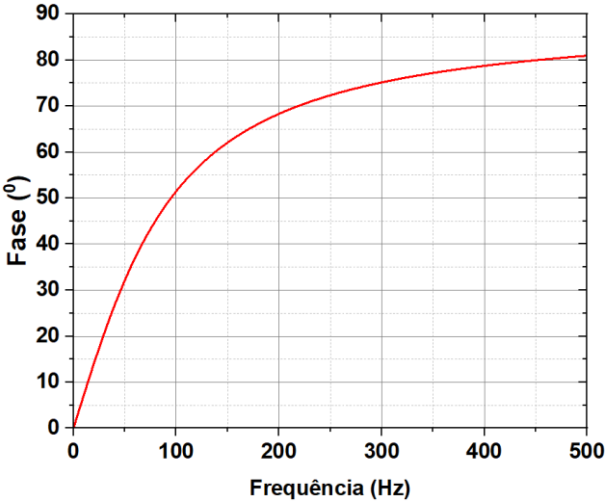


Figura 11: circuito RC paralelo.



(a)



(b)

Figura 12: (a) módulo e (b) fase da impedância equivalente de uma associação em paralela de um resistor de 100 Ω e um capacitor de 20 µF.

2.6.Diagrama de Nyquist

Uma outra representação para impedâncias é o diagrama de Nyquist. Para entender essa representação, considere a Figura 11 mostrando uma conexão em paralelo de uma resistência e de uma capacitância.

A impedância equivalente do circuito é:

$$Z(j\omega) = \frac{R}{1+(\omega R\mathrm{C})^2} - j\,\frac{\omega \mathrm{C}\mathrm{R}^2}{1+(\omega R\mathrm{C})^2} \qquad \text{(Eq. 4)}$$

O resultado da Equação 4 pode ser representado graficamente num plano complexo, também conhecido como gráfico de Argand Gauss ou Nyquist. O gráfico de Argand Gauss ou Nyquist tem como o eixo da ordenada a parte imaginária da impedância e no eixo da abscissa a parte real da impedância, plotados para várias frequências do sinal aplicado. A Figura 13 mostra o Diagrama de Nyquist da impedância equivalente do circuito RC paralelo.

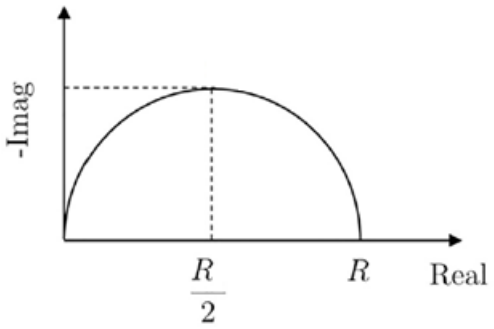


Figura 13: Diagrama de Nyquist para um circuito RC paralelo. Fonte: (DA SILVA *et al.*, 2021).

2.7.Técnicas de medidas elétricas em compósitos cimentícios

2.7.1. Método de dois eletrodos

Uma opção para ensaios de resistividade elétrica em matrizes cimentícias é o método de dois eletrodos. Esse método consiste basicamente em dois eletrodos colocados em contato com a superfície do compósito, entre os quais uma corrente elétrica é aplicada e a diferença de potencial elétrico é medida, como ilustra a Figura 14.

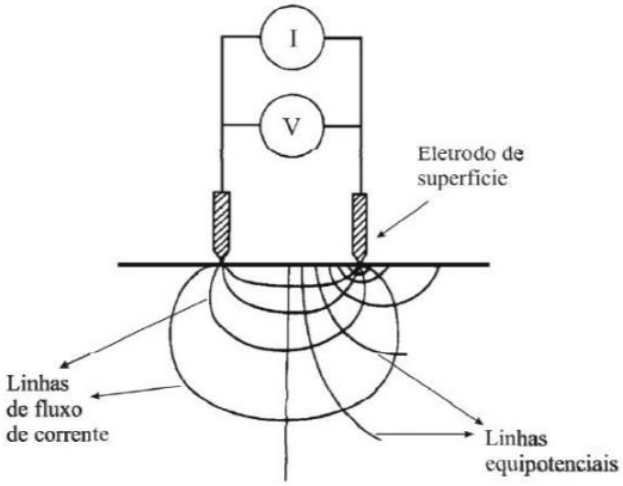


Figura 14: método dos dois pontos para medidas de resistividade elétrica do concreto. Fonte: (MILLARD; WENNER, 2015).

Embora a corrente contínua possa ser usada para determinar a resistividade elétrica (FARRAR, 1978), é bem conhecido que a resistividade verdadeira dos materiais cimentícios não pode ser determinada por uma única medida de V e I como na Lei de Ohm, isso porque existe o efeito devido à polarização que ocorre nos eletrodos.

A condução de uma corrente elétrica em cimentos e concretos é essencialmente eletrolítica. Consequentemente, reações químicas ocorrem nos eletrodos e, gases de hidrogênio e oxigênio são liberados, depositando-se ao redor dos eletrodos na forma de um filme fino (GARBOCZI; SCHWARTZ; BENTZ, 1994). O efeito desse filme fino é de criar um potencial de polarização. O estabelecimento de um potencial de polarização se opõe ao fluxo e se manifesta na forma de uma corrente reduzida para uma dada tensão aplicada (V), como indicado na Equação 5, em que V_P é o potencial de polarização.

$$I = \frac{V - V_P}{R} \qquad \text{(Eq. 5)}$$

Da Equação 5 resulta que, se forem feitas medições em corrente contínua, pelo menos dois valores diferentes da tensão aplicada V deverão ser utilizados para determinar as duas variáveis V_P e R. Alternativamente, a corrente I pode ser determinada em função da tensão aplicada V. Traçando uma curva linear V x I, a inclinação desta fornece a resistência e, a inter-

seção no eixo de tensão é a queda de tensão devido aos efeitos de polarização V_P (HANSSON; HANSSON, 1983).

Para evitar os problemas de polarização, a corrente alternada é frequentemente utilizado para determinar a resistividade de eletrólitos e, portanto, de cimentos e concretos (HANSSON; HANSSON, 1983). Os efeitos de polarização durante a passagem de uma corrente alternada não são eliminados, mas sim manifestados de uma forma diferente. A polarização introduz um capacitor em série ou em paralelo com a resistência (JONES; CHRISTIAN, 2002). Em qualquer caso, a lei de Ohm para corrente alternada é descrita através da Equação 3, que é, como visto anteriormente, a impedância elétrica (Z).

Analisando a equação 4, a impedância equivalente de um circuito RC paralelo, o módulo da impedância é dado por:

$$|Z| = \frac{R}{\sqrt{1+(\omega RC)^2}} \qquad \text{(Eq. 6)}$$

sendo que a frequência angular é $\omega = 2\pi f$, em que f é a frequência aplicada em ciclos por segundo (Hz).

À medida que a frequência da corrente aplicada aumenta, o efeito da capacitância (reatância) é reduzido. Assim, em altas frequências, Z se aproxima de R. Neste caso é interessante a escolha da frequência utilizada.

Métodos eletroquímicos, incluindo medidas de condutividade e seu inverso que é a resistividade, são propostos como métodos para avaliação de propriedades de transporte de carga, bem como mudanças na solução de poros e microestrutura em materiais à base de cimento (MCCARTER *et al.*, 2003).

2.7.2. Método de Werner

O método de Wenner foi desenvolvido primordialmente para medir a resistividade dos solos, e adaptado para seu uso em concreto (GOWERS; MILLARD, 1999). Também conhecido como método dos quatro eletrodos, ele consiste na aplicação de uma pequena corrente alternada entre os dois eletrodos externos e a diferença de potencial é mensurada entre os eletrodos internos. A Figura 15 ilustra a aplicação deste método.

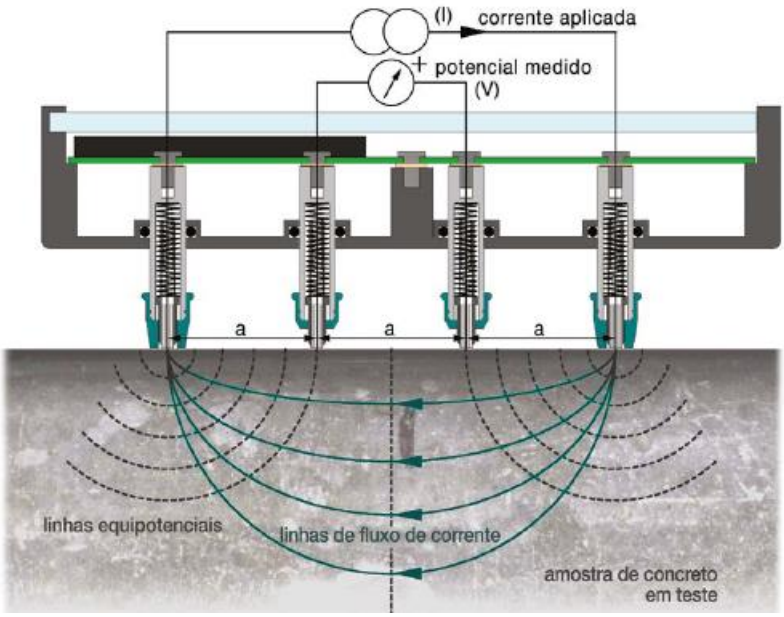


Figura 15: método dos quatro eletrodos para medir a resistividade elétrica do concreto. Fonte: adaptado de (PROCEQ S.A, 2017)

Para uma geometria semi-infinita, a resistividade elétrica do concreto é obtida pela Equação 7:

$$\rho = \frac{2\pi a V}{I} \qquad \text{(Eq. 7)}$$

sendo:

ρ a resistividade elétrica;

V a diferença de potencial elétrico;

a a distância de separação entre eixos dos eletrodos;

I a corrente elétrica.

Para medir a resistividade elétrica do concreto pelo método de Wenner, é necessário garantir um bom contato entre esses eletrodos e o concreto. Dessa forma, surge a nova variável que é a profundidade de penetração dos eletrodos no concreto. Porém, para incluir o efeito da penetração dos eletrodos é necessário utilizar uma equação mais completa que agregue essa nova variável.

2.7.3. Método do eletrodo externo

Nesse método, um pequeno disco é utilizado como eletrodo, sendo posicionado na superfície da estrutura de concreto, sobre a região da armadura que é utilizada como o segundo eletrodo. A medida efetuada afere o valor da resistência do concreto entre o eletrodo e a armadura. A resistência medida pode ser convertida em resistividade elétrica usando-se uma constante de célula que depende da espessura do cobrimento e do diâmetro da barra. A Figura 16 ilustra a aplicação do método do eletrodo externo (LENCIONI, 2011).

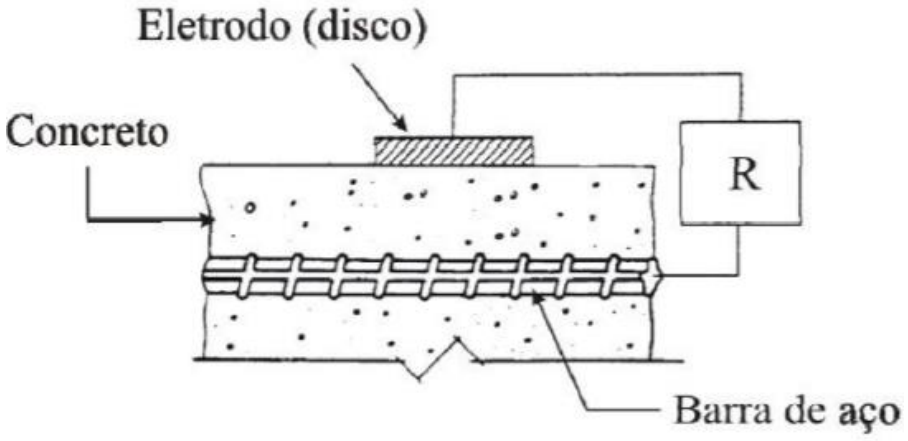


Figura 16: medida da resistividade do concreto através do método do eletrodo externo. Fonte: (LENCIONI, 2011)

Esse método apresenta a vantagem de que a localização do ponto de teste, ou seja, a posição do disco na estrutura é irrelevante, já que a influência da armadura é eliminada. Todavia, a sensibilidade da resistência de contato entre o disco e o concreto apresenta-se como desvantagem.

2.7.4. Método da resistividade elétrica volumétrica

O método da resistividade elétrica volumétrica é um método para determinação da resistividade elétrica em laboratório, empregando-se corpos-de-prova moldados ou extraídos. A resistividade nesse caso é dita volumétrica, pois apresenta a resistividade das camadas mais internas das amostras de concreto analisadas. Os corpos-de-prova devem ser cilíndricos com 150 mm de diâmetro e 150 mm de altura, moldados ou extraídos das estruturas. Utilizando-se

uma fonte de corrente contínua, aplica-se uma tensão de (50,0 ± 0,5) V entre dois eletrodos de mercúrio nas faces do corpo-de-prova, como ilustrado na Figura 17. Um terceiro eletrodo, também de mercúrio, é utilizado para evitar erros devido aos efeitos de superfície (PÉREZ, 2015).

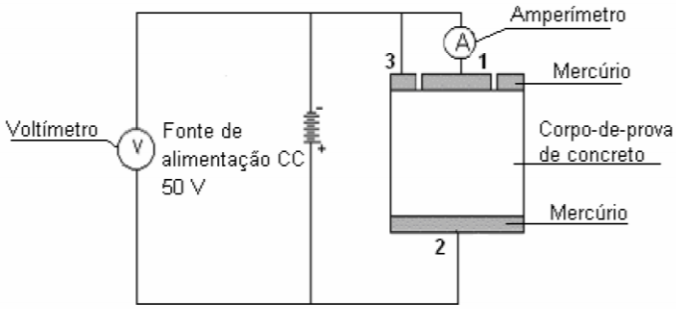


Figura 17: Esquema elétrico para determinação da resistividade elétrica volumétrica. Fonte: (PÉREZ, 2015).

Dez minutos após a aplicação da tensão, a corrente elétrica gerada deve ser medida. A resistividade pode ser calculada utilizando-se a Equação 8:

$$\rho = \frac{VA}{Ih} \qquad \text{(Eq. 8)}$$

sendo ρ a resistividade elétrica volumétrica do concreto (Ω.m); V a tensão aplicada (V); A é área do eletrodo principal (m²), I é a corrente elétrica (A) que atravessa o corpo-de-prova e h é a altura do corpo-de-prova (m).

As críticas a este método estão relacionadas à utilização de corrente contínua, uma vez que pode gerar erros nas medidas devido à polarização dos eletrodos, ocasionada pelas interações entre estes e o material de contato. Além disso, a dificuldade na montagem da célula de ensaio com a utilização de mercúrio como eletrodo parece ser um fator que torna difícil a utilização deste método.

2.8.Espectroscopia de impedância de corrente alternada

A EICA obtém seus resultados por meio de um semicírculo obtido ao medir a microestrutura cimentícia, quando aplicado um sinal elétrico de tensão com frequência variável, bem como medindo a corrente correspondente. A EICA permitiu o monitoramento das variações da resposta elétrica do sistema de hidratação do cimento, monitorando o movimento dos íons na solução de poros e isto pode estar relacionado com a micro geometria da estrutura do poro, portanto tornando-se uma ferramenta muito útil para estudos de microestrutura (TANG *et al.*, 2016).

A caracterização de poros feita com o auxílio da EICA foi amplamente estudada por McCarter e Brousseau (1990), Gu *et al.* (1993), Christensen *et al.* (1992), Cabeza *et al.* (2002) e Neithalath e Jain (2010). O primeiro a utilizar o método da EICA em materiais à base de cimento foi McCarter *et al.* (1988), subsequentemente desenvolvido por Scuderi *et al.* (1991). O grupo de pesquisa de Xie *et al.* (1993) tentou estabelecer uma relação analítica entre os parâmetros da impedância elétrica e a estrutura do sistema de poros cimentícios. Eles afirmaram que o diâmetro aproximado do semicírculo no plano complexo era inversamente proporcional ao produto da média dos raios dos poros e a porosidade se algumas constantes fossem resolvidas. (XIE *et al.*, 1993).

