



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE
CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE
MATERIAIS POLICRISTALINOS**

por
Ana Natália Fragoso de Almeida

*Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da Paraíba para
obtenção do grau de Doutor*

João Pessoa - PB

2026



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE
CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE
MATERIAIS POLICRISTALINOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Mecânica, na
área de Processos de Fabricação, da
Universidade Federal da Paraíba, como
requisito para obtenção do título de Doutor
em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Sandro Marden Torres

João Pessoa - PB

2026

Catalogação na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

A447d Almeida, Ana Natalia Fragoso de.

Desenvolvimento de metodologia de caracterização e
quantificação de materiais policristalinos / Ana
Natalia Fragoso de Almeida. - João Pessoa, 2026.
155 f. : il.

Orientação: Sandro Marden Torres.
Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Engenharia forense. 2. Engenharia de materiais.
3. Materiais de construção. 4. Conformidade técnica. 5.
Caracterização microestrutural. 6. Compósitos
cimentícios. I. Torres, Sandro Marden. II. Título.

UFPB/BC

CDU 621(043)

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

por

Ana Natália Fragoso de Almeida

Tese Aprovada em 16 de Março de 2026

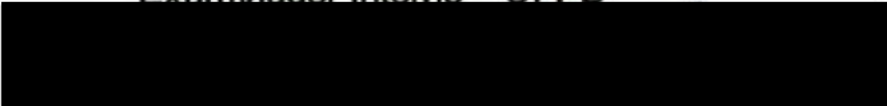
Período letivo 2026.1

Banca Examinadora:


Prof. Dr. Sandro Marden Torres
Orientador – UFPB


Profa. Dra. Kelly Cristiane Gomes da Silva
Examinadora Interna – UFPB


Prof. Dr. Lucídio dos Anjos Formiga Cabral
Examinador Interno – UFPB


Prof. Dr. Antônio Farias Leal
Examinador Externo – UFPB


Prof. Dr. José Alysson Déhon Moraes Medeiros
Examinador Externo – PF


Prof. Dr. Thiago Mendonça Muniz de Albuquerque
Examinador Externo – PF

João Pessoa - PB

2026

***“Para que todos vejam, e saibam, e
considerem, e juntamente entendam
que a mão do Senhor fez isso.”
Isaias 41:20***

AGRADECIMENTOS

A Deus, toda honra e toda glória. Agradeço, primeiramente, ao Senhor, que foi meu sustento, minha fortaleza e minha direção ao longo de toda esta caminhada. Nos momentos de incerteza, foi Ele quem me concedeu sabedoria; nas dificuldades, foi Ele quem renovou minhas forças; e nas conquistas, foi Ele quem me lembrou que tudo provém de Sua graça. Sem a presença constante de Deus em minha vida, esta trajetória não teria sido possível.

Aos meus pais, Rakel e Roberto, minha eterna gratidão por não medirem esforços para a minha formação educacional e pessoal. Obrigada pelo amor incondicional, pelo cuidado, pelo zelo, pelas renúncias silenciosas e por todos os momentos compartilhados ao longo desses anos. Vocês são meu exemplo de caráter, dedicação e fé.

À minha família, que sempre esteve ao meu lado com palavras de incentivo, orações e apoio constante, agradeço por compreenderem minhas ausências, por celebrarem cada pequena conquista e por serem meu alicerce emocional em todas as etapas desta jornada.

Ao meu namorado, Thiago Ribeiro, agradeço pelo companheirismo, pela paciência e pelo apoio inabalável. Obrigada por acreditar no meu potencial, por me encorajar nos momentos de cansaço e por caminhar ao meu lado com amor e compreensão.

Ao Grupo de Perícias de Engenharia Legal da Polícia Federal na Paraíba, registro minha profunda gratidão pela oportunidade de participar do PROCAD e pelo ambiente de aprendizado proporcionado. Em especial, aos Peritos Criminais Federais José Alysson Medeiros e Thiago Albuquerque, agradeço pelo conhecimento técnico compartilhado e pela confiança.

Aos meus amigos Rochanna, Glauco, Wesley e Jennef, obrigada por dividirem comigo os desafios e as alegrias desta trajetória acadêmica. O apoio, as conversas, o incentivo e a presença de vocês tornaram essa caminhada mais leve e significativa.

Ao meu orientador, Sandro Marden, expresse minha sincera gratidão pela orientação segura, pela confiança depositada em mim, pelas contribuições técnicas fundamentais e pelo incentivo constante ao pensamento crítico e científico.

Por fim, agradeço à banca examinadora pela disponibilidade em aceitar o convite e por contribuírem, com suas valiosas considerações, para o aprimoramento deste trabalho.

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE MATERIAIS POLICRISTALINOS

RESUMO

A necessidade de perícias legais em obras públicas tem se intensificado nos últimos anos, tornando imprescindível a verificação da composição e da conformidade dos materiais empregados em relação aos padrões técnicos estabelecidos em editais de licitação. Entre os principais materiais empregados na construção civil destacam-se o clínquer, o cimento, a argamassa e o concreto, cuja caracterização adequada é essencial para garantir a integridade estrutural, a durabilidade e o desempenho das construções. Considerando a variabilidade no desempenho estrutural de acordo com as proporções de materiais utilizados, este trabalho propõe uma metodologia voltada à avaliação técnico-pericial de materiais aplicados na engenharia civil, com ênfase na identificação de conformidades com os padrões estabelecidos em editais de licitações, que possam comprometer a segurança ou configurar irregularidades em obras públicas. No entanto, há necessidade de desenvolvimento de metodologias que permitam avaliações quantitativas consolidadas de composições de materiais polifásicos utilizando técnicas avançadas de caracterização microestrutural, e que possam ser utilizadas na realização dos exames periciais. Essa integração metodológica proporciona maior precisão na verificação da composição e no diagnóstico de não conformidades, subsidiando tecnicamente a atuação da Engenharia Legal. A abordagem empregada utiliza a combinação das técnicas avançadas de caracterização, como Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) aplicadas às quantificações das fases cristalinas de clínquer e cimento Portland, argamassas e concretos. Os resultados obtidos demonstram a aplicabilidade da metodologia proposta como ferramenta robusta e confiável para o controle da qualidade e a verificação pericial de materiais empregados na construção civil.

Palavras-chave: Engenharia Forense; Engenharia de Materiais; Materiais de construção; Conformidade técnica; Caracterização microestrutural, Compósitos Cimentícios.

DEVELOPMENT OF A METHODOLOGY FOR CHARACTERIZING AND QUANTIFYING POLYCRYSTALLINE MATERIALS

ABSTRACT

The need for legal expertise in public works has intensified in recent years, making it essential to verify the composition and compliance of the materials used in relation to the technical standards established in tender notices. Among the main materials used in civil construction are clinker, cement, mortar, and concrete, whose proper characterisation is essential to ensure the structural integrity, durability, and performance of buildings. Considering the variability in structural performance according to the proportions of materials used, this study proposes a methodology focused on the technical assessment of materials used in civil engineering, with an emphasis on identifying conformities with the standards established in tender notices, which may compromise safety or constitute irregularities in public works. However, there is a need to develop accessible methodologies that allow for consolidated quantitative assessments of polyphasic material compositions using advanced microstructural characterisation techniques, and which can be used in the conduct of forensic examinations. This methodological integration provides greater accuracy in verifying composition and diagnosing non-conformities, technically supporting the work of Legal Engineering. The approach employed uses a combination of advanced characterisation techniques, such as X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) applied to the quantification of the crystalline phases of clinker and Portland cement, mortars and concretes. The results obtained demonstrate the applicability of the proposed methodology as a robust and reliable tool for quality control and expert verification of materials used in civil construction.