A EICA é representada por meio de um gráfico da parte imaginária versus a parte real da impedância para um espectro de frequências. Esse gráfico é o já anteriormente denominado de gráfico de Nyquist. A investigação de compósitos de cimento através de EICA é baseada nas características elétricas de seus componentes através de um modelo de circuito elétrico equivalente.

Sistemas cimentícios são modelados por um circuito elétrico que se origina de dois efeitos: a matriz volumétrica de cimento, composta de partes sólidas e líquidas, e dos eletrodos. A Figura 18 (a) mostra o circuito elétrico considerando ambos os efeitos. A partir do efeito da matriz volumétrica de cimento, R_0; R_1 e C_1 representam, respectivamente, a resistência das fases sólida e líquida, resistência da interface sólido-líquido e capacitância da matriz de cimento. Os efeitos do eletrodo são responsáveis pelos elementos dos circuitos R_{ct} e C_{dl}, que representam resistência de transferência de carga da interface cimento-eletrodo e capacitância de camada dupla, respectivamente. Do ponto de vista experimental, R_0 é menor em comparação com R_1. Além disso, R_{ct} e C_{dl} são efeitos observados em baixa frequência, e, portanto, esta contribuição pode, inicialmente, ser negligenciada ao analisar o arco de alta fre-

quência. O circuito equivalente pode ser simplificado e representado como mostrado na Figura 18 (b). O arco de impedância correspondente a Z_{ARC} é representado na Figura 18 (c).

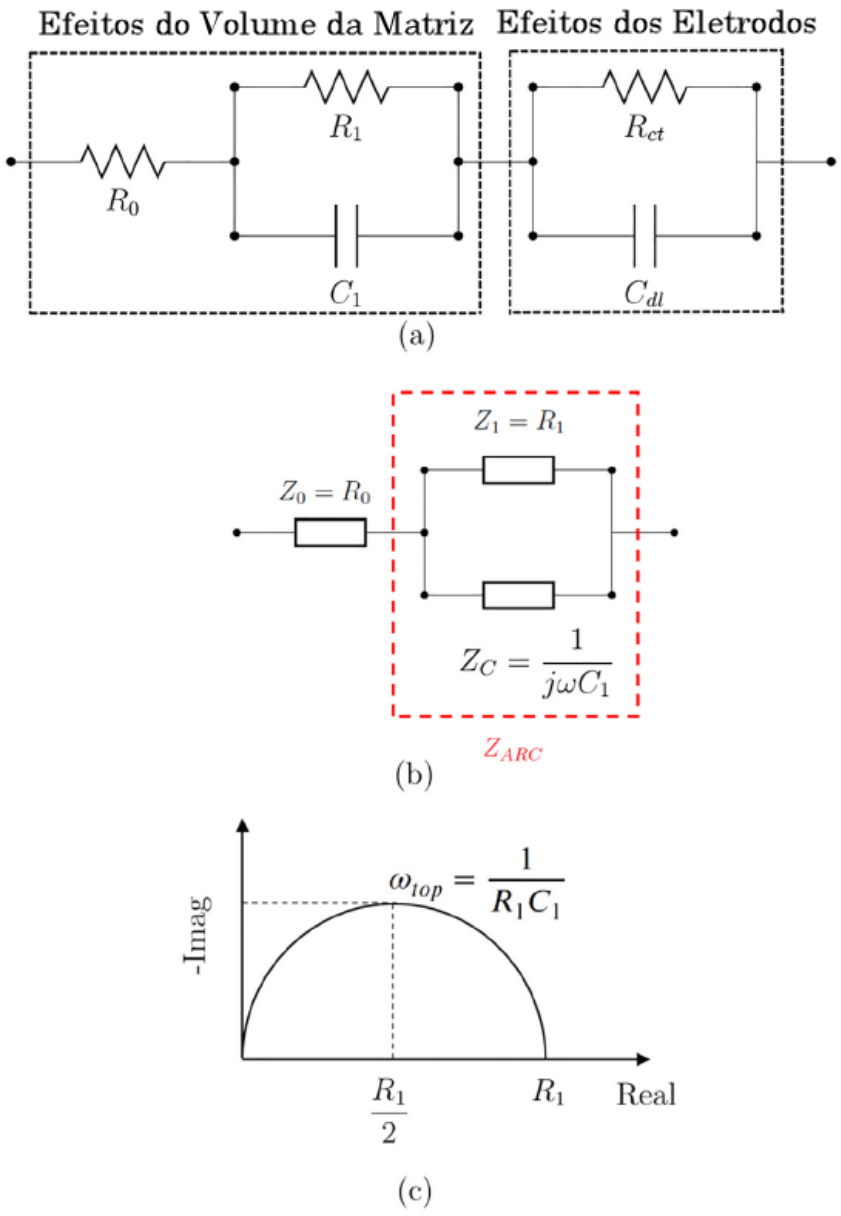


Figura 18: (a) Modelo de circuito equivalente, (b) modelo simplificado e (c) diagrama de Nyquist para as medidas de EICA considerando apenas Z_{ARC}. Fonte: (DA SILVA *et al.*, 2021)

A impedância equivalente do circuito simplificado é apresentada na equação:

$$Z(j\omega) = Z_0 + Z_{ARC} = R_0 + \frac{R_1}{1+j\omega R_1 C_1} \qquad \text{(Eq. 9)}$$

O termo Z_{ARC} na Equação 9 pode ser reescrito em termos de uma parte real e imaginária conforme na equação abaixo:

$$Z_{ARC}(j\omega) = \frac{R_1}{1+(\omega R_1 C_1)^2} - j\frac{\omega C_1 R_1^2}{1+(\omega R_1 C_1)^2} \quad \text{(Eq. 10)}$$

No gráfico de Nyquist, Z_{ARC} descreve um semicírculo de raio igual a $R_1/2$, denominado de arco de impedância de alta frequência, conforme ilustrado na Figura 18 (c). Pela equação, R_1 pode estar relacionado com a porosidade total P_o e o tamanho médio dos poros $\langle r_0 \rangle$ por:

$$R_1 = \frac{k}{P_o \langle r_0 \rangle} \quad \text{(Eq. 11)}$$

sendo *k* uma constante. Portanto, ao analisar os resultados para R_1, pode-se inferir uma análise da porosidade (XIE *et al.*, 1993).

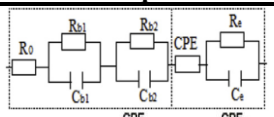
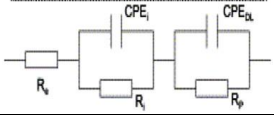
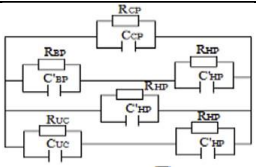
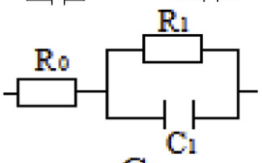
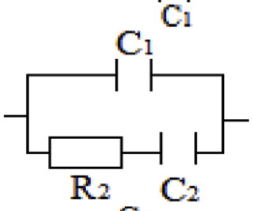
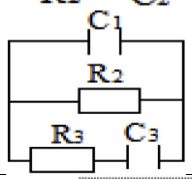
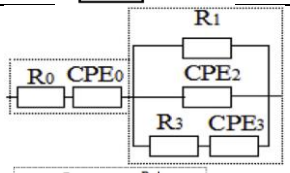
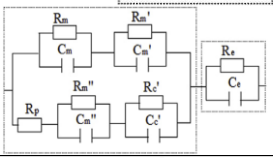
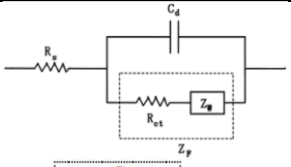
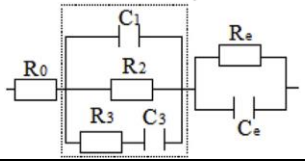
Entretanto, ainda é importante destacar que capacitores em experimentos de EICA frequentemente não se comportam de maneira ideal. Em vez disso, eles agem como um elemento de fase constante (*Constant Phase Element*, CPE). A impedância de um CPE tem a forma:

$$Z_{CPE} = \frac{1}{C(j\omega)^{\alpha}} \quad \text{(Eq. 12)}$$

Quando esta equação descreve um capacitor puro, o expoente $\alpha = 1$. Para um elemento de fase constante, o expoente $\alpha < 1$. O "capacitor de camada dupla" em sistemas reais frequentemente se comporta como um CPE em vez de um capacitor puro. Várias teorias foram propostas para explicar o comportamento não ideal da camada dupla, mas nenhuma foi universalmente aceita. Na maioria dos casos, pode-se tratar o CPE como uma constante empírica relacionada ao grau de homogeneidade do material.

A determinação de um circuito equivalente apropriado é a etapa mais importante para a análise do espectro de impedância. Em um gráfico de Nyquist típico de materiais à base de cimento, vários *loops* capacitivos podem ser encontrados e cada *loop* ideal pode ser simulado com um circuito contendo resistores e capacitores. A Tabela 2 resume os modelos de circuitos equivalentes encontrados na literatura. Eles podem ser divididos em quatro categorias: (1)

Tabela 2: resumo dos diferentes circuitos equivalentes encontrados na literatura. (Fonte: adaptado de (HU *et al.*, 2019)

Classificação	Referências	Circuito equivalente
Modelos baseados em simulação aproximações	(SCUDERI; MASON; JENNINGS, 1991)	
	(POUPARD; AÏT-MOKHTAR; DUMARGUE, 2004)	
Modelos baseados em microestrutura	(MACPHEE, 1996)	
	(XIE *et al.*, 1993)	
	(ANDRADE *et al.*, 1999)	
	(SONG, 2000)	
Materiais à base de cimento com minerais misturas ou materiais condutores	(CRUZ *et al.*, 2013)	
	(SHI; CHEN; SUN, 1999; WOO *et al.*, 2003)	
Modelos de migração de cloreto	(SHI; CHEN; SUN, 1999)	
	(SÁNCHEZ *et al.*, 2008)	

modelos baseados em abordagens de simulação; (2) modelos baseados em microestrutura; (3) modelos para materiais com aditivos minerais ou materiais condutores e (4) modelos de migração de cloreto. A seguir será abordado alguns aspectos dos modelos baseados em microestrutura.

2.8.1. Modelos baseados em microestrutura

Em 1996, Macphee *et al.* (1996) foram os primeiros a apresentar um modelo de circuito equivalente para a microestrutura de materiais a base de cimento. Neste modelo, os caminhos condutores em potencial foram levados em consideração e os meios físicos reais do circuito foram também estudados. Mesmo assim, este circuito equivalente era extremamente complicado por considerar todos os caminhos condutores de poros conectados ou não, produtos de hidratação e cimento não reagido. Uma vez que os principais caminhos condutivos e secundários foram misturados, foi difícil extrair valores de resistência e capacitância de propriedades microestruturais individuais, o que limitou a aplicação do modelo.

Xie *et al.* (1993) e Gu *et al.* (1992) consideraram que a maior contribuição para as características de impedância, em materiais à base de cimento, provinha das interfaces sólido-líquido. Eles estudaram quantitativamente a relação entre os parâmetros do espectro de impedância e a microestrutura das pastas de cimento. Na pesquisa, um fator de ampliação dielétrica foi usado para explicar a grande constante dielétrica obtida, ao invés dos valores habituais para uma pasta de cimento Portland.

Andrade *et al.* (1999) propuseram um modelo de circuito equivalente para os resultados do experimento através do método sem contato. No modelo, os elementos elétricos relacionados aos efeitos da interface ficaram ausentes devido ao não contato entre a amostra e os eletrodos. Esse modelo equivalente diferenciou com sucesso as influências da fase sólida e poros preenchidos com eletrólitos no espectro de impedância e promoveu substancialmente a análise dos dados de impedância. Cabeza *et al.* (2002) melhorou o modelo de Andrade adicionando uma série extra de resistores no modelo para simbolizar o movimento iônico no cruzamento de poros ou entre a amostra e os eletrodos. Este modelo foi a base para os estudos subsequentes de modelos de circuitos equivalentes.

No modelo de circuito elétrico proposto por Song (2000), apenas os caminhos de maior condução, como os caminhos de condução continua, os caminhos de condução

descontínua e os caminhos de “isolação” condutiva, eram considerados (Figura 19). Entretanto, eles tentaram interpretar os efeitos do momento de hidratação, substituição de sílica ativa e proporção de água para cimento no maior arco de frequência deste modelo (KEDDAM *et al.*, 1997). A microestrutura da zona de transição interfacial (ZTI) entre diferentes agregados e pasta de cimento também foram estudados por este modelo (KONG; HOU; BAO, 2015).

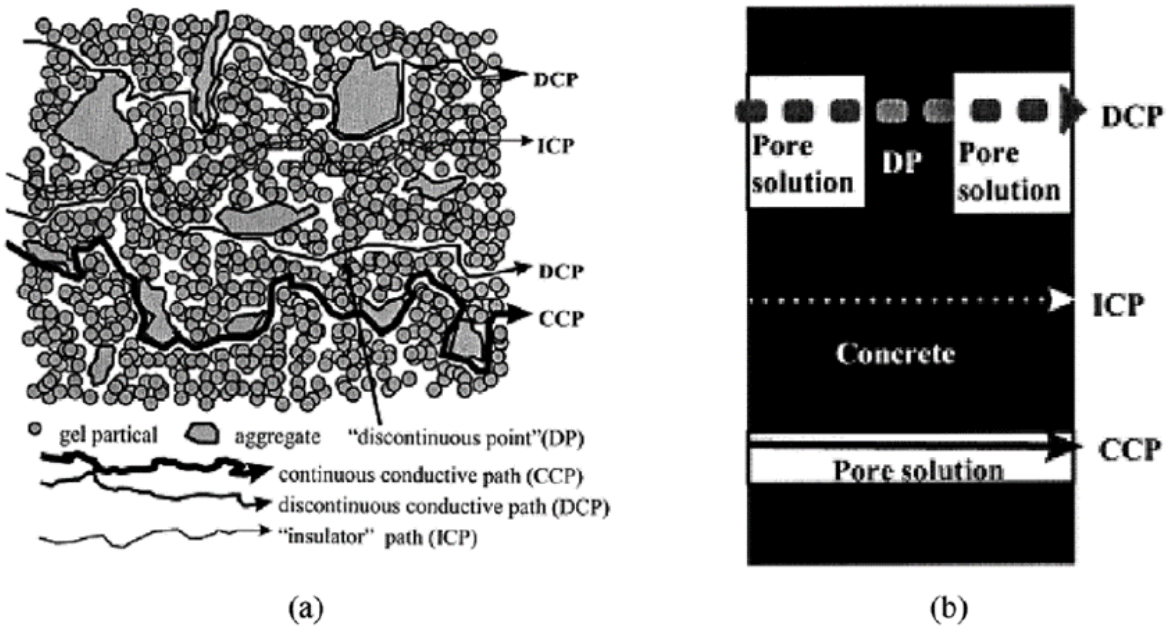


Figura 19: - (a) Representação esquemática e (b) modelo simplificado da microestrutura do concreto (Fonte: ref. (SONG, 2000)).

2.8.2. Aplicação de medições de EICA no monitoramento do processo de hidratação do cimento

A princípio, as pesquisas sobre a EICA estavam em sua maioria focadas na caracterização da hidratação do cimento (LIU; HUANG; ZHENG, 1999; ROMEO; BUENO; FANOVICH, 2009). Scuderi *et al.* 1991 descobriram que um ou dois arcos de alta frequência eram obtidos durante o início da hidratação. O diâmetro do arco de alta frequência aumentava gradativamente com a hidratação devido à um decréscimo dos eletrólitos e conectividade porosa (HWANG; HWANG, 2012; TAMTSIA; BEAUDOIN; MARCHAND, 2003). Os resultados

experimentais foram analisados pelo modelo de circuito proposto por Cabeza *et al.* (2002) e a variação dos parâmetros do circuito possibilitaram analisar a evolução da microestrutura.

Seong *et al.* (2014) descobriram que o diâmetro do arco de alta frequência da pasta de cimento Portland apresentava uma tendência de queda durante o primeiro dia de hidratação. Depois disto, começa a aumentar com o tempo conforme mostrado na Figura 20. Eles atribuíram isto à presença de uma pequena quantidade não-reativa ou formada por CaO, o que pode aumentar a condutividade iônica da fase liquida e reduzir um pouco a interconectividade da solução rica em íons da fase no início da hidratação.

Os efeitos da substituição e do tamanho das partículas de poeira vulcânica na reação pozolânica e dinâmica da água durante o início da hidratação, acima de 3 horas usando a espectroscopia de impedância foi estudada e demostrou-se uma ferramenta poderosa para estudar a hidratação de pastas de cimento (HUSAIN *et al.*, 2017).

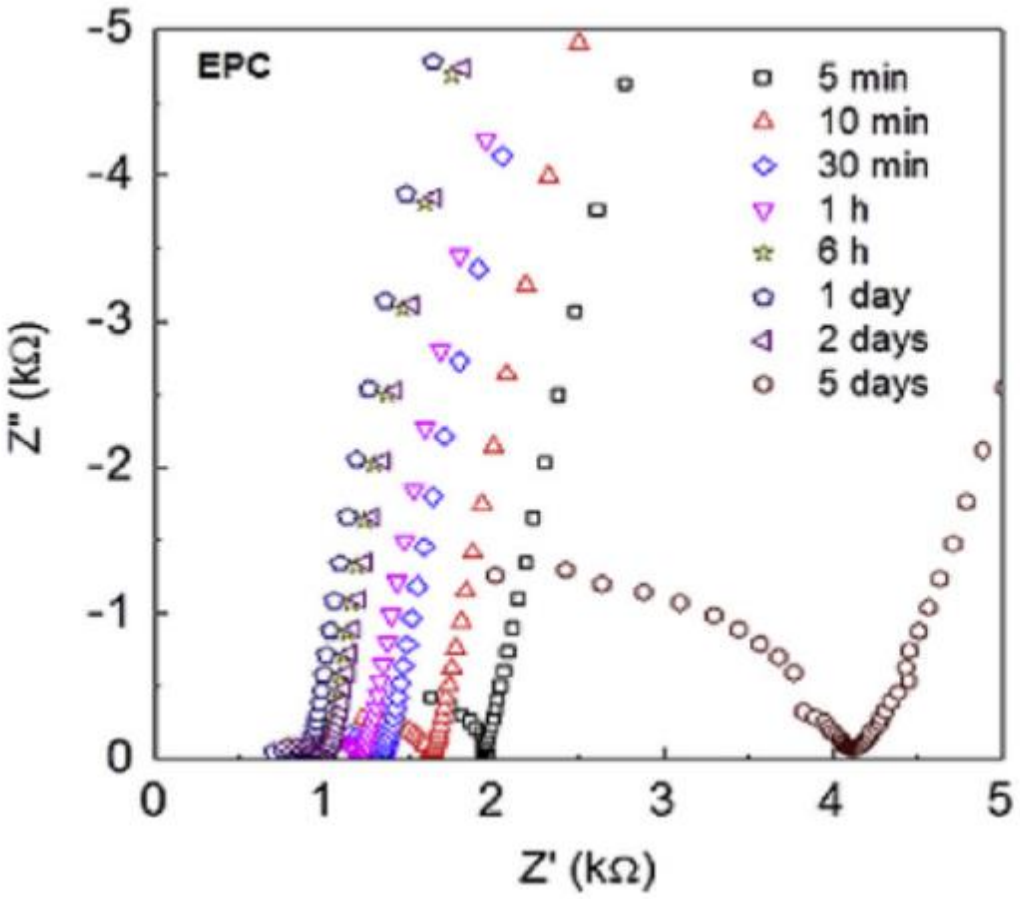


Figura 20 - Diagrama de Nyquist de uma amostra de cimento Portland no início da hidratação (Fonte: ref. (SEONG *et al.*, 2014)).

Em 1992, Gu *et al.* (1992) investigaram o mecanismo de hidratação da pasta de cimento Portland imersa em solução de cal entre 48 à 380 horas por EICA. Eles obtiveram o diagrama de Nyquist e os parâmetros RC simulados (Tabela 3). Os resultados mostraram que no início da hidratação, a resistência da massa $R_{t(s+l)}$ aumentou principalmente devido à uma queda significativa na quantidade de água livre, enquanto a resistência do sólido contribuiu para o crescimento de $R_{t(s+l)}$ em um estágio posterior. A evolução do diâmetro do arco de alta frequência, resistência interfacial e capacitância interfacial sólido-liquido são altamente dependentes do desenvolvimento microestrutural e poderia ser usado para caracterizar qualitativamente o grau de hidratação.

Tabela 3: variação em modelado e experimental por determinados parâmetros elétricos com o aumento do tempo de hidratação (Fonte: ref. (GU *et al.*, 1992)).

Tempo de Hidratação (h)	$R_t(s+1)$ (Ω)	R_t(int) (Ω)	C_t(int) (nF)	C_t(estimado) (nF)	Freq. Max. (MHz)
48	80	-	-	-	-
68	87	-	-	-	-
169	99	13,5	7,2	12,0	0,978
194	104	15,0	5,0	10,8	0,978
286	111	25,0	3,2	4,2	1,506
380	113	30,0	3,0	3,5	1,506

Díaz *et al.* (2008) estudaram a resistência R_b de argamassas saturadas com 1,0 mol/L de solução NaCl e descobriram que ela aumenta gradualmente depois de 28 dias de cura, mas após isto, ela caiu até o final do teste, como ilustrado na Figura 21. Eles atribuíram isto ao aumento da porosidade em termos de lixiviação de OH^- antes de 28 dias e o desenvolvimento de uma camada condutiva totalmente diferente devido a formação de sal de Friedel nos espaços interlamelares. No estudo de Christensen *et al.* (1992) foi investigado que o valor de R_b aumenta com o aumento do teor de sílica ativa e ou diminuindo a taxa de água-cimento. O valor da condutividade da solução de poros cresceu rapidamente no estágio inicial e em seguida manteve-se constante para a pasta sem sílica ativa e diminuiu drasticamente na pasta de cimento misturada com sílica ativa.

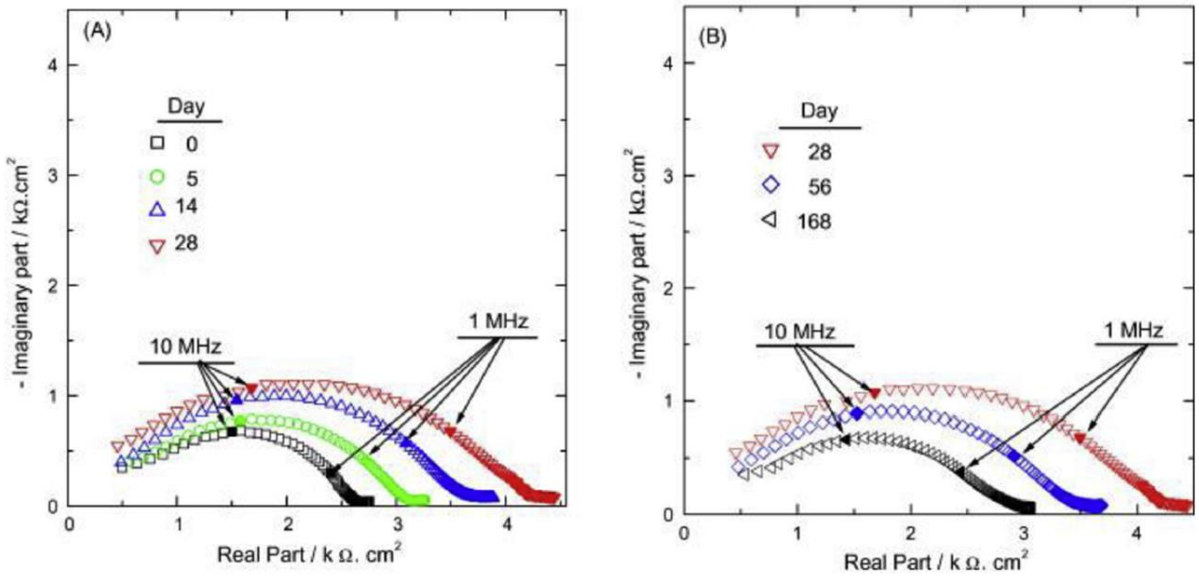


Figura 21 – Diagrama de Nyquist de uma amostra de argamassa saturada com 1 mol/L de NaCl. (A) Evolução do dia 0 ao dia 28 (B) evolução do dia 28 até o final do experimento (Fonte: ref. (GU *et al.*, 1992)).

2.8.3. Aplicação da EICA na avaliação da corrosão do aço

Quando exposta a um ambiente de cloreto, a estrutura de concreto armado pode sofrer simultaneamente uma vasta gama de ações químicas, físicas ou eletroquímicas. Contudo, a corrosão do aço é principalmente relacionada a ações eletroquímicas. A EICA pode revelar diferentes fases de reações e taxas de corrosão, que podem dominar certas frequências. Para os aspectos do aço, os processos de formação passiva de camadas e crescimento e corrosão localizada foram amplamente estudados por EICA em um espectro de baixa frequências (SÁNCHEZ *et al.*, 2007; YE *et al.*, 2013). Dong *et al.* (2014) estudaram os efeitos de uma microcápsula auto curável para inibir a corrosão no aço em sistemas simulados com uma saturação de solução de $Ca(OH)_2$, com um valor específico de PH. Contudo, a composição heterogênea e a estrutura complexa de materiais a base de cimento dificultaram a determinação de um modelo de circuito equivalente para resultados da impedância de concreto armado (MONTEMOR; SIMÕES; SALTA, 2000).

Berrocal *et al.* (2018) estudaram a influência da dosagem e geometria da fibra na matriz de resistência R_b de materiais cimentícios contendo fibras de aço. Nos seus estudos, a matriz de resistência e resistividade foram testadas e comparadas aos resultados medidos em corrente contínua. Os resultados mostraram que a adição de fibras de aço não influenciou signifi-

cativamente as matrizes de resistência em CC e CA dos prismas de argamassa. Feliu *et al.* (1998) estudaram o comportamento da impedância em concreto armado e examinaram o circuito equivalente mais adequado para os sistemas de modelagem durante a corrosão clorídrica. Ford e Mason (1996) reportaram que três arcos poderiam ser obtidos no espectro de impedância em sistemas de pasta de cimento e concreto armado, no qual a alta frequência (MHz) representou a difusividade e permeabilidade da pasta, o arco de média frequência (Hz) forneceu uma visão sobre a porosidade da zona próxima da interface do sistema pasta / aço e o arco de baixa frequência (mHz) mostrou a natureza passiva do aço.

2.8.4. Tipos de contatos

As medições de 2 ou 4 pontos são geralmente utilizadas para analisar o espectro de impedância de materiais a base de cimento. Contudo, a existência de capacitância entre a região de contato da amostra e do sensor de potencial pode influenciar o resultado das medições de 4 pontos. Portanto, é difícil para as medições de 4 pontos detectar com precisão características eletroquímicas da amostra, devido à expansão de arco de baixa frequência e ou a sobreposição entre os arcos de baixa e alta frequência (VLADIKOVA *et al.*, 2006). Na verdade, o valor da capacitância de contato em medições de 4 pontos foi geralmente muito maior que o da capacitância obtido da amostra das medidas de 2 pontos, e foi indetectável no campo de alta frequência. Portanto, as medições de 2 pontos mostram vantagens em revelar as propriedades eletroquímicas de materiais a base de cimento.

Os efeitos da interface entre o eletrodo e a pasta de cimento no arco de alta frequência ainda são controversos e precisam de estudos. He *et al.* (2018) estudaram os efeitos dos resultados da impedância entre amostra e eletrodo usando espectroscopia de impedância na pasta de cimento quando utilizados diferentes tipos de contatos entre eletrodos e amostra. Os resultados indicaram que a cola condutiva e o contato do eletrodo pré-moldado são razoáveis para as medições de impedância ao invés do contato desmoldado entre amostra e eletrodo, enquanto o eletrodo pré-moldado não foi recomendado para amostras curadas em ambientes secantes. Em alguns estudos anteriores, valores mais altos de constantes dielétricas foram obtidos no método de contato e foram processados usando o Fator Dielétrico de Amplificação (FDA). Christensen *et al.* (1994) e Keddam *et al.* (1997) colocaram um tecido de Mylar entre a amostra e o eletrodo, e uma grande constante dielétrica foi obtida em comparação com materiais normais de cerâmica. Uma constante dielétrica entre 70-80, que é próxima a constante dielé-

trica do cimento Portland, foi obtida em um método sem contato usando um espaço de ar de 100 μm em cada lado das amostras. Contudo, os resultados de EICA, obtidos do método sem contato, não podem ser bem avaliados no diagrama de Nyquist devido ao comportamento capacitivo puro nas regiões de alta frequência (CABEZA *et al.*, 2006).

Em estudos anteriores, o método com aço inoxidável inserido durante o processo de moldagem foi comumente aplicado e amostras foram mantidas moldadas durante os testes (ISMAIL; OHTSU, 2006; PRADHAN; BHATTACHARJEE, 2009). Este método pode eliminar os problemas induzidos pela interface entre eletrodo e amostra. Com este método, descobriu-se que o arco de alta frequência no espectro de impedância mostrou uma relação próxima com as características de microestrutura de materiais a base de cimento, como a fração da fase sólida, a migração de íons livres em poros de preenchimento de eletrólitos, o espaço intercamadas em C-S-H, os canais capilares contínuos e espaços vazios e os valores críticos de diâmetro e volume de micro-poros. Mccarter (1996) descobriu que antes do assentamento da pasta de cimento ou argamassa, o desenvolvimento de arco de alta frequência era lento. Depois disso, a formação de uma rede de poros capilares tortuosos em todas as direções acelerou o desenvolvimento do arco de alta frequência. Contudo, arcos de alta frequência podem também ser detectados antes de assentar o concreto, cuja característica é fortemente relacionada a fração de volume de agregados no sistema.

No diagrama de Nyquist, a resistência de alta frequência (R_1), o ângulo de depressão (α) e a resistência em massa (R_b), todas relacionadas a microestrutura de materiais a base de cimento, podem ser avaliados. Ford *et al.* (1998) descobriram que quando o método de contato era aplicado, a secagem ou encolhimento dos eletrodos imperfeitos podem gerar um arco extra no diagrama de Nyquist da pasta de cimento.

Durante a medição de EICA, impedância parasitárias, incluindo resistências, capacitâncias e indutâncias parasitárias podem ser introduzidas por meio do eletrodo e o fio conectados ao eletrodo e ao equipamento de teste. Sobre algumas condições, os efeitos da impedância parasitária nos resultados de EICA podem ser muito significativos (EDWARDS *et al.*, 1997).

Christensen *et al.* (1994) propôs um método de eliminar os efeitos de impedância parasitária ao medir os resultados de impedância por EICA. Neste método, a impedância de circuito aberto e curto-circuito foram testadas e aplicadas para representar a impedância parasitária paralela e em série. Esse método tem sido aplicado em subsequentes estudos. Entretanto, foi descoberto que a impedância medida em circuito aberto era diferente da condição real

quando a amostra era posta em uma célula de medição (MCCARTER; STARRS; CHRISP, 2000).

Um componente elétrico com impedância conhecida foi sugerido para ser usado para correção da impedância parasitária. Entretanto, He *et al.* (2016) avaliou o erro de correção de impedância parasitária com capacitores de capacitância conhecida. Foi achado um resistor de maior resistência ou capacitor de menor capacitância do que a amostra de cimento requeria para diminuir o erro de correção de impedância parasitária. Baseado em estudos de diferentes configurações um método para a correção de impedância parasitária foi proposto e uma correção aceitável para o erro foi obtida com esse método. Outros parâmetros como a temperatura, ruídos, redução da amplitude dos sinais e o curto tempo de teste foram importantes para a medição e análise (HE *et al.*, 2018).

3. Análise da influência da geometria dos corpos-de-prova e o dos contatos elétricos

Neste capitulo é apresentado o procedimento experimental desenvolvido para analisar a influência da geometria dos corpos-de-prova e a quantidade de contatos elétricos dos eletrodos sobre o comportamento da impedância elétrica de argamassas cimentícias.

3.1.Materiais

O cimento Portland utilizado para a produção dos corpos-de-prova foi o CP II-F 32 com 6 a 10% de filler calcáreo em substituição ao cimento. A designação deste tipo de cimento pode ser vista na Tabela 4. Assim como os demais cimentos Portland compostos, o CP II-F-32 é um tipo de cimento para uso e aplicação em geral. A massa específica do cimento utilizado foi 3,00 g/cm^3.