Keywords: Forensic engineering; Materials engineering; Construction materials; Technical compliance; Microstructural characterisation, Cementitious composites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema conceitual da hierarquização e da interface entre as Ciências Forenses, a Perícia Legal, a Engenharia Legal e a Engenharia Forense.....	25
Figura 2. Etapas de transformação dos materiais cimentícios, desde o clínquer até a formação do cimento Portland, argamassa e concreto.....	31
Figura 3. Temperaturas de transformações polimórficas da alita.....	33
Figura 4. Temperaturas de transformações polimórficas da belita – sob pressão atmosférica.....	34
Figura 5. Esquema da difração de Bragg.....	51
Figura 6. Influência do tamanho de cristalito no alargamento dos picos de difração de raios X.....	54
Figura 7. Interação do feixe incidente na amostra.....	55
Figura 8. Disposição da amostra de acordo com a região escolhida.....	56
Figura 9. Resultados de análises de DRX para amostra de concreto.....	57
Figura 10. Resultado de análise de MEV/EDS para amostra de concreto.....	57
Figura 11. Cominuição da amostra garantindo uma distribuição estatística das partículas.....	58
Figura 12. Cominuição de um grão de areia a partículas de 20 μ , aumentando a distribuição estatística das partículas.....	59
Figura 13. Parâmetros da equação do método de Refinamento de Rietveld e suas contribuições para a intensidade calculada do difratograma.....	61
Figura 14. Variação da intensidade relativa normalizada em função da fração volumétrica ou concentração da fase em um sistema binário.....	62
Figura 15. Comparação da curva de refinamento para mesma amostra.....	64
Figura 16. Esquema da coluna de um Microscópio Eletrônico de Varredura.....	67
Figura 17. Interações do Feixe de Elétrons com a Amostra e Geração de Sinais no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	68
Figura 18: Imagem por elétrons retroespalhados (esquerda) e mapeamento por raios X característicos (direita), evidenciando contraste composicional e distribuição química.....	70

Figura 19: Fluxo ilustrativo de análise de imagens microestruturais, da micrografia para a segmentação, classificação e quantificação das fases.....	72
Figura 20. Amostras trabalhadas na validação da metodologia a ser aplicada.....	74
Figura 21: Traços de argamassa (1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12) e diferentes granulometrias de areia: fina, média, grossa e sem controle.....	74
Figura 22. Representação ilustrativa da estrutura de barragem com indicação dos pontos de coleta das amostras de concreto utilizados na análise.....	75
Figura 23. Fluxograma da estruturação e do delineamento experimental da pesquisa.....	78
Figura 24. Amostra de superfície polida e metalizada pronta para ensaio de MEV.....	81
Figura 25. Etapa de moagem e peneiramento da amostra.....	84
Figura 26: Fluxograma metodológico.....	86
Figura 27. Variação da fração de fases cristalinas em função da malha de peneiramento, obtida por DRX, evidenciando a influência do controle granulométrico na quantificação das fases.....	88
Figura 28 Correlação inversa entre os teores de portlandita e cal livre obtidos a partir da análise por DRX.....	89
Figura 29. Influência da malha de peneiramento na quantificação das fases C_3S e C_2S por DRX, com comparação entre diferentes condições de preparação das amostras.....	90
Figura 30. Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado e na estimativa do traço cimento:agregado da argamassa 1:2:8.....	92
Figura 31. Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado e na estimativa do traço cimento:agregado da argamassa 1:2:12.....	93
Figura 32. Distribuição percentual das fases cristalinas associadas ao material cimentício e ao agregado em amostras de argamassa com diferentes composições.....	95
Figura 33. Estimativa da proporção do traço cimento:agregado em argamassas com diferentes composições, obtida a partir da quantificação das fases cristalinas por DRX.....	95
Figura 34. Relação entre teor de agregado por pasta de cimento teórica e obtida por DRX.....	98

Figura 35. Micrografias por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das argamassas com diferentes composições e condições de preparo, evidenciando a morfologia dos agregados, a matriz cimentícia e a distribuição das fases.....	103
Figura 36. Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS das argamassas, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados: a) F4, b) M4, c) G4.....	105
Figura 37. Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa industrial, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.....	108
Figura 38. Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa 1:2:10, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.....	110
Figura 39. Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa 1:2:12, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.....	111
Figura 40. Análise comparativa da distribuição de Ca e Si em argamassas de diferentes traços por MEV/EDS e processamento MAZE; a) F4, b) M4, c) G4, d) Industrial, e) 1:2:10 e f) 1:2:12.....	115
Figura 41. Avaliação comparativa do teor de cálcio (Ca) em argamassas com diferentes traços.....	118
Figura 42. Avaliação comparativa do teor de silício (Si) em argamassas com diferentes traços.....	119
Figura 43. Avaliação comparativa do teor de vazios e poros em argamassas com diferentes traços.....	120
Figura 44. Influência do tempo de moagem e da fração granulométrica (retido e passante na peneira 400) na quantificação mineralógica de uma amostra de concreto por DRX.....	122
Figura 45: Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado dos concretos F2 30 e F3B 34.....	125
Figura 46: Influência do tempo de moagem e da fração passante na estimativa do traço cimento:agregado dos concretos F2 30 e F3B 34.....	126
Figura 47. Quantificação das fases cristalinas identificadas pelo método Rietveld-DRX.....	128
Figura 48. Frações relativas cimentícia e de agregado obtidas por DRX–Rietveld para amostras de concreto.....	129

Figura 49. Estimativa do traço em volume do concreto a partir da razão cimentício/agregado determinada por DRX–Rietveld.....	130
Figura 50. Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS dos concretos, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados: a) F2-36 e b) F3B-31.....	132
Figura 51. Análise comparativa da distribuição de Ca e Si em argamassas de diferentes traços por MEV/EDS e processamento MAZE; a) F2-36m e b) F3B-31m.....	136
Figura 52. Fluxograma do protocolo para tomada de decisão para caracterização de materiais cimentícios.....	140

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Detalhes estruturais das possíveis fases presentes no clínquer Portland (DE LA TORRE 2012).....	29
Tabela 2. Nomenclatura das argamassas analisadas em cada etapa.....	67
Tabela 3. Nomenclatura dos concretos analisados em cada etapa.....	68

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	15
2. OBJETIVOS.....	21
2.1. Objetivo Geral.....	21
2.2. Objetivos Específicos.....	21
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	22
3.1. Engenharia Forense Aplicada à Obras Públicas.....	22
3.2. Materiais de Compósitos Cimentícios.....	29
3.2.1. Clínquer e Cimento.....	31
3.2.2. Argamassas.....	37
3.2.2.1. Constituição das Argamassas.....	38
a) Cimento Portland.....	38
b) Água.....	38
c) Areia/Agregado.....	38
d) Cal Hidratada.....	38
3.2.2.2. Propriedades Requeridas para as Argamassas.....	39
3.2.2.3. Traços de Argamassas.....	41
3.2.3. Concreto.....	42
3.2.3.1. Constituição do Concreto.....	43
a) Cimento Portland.....	43
b) Água.....	43
c) Agregados.....	44
d) Aditivos.....	45
3.2.3.2. Propriedades Requeridas para o Concreto.....	45
3.2.3.3. Dosagem e Traços de Concreto.....	48
3.3. Técnicas Integradas Para Caracterização De Compósitos Cimentícios.....	49
3.3.1. Difratometria De Raios X e o Método Rietveld.....	50
3.3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura.....	65
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	73

4.1. Natureza das Amostras.....	73
4.2. Estruturação e Delineamento Experimental.....	76
4.3. Metodologia de Preparação e Ajuste de Variáveis.....	79
4.4. Técnicas de Caracterização.....	84
4.4.1. Difratometria de Raios-X.....	84
4.4.2. Microscopia Eletrônica De Varredura Com Espectroscopia De Dispersão De Energia.....	85
4.5. Fluxograma Metodológico.....	85
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	87
5.1. Amostras de Clínquer.....	87
5.1.1. Composição Mineralógica.....	87
5.2. Amostras de Argamassas.....	91
5.2.1. Composição Mineralógica.....	91
5.2.2. Análise de Imagens.....	101
5.2.3. Análise MAZE.....	112
5.3. Amostras de Concreto.....	121
5.3.1. Composição Mineralógica.....	121
5.3.2. Análise de Imagens.....	130
5.3.3. Análise MAZE.....	134
5.4. Consolidação da Metodologia e Protocolo de Tomada de Decisão.....	137
6. CONCLUSÕES.....	140
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	142
 REFERÊNCIAS.....	 143
 REFERÊNCIAS.....	 153

1. INTRODUÇÃO

A atividade da construção civil constitui um dos pilares estruturantes das economias contemporâneas, exercendo influência direta sobre a organização do espaço urbano, a oferta de infraestrutura e a dinâmica do mercado de trabalho. Trata-se de um setor intensivo em mão de obra e fortemente articulado a diversas cadeias produtivas, o que explica sua expressiva contribuição para o Produto Interno Bruto (PIB). Em países de economia consolidada, essa participação pode alcançar valores entre 7% e 10%, enquanto, nas economias em desenvolvimento, os percentuais situam-se, em geral, entre 3% e 6% (OLIVEIRA et al., 2021). Nessas últimas, o setor assume uma função estratégica como instrumento de implementação de políticas públicas voltadas ao enfrentamento do déficit habitacional e à indução do crescimento econômico (LIMA; DOURADO; SILVA, 2022).

No Brasil, as características territoriais e socioeconômicas impõem desafios significativos à provisão de infraestrutura, o que tem motivado elevados aportes de recursos públicos ao longo das últimas décadas. Esses investimentos não se limitam a obras de grande vulto, mas também abrangem intervenções de menor escala, destinadas à ampliação do acesso da população a serviços essenciais. Registros oficiais indicam que, entre 2000 e 2023, os dispêndios federais com obras públicas superaram a marca de um trilhão de reais, contemplando desde edificações institucionais até sistemas de saneamento, saúde e educação (BRASIL, 2024).