Tabela 4: designação do cimento CP II-F 32

Designação	
Tipo	II
Classe	32
Sigla	CP II F
Clínquer+Gipsita	90 a 94%
Filler	6 a 10%

A água utilizada foi a comum fornecida pela SABESP – Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo. A Tabela 5 a seguir apresenta alguns valores quanto às propriedades físico-químicos.

As argamassas foram preparadas com areia lavada de fração média com partículas de diâmetros entre 0,42 e 2,00 mm, passada em peneira Solotest de 2 mm, e com módulo de finura de 2,67.

Tabela 5: parâmetros da água fornecida pela SABESP.

Parâmetro	Portaria 2914/2011 Ministério Saúde
Cloro residual livre (mg L^{-1})	2,0 a 5,0
Oxigênio dissolvido (mg L^{-1})	Não definido
pH	6,0 a 9,5
Cor (mg L^{-1} Pt-Co)	5
Condutividade elétrica (uS/cm)	Não definido
Alcalinidade (mg L^{-1})	250,00
Amônia (mg L^{-1})	1,50
Cloretos (mg L^{-1})	250,00
Ferro (mg L^{-1})	0,30
Oxigênio consumido (mg L^{-1})	Não definido

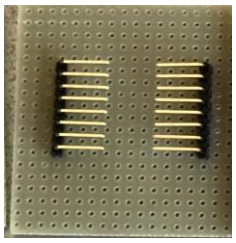
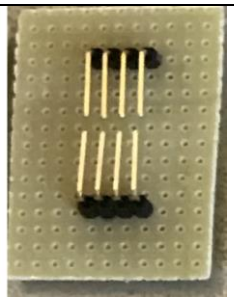
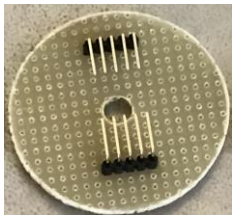
3.2. Confecção dos eletrodos

Para a confecção dos eletrodos foi utilizada uma chapa de fibra de vidro cobreada de face simples. Foram feitos cortes dessa chapa, nos formatos quadrados e circulares. Os formatos quadrados possuem dimensões de 50 x 50 mm e 40 x 40 mm. Essas dimensões correspondem às áreas da seção transversal dos corpos-de-prova cúbico e prismático, respectivamente. Os eletrodos circulares possem um diâmetro de 50 mm, que corresponde ao diâmetro do corpo-de-prova cilíndrico. A Tabela 6 mostra os tipos de corpos-de-prova utilizados. A espessura de todos os eletrodos é de 1,8 mm. Foram confeccionados eletrodos com diferentes quantidades de contatos elétricos.

3.3. Dosagem e produção dos corpos-de-prova

Nas argamassas foram utilizados os traços com uma relação areia/cimento de 3:1 e relação água/cimento de 0,3. Os insumos foram pesados em balança digital da empresa Marte modelo AS2000C com carga máxima 2000 g e sensibilidade de 0,01 g.

Tabela 6: corpos-de-prova e eletrodos.

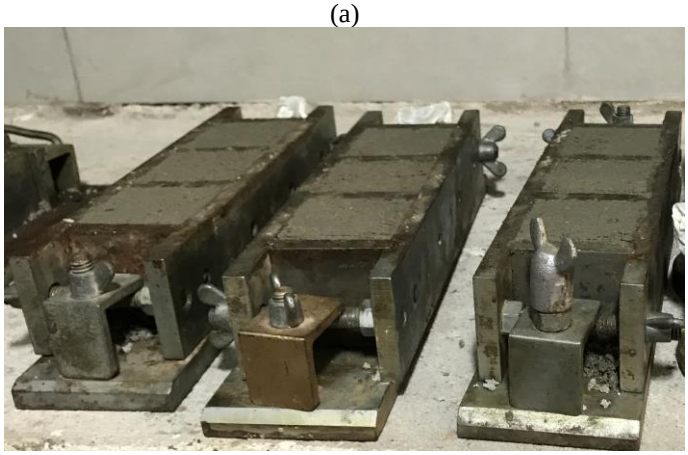
Fôrma dos corpos-de-prova	**Forma do eletrodo**	**Número de corpos-de-prova e contatos elétricos**	**Fator geométrico (área/comprimento)**
Cúbica (50 x 50 x 50 mm)		3 corpos-de-prova com 8 contatos e 3 corpos-de-prova com 16 contatos	50
Prismática (40 x 40x 160 mm)		3 corpos-de-prova com 8 contatos e 3 corpos-de-prova com 12 contatos	10
Cilíndrica (50 mm x100 mm)		3 corpos-de-prova com 10 contatos e 3 corpos-de-prova com 18 contatos	19,6

Para a mistura dos componentes da argamassa utilizou-se o misturador mecânico de argamassa modelo AG-5 da empresa Metal Cairo com capacidade nominal de 5 litros. A rotação da pá em alta é de (285 ± 10) rpm e na baixa de (140 ± 10) rpm. O movimento planetário na alta rotação é (125 ± 10) rpm e na baixa de (62 ± 5) rpm. Os insumos foram pesados em balança digital da empresa Marte modelo AS2000C com carga máxima 2000 g e sensibilidade de 0,01 g. Primeiramente foi adicionado o cimento e em seguida a água de amassamento e misturado na argamassadeira até a uniformização da pasta de cimento. Em seguida foi adicionando o agregado miúdo e parte da água restante.

Foram moldados os três tipos de corpo-de-prova e nas quantidades descritas na Tabela 6. Após a preparação das misturas, os moldes foram impregnados com óleo antiaderente para

facilitar a desmoldagem no momento apropriado. Os eletrodos foram inseridos paralelamente as faces das fôrmas conforme ilustra um exemplo na Figura 22 (a) e em seguida a argamassa produzida foi moldada conforme ilustra a Figura 22 (b).

(a)



(b)

Figura 22: (a) inserção dos eletrodos e (b) moldagem da argamassa.

O adensamento de todos os corpos-de-prova foi realizado em 4 etapas de 30 golpes cada. Feito o acabamento superficial com espátula. A seguir os moldes foram levados à câmara úmida onde foram mantidos por 24 horas. Já com maior segurança para não quebrarem, os corpos-de-prova foram removidos dos moldes e identificados.

3.4.Ensaio de impedância elétrica

Neste trabalho o método escolhido para a análise da impedância foi a espectrometria por varredura de frequência, executado pela placa *Evaluation Board* modelo EVAL-AD5933EBZ adquirida junto a empresa *Analog Devices*. A Figura 23 mostra a placa utilizada.

As principais características da placa do espectroscópio são detalhadas a seguir:

- ajuste para frequências na faixa de 1 kHz – 1 MHz;
- intervalo entre medidas ajustável;
- escalas de tensão com valores 2 Volts pico-a-pico (Vpp), 1 VPP, 0,4 VPP e 0,2 VPP;
- calibração ajustável (resistivo, capacitivo ou misto);
- *clock* opcional interno/externo;
- calibração do fator de ganho;
- interface gráfica com diagrama de Bode (ganho x frequência e fase x frequência);
- fornece os dados em planilha de Excel;
- comunicação com computador via USB;
- software de comunicação placa/computador.

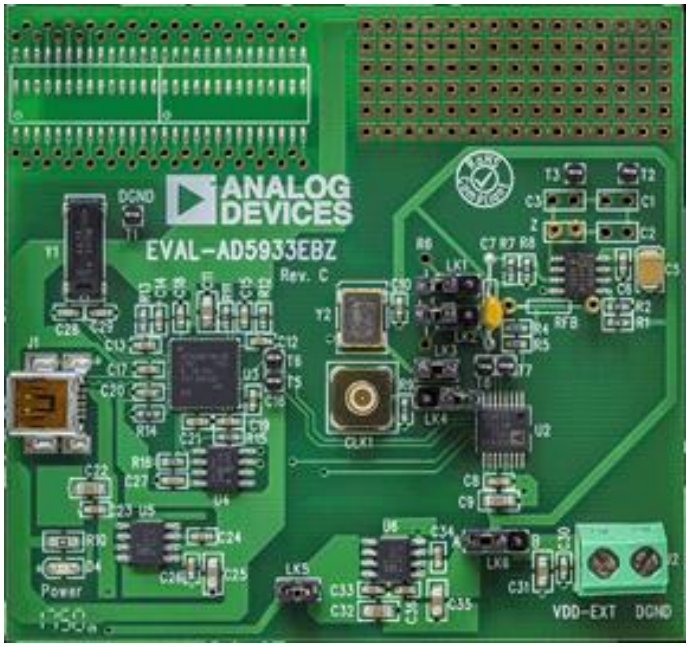


Figura 23: placa de EICA da *Analog Devices*.

Para obtenção dos dados de EICA foram realizadas medidas num intervalo de frequência gerada pela placa de 30 kHz a 0,93 MHz. A Figura 24 mostra a conexão do corpo-de-prova da matriz cimentícia com a placa de aquisição de dados e o computador. Além disso também está apresentada a tela do software para a visualização dos dados obtidos.

As medidas foram realizadas após 72 horas da preparação dos corpos-de-prova, já devidamente acomodados e sem riscos de quebras. Os resultados apresentados na próxima seção correspondem aos valores médios calculados de cada um dos três corpos-de-prova.

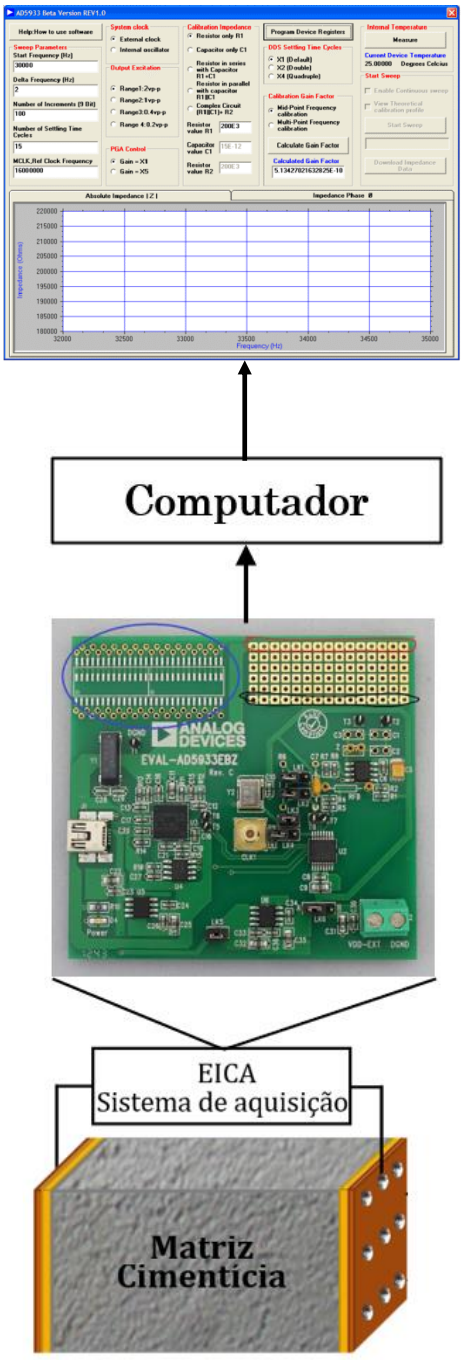
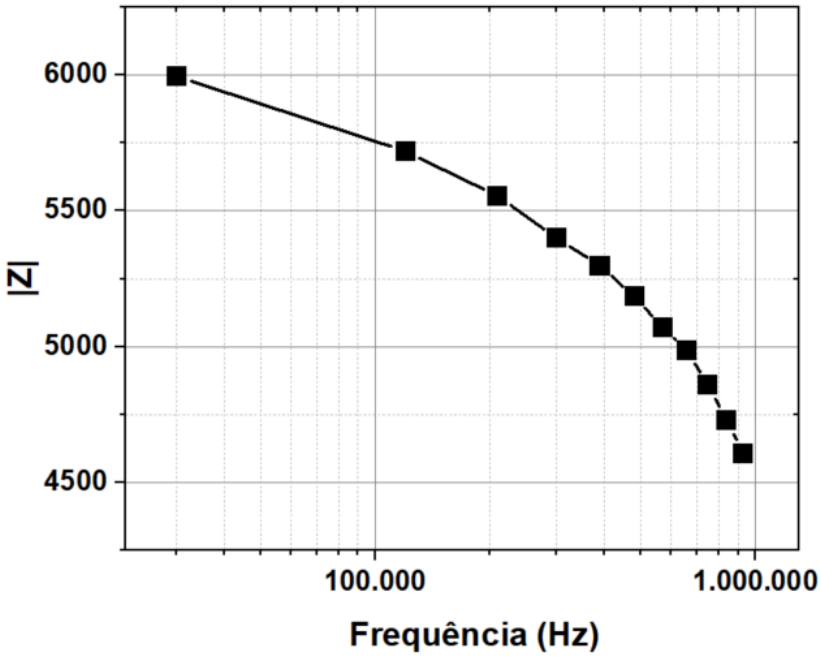


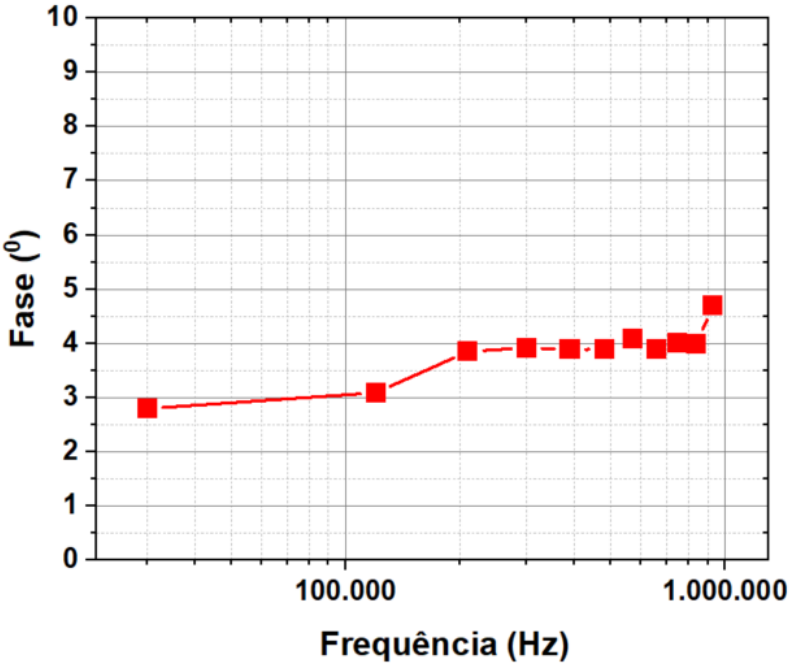
Figura 24: conexão funcional da placa *Analog Devices*.

3.5.Resultados e discussões

Na Figura 25 estão apresentados os dados do módulo e da fase da impedância elétrica, obtidos por EICA, das argamassas cimentícias moldadas em corpos-de-prova cimentícios cilíndricos com 18 contatos elétricos nos eletrodos.