A relevância do setor no contexto nacional é evidenciada por sua participação no PIB. No intervalo de 2003 a 2013, a construção civil respondeu, em média, por 8,6% da riqueza produzida no país, percentual que se elevou para aproximadamente 10,7% nos anos posteriores (LIMA; DOURADO; SILVA, 2022). Tal crescimento reforça a necessidade de mecanismos rigorosos de controle técnico, uma vez que a qualidade dos materiais empregados e a conformidade com as especificações contratuais são fatores determinantes para o desempenho, a durabilidade e a segurança das obras, bem como para a adequada aplicação dos recursos públicos.

Apesar de sua importância econômica e social, a construção civil apresenta fragilidades estruturais que a tornam particularmente vulnerável a irregularidades. A literatura especializada

aponta que práticas como corrupção, fraude e inobservância de padrões técnicos são recorrentes nesse setor, com impactos diretos na eficiência dos investimentos em infraestrutura (KENNY, 2007; CHAN et al., 2017; LOPES, 2011; MONTEIRO et al., 2020). No cenário brasileiro, investigações conduzidas por órgãos de controle frequentemente identificam situações de superfaturamento de serviços, emprego de materiais com desempenho inferior ao especificado e manipulação das proporções dos insumos utilizados nas obras. Estimativas indicam que tais práticas resultam em perdas anuais da ordem de bilhões de reais em contratos públicos de engenharia (LOPES, 2022).

Aliada a essa suscetibilidade, é possível que as construções apresentem manifestações patológicas. Essas podem ter origem nos aspectos relativos aos materiais constituintes, ao ambiente de exposição da estrutura e a possíveis falhas decorrentes do processo de planejamento e execução. O crescimento acelerado da construção civil impõe uma necessidade de inovações que implicam uma aceitação implícita de maiores riscos. Somados a esses riscos, podem haver falhas involuntárias e casos de imperícia que resultem em desempenho insatisfatório em algumas estruturas, de acordo com a finalidade a que se propunham (SOUZA E RIPPER, 2009).

Nesse contexto, a Engenharia Forense emerge como um campo de conhecimento fundamental, no qual se utilizam conhecimentos da engenharia na esfera jurídica para subsidiar processos investigativos e judiciais por meio de análises técnicas e científicas de alta precisão. A Polícia Federal exerce papel estratégico no combate à malversação do erário em obras públicas, sobretudo no âmbito da criminalística, por meio dos Peritos Criminais Federais que atuam na área da engenharia legal, onde têm se dedicado à análise técnico-científica dos componentes de obras públicas sob suspeita de irregularidades, conduzindo análises que buscam avaliar tanto a quantidade quanto a qualidade dos serviços executados. A atuação da perícia revela a necessidade crescente de metodologias robustas e cientificamente embasadas, capazes de sustentar as conclusões apresentadas em laudos com alto grau de precisão e confiabilidade, uma vez que as formas de fraude evoluem paralelamente às técnicas construtivas (MARTINS et al., 2022).

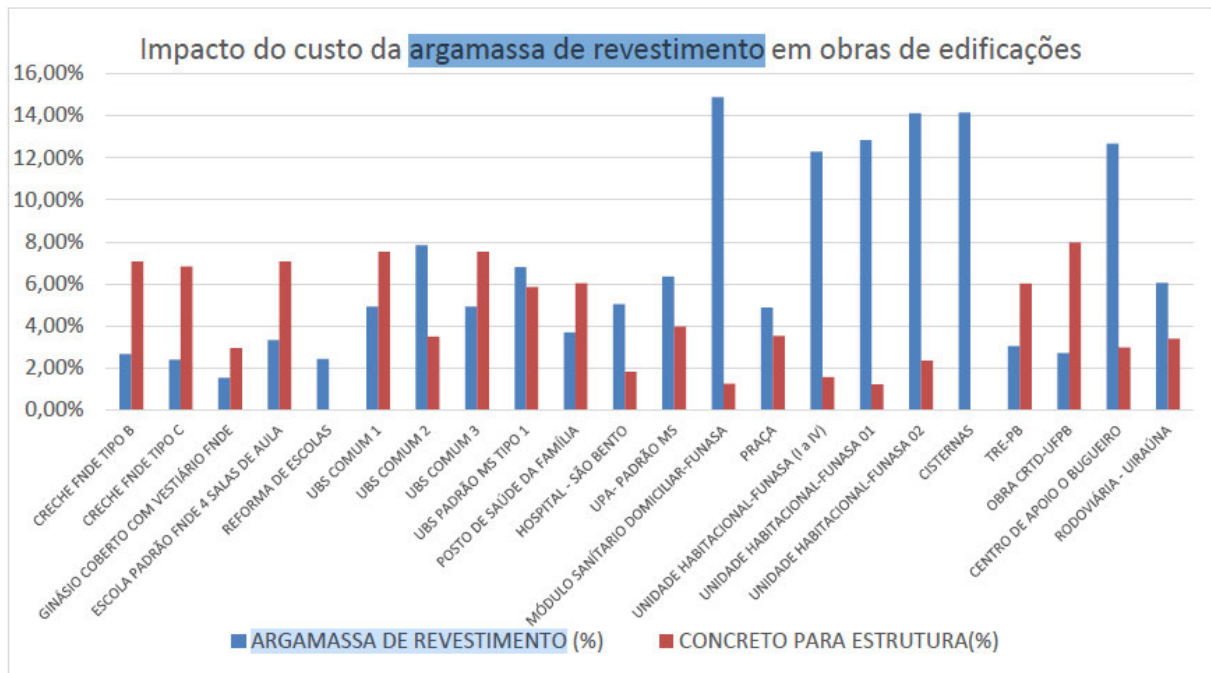
Embora historicamente vinculada à Engenharia Civil, a perícia em obras públicas necessita da incorporação de conhecimentos e métodos de outras engenharias, como a Engenharia de Materiais, sobretudo no que se refere à caracterização de materiais cimentícios.

Isso se deve ao fato de que muitos dos materiais empregados na construção, como clínquer, cimento Portland, concreto e argamassas, apesar de partilharem a mesma base de constituintes (ligantes hidráulicos e agregados), apresentam composições complexas e variáveis, cuja avaliação requer técnicas analíticas avançadas (RIBEIRO, 2021). Essa diversidade torna a correta caracterização dos materiais uma etapa indispensável para a análise pericial, na medida em que possibilita determinar se os insumos aplicados em determinada obra atendem às especificações previstas em edital, ou se foram substituídos por materiais de qualidade inferior ou composições inadequadas, prática frequentemente associada ao superfaturamento e a outras formas de desvio de recursos públicos (VELHO, 2017; DEUTSCH, 2023).

Os materiais cimentícios constituem, portanto, um foco de especial interesse pericial. O clínquer, principal componente do cimento Portland, é obtido pela calcinação de misturas ricas em calcário e argila, resultando em compostos como o silicato tricálcico e o aluminato tricálcico, fases que definem o desempenho mecânico e químico do cimento. O cimento, ao reagir com a água, forma produtos hidratados responsáveis pela resistência e durabilidade de concretos e argamassas. O concreto, material estrutural mais empregado no mundo, combina cimento, agregados graúdos e miúdos e aditivos, enquanto a argamassa, composta por cimento, cal, areia e água, desempenha papel essencial em revestimentos e assentamentos. A variação inadequada de qualquer desses componentes pode comprometer a integridade estrutural e o desempenho das edificações (MEHTA E MONTEIRO, 2008).

Cada material empregado na construção civil possui um impacto econômico distinto, podendo materiais de menor valor, quando utilizados em grandes quantidades, gerar custos superiores aos de materiais estruturais. Estudos recentes (ALBUQUERQUE, 2025) indicam que, em diversas obras de edificações, dependendo do porte da obra, o custo total da argamassa de revestimento supera o das estruturas de concreto, como pode ser visto na Figura 02. Dessa forma, materiais muitas vezes considerados secundários podem assumir um papel central na análise financeira e qualitativa de uma obra quando observados sob a perspectiva pericial.

Figura 02: Gráfico contendo a relevância no custo global dos serviços de argamassa de revestimento e concreto para estruturas das principais obras de edificação objeto de perícia.



Fonte: Albuquerque, 2025.

Existem diversas formas de caracterização de materiais, cada uma voltada a aspectos específicos que podem ser relevantes em contextos legais e periciais. Dentre essas abordagens, a caracterização microestrutural destaca-se como uma ferramenta crucial para compreender a estrutura íntima dos materiais em uma escala de detalhamento microscópico (SCRIVENER et al., 2016). Essa análise é essencial não apenas para compreender o desempenho dos materiais, mas também para identificar adulterações ou substituições de componentes que possam comprometer sua qualidade (LOPES, 2011).