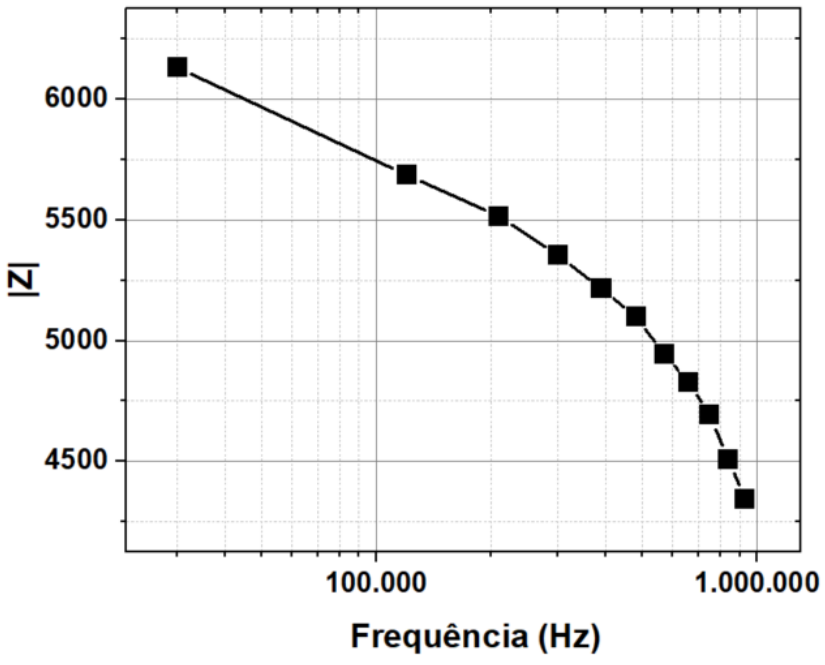
(a)



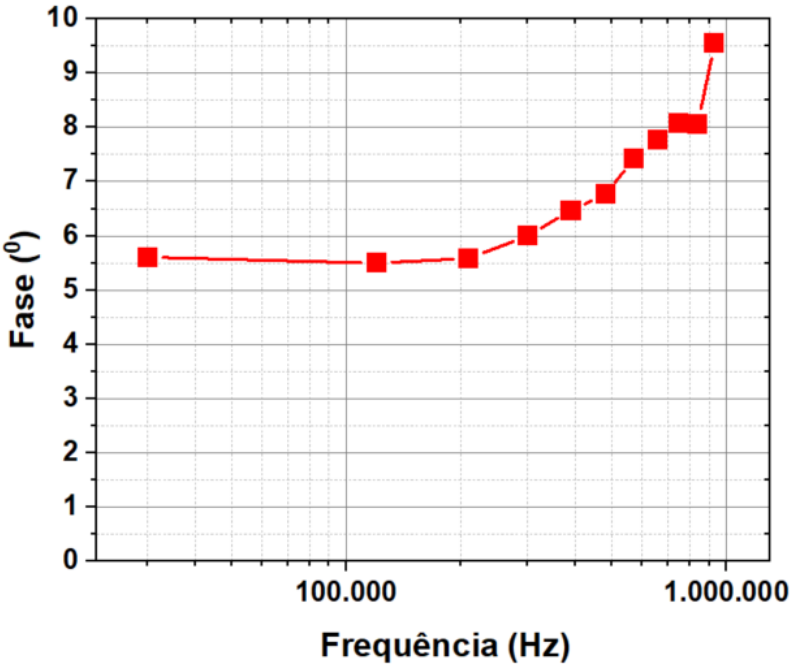
(b)

Figura 25: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cilíndricos com 18 contatos elétricos.

Já, na Figura 26, estão apresentados os dados do módulo e da fase da impedância elétrica, obtidos por EICA, das argamassas cimentícias moldadas em corpos-de-prova cimentícios cilíndricos com 10 contatos elétricos nos eletrodos.



(a)



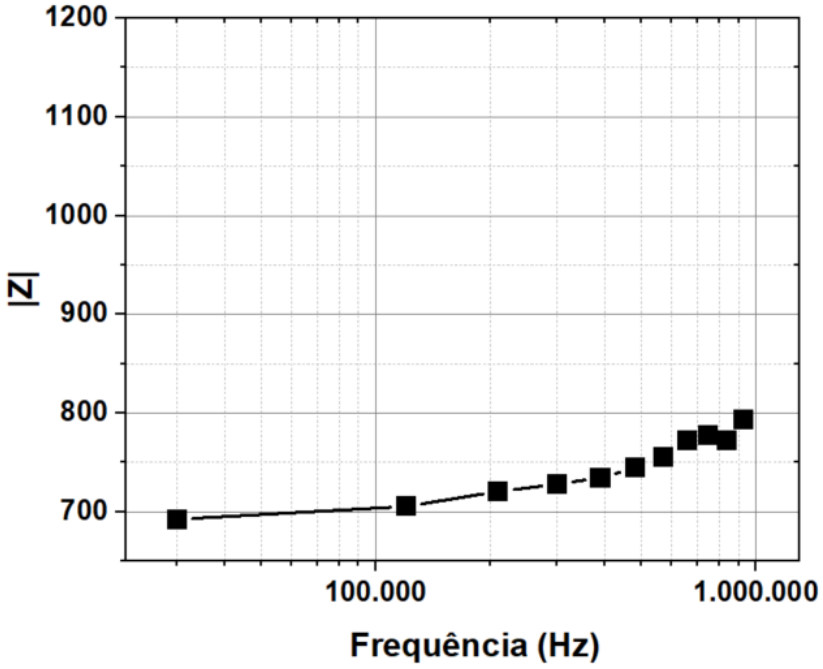
(b)

Figura 26: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cilíndricos com 10 contatos elétricos.

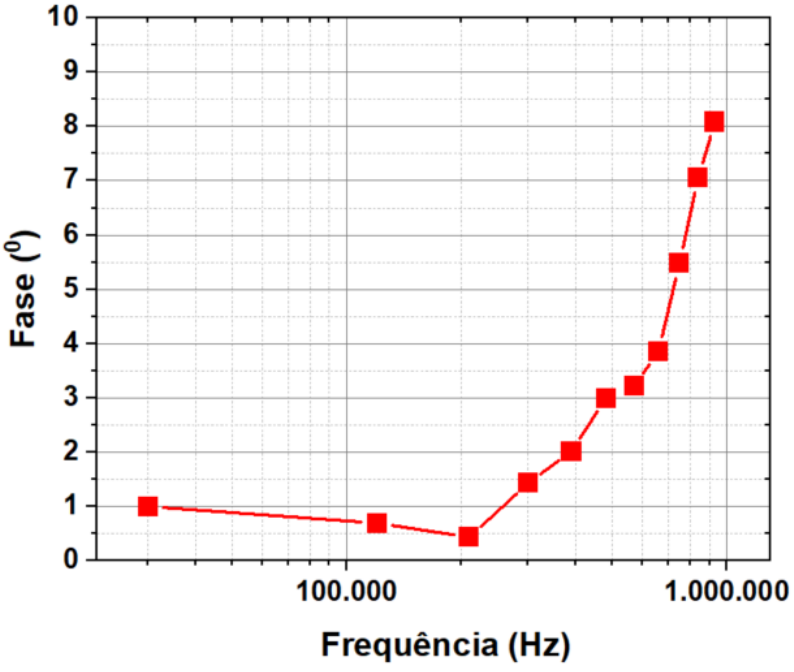
A partir desses gráficos (Figura 25 e Figura 26) é possível observar que o módulo da impedância apresenta um comportamento com a frequência que equivale a um circuito RC

paralelo. Observa-se ainda que os valores do módulo da impedância são semelhantes independentemente do número de contatos elétricos.

Para as argamassas moldadas em corpos-de-prova prismáticos com 12 contatos elétricos, os resultados estão apresentados na Figura 27.



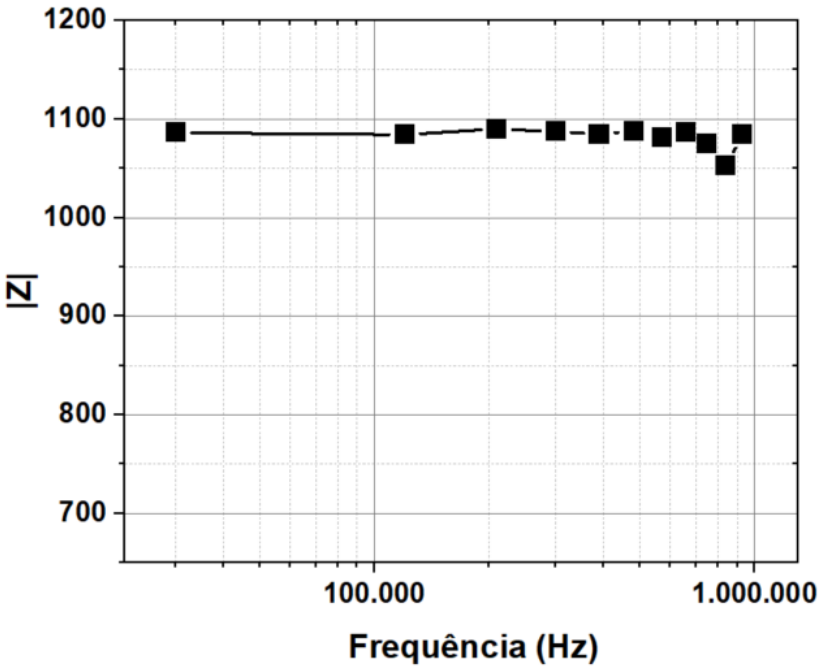
(a)



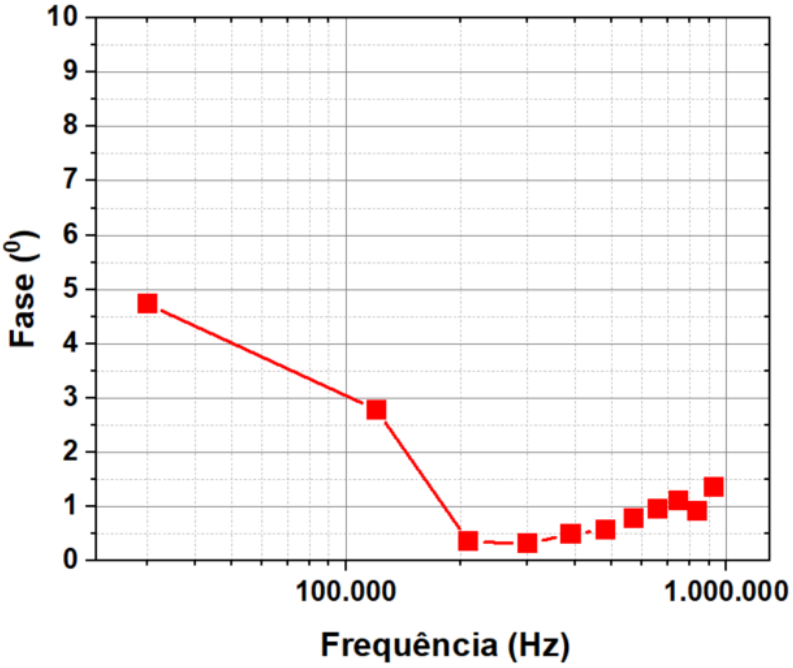
(b)

Figura 27: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova prismático com 12 contatos elétricos.

Na Figura 28 estão os resultados obtidos para os corpos-de-prova prismáticos com 8 contatos elétricos.



(a)



(b)

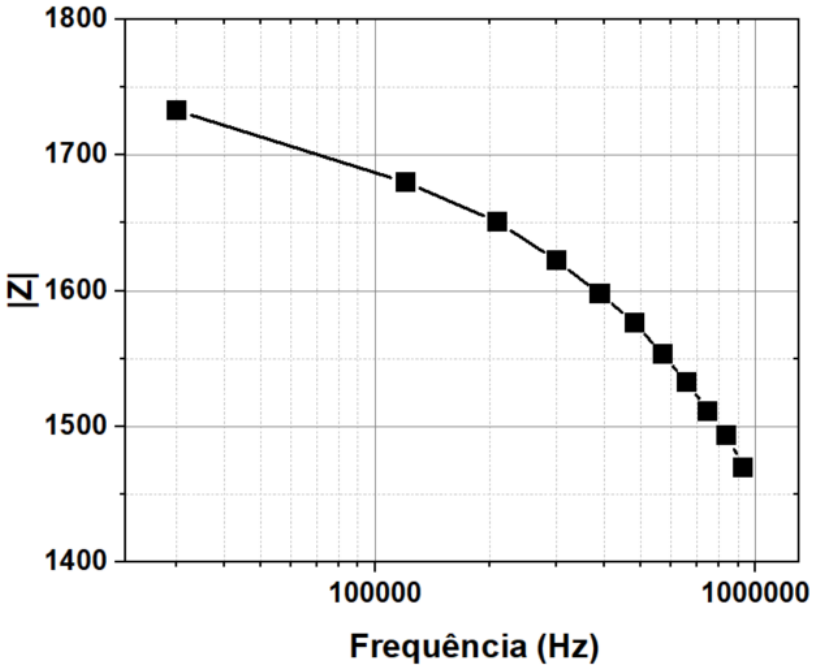
Figura 28: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova prismático com 8 contatos elétricos.

Para os corpos-de-prova prismáticos, observa-se que módulo da impedância apresenta uma dependência com relação a quantidade de contatos elétricos em cada um dos eletrodos. Além disso, observa-se que o módulo da impedância cresce lentamente com o aumento da frequência com o corpo-de-prova moldado com um número maior de contatos elétricos, enquanto para o corpo-de-prova moldado com menos contatos elétricos, o módulo da impedância permanece constante. Cabe ainda destacar que o comportamento da fase também apresenta uma diferença entre os dos tipos de contatos utilizados. Tais comportamentos podem ser atribuídos geometria do corpo-de-prova, já que o comprimento de corpo-de-prova prismático é de 160 mm, a parte da resistência elétrica da impedância torna-se predominante em relação a parte capacitiva. Além disso, a redução da quantidade de contatos elétricos contribui para o aumento da resistência elétrica do meio, uma vez que área efetiva dos contatos é reduzida.

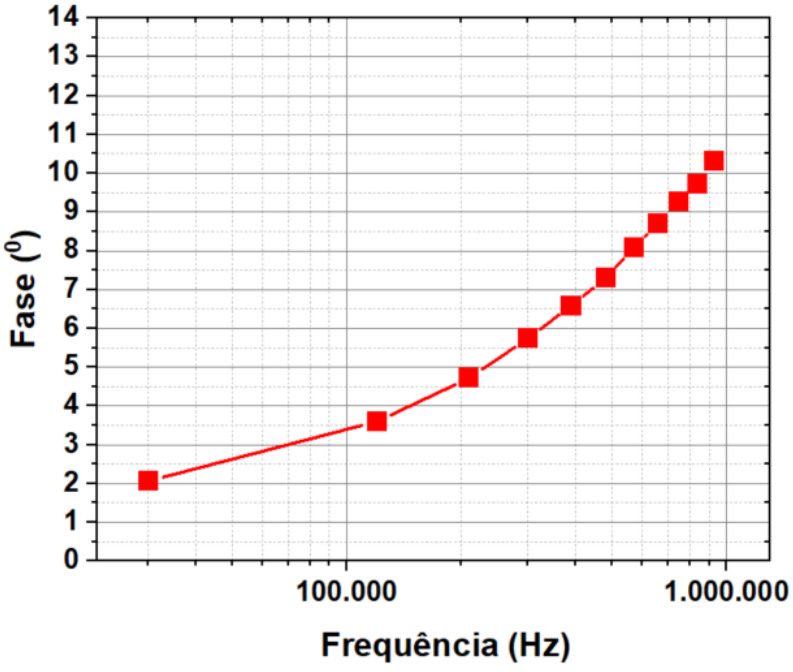
Para os corpos-de-prova cúbicos, o módulo da impedância e da fase para os eletrodos com 16 contatos elétricos estão apresentados na Figura 29. Já para os corpos-de-prova cúbicos com 8 contatos elétricos, os resultados estão apresentados na Figura 30. Observa-se que o módulo da impedância tem seus valores significativamente reduzidos quando o eletrodo possui uma quantidade maior de contatos elétricos.

Embora os módulos da impedância tenham valores diferentes em função da quantidade de contatos elétricos, em ambos os casos se observou uma redução do módulo da impedância com o aumento da frequência. Já a fase, em ambas as situações apresentaram o mesmo comportamento. Tal comportamento evidencia que as características da impedância em função da frequência se comportam como a de um circuito RC paralelo.

Finalmente, na Figura 31, estão os resultados de EICA para um corpo-de-prova cúbico imerso em água. Claramente se observa um comportamento distinto do módulo da impedância quando comparado com o resultado apresentado na Figura 29. Os resultados da impedância de corpos-de-prova imersos em água mostraram que o teor de umidade afeta o comportamento elétrico como já esperado e também observado anteriormente (MCCARTER; GARVIN, 1989) Nesse caso observa-se que há limite de frequência no qual a impedância passa a aumentar mais rapidamente.

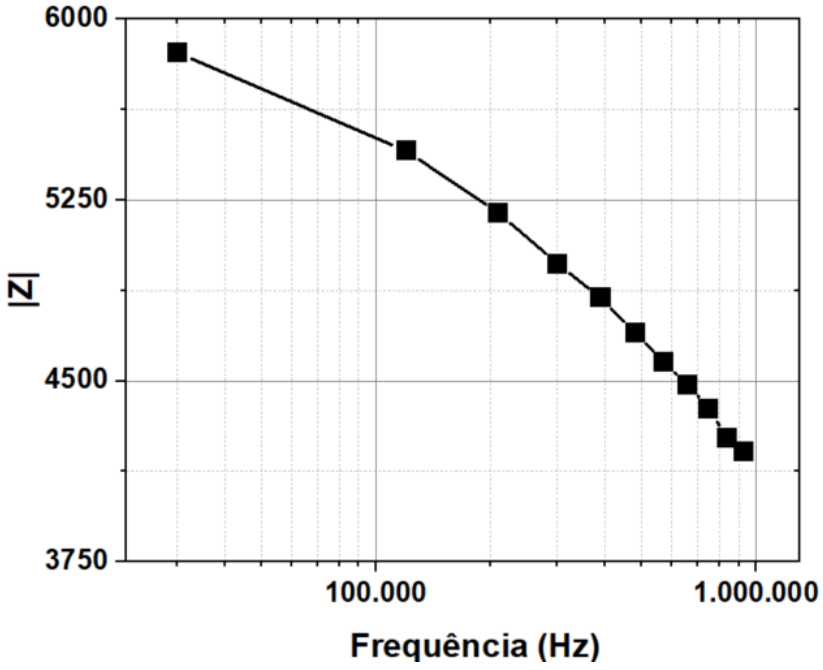


(a)

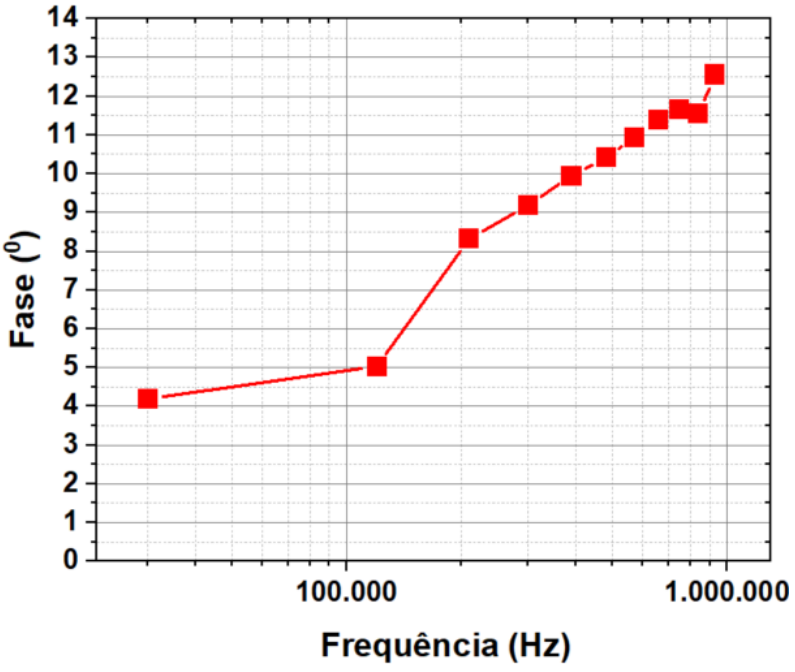


(b)

Figura 29: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbico com 16 contatos elétricos.

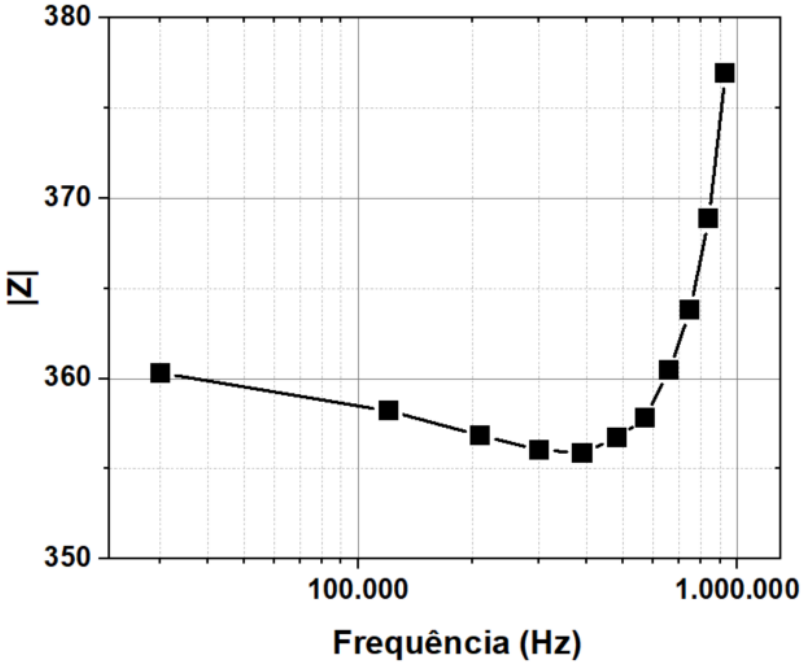


(a)

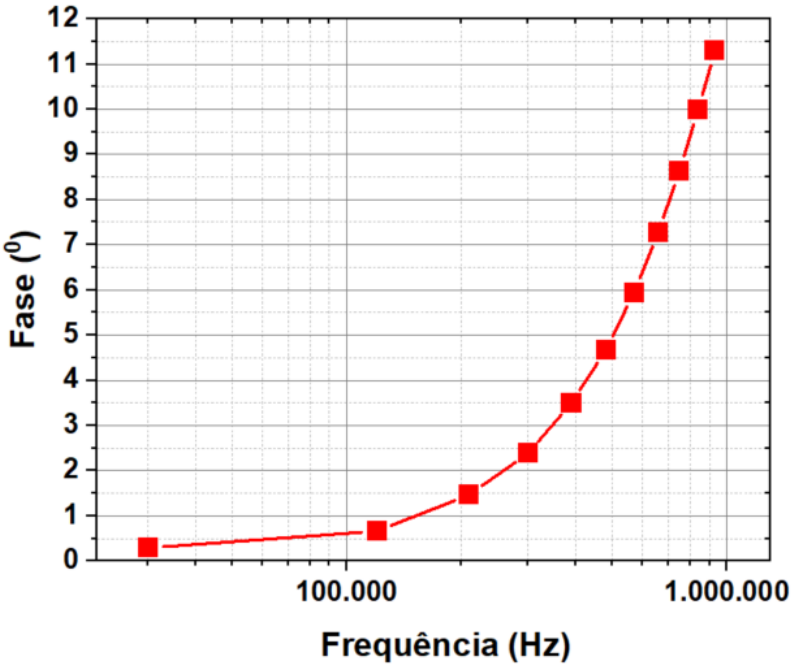


(c)

Figura 30: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbico com 8 contatos elétricos.



(a)



(b)

Figura 31: (a) módulo e (b) fase para corpos-de-prova cúbicos imersos em água.

De uma forma geral, para compreender todos os comportamentos observados, deve-se considerar que o corpo-de-prova cimentício é um meio material com uma condutividade elétrica (σ) e com uma permissividade elétrica (ε), sujeito a uma tensão elétrica alternada

aplicada entre duas placas (eletrodos) condutoras de área (*A*) e separadas por uma distância (*d*), conforme ilustra a Figura 32.

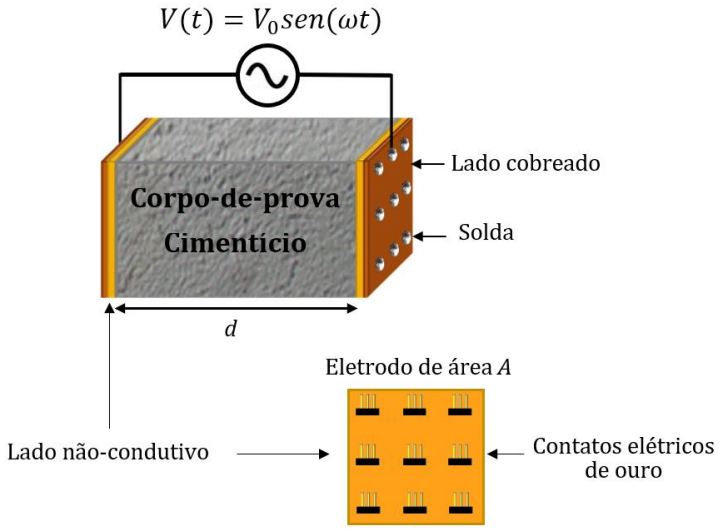


Figura 32: circuito elétrico para a execução da medida de impedância.

A corrente que atravessa o meio é dada por (JEFIMENKO, 1989):

$$I = \sigma \frac{V_0 sen(\omega t)}{d} A + \varepsilon_0 \varepsilon \omega \frac{V_0 cos(\omega t)}{d} A \qquad \text{(Eq. 13)}$$

sendo ω a frequência angular ($\omega = 2\pi f$, em que f é a frequência do sinal), ε_0 é a permissividade do vácuo. É possível observar que em ambas as parcelas há um fator geométrico (A/d) referente ao corpo-de-prova. Dessa forma, para interpretar os resultados e caracterizar o material corretamente é necessário levar em consideração esse fator. Cabe destacar que área a ser considerada é aquela ocupada pelos contatos elétricos condutores. Para diferenciar da área do eletrodo *A* (caso todo ele fosse um material condutor), a Equação 13 pode ser rescrita em termos de uma área efetiva A_f que corresponde aos contatos elétricos:

$$I = \sigma \frac{V_0 sen(\omega t)}{d} A_f + \varepsilon_0 \varepsilon \omega \frac{V_0 cos(\omega t)}{d} A_f \qquad \text{(Eq. 14)}$$

Ainda na Equação 14, nota-se que a corrente depende de duas parcelas. A Equação 14 pode ser reescrita em termos da condutância (*G*) e da capacitância (*C*), lembrando que:

$$G = \sigma \frac{A_f}{d} \quad \text{(Eq. 15)}$$

e

$$C = \varepsilon_0 \frac{A_f}{d} \quad \text{(Eq. 16)}$$

Obtém-se que:

$$I = GV_0 sen(\omega t) + C\varepsilon\omega V_0 cos(\omega t) \quad \text{(Eq. 17)}$$

A primeira parcela corresponde ao caráter condutivo da amostra, enquanto a segunda parcela corresponde ao caráter isolante (capacitivo), além disso é importante destacar a influência da parte capacitiva em altas frequências.

3.6. Conclusões do capítulo

Considerando os resultados apresentados e o comportamento físico do material observou-se que:

- Tanto para os corpos-de-prova cúbicos quanto cilíndricos, o módulo da impedância e a fase apresentaram comportamento típico de uma impedância capacitiva em paralelo com uma impedância resistiva. Isso permitirá ajustar os resultados experimentais utilizando um circuito equivalente simples e estimar parâmetros para avaliar o comportamento em diferentes idades.
- Para o corpo-de-prova prismático, cuja separação entre os eletrodos é de 160 mm, o módulo da impedância indica um comportamento praticamente resistivo, uma vez que o módulo da impedância não muda com a frequência. Esse comportamento evidencia a necessidade de se considerar um fator geométrico mais elevado para o corpo-de-prova.

4. Caracterização elétrica de argamassas cimentícias por EICA

A partir dos resultados obtidos no capítulo anterior, o objetivo deste capitulo foi caracterizar eletricamente argamassas cimentícias com a EICA. Foi elaborada uma argamassa moldada em corpo-de-prova cúbico e obtidos o módulo da impedância, o diagrama de Nyquist, e assim obtidos os parâmetros de circuitos elétricos que caracterizam as argamassas cimentícias.

4.1.Materiais e métodos

Os materiais utilizados nessa parte da campanha experimental foram o mesmo tipo de cimento e areia descritas no item 3.1. Os eletrodos também foram confeccionados utilizando uma chapa de fibra de vidro cobreada e cortadas com dimensões de 50 mm x 50 mm. Como observado no capítulo anterior, utilizou-se uma quantidade maior de contatos elétricos para aumentar a área de contato efetiva e assim promover uma melhor homogeneidade do campo elétrico. A Figura 33 mostra uma foto do eletrodo confeccionado para a realização das medidas.

As argamassas foram produzidas utilizando o mesmo procedimento descrito no item 3.3. Foi elaborada uma argamassa com relação água/cimento de 0,35. Foram moldados corpos-de-prova cúbicos como descrito anteriormente no item 3.3.

Figura 33: eletrodos e a disposição dos contatos elétricos.

O ensaio de impedância elétrica seguiu o mesmo procedimento descrito no item 3.4. As medidas foram realizadas para as idades de 0, 3 e 15 dias.

4.2.Resultados e discussões

A Figura 34 mostra os resultados experimentais do Diagrama de Nyquist e o módulo da impedância em função da frequência para a argamassa em diferentes idades de hidratação.

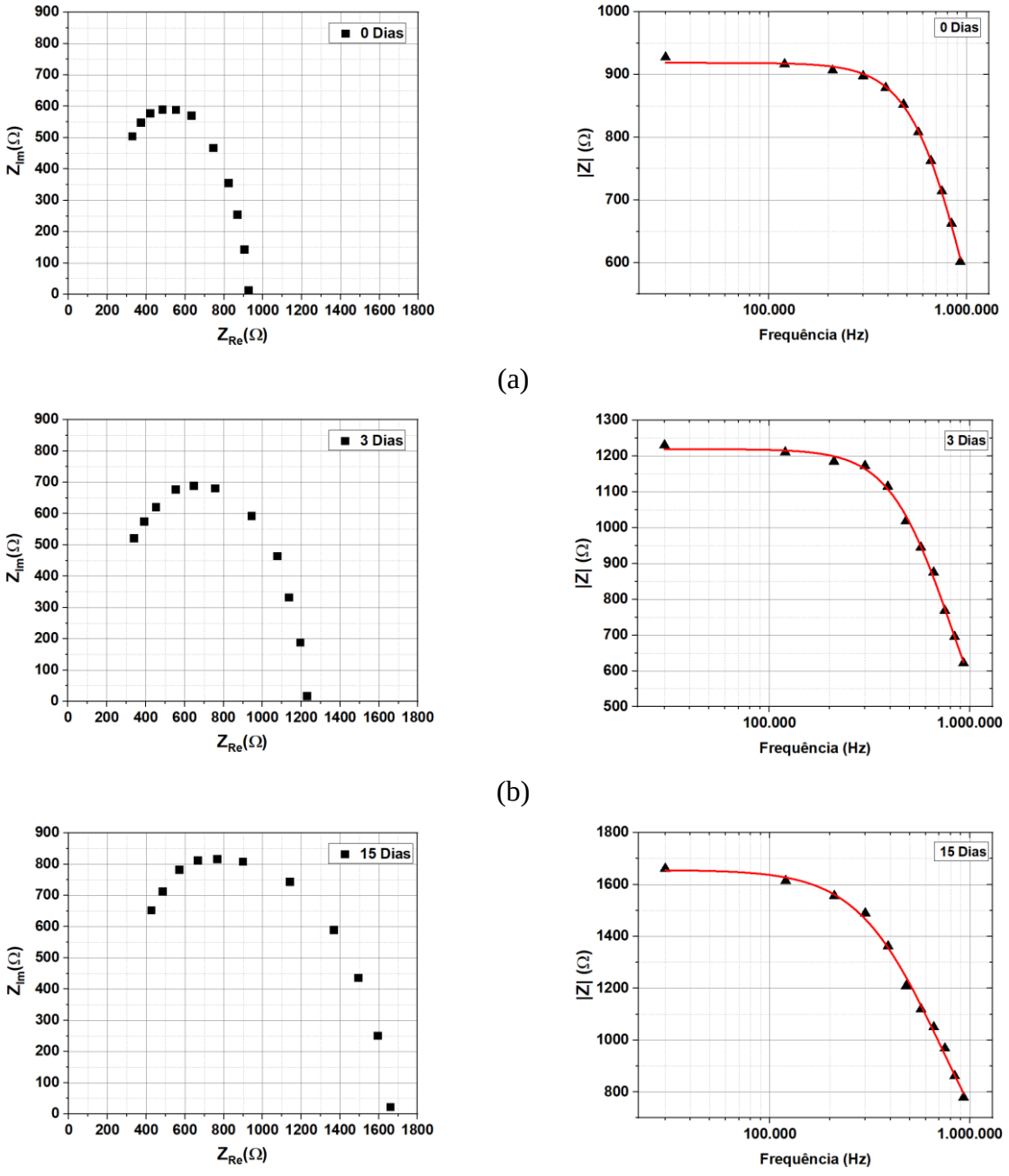
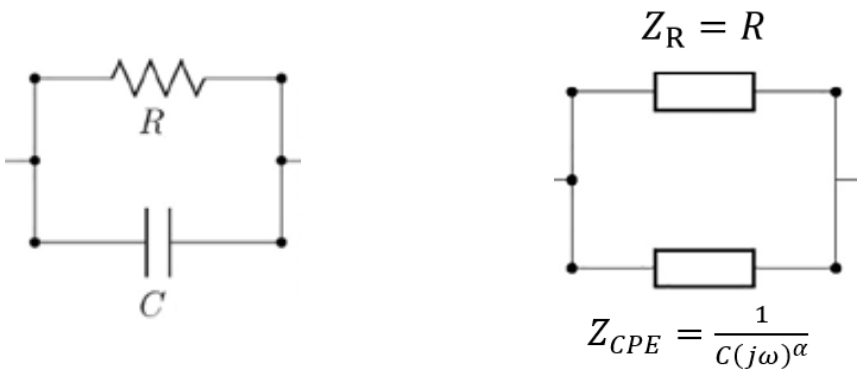


Figura 34: na coluna da esquerda estão os Diagramas de Nyquist e na coluna da direita estão os módulos da impedância em função da frequência para as idades de (a) 0 dia, (b) 3 dias e (c) 15 dias de hidratação. A linha vermelha é o resultado do ajuste realizado pela Equação 18.