Nesse contexto, a Engenharia de Materiais oferece um conjunto de técnicas avançadas que permitem investigar detalhadamente a microestrutura, a composição química e mineralógica e a morfologia dos compósitos cimentícios (HABIB et al., 2024). Entre as metodologias de maior relevância, destaca-se a Difração de Raios X (DRX), capaz de identificar fases cristalinas, determinar parâmetros de rede e avaliar cristalinidade, permitindo compreender a composição mineralógica de concretos, argamassas e cimentos. Quando associada ao método de Rietveld (RIETVELD, 1969), amplia ainda mais seu potencial, permitindo quantificar fases, determinar tamanhos de cristalitos, analisar tensões residuais e realizar refinamentos estruturais (CULLITY, 1967).

Além do DRX, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), frequentemente acoplada à Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), é outro recurso essencial. O MEV permite observar a morfologia e a microestrutura de compósitos cimentícios, revelando detalhes como a distribuição de poros, as interfaces entre pasta e agregado, a ocorrência de microfissuras e eventuais manifestações patológicas, além de fornecer informações sobre a composição elementar do material em nível local, permitindo identificar adições minerais, resíduos ou adulterações (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

Complementarmente, o uso de softwares de processamento e segmentação de imagens, como o MAZE, amplia significativamente o potencial analítico dessas técnicas. Por meio da segmentação digital das micrografias obtidas no MEV, torna-se possível quantificar parâmetros microestruturais de forma mais objetiva, como fração de porosidade, distribuição de fases, conectividade de vazios e proporção entre matriz cimentícia e agregados. Essa abordagem reduz a subjetividade da análise visual e permite a extração de dados quantitativos robustos, fundamentais em contextos periciais

A aplicação conjunta dessas técnicas tem potencial para ampliar a capacidade da perícia criminal de verificar a conformidade das composições empregadas na obra com aquelas especificadas em editais e contratos de licitação, elevando o nível de precisão técnica das conclusões. Apesar da robustez dessas técnicas, a aplicação delas no contexto pericial não é trivial. Um dos principais desafios reside no preparo adequado das amostras, uma vez que fatores como granulometria, moagem, secagem, homogeneização e até mesmo a escolha do ponto de coleta podem afetar diretamente os resultados (LOPES, 2011).

Apesar das técnicas de difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva terem resoluções da escala manométrica e micrométrica, respectivamente, suas aplicações em rotina pericial requerem metodologias que contemplem as diversas complexidades dos materiais compósitos. No tocante à difração de raios X, os materiais compósitos podem apresentar variações significativas em seus parâmetros cristalográficos e, conseqüentemente, suas respostas espectrais podem apresentar um grau de complexidade elevado, haja vista seus efeitos na quantidade e nas características das projeções difratométricas, o que requer critérios claros e eficazes na construção de modelos cristalográficos aplicáveis ao refinamento estrutural simultâneo das fases. Com referência às

análises de imagens e química por microscopia, os materiais compósitos comumente apresentam durezas bastante diferentes, especialmente entre as matrizes e os seus agregados, trazendo uma alta complexidade na etapa de preparação de amostra uma vez que há grande necessidade em se ter superfícies adequadas para minimizar aberrações oriundas das grandes distorções geradas pelas topologias irregulares, criando problemas tanto de foco de imagem quanto de resolução química atrelados às detecções dos elétrons retroespalhados e das energias dispersivas.

Na prática pericial, em que muitas vezes a coleta de materiais a serem periciados é realizada em ambientes adversos, a padronização desses procedimentos torna-se ainda mais crítica. A ausência de protocolos claros pode resultar em inconsistências entre análises, dificultando a comparação dos resultados apresentados nos laudos e reduzindo a confiabilidade científica perante instâncias jurídicas. Por isso, é imprescindível o desenvolvimento de metodologias adaptadas ao contexto e ao rigor técnico-científico exigidos pelos exames periciais, considerando a realidade dos laboratórios das Unidades de Criminalística no âmbito federal e de seus parceiros em todas as unidades da Federação. Assim, o objetivo desta pesquisa foi desenvolver uma metodologia de preparação e análise de amostras para ensaios de difração de raios X, com foco na representatividade estatística dos resultados e na aplicabilidade em análises periciais relacionadas a obras públicas.

O presente trabalho insere-se no contexto do Programa de Cooperação Acadêmica em Segurança Pública e Ciências Forenses (PROCAD), fruto da parceria entre a Universidade Federal da Paraíba (UFPB) e a Polícia Federal. A contribuição esperada não se restringe à elaboração de uma metodologia que auxilie os peritos criminais na verificação de possíveis fraudes e adulterações em contratos, mas estende-se à estruturação de procedimentos laboratoriais sistematizados, capazes de assegurar a uniformização das análises, controle da variabilidade experimental e a rastreabilidade dos resultados. Assim, busca-se fortalecer a atuação da perícia criminal da Polícia Federal, ampliando sua capacidade de subsidiar processos judiciais e de coibir práticas ilícitas na aplicação de recursos públicos em obras de engenharia.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Desenvolver e propor uma metodologia científica aplicável e reproduzível para auxiliar a engenharia pericial na análise quantitativa de materiais polifásicos, fundamentada na caracterização microestrutural e mineralógica, com vistas a estabelecer parâmetros técnicos que sirvam para análise de conformidade dos serviços de construção civil aplicados em empreendimentos financiados com recursos públicos, contribuindo para o aprimoramento da confiabilidade, da rastreabilidade e da validade científica dos exames periciais no âmbito da engenharia forense.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Avaliar os efeitos dos procedimentos de preparação de amostras de materiais cimentícios na quantificação de fases minerais por difração de raios X (DRX).
- b) Integrar técnicas de caracterização avançadas, por meio da aplicação conjunta de DRX com refinamento de Rietveld, MEV/EDS e MAZE, para identificação e quantificação das fases constituintes de clínquer, argamassas e concretos.
- c) Avaliar a capacidade da metodologia de identificar e diferenciar traços, analisando a proporção agregado/pasta em argamassas e concretos e comparando os resultados experimentais aos valores teóricos especificados.
- d) Consolidar subsídios técnicos para a Engenharia Forense, por meio da proposição de um padrão metodológico reproduzível e cientificamente robusto para apoio à elaboração de exames periciais em obras públicas.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. ENGENHARIA FORENSE APLICADA ÀS OBRAS PÚBLICAS

O setor da construção civil desempenha papel central no desenvolvimento econômico e social de qualquer nação. Responsável pela geração de emprego, renda e infraestrutura, esse segmento representa entre 7% e 10% do Produto Interno Bruto (PIB) de países desenvolvidos e entre 3% e 6% em países em desenvolvimento (OLIVEIRA et al., 2021). Nos países em desenvolvimento, em especial, a construção civil funciona como motor estratégico da economia, contribuindo para a redução do déficit habitacional, a geração de empregos e o estímulo ao mercado de matérias-primas (LIMA; DOURADO; SILVA, 2022).

No Brasil, país marcado por grandes desigualdades regionais, os investimentos em infraestrutura têm se intensificado ao longo das últimas décadas. Esses investimentos abrangem tanto obras de grande porte quanto intervenções de menor escala direcionadas à melhoria das condições de vida da população. Entre 2000 e 2023, mais de um trilhão de reais foi aplicado em obras públicas distribuídas por milhares de municípios, incluindo edificações, sistemas de abastecimento de água, unidades de saúde, escolas e outros serviços essenciais (BRASIL, 2024). A relevância econômica do setor é evidente: entre 2003 e 2013, a construção civil representou, em média, 8,6% do PIB brasileiro, percentual que subiu para 10,7% após 2013 (LIMA; DOURADO; SILVA, 2022).

Contudo, essa relevância significativa vem acompanhada de vulnerabilidades. A literatura internacional (KENNY, 2007; CHAN et al., 2017) e nacional (LOPES, 2011; MONTEIRO et al., 2020) enfatiza que a construção civil é um dos setores mais expostos a práticas de corrupção e fraude. No Brasil, práticas como superfaturamento na execução de serviços de engenharia em obras públicas, a utilização de materiais com qualidade inferior às especificadas e a adulteração das proporções de insumos aplicados nas obras são alguns dos ilícitos mais recorrentes apontados em investigações conduzidas por órgãos de controle. Estima-se que bilhões de reais sejam desviados anualmente em contratos governamentais relacionados a obras públicas (LOPES, 2022).

É nesse cenário que se insere a perícia legal e, de maneira mais ampla, as Ciências Forenses. A criminalística no Brasil consolidou-se como instrumento indispensável para a produção de prova técnico-científica, voltada ao esclarecimento de fatos de interesse judicial, administrativo ou investigativo. À medida que as relações sociais e econômicas se tornaram mais complexas, cresceu também a necessidade de decisões fundamentadas em conhecimento especializado, sobretudo em temas que extrapolam o domínio estritamente jurídico e envolvem estruturas, materiais, sistemas construtivos e grandes contratos de infraestrutura. Logo, as Ciências Forenses assumem um papel central na mediação entre o mundo técnico e o jurídico (ALBUQUERQUE, 2025).

Tradicionalmente, as Ciências Forenses são definidas como o conjunto de disciplinas que aplicam princípios da física, química, biologia, matemática, geociências e engenharia à análise de vestígios, com vistas à solução de controvérsias legais (SEBASTIANY et al., 2012). Em formulações contemporâneas, inspiradas na Declaração de Sydney (IAFS/2022), a ciência forense passa a ser entendida como um trabalho baseado em casos reais, orientado pelo método científico, que estuda vestígios para compreender eventos anômalos de interesse público, reconhecendo explicitamente que lida com incertezas, assimetrias temporais e a necessidade de contextualizar cada achado (VELHO et al., 2017). Essa visão rompe com a ideia de uma técnica infalível e destaca a importância de metodologias claras, reprodutíveis e criticáveis para sustentar conclusões empregadas em processos judiciais e administrativos.

A construção histórica das ciências forenses no Brasil reforça a trajetória de aperfeiçoamento. A visita de Rudolph Reiss em 1913 representou um marco para a implementação de práticas sistemáticas de investigação científica, influenciando diretamente a formação da criminalística no país, que antes se restringia à medicina legal (SOGLIO, 2015). A partir daí, institutos de criminalística e laboratórios especializados foram criados, acompanhados de desenvolvimento normativo, capacitação profissional e da expansão da atividade pericial. Programas recentes, como o Programa de Cooperação Acadêmica em Segurança Pública e Ciências Forenses - PROCAD, demonstram que o campo continua em expansão, tanto no nível científico quanto no institucional.

Nesse amplo contexto das ciências forenses, a engenharia ocupa um lugar particular. Em seu sentido mais geral, a engenharia é a ciência que transforma recursos da natureza em benefício humano, combinando conhecimentos científicos e matemáticos, além de criatividade,

para resolver problemas técnicos cotidianos. Quando esses conhecimentos são mobilizados para esclarecer fatos de relevância jurídica, surge o domínio da engenharia aplicada à prova: a Engenharia Legal e/ou Engenharia Forense. É nesse espaço de interface técnico-jurídica que se estruturam as perícias de engenharia, responsáveis por esclarecer fatos, reconstruir eventos e fornecer subsídios objetivos à tomada de decisão por juízes, promotores, gestores públicos e autoridades policiais (VELHO et al., 2021).

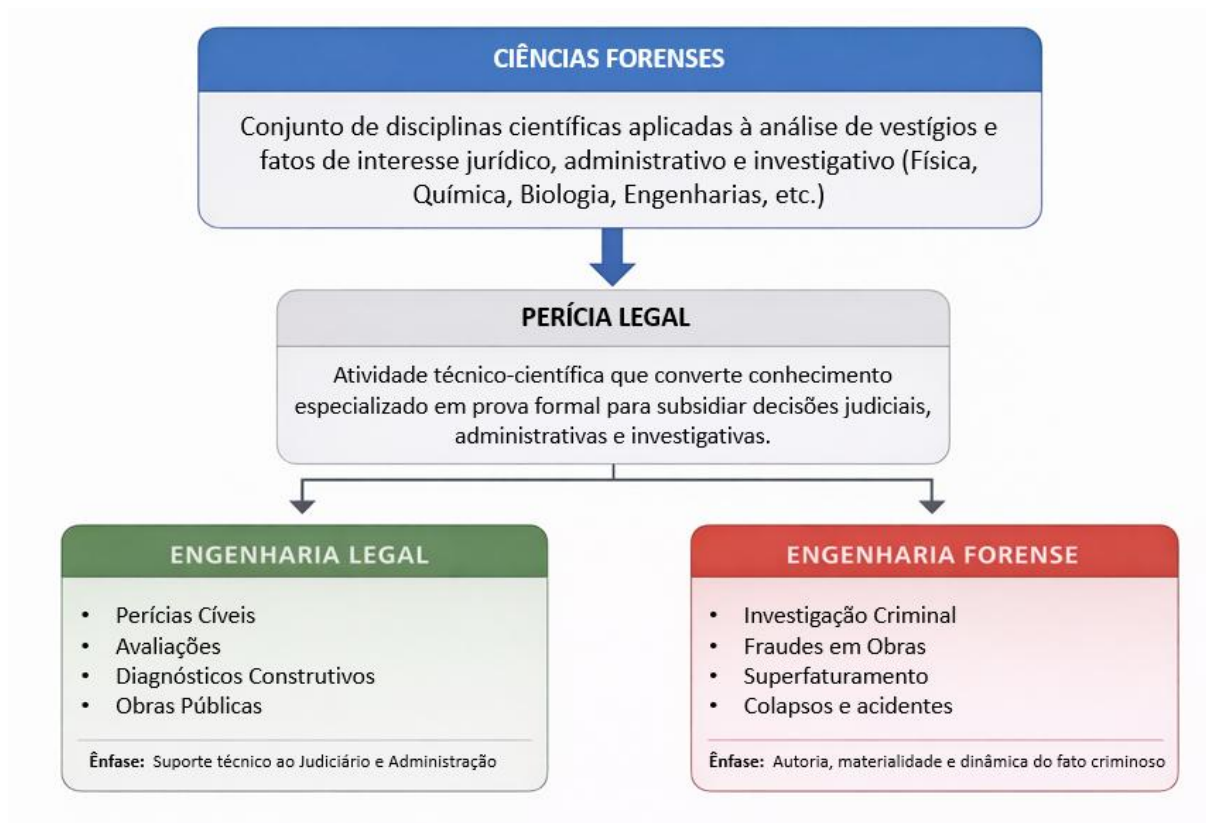
A norma NBR 14.653-1 (ABNT, 2019) define a Engenharia Legal como a parte da engenharia que atua na interface técnico-legal, abrangendo avaliações e toda espécie de perícias relacionadas a procedimentos judiciais. De forma convergente, o Instituto Brasileiro de Avaliações e Perícias de Engenharia (IBAPE) a conceitua como o conjunto de atividades de engenheiros voltadas à solução de problemas jurídicos que dependem de conhecimentos técnicos, traduzindo a função do perito em matéria de engenharia perante o Poder Judiciário. Historicamente, a Engenharia Legal foi formalmente incorporada ao rol de atribuições da profissão de engenheiro no Brasil com o Decreto n.º 23.569, de 11 de dezembro de 1933, que regulamentou o exercício de engenheiros, arquitetos e agrimensores e incluiu expressamente a prática de perícias e avaliações entre suas atividades típicas. Esse reconhecimento normativo pavimentou o caminho para a consolidação de uma cultura pericial técnica no país, que, posteriormente, foi reforçada pela criação de institutos de criminalística, conselhos profissionais e entidades como os IBAPes.

Já a Engenharia Forense é usualmente definida como um ramo especializado da criminalística que utiliza os recursos e conhecimentos da engenharia, em suas diversas modalidades (civil, de materiais, mecânica, elétrica, etc.), para o esclarecimento e prova de questões de fato de interesse da investigação criminal e da Justiça (RABELLO, 1996). Em outras palavras, é o segmento das ciências forenses em que se aplicam métodos de engenharia ao estudo de eventos como acidentes, colapsos estruturais, falhas em sistemas, incidentes ambientais e irregularidades em obras e serviços, sempre com vistas à apuração da autoria, da materialidade, da dinâmica e da responsabilidade (BOMTEMPO, 2016).

Na prática brasileira contemporânea, o termo Engenharia Legal aparece com maior frequência associado à engenharia diagnóstica, avaliações e perícias no âmbito cível, enquanto o termo Engenharia Forense consolidou seu uso para designar a atuação pericial em demandas criminais, acompanhando uma tendência internacional de reforçar a identidade científica e

investigativa da área, ainda que, na prática, os campos se sobreponham em vários aspectos. Em síntese, enquanto a Engenharia Legal fornece suporte técnico ao sistema de justiça em sentido amplo, a Engenharia Forense concentra-se na investigação causal de eventos críticos com repercussão jurídica.

Figura 1: Esquema conceitual da hierarquização e da interface entre as Ciências Forenses, a Perícia Legal, a Engenharia Legal e a Engenharia Forense.



Fonte: Autora.

Do ponto de vista prático, a Engenharia Forense abrange uma gama bastante ampla de exames periciais, entre eles: as perícias voltadas à constatação de ligações clandestinas, sinistros envolvendo obras de engenharia, máquinas e equipamentos, levantamentos em locais de esbulho possessório e de loteamentos irregulares, e a avaliação de bens. Apesar dessas abrangências, no âmbito da Polícia Federal, a principal aplicação da Engenharia Forense é subsidiar a comprovação ou não da ocorrência de crime, bem como identificar sua autoria, sempre de maneira coordenada, conforme exigido em casos de corrupção. Sua principal demanda converge para a criminalística e para a defesa da sociedade, com destaque para os

casos envolvendo perícia em obras públicas para fins de verificação de eventual malversação do erário (MARTINS et al., 2022; AGUIAR E MEDEIROS, 2017).

Nesse contexto, entende-se como obra pública toda construção, reforma, fabricação, recuperação ou ampliação de bens custeados com verba pública. A contratação destas obras deve obedecer ao regime jurídico estabelecido pela Lei n.º 14.133/2021, nova lei de licitações públicas, que substituiu gradualmente a antiga Lei n.º 8.666/1993. A nova lei redefine a dinâmica do processo licitatório, adotando como regra a inversão de fases (julgamento das propostas antes da habilitação), flexibilizando modalidades e ampliando regimes de execução, o que cria novas oportunidades, mas também novos pontos de vulnerabilidade a fraudes e irregularidades.

As modalidades licitatórias atualmente previstas não são mais escolhidas em função do valor, mas sim da natureza e das peculiaridades do objeto. Tal arcabouço legal busca aumentar a competitividade e garantir a seleção da proposta mais vantajosa para a Administração, mas sua operacionalização abre espaço para práticas ilícitas (FILHO, 2023). É justamente nesse ponto que a Engenharia Forense atua em estreita relação com a persecução penal e o controle externo, fornecendo elementos técnicos para a identificação de fraudes em licitações e de superfaturamentos em obras.

Entre os principais mecanismos de fraude à licitação, destacam-se o direcionamento de edital, o fracionamento indevido de objetos, o conluio entre empresas (formação de cartel) e os diversos tipos de superfaturamento. O conceito de superfaturamento, inicialmente desenvolvido pelo Tribunal de Contas da União no final dos anos 1990, foi aprofundado pela Polícia Federal a partir de 2002 e acabou por ser incorporado à legislação, aparecendo na Lei nº 13.303/2016 (Lei das Estatais) e, posteriormente, na própria Lei nº 14.133/2021. Quando se trata de obras públicas, um dos eixos centrais da Engenharia Forense é a análise de superfaturamento, tradicionalmente organizada em modalidades como sobrepreço, superfaturamento por quantidade e por qualidade, e o chamado “jogo de planilha” (CGU, 2023; TCU, 2009).

A planilha orçamentária é o instrumento norteador da execução e do acompanhamento da obra, abrangendo quantitativos, custos unitários, composição de insumos e de mão de obra, além do BDI (Bonificações e Despesas Indiretas). O sobrepreço ocorre quando os preços

contratados superam significativamente as referências de mercado, razão pela qual a Lei n.º 14.133/2021 determina o uso de sistemas oficiais de referência de custos utilizados pela administração pública, como o SINAPI (Sistema Nacional de Pesquisa de Custos e Índices da Construção Civil) e o SICRO (Sistema de Custos Rodoviários), para estimar valores. O superfaturamento por quantidade e/ou qualidade exige vistorias de campo e medições precisas, nas quais a perícia deve comparar o que foi efetivamente executado com o que foi pago, bem como verificar se a qualidade do que foi entregue atende às especificações contratuais e normativas. Já o jogo de planilha envolve manipulações contratuais, em geral por meio de aditivos, que desequilibram economicamente o contrato em favor do contratado, explorando diferenças de descontos entre itens majorados e itens reduzidos, muitas vezes ancoradas em projetos básicos deficientes (FILHO, 2023).

As obras de edificações, frequentemente periciadas pela Polícia Federal e financiadas pela União, envolvem uma ampla gama de serviços de engenharia que compõem o custo final do empreendimento, como estruturas de concreto armado, alvenaria, revestimentos em argamassa, pisos e revestimentos cerâmicos. Para identificar possíveis práticas de superfaturamento, é fundamental que o perito domine as metodologias construtivas e a caracterização adequada de cada serviço. Caso contrário, pode acabar validando quantitativos compatíveis com o contrato, mas executados em desacordo com as especificações, por exemplo, com proporções inadequadas de materiais. Nessas situações, além de não detectar prejuízos imediatos ao erário, o perito pode deixar de registrar danos potenciais de médio prazo, mais graves, decorrentes de patologias associadas à baixa qualidade dos revestimentos e demais componentes da obra (ALBUQUERQUE, 2025).

Os desafios contemporâneos enfrentados pela perícia criminal são múltiplos. Um deles diz respeito à crescente complexidade das fraudes, em que as adulterações se tornaram mais sofisticadas, incluindo o uso de materiais de baixa qualidade, manipulação de documentação, omissão de etapas de controle tecnológico e estratégias para ocultar vícios. Essas práticas dificultam a detecção por meio de inspeção visual e de técnicas simplórias, reforçando a necessidade de métodos analíticos avançados, sensíveis e reproduzíveis (LOPES, 2019).

É precisamente nesse ponto que a engenharia forense aplicada à análise físico-financeira de obras públicas exige métodos de caracterização técnica mais refinados, particularmente no que diz respeito à qualidade e à quantidade dos materiais empregados. Quando o

superfaturamento se manifesta na forma de “falta de qualidade”, ou seja, quando o material utilizado é inferior ao especificado, comprometendo o desempenho, a durabilidade ou a segurança da obra, a simples inspeção visual ou a análise documental não são suficientes. Torna-se imprescindível recorrer a ensaios, análises laboratoriais e metodologias estruturadas de amostragem, coleta e interpretação de resultados, de modo a demonstrar, com base científica, que o material empregado diverge daquele contratado ou exigido no edital.

Além disso, estudos como os de Mendonça e Mounzer (2021) mostram que há grande variabilidade na elaboração de laudos periciais, mesmo em casos de natureza semelhante. Embora a legislação estabeleça critérios formais mínimos, na prática há diferenças expressivas na profundidade das análises, na clareza das conclusões e na fundamentação técnica adotada. Essa variabilidade decorre de múltiplos fatores, incluindo diferenças na formação entre peritos, heterogeneidade de métodos adotados e limitações da infraestrutura laboratorial.

Somando-se a isso, estudos como os de Bomtempo (2016) destacam que os sinistros em obras de engenharia decorrem majoritariamente de falhas humanas e de deficiências no controle de qualidade, tanto em projetos quanto em execuções. Quando esses eventos resultam em mortes, lesões ou danos significativos ao patrimônio público, passam a configurar não apenas ilícitos civis, mas também crimes potenciais, demandando a atuação da perícia oficial, com a perícia da Polícia Federal (COTOMÁCIO, 2023). Assim, a perícia é chamada a operar em um ambiente duplamente desafiador: de um lado, enfrentar esquemas sofisticados de fraude, superfaturamento e adulteração; de outro, fazê-lo com métodos científicos robustos, consistentes e defensáveis, superando limitações operacionais e lacunas normativas. Como observa Lopes (2024), a robustez técnico-científica do trabalho pericial é fundamental para a persecução penal, contribuindo para a responsabilização dos envolvidos e para a proteção do erário.

Cada material empregado na construção civil possui um impacto econômico distinto, podendo materiais de menor valor, quando utilizados em grandes quantidades, gerar custos superiores aos de materiais estruturais. Estudos recentes indicam que, em diversas edificações financiadas com recursos da União, os custos de revestimentos em argamassa podem superar os das estruturas de concreto armado (ALBUQUERQUE, 2025). Dessa forma, materiais muitas vezes considerados secundários podem assumir um papel central na análise financeira e qualitativa de uma obra quando observados sob a perspectiva pericial.

Embora historicamente vinculada à Engenharia Civil, a perícia em obras públicas, necessita incorporar conhecimentos e métodos de outras engenharias, como a Engenharia de Materiais, sobretudo no que se refere à caracterização de materiais de compósitos cimentícios. Isso se deve ao fato de que muitos dos materiais empregados na construção, como clínquer, cimento Portland, concreto e argamassas, apesar de partilharem a mesma base de constituintes (ligantes hidráulicos e agregados), possuem composições complexas e variáveis, cuja avaliação requer técnicas analíticas avançadas (RIBEIRO, 2021). Essa diversidade torna a correta caracterização dos materiais uma etapa indispensável para a análise pericial, na medida em que possibilita determinar se os insumos aplicados em determinada obra atendem às especificações previstas em edital, ou se foram substituídos por materiais de qualidade inferior ou composições inadequadas, prática frequentemente associada ao superfaturamento e a outras formas de desvio de recursos públicos (VELHO, 2017; DEUTSCH, 2023).