Como discutido anteriormente, o espectro de impedâncias pode fornecer informações da microestrutura da matriz cimentícia e do processo de hidratação. Entretanto, cabe destacar que a interpretação do espectro de impedância é difícil. É exigido um modelo de circuito elétrico equivalente para que haja um ajuste da resposta elétrica dos componentes que representam a microestrutura. A análise depende de como os componentes de circuito são selecionados. Cada componente *R* e *C* deve ter um significado físico relacionado a microestrutura da matriz cimentícia.

A argamassa cimentícia em processo de hidratação pode ser interpretada como uma matriz porosa isolante e seus poros preenchidos com um eletrólito condutor. A condução elétrica através da amostra é decorrente do movimento de íons como o Ca^{++}, Na^{+} e OH^{-} na solução contida na rede microporosa. A microestrutura e a química da solução afetam as propriedades elétricas.

Como pode ser observado na Figura 34, um circuito elétrico de uma resistência em paralelo com uma capacitância pode ser usado para caracterizar eletricamente a argamassa cimentícia. A Figura 35(a) mostra o circuito equivalente convencional utilizado e na Figura 35(b) mostra o circuito equivalente em termos da impedância.



(a) (b)

Figura 35: (a) circuito RC paralelo utilizado e em (b) o circuito em termos das impedâncias.

É importante destacar o significado físico de cada componente:

- ***C*** é a capacitância da interface sólido-liquido. Este componente é atribuído aos íons adsorvidos quimicamente ou fisicamente na área interfacial dentro dos macroporos ou poros capilares, agindo como pequenas unidades de capacitância de camada dupla quando o campo elétrico é aplicado. É importante notar que cada unidade não é um capacitor puro (ideal). Elementos passivos de um circuito apresentam comportamento

ideal, mas o comportamento de sistemas eletroquímicos não é ideal. Devido, por exemplo, à fatores geométricos, como o tamanho dos poros e a conectividade na matriz, a distribuição de carga não é homogênea no interior do material. Por isso a necessidade de utilizar um CPE como discutido na seção 2.8. O uso dos CPEs ajuda fortemente o processo de ajuste dos resultados experimentais de impedância para um processo eletroquímico com propriedades distribuídas.

- ***R*** é a resistência da interface sólido-liquido. Na argamassa hidratada, uma vez que o tamanho das partículas de cimento e produtos hidratados é mínima (na faixa de alguns micrometros de diâmetro), a contribuição da resistência da interface para as propriedades elétricas do cimento torna-se significativa.

Os resultados obtidos dos ajustes realizados entre os dados experimentais e o modelo proposto estão listados na Tabela 7. A Equação 18 mostra a impedância equivalente do circuito mostrado na Figura 35(b). O ajuste dessa equação (modelo) com os dados experimentais foi realizado como os *softwares OriginPro* 2022® e *Mathematica Home Edition* 12.3®. Os parâmetros foram inicialmente estimados e em seguida ajustados.

$$Z(j\omega) = \frac{R}{1+RC(j\omega)^{\alpha}} \qquad \text{(Eq. 18)}$$

A resistência *R* é altamente influenciada pela quantidade de água livre, transporte iônico e tortuosidade dos poros. Portanto, pode ser considerado um parâmetro de hidratação nos estados fresco e endurecido (CHRISTENSEN *et al.*, 1994). Para argamassa no estado fresco que foi testada imediatamente após a mistura das matérias-primas, os espécimes com mais água disponível apresentaram *R* mais baixo. Isso pode ser justificado pela maior quantidade de água livre nas primeiras idades, o que favorece a mobilidade dos íons. Observa-se que a capacitância *C* decresce com o tempo de hidratação, o que é explicado pela redução da carga dos íons presentes nos poros da matriz cimentícia. Com o aumento do tempo de hidratação a matriz torna-se mais resistiva e menos capacitiva. Observa-se também que o parâmetro α diminui com o tempo de hidratação, evidenciando também a redução da contribuição capacitiva do sistema.

Tabela 7: parâmetros extraídos do ajuste entre os dados experimentais e o modelo de circuito equivalente proposto.

Argamassa com a/c = 0,45				
Dias	***R* (Ω)**	***C* (pF)**	α	**R - Quadrado**
0	918	202	0,54	0,99851
3	1219	198	0,49	0,99792
15	1656	179	0,10	0,99667

4.3. Conclusões do capítulo

Neste capítulo foram apresentados a produção de uma argamassa cimentícia e avaliado o espectro de impedância em diferentes idades de hidratação. As conclusões obtidas desse capítulo foram:

- Um modelo de circuito equivalente foi utilizado para promover um ajuste dos dados experimentais.
- Os ajustes foram realizados com sucesso e os valores dos elementos do circuito equivalente foram determinados.
- Observou-se que o valor da redução do conteúdo de água com o tempo de hidratação causa um aumento da resistência *R* e uma redução da capacitância *C*. Esses dois parâmetros podem ser usados para caracterizar qualitativamente o grau de hidratação e a mudança da microestrutura da matriz cimentícia.

5. Procedimento de caracterização de argamassas cimentícias pela espectroscopia de impedância.

O objetivo deste capítulo é descrever um procedimento de ensaio de medidas elétricas de impedância em sistemas cimentícios. Devido às peculiaridades de um sistema tão complexo quanto o compósito cimentício, faz-se necessário um roteiro que permita ao pesquisador/profissional realizar a caracterização elétrica de tais sistemas.

De uma forma geral, o procedimento para a caracterização de um sistema cimentício utilizado a EICA está esquematizada na Figura 36. Os resultados devem ser analisados em termos da variação dos valores dos elementos passivos de um circuito equivalente.

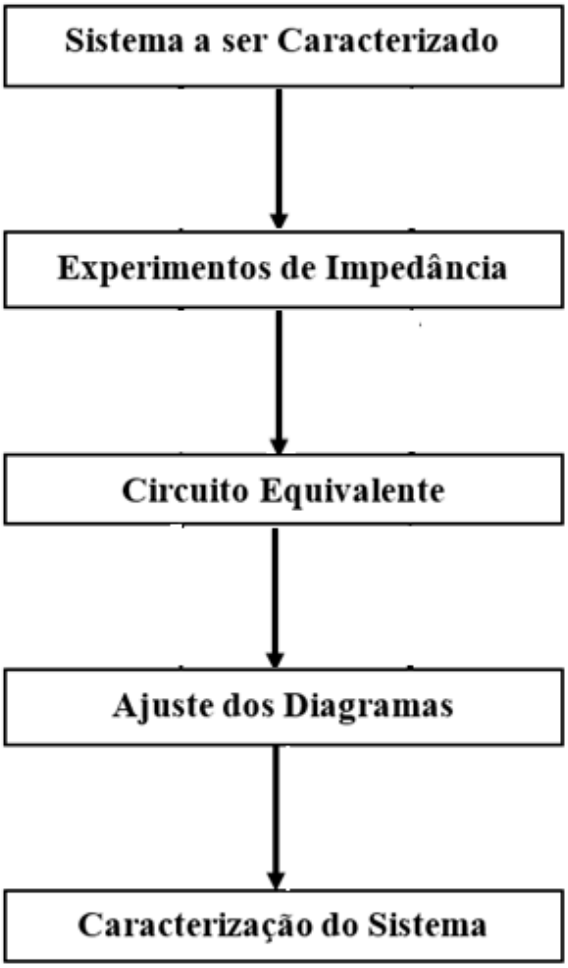


Figura 36: metodologia para a caracterização com EICA.

5.1. Sistema a ser caracterizado

Sistemas cimentícios podem apresentar várias características que afetam a sua microestrutura e, consequentemente, as suas propriedades elétricas como, por exemplo, a sua impedância. Nesse sentido, cabe destacar alguns fatores que precisam ser conhecidos previamente para caracterizar corretamente as propriedades elétricas:

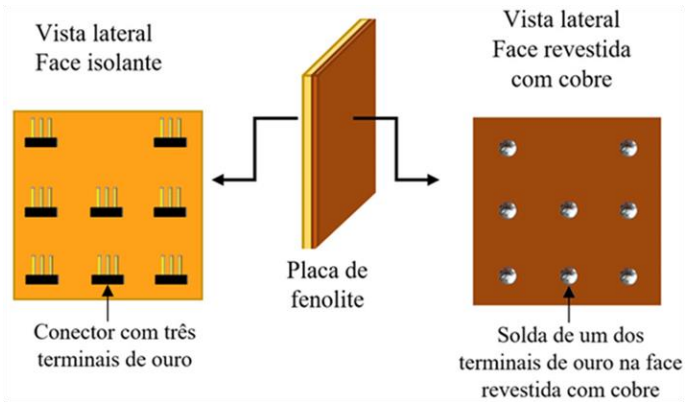
- **Tipo de cimento**: o mercado brasileiro tem oito tipos de cimento que podem ser empregados nos mais diversos tipos de obra. Os diferentes tipos diferem em função das características intrínsecas ou de adições que são empregadas.
- **Tipo de compósito cimentício**: há uma variedade de combinações de dois ou mais materiais para a produção de compósitos cimentícios, como por exemplo, pasta (cimento e água), argamassa (cimento, agregado miúdo e água), concreto (cimento, agregados graúdos e miúdos, água e aditivos), além de outras possibilidades com a inclusão de barras de aço (concreto armado) e a inclusão de fibras metálicas (concreto fibroso). Todos esses tipos de compósitos apresentam características distintas.
- **Modo de preparo**: os compósitos cimentícios são produzidos de acordo com o traço ou dosagem, que é a quantidade (proporção) das matérias-primas (cimento, areia, água etc.) necessárias para a produção de determinado tipo de compósito. Nesse sentido, deve-se conhecer não apenas a dosagem, mas também o procedimento de mistura e moldagem dos corpos-de-prova.

5.2. Experimento de impedância

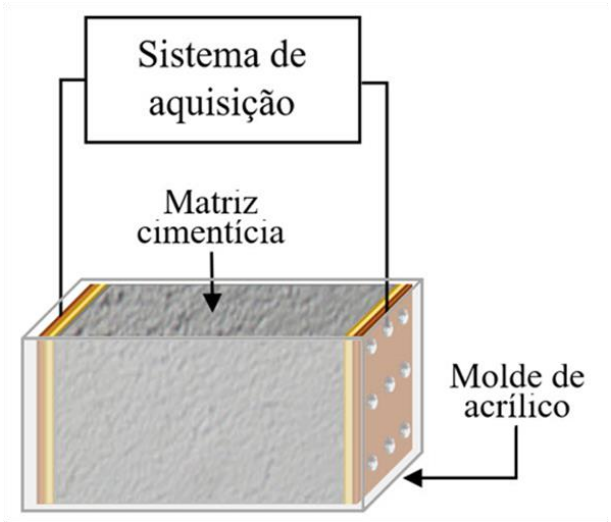
Conhecidas as características dos compósitos, o experimento de impedância pode ser realizado observando os seguintes pontos:

- **Geometria do corpo-de-prova**: com o objetivo de garantir uma medida correta do espectro de impedâncias é recomendado que se utilize um corpo-de-prova com fator geométrico entre 20 e 50. Isso favorece uma análise tanto da parte capacitiva quanto resistiva da impedância.
- **Eletrodos**: como pode ser observado neste trabalho, os eletrodos devem ser confeccionados de maneira a possibilitar um contato elétrico efetivo com material cimentício. É importante também evitar a formação de um filme de óxido passivo na

interface metal-argamassa. Com o objetivo de eliminar qualquer efeito espúrio dos eletrodos, segue a descrição do processo de construção do eletrodo e dos contatos elétricos O eletrodo deve ser construído utilizando placas de fenolite. Um dos lados da placa de fenolite é recoberto com um filme de cobre e o outro lado é um material isolante. Em cada placa deve ser utilizados um número de conectores que seja capaz de cobrir a maior área possível do eletrodo de forma a garantir a uniformidade do campo elétrico aplicado entre os eletrodos. Os terminais devem ser soldados no lado cobreado e os terminar restantes devem permanecer livres no lado isolante como observado na Figura 37(a). Os eletrodos devem ser inseridos nos moldes, preferencialmente de acrílico, antes da mistura da massa cimentícia. Em seguida preenche-se os moldes com a massa previamente preparada. A Figura 37(b) mostra os eletrodos pré-moldados. Recomenda-se cobrir o molde com um papel filme.



(a)



(b)

Figura 37: (a) detalhes dos eletrodos e (b) a produção do corpo-de-prova com os eletrodos pré-moldados.

- **Medida da impedância:** após os eletrodos estarem confeccionado e inseridos, pode-se realizar a medida da impedância. Aqui cabe destacar que as medidas devem ser realizadas segundo os procedimentos do equipamento escolhido. Recomenda-se fortemente a leitura do manual de uso do equipamento.

5.3. Circuito equivalente

Após a realização das medidas dever-se escolher um circuito adequado que obedeça a alguns critérios:

- Conhecimento prévio do processo envolvido.
- Propor um modelo físico que possa ser visualizado com relação ao fluxo de corrente e queda de tensão.
- Escolher o circuito que apresentar o menor número de elementos passivos.
- Comparar os resultados da simulação com as previsões do modelo físico proposto.
- Verificar se os valores dos elementos passivos estão de acordo com o previsto para o fenômeno que representam.
- Modificar as condições experimentais e realizar novos ajustes –válido quando se quer testar algumas hipóteses ou para simplificar a resposta.

5.4. Ajuste dos diagramas

Com o modelo de circuito escolhido deve-se então ajustar os resultados experimentais. A realização do ajuste é uma tarefa, muitas vezes, difícil e demorada. Recomenda-se a utilização de um *software* como o *Origin* ou o *Wolfram Mathematica*. Deve-se observar a quantidade de parâmetros que são utilizados nos ajustes, além dos parâmetros estáticos obtidos a fim de analisar as correlações existentes. Deve-se também observar os seguintes pontos:

- Elementos devem tem um significado físico claro.
- Espectros ajustados com os circuitos devem ser apenas ligeiramente diferentes dos experimentais.

5.5. Caracterização do sistema

Finalizado o ajuste e obtido os valores dos elementos passivos do circuito e outros parâmetros, o sistema fica caracterizado eletricamente. Além disso é possível comparar os valores com dados da literatura e estimar outras propriedades previstas. Aqui cabe ressaltar que é possível também relacionar os parâmetros elétricos obtidos com outras grandezas físicas obtidas por ensaios mecânicos e outros tipos de ensaios. A conexão direta que frequentemente existe entre o comportamento eletroquímico de um sistema real e aquele de um circuito equivalente é um dos aspectos mais atrativos do uso da EICA nos estudos com compósitos cimentícios.