Diante desse quadro, torna-se evidente a necessidade de desenvolvimento e validação de metodologias que possam ser aplicadas em exames periciais para materiais utilizados em obras públicas, com destaque para os materiais cimentícios cuja qualidade é determinante para o desempenho e a durabilidade das estruturas. A construção de protocolos que organizem desde a amostragem em campo até a interpretação dos resultados, que reduzam a variabilidade interlaboratorial e explicitem incertezas e limitações é condição necessária para o fortalecimento da prova técnico-científica. É precisamente nesse ponto que se insere o trabalho desta tese: ao propor parâmetros sistematizados para a caracterização de materiais cimentícios que possam ser aplicados no âmbito da Engenharia Forense, oferecendo ao perito uma ferramenta metodológica complementar que contribua para a detecção de desconformidades em obras públicas relacionadas à qualidade dos serviços nelas executados, para a redução de incertezas e para o aperfeiçoamento da governança e do controle de recursos públicos no Brasil.

3.2. MATERIAIS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

Os materiais cimentícios constituem a base da construção civil moderna e são amplamente empregados em obras de diferentes naturezas e escalas, devido à sua versatilidade, durabilidade e capacidade de conformação. Do ponto de vista científico, tratam-se de materiais de elevada complexidade estrutural, formados por fases cristalinas e amorfas que interagem de

maneira dinâmica ao longo do processo de hidratação e endurecimento. Essa complexidade decorre, em grande parte, da natureza policristalina desses compostos, constituídos por diferentes minerais e produtos de reação que coexistem em escalas micro e nanométricas, influenciando diretamente as propriedades mecânicas, químicas e de durabilidade do compósito final (NEVILLE, 2016; MEHTA E MONTEIRO, 2008).

O ponto de partida para a produção dos materiais cimentícios é o clínquer, produto resultante da calcinação controlada de matérias-primas calcárias e argilosas em temperaturas próximas a 1450 °C. Durante esse processo, formam-se as principais fases cristalinas responsáveis pelas propriedades do cimento Portland, notadamente a alita (C_3S), a belita (C_2S), a aluminata (C_3A) e a ferrita (C_4AF) (TAYLOR, 1997). O clínquer, portanto, constitui a base estrutural e mineralógica de todos os materiais cimentícios, sendo o intermediário fundamental para a obtenção do cimento.

A partir da moagem do clínquer em conjunto com pequenas quantidades de gesso e, eventualmente, adições minerais como escórias granuladas, pozolanas ou fíler calcário, obtém-se o cimento Portland, um pó finamente dividido de natureza policristalina, cuja reatividade depende da composição mineralógica e do grau de finura (SCRIVENER; JOHN; GARTNER, 2018). O cimento Portland é o principal aglomerante hidráulico utilizado na engenharia civil, e seu comportamento ao reagir com a água é o que confere resistência e coesão às misturas subsequentes (BENTZ; STUTZMAN, 2006).

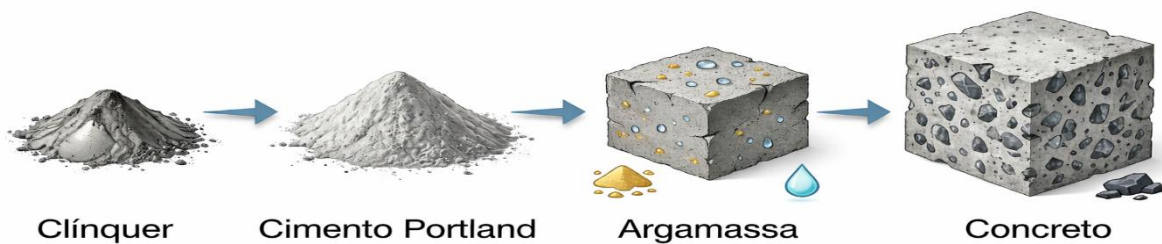
Com a adição de agregados miúdos e, eventualmente, cal hidratada, o cimento dá origem à argamassa, material amplamente utilizado no assentamento e revestimento de alvenarias. A argamassa representa uma transição entre o cimento puro e o concreto, apresentando uma microestrutura heterogênea composta por produtos hidratados do cimento e por partículas inertes de areia, cuja distribuição granulométrica e aderência influenciam o desempenho mecânico e a durabilidade do revestimento (ISAIA, 2017). Sua função principal é unir elementos construtivos e promover regularização superficial, desempenhando papel fundamental na proteção e durabilidade das edificações (BAUER, 2019).

Quando à argamassa se acrescentam agregados graúdos, como brita ou seixo, obtém-se o concreto, material de maior complexidade estrutural e de ampla aplicação em elementos estruturais e em fundações. O concreto pode ser considerado um compósito policristalino

heterogêneo, no qual a pasta de cimento hidratado atua como matriz ligante, envolvendo e interligando os agregados. Suas propriedades finais dependem diretamente das interações microestruturais entre seus constituintes e da qualidade das interfaces pasta/agregado (MEHTA E MONTEIRO, 2008; HELENE; TERZIAN, 1993).

A cadeia dos materiais cimentícios evidencia uma progressiva complexificação microestrutural, embora todos compartilhem a mesma base mineralógica, como ilustrado na Figura 2. Essa interdependência justifica a importância de abordagens integradas de caracterização, especialmente em contextos periciais, em que a determinação da origem, da autenticidade e da conformidade técnica dos materiais é fundamental.

Figura 2. Etapas de transformação dos materiais cimentícios, desde o clínquer até a formação do cimento Portland, argamassa e concreto.



Fonte: Autora.

3.2.1. CLÍNQUER E CIMENTO

O Clínquer, principal componente do cimento Portland, é obtido através de um processo de sinterização, cuja fabricação consiste na mineração e britagem das matérias-primas, seguindo-se de preparação adequada da mistura crua, com posterior queima por volta de 1.450°C em forno rotativo. Quando devidamente moído e misturado nas proporções adequadas com sulfato de cálcio e adições, dará origem ao cimento Portland. As matérias-primas mais comuns para a fabricação do clínquer são o calcário, argila e minério de ferro, responsáveis em sua composição química pelos principais óxidos componentes do clínquer, CaO , SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 (ABCP, 2002).

O clínquer Portland é constituído basicamente por quatro fases principais (Silicato tricálcico – $(\text{CaO})_3\text{SiO}_2$, Silicato dicálcico – $(\text{CaO})_2\text{SiO}_2$, Aluminato tricálcico – $(\text{CaO})_3\text{Al}_2\text{O}_3$,

e Ferro aluminato tetracálcico – $(\text{CaO})_4\text{Al}_2\text{O}_3\text{Fe}_2\text{O}_3$), nas quais possuem maior influência na determinação das propriedades, além de compostos menores, como óxidos de cálcio livres, óxidos de sódio e potássio (denominados álcalis do cimento), de magnésio, manganês, fosfato, fluoretos e sulfatos (MEHTA E MONTEIRO, 2008). Além dessas fases principais, podem estar presentes várias outras fases menores: cal, periclásio, arcanita, aphthitalita e outros. De La Torre (2012) relata as possíveis fases presentes no clínquer Portland como pode ser visto na Tabela 1.

Tabela 1. Detalhes estruturais das possíveis fases presentes no clínquer Portland (DE LA TORRE 2012).

Fase	Fórmula	Sistema Cristalino Predominante
Alita	Ca_3SiO_5	Monoclínico
Belita	Ca_2SiO_4	Monoclínico
Celita	$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$	Cúbico
Ferrita	$\text{Ca}_2\text{AlFeO}_5$	Ortorrômico
Cal Livre	CaO	Cúbico
Periclásio	MgO	Cúbico
Arcanita	K_2SO_4	Ortorrômico
Aphthitalita	$\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$	Romboédrico
Thenardita	Na_2SO_4	Ortorrômico
Ca-Langbenita	$\text{Ca}_2\text{K}_2(\text{SO}_4)_3$	Ortorrômico
Sulfato-Spurrita	$\text{Ca}_5(\text{SiO}_4)_2(\text{SO}_4)$	Ortorrômico
Ellestedite	$\text{Ca}_{10}(\text{SiO}_4)_3(\text{SO}_4)_3\text{Cl}_2$	Hexagonal
Fluorellestedite	$\text{Ca}_{10}(\text{SiO}_4)_3(\text{SO}_4)_3\text{F}_2$	Hexagonal
Mayenita	$\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$	Cúbico

a) Silicato Tricálcico (C_3S)

A Alita (C_3S) é um dos constituintes essenciais do clínquer (40 a 70%) com influência direta no endurecimento e na resistência mecânica do cimento, em especial nos primeiros dias, pode se apresentar em diferentes polimorfos com pequena variação em sua estrutura cristalina. Sua estrutura cristalina é definida pela presença de tetraedros independentes de SiO_4 unidos por cátions intersticiais de cálcio. O C_3S puro contém 73,7% de CaO e 26,3% de SiO_2 , mas pode apresentar até 4% de impurezas em sua composição química.

A diferença estrutural entre os polimorfos da alita afeta diretamente a coordenação dos íons de cálcio e dos átomos de oxigênio nos tetraedros de silício, logo, para cada polimorfo há inúmeras posições atômicas para o cálcio, com diferentes coordenações, podendo variar entre átomos individuais devido à desordem na orientação dos tetraedros vizinhos (TAYLOR, 1997).

A cristalização da alita se dá a partir de um líquido a cerca de 1450°C na forma R (romboédrica), transformando-se em formas de mais baixa temperatura com o resfriamento (Figura 3). A alita T1 (triclínica) representa o composto puro quando resfriado à temperatura ambiente. Em clínqueres industriais, devido às substituições iônicas, as modificações mais comuns em temperatura ambiente são M1 e/ou M3 (monoclínica), e T2 ocorre apenas raramente (TAYLOR, 1997).

Figura 3. Temperaturas de transformações polimórficas da alita.



Fonte: Taylor, 1997.

Em altas temperaturas de formação, pequenos cristais se formam com alto conteúdo de íons substituintes podendo se transformar no polimorfo M3 durante o resfriamento até temperatura ambiente. Em temperaturas mais baixas, formam cristais grandes e pobres em íons substituintes, podendo transformar-se parcial ou completamente no polimorfo M1 (TAYLOR, 1997; MAKI 2004).

Esses polimorfos da alita (M1 e M3) podem influenciar diretamente o desenvolvimento da força durante a hidratação. Stanek e Sulovsky (2002) atribuem à forma polimórfica M1, estabilizada por SO₃, o desenvolvimento de resistências mecânicas 10% superiores quando comparado ao polimorfo M3. A proporção dos processos de nucleação e cristalização da alita e os teores dos constituintes menores na massa fundida (MgO e SO₃) são fatores decisivos na estabilização do polimorfo. Alta intensidade de nucleação e crescimento cristalino lento e estável juntamente com o aumento de MgO, estabilizam o polimorfo M3. Pelo contrário, a baixa nucleação e alta taxa de crescimento, juntamente com o aumento de SO₃, levam a estabilização do polimorfo M1. É possível encontrar cristais contendo as duas formas polimórficas M1 e M3, que apresentam geralmente núcleos de M1 e regiões periféricas de M3, isso é possível a partir

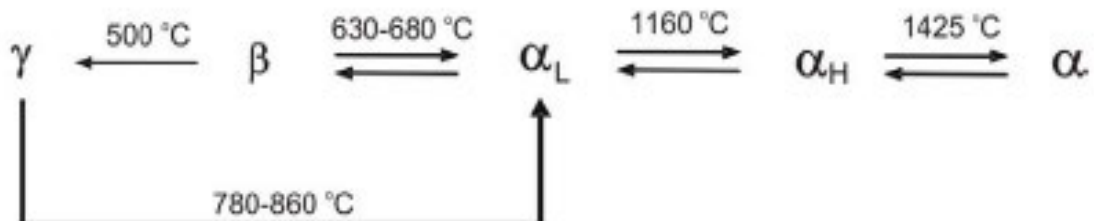
da deposição do fundido que vai se enriquecendo em MgO no decorrer da cristalização formando M3. O Mg entra na estrutura da alita substituindo o Ca em suas posições cristalográficas (MAKI, 1992).

b) Silicato Dicálcico (C2S)

A Belita (C_2S), embora ocorra em proporções menores que a alita, é um dos principais constituintes do clínquer (5 a 20%), com influência direta na resistência mecânica do cimento a médias e elevadas idades devido a sua taxa de hidratação mais lenta; apresenta cinco polimorfos bem definidos com estruturas cristalinas nitidamente diferentes. Sua estrutura cristalina é definida pela presença de tetraedros independentes de SiO_4 unidos por íons de cálcio. O C_2S puro contém em média 65% de CaO e 35% de SiO_2 , mas pode apresentar de 4% a 6% de óxidos substituintes ou impurezas em sua composição química, sendo o Al_2O_3 e Fe_2O_3 os principais

Segundo Mumme (1995), a belita se apresenta em cinco polimorfos distintos onde a estrutura desses cristais é definida pelo arranjo dos íons cálcio e rotação dos tetraedros de silício. Como pode ser visto na figura 4, o polimorfo γ (ortorrômbico) de menor temperatura, estável à temperatura ambiente, transforma-se no polimorfo α_L a 800°C e no polimorfo α_H a 1160°C. Um aquecimento superior a 1425°C produz o polimorfo α (hexagonal). Um resfriamento a 670°C produz o polimorfo β (monoclínico).

Figura 4. Temperaturas de transformações polimórficas da belita – sob pressão atmosférica.



Fonte: Mumme, 1995.

As estruturas dos polimorfos α_H , α_L e β derivam do αC_2S pela perda progressiva de simetria, caracterizada pelas mudanças na orientação dos tetraedros de silício e pequenos deslocamentos dos íons substituintes. Na belita, também ocorre uma alteração no número de

coordenação do íon de cálcio para cada polimorfo (MUMME, 1995). A estrutura da belita é densa, o que dificulta a ocorrência de solução sólida intersticial, sendo esperado que a fase apresente solução sólida do tipo substitucional. Segundo Herfort (1997) a incorporação do enxofre na estrutura da alita e belita se dá nos sítios tetraédricos em substituição ao silício, sendo necessário um balanceamento de cargas a partir da incorporação do alumínio nos mesmos sítios ($3\text{Si}^{4+} \leftrightarrow \text{S}^{6+} + 2\text{Al}^{3+}$).

c) Aluminato Tricálcico

A Celita (C_3A), embora ocorra em proporções bem menores que os silicatos, é também um dos principais constituintes do clínquer (0 a 10%), sendo a fase mais reativa do clínquer, e possui influência direta no tempo de pega do cimento. O C_3A puro não apresenta polimorfo, possui estrutura cristalina cúbica, formada por íons de cálcio e anéis com seis tetraedros AlO_4 . A modificação polimórfica ocorre por variação composicional em sua estrutura cristalina podendo conter óxidos ou impurezas, em proporção de até 10% em peso, além de que a incorporação de elementos alcalinos pode modificar sua simetria (TAYLOR, 1997).

No clínquer Portland industrial, o C_3A pode ser encontrado em sua forma cúbica e ortorrômbica ou a mistura de ambas. A forma ortorrômbica (prismática) se mostra como um material intersticial escuro e por vezes pseudotetragonal, só aparecendo quando estão disponíveis teores expressivos de álcalis. Na presença de enxofre, os álcalis, ao invés de serem incorporados pelos aluminatos dão origem aos sulfatos alcalinos. A fase cúbica é constituída de cristais uniformes, xenomórficos a retangulares, com dimensão variando de 1 a 60 μm (KIHARA, 1990). O C_3A juntamente com o C_4AF , compõem a chamada fase intersticial, formada a partir da cristalização do material que se funde durante o processo de clinquerização. A presença dessas fases é fundamental, visto que os óxidos de ferro e alumínio se comportam como fundentes, facilitando as reações de clinquerização e diminuindo a temperatura de formação do clínquer.

d) Ferro-aluminato Tetracálcico

A Ferrita (C_4AF) é um dos principais constituintes do clínquer (10 a 12%) com baixa reatividade hidráulica e influência direta na resistência à corrosão química do cimento. A ferrita corresponde a um ponto da solução sólida contínua compreendida entre os extremos C_2F

($\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$) e o C_2A ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{O}_5$), supondo que o C_4AF seja a composição mais estável, é utilizada para representação. O C_4AF puro contém em média 46% de CaO e 21% de Al_2O_3 e 33% de Fe_2O_3 (TAYLOR, 1997).

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico amplamente empregado na construção civil, composto essencialmente por clínquer e gesso, cuja finalidade é regular o tempo de pega e evitar o endurecimento imediato da pasta. Em formulações comerciais, também é comum a presença de calcário moído, geralmente entre 5% e 10%, que contribui para complementar a curva granulométrica do cimento e participa ativamente dos mecanismos iniciais de hidratação (NEVILLE, 2013). A depender do tipo e do teor das adições ativas incorporadas, como escórias granuladas, materiais pozzolânicos e adições carbonáticas, as normas brasileiras classificam o cimento Portland em diferentes categorias. Entre esses, destaca-se o CP II-Z, cimento composto com adição de pozolanas, atualmente um dos mais utilizados no país devido ao equilíbrio entre desempenho mecânico, durabilidade e custo (ABCP, 2002; ABCP, 2009).

O processo de hidratação do cimento corresponde a uma sequência complexa de reações químicas que se inicia de forma espontânea ao contato com a água, liberando calor e formando produtos hidratados responsáveis pela resistência