6. Conclusões

Neste trabalho foram realizadas medidas de espectroscopia de impedância de corrente alternada em argamassas cimentícias. Os objetivos específicos foram cumpridos e destacam-se os seguintes pontos:

- Foram produzidos corpos-de-prova com diferentes fatores geométricos e confeccionados eletrodos com diferentes quantidades de contatos elétricos. Observou-se que corpos-de-prova com baixo fator geométrico (menor do 20), apresentam apenas o caráter resistivo da impedância, não sendo observado nenhum efeito da parte capacitiva. Além disso, a quantidade de contatos elétricos nos eletrodos afeta a medida da impedância elétrica, uma que vez que a área efetiva do contato é diretamente proporcional a quantidade de contatos elétricos.
- Definido um fator de forma apropriado e uma quantidade de contatos elétricos adequada foi possível caracterizar uma argamassa cimentícia em diferentes idades de hidratação. Um modelo de circuito elétrico equivalente foi considerado e ajustado aos dados experimentais. Os valores obtidos dos elementos de circuito e demais parâmetros podem ser relacionados com a evolução da microestrutura da matriz cimentícia.
- Por fim, após os resultados obtidos foi elaborado um procedimento para avaliar a impedância de sistema cimentícios.

Finalmente, cabe destacar que os resultados deste trabalho podem fornecer informações úteis para um estudo mais aprofundado sobre a evolução da microestrutura de compósitos à base de cimento utilizando a técnica de espectroscopia de impedância.

7. Referências

ALEXANDER, M.; BEUSHAUSEN, H. Durability, service life prediction, and modelling for reinforced concrete structures – review and critique. **Cement and Concrete Research**, v. 122, p. 17–29, 1 ago. 2019.

ALONSO, C. *et al.* Study of the Dielectric Characteristics of Cement Paste. **Materials Science Forum**, v. 289–292, n. PART 1, p. 15–28, 1998.

ANDRADE, C. *et al.* Cement paste hardening process studied by impedance spectroscopy. **Electrochimica Acta**, v. 44, n. 24, p. 4313–4318, 31 jul. 1999.

BERG, A. *et al.* Dielectric properties of cement mortar as a function of water content. **Journal of Applied Physics**, v. 71, n. 12, p. 5897, 4 jun. 1998.

BERROCAL, C. G. *et al.* Electrical resistivity measurements in steel fibre reinforced cementitious materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 89, p. 216–229, 1 maio 2018.

BOYLESTAD. **Introducao a análise de circuitos**. 12. ed. [s.l.] Pearson, 2012.

CABEZA, M. *et al.* Impedance spectroscopy study of hardened Portland cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 6, p. 881–891, 1 jun. 2002.

CABEZA, M. *et al.* Impedance spectroscopy to characterize the pore structure during the hardening process of Portland cement paste. **Electrochimica Acta**, v. 51, n. 8–9, p. 1831–1841, 20 jan. 2006.

CHRISTENSEN, B. J. *et al.* Impedance Spectroscopy of Hydrating Cement-Based Materials: Measurement, Interpretation, and Application. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 77, n. 11, p. 2789–2804, 1 nov. 1994.

CHRISTENSEN, B. J.; MASON, T. O.; JENNINGS, H. M. Influence of Silica Fume on the Early Hydration of Portland Cements Using Impedance Spectroscopy. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 75, n. 4, p. 939–945, 1 abr. 1992.

CORMACK, S. L.; MACPHEE, D. E.; SINCLAIR, D. C. An AC impedance spectroscopy study of hydrated cement pastes. **http://dx.doi.org/10.1680/adcr.1998.10.4.151**, v. 10, n. 4, p. 151–159, 14 maio 2015.

CRUZ, J. M. *et al.* The use of electrical impedance spectroscopy for monitoring the hydration products of Portland cement mortars with high percentage of pozzolans. **Cement and Concrete Research**, v. 50, p. 51–61, 1 ago. 2013.

DA SILVA, G. F. *et al.* AC impedance spectroscopy (AC-IS) analysis to characterize the effect of nanomaterials in cement-based mortars. **Construction and Building Materials**, v. 269, p. 121260, 1 fev. 2021.

DÍAZ, B. *et al.* Impedance spectroscopy study of saturated mortar samples. **Electrochimica Acta**, v. 53, n. 25, p. 7549–7555, 30 out. 2008.

DONG, B. *et al.* Electrochemical impedance study on steel corrosion in the simulated concrete system with a novel self-healing microcapsule. **Construction and Building Materials**, v. 56, p. 1–6, 15 abr. 2014.

DOTELLI, G.; MARI, C. M. The evolution of cement paste hydration process by impedance spectroscopy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 303, n. 1–2, p. 54–59, 15 maio 2001.

EDWARDS, D. D. *et al.* Experimental limitations in impedance spectroscopy:: Part V. Apparatus contributions and corrections. **Solid State Ionics**, v. 99, n. 1–2, p. 85–93, 1 ago. 1997.

FARRAR, J. R. ELECTRICALLY CONDUCTIVE CONCRETE. **GEC Journal of Science and Technology**, v. 45, n. 1, 1978.

FELIU, V. *et al.* Equivalent circuit for modelling the steel-concrete interface. I. experimental evidence and theoretical predictions. **Corrosion Science**, v. 40, n. 6, p. 975–993, 1 jun. 1998.

FORD, S. J. *et al.* Electrode configurations and impedance spectra of cement pastes. **Journal of Materials Science 1995 30:5**, v. 30, n. 5, p. 1217–1224, 13 set. 2004.

FORD, S. J.; MASON, T. O. Combined bulk and interfacial studies of the cement/steel system by impedance spectroscopy. **ASTM Special Technical Publication**, v. 1276, p. 146–157, 1996.

FORD, S. J.; SHANE, J. D.; MASON, T. O. Assignment of features in impedance spectra of the cement-paste/steel system. **Cement and Concrete Research**, v. 28, n. 12, p. 1737–1751, 1 dez. 1998.

GARBOCZI, E. J.; SCHWARTZ, L. M.; BENTZ, D. P. Modelling the D.C. Electrical Conductivity of Mortar. **MRS Online Proceedings Library 1995 370:1**, v. 370, n. 1, p. 429–436, 1 dez. 1994.

GOWERS, K. R.; MILLARD, S. G. Measurement of Concrete Resistivity for Assessment of Corrosion Severity of Steel Using Wenner Technique. **Materials Journal**, v. 96, n. 5, p. 536–541, 1 set. 1999.

GU, P. *et al.* A.C. impedance spectroscopy (I): A new equivalent circuit model for hydrated portland cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 22, n. 5, p. 833–840, 1 set. 1992.

GU, P. *et al.* Application of A.C. impedance techniques in studies of porous cementitious materials: (I): Influence of solid phase and pore solution on high frequency resistance. **Cement and Concrete Research**, v. 23, n. 3, p. 531–540, 1 maio 1993.

GU, P.; XIE, P.; BEAUDOIN, J. J. Impedance characterization of microcracking behaviour in fibre-reinforced cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 15, n. 3, p. 173–180, 1 jan. 1993.

HANSSON, I. L. H.; HANSSON, C. M. Electrical resistivity measurements of Portland cement based materials. **Cement and Concrete Research**, v. 13, n. 5, p. 675–683, 1 set. 1983.

HE, F. *et al.* Error evaluation and correction of stray impedance during measurement and interpretation of AC impedance of cement-based materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 72, p. 190–200, 1 set. 2016.

HE, F. *et al.* Effect of the sample–electrode contact impedance on the appearance of dispersion in the AC impedance spectroscopy of cement-based materials. **Journal of Sustainable Cement-Based Materials** , v. 7, n. 6, p. 323–339, 2 nov. 2018.

HU, X. *et al.* A review on microstructural characterization of cement-based materials by AC impedance spectroscopy. **Cement and Concrete Composites**, v. 100, p. 1–14, 1 jul. 2019.

HUSAIN, A. *et al.* In situ electrochemical impedance characterization of cement paste with volcanic ash to examine early stage of hydration. **Construction and Building Materials**, v. 133, p. 107–117, 15 fev. 2017.

HWANG, J.-H.; HWANG, J.-H. Impedance Spectroscopy Analysis of Hydration in Ordinary Portland Cements Involving Chemical Mechanical Planarization Slurry. **Journal of the Korean Ceramic Society**, v. 49, n. 3, p. 260, maio 2012.

ISMAIL, M.; OHTSU, M. Corrosion rate of ordinary and high-performance concrete subjected to chloride attack by AC impedance spectroscopy. **Construction and Building Materials**, v. 20, n. 7, p. 458–469, 1 set. 2006.

JEFIMENKO, O. D. Electricity and magnetism : an introduction to the theory of electric and magnetic fields. p. 597, 1989.

JONES, G.; CHRISTIAN, S. M. The Measurement of the Conductance of Electrolytes. VI. Galvanic Polarization by Alternating Current. **Journal of the American Chemical Society**, v. 57, n. 2, p. 272–280, 1 fev. 2002.

KEDDAM, M. *et al.* Impedance measurements on cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 27, n. 8, p. 1191–1201, 1 ago. 1997.

KONG, L.; HOU, L.; BAO, X. Application of AC impedance technique in study of lightweight aggregate-paste interface. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 332–340, 1 maio 2015.

LENCIONI, J. W. **Estudos sobre resistividade elétrica superficial em concreto: análise e quantificação de parâmetros intervenientes nos ensaios**. São José dos Campos: [2011].

LIU, C.; HUANG, Y.; ZHENG, H. Study of the Hydration Process of Calcium Phosphate Cement by AC Impedance Spectroscopy. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, n. 4, p. 1052–1057, 1 abr. 1999.

MACPHEE, D. E. S. D. C. S. S. L. Electrical characterization of pore reduced cement by impedance spectroscopy. **Journal of Materials Science Letters**, v. 15, n. 18, p. 1566–1568, 15 set. 1996.

MCCARTER, W. J. The a.c. impedance response of concrete during early hydration. **Journal of Materials Science 1996 31:23**, v. 31, n. 23, p. 6285–6292, 1 dez. 1996.

MCCARTER, W. J. *et al.* Characterization and monitoring of cement-based systems using intrinsic electrical property measurements. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 2, p. 197–206, 1 fev. 2003.

MCCARTER, W. J.; BROUSSEAU, R. The A.C. response of hardened cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 20, n. 6, p. 891–900, 1990.

MCCARTER, W. J.; GARVIN, S. Dependence of electrical impedance of cement-based materials on their moisture condition. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 22, n. 11, p. 1773, 14 nov. 1989.

MCCARTER, W. J.; GARVIN, S.; BOUZID, N. Impedance measurements on cement paste. **Journal of Materials Science Letters 1988 7:10**, v. 7, n. 10, p. 1056–1057, out. 1988.

MCCARTER, W. J.; STARRS, G.; CHRISP, T. M. Electrical conductivity, diffusion, and permeability of Portland cement-based mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 9, p. 1395–1400, 1 set. 2000.

MENDES, S. E. S. *et al.* Electrical resistivity as a durability parameter for concrete design: Experimental data versus estimation by mathematical model. **Construction and Building Materials**, v. 192, p. 610–620, 20 dez. 2018.

MILLARD, S. G.; WENNER. REINFORCED CONCRETE RESISTIVITY MEASUREMENT TECHNIQUES. **https://doi.org/10.1680/iicep.1991.13583**, v. 91, n. pt 2, p. 71–88, 17 jun. 2015.

MONTEMOR, M. F.; SIMÕES, A. M. P.; SALTA, M. M. Effect of fly ash on concrete reinforcement corrosion studied by EIS. **Cement and Concrete Composites**, v. 22, n. 3, p. 175–185, 1 jun. 2000.

NEITHALATH, N.; JAIN, J. Relating rapid chloride transport parameters of concretes to microstructural features extracted from electrical impedance. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 7, p. 1041–1051, 1 jul. 2010.

PENTTALA, V. Concrete and Sustainable Development. **ACI Materials Journal**, v. 94, n. 5, 1997.

PÉREZ, E. W. R. **Influência da idade e cura do concreto na resistividade elétrica**. Goiâna: [2015].

PLANK, J. *et al.* Chemical admixtures — Chemistry, applications and their impact on concrete microstructure and durability. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 81–99, 1 dez. 2015.

POUPARD, O.; AÏT-MOKHTAR, A.; DUMARGUE, P. Corrosion by chlorides in reinforced concrete: Determination of chloride concentration threshold by impedance spectroscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 6, p. 991–1000, 1 jun. 2004.

PRADHAN, B.; BHATTACHARJEE, B. Performance evaluation of rebar in chloride contaminated concrete by corrosion rate. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 6, p. 2346–2356, 1 jun. 2009.

PROCEQ S.A. **O equipamento para medir resistividade superficial do concreto de maior acurácia em todo o mundo**. [2017].

ROMEO, H. E.; BUENO, P. R.; FANOVICH, M. A. Application of impedance spectroscopy to evaluate the effect of different setting accelerators on the developed microstructures of calcium phosphate cements. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine 2009 20:8**, v. 20, n. 8, p. 1619–1627, 4 abr. 2009.

SALAMA, W. Design of concrete buildings for disassembly: An explorative review. **International Journal of Sustainable Built Environment**, v. 6, n. 2, p. 617–635, 1 dez. 2017.

SÁNCHEZ, I. *et al.* Microstructural modifications in Portland cement concrete due to forced ionic migration tests. Study by impedance spectroscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 7, p. 1015–1025, 1 jul. 2008.

SÁNCHEZ, M. *et al.* Electrochemical impedance spectroscopy for studying passive layers on steel rebars immersed in alkaline solutions simulating concrete pores. **Electrochimica Acta**, v. 52, n. 27, p. 7634–7641, 10 out. 2007.

SCUDERI, C. A.; MASON, T. O.; JENNINGS, H. M. Impedance spectra of hydrating cement pastes. **Journal of Materials Science 1991 26:2**, v. 26, n. 2, p. 349–353, jan. 1991.

SELIM, T.; SALEM, A. Global Cement Industry: Competitive and Institutional Dimensions. 2010.

SEONG, K. P. *et al.* Comparative study of an experimental Portland cement and ProRoot MTA by electrochemical impedance spectroscopy. **Ceramics International**, v. 40, n. 1, p. 1741–1746, 1 jan. 2014.

SHI, M.; CHEN, Z.; SUN, J. Determination of chloride diffusivity in concrete by AC impedance spectroscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 29, n. 7, p. 1111–1115, 1 jul. 1999.

SONG, G. Equivalent circuit model for AC electrochemical impedance spectroscopy of concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 11, p. 1723–1730, 1 nov. 2000.

SUI, S. *et al.* Towards a generic approach to durability: Factors affecting chloride transport in binary and ternary cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, v. 124, p. 105783, 1 out. 2019.

TAMTSIA, B. T.; BEAUDOIN, J. J.; MARCHAND, J. The early-age short-term creep of hardening cement paste: AC impedance modeling. **Journal of Materials Science 2003 38:10**, v. 38, n. 10, p. 2247–2257, 15 maio 2003.

TANG, S. W. *et al.* Recent durability studies on concrete structure. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 143–154, 1 dez. 2015.

TANG, S. W. *et al.* The review of pore structure evaluation in cementitious materials by electrical methods. **Construction and Building Materials**, v. 117, p. 273–284, 1 ago. 2016.

VLADIKOVA, D. *et al.* Differential impedance analysis of single crystal and polycrystalline yttria stabilized zirconia. **Electrochimica Acta**, v. 51, n. 8–9, p. 1611–1621, 20 jan. 2006.

WOO, L. Y. *et al.* A universal equivalent circuit model for the impedance response of composites. **Journal of Materials Science**, v. 38, n. 10, 15 maio 2003.

XIE, P. *et al.* A rationalized a.c. impedence model for microstructural characterization of hydrating cement systems. **Cement and Concrete Research**, v. 23, n. 2, p. 359–367, 1 mar. 1993.

YE, C. Q. *et al.* EIS analysis on chloride-induced corrosion behavior of reinforcement steel in simulated carbonated concrete pore solutions. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 688, p. 275–281, 1 jan. 2013.

ZHONG, S.; SHI, M.; CHEN, Z. The AC response of polymer-coated mortar specimens. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 6, p. 983–987, 1 jun. 2002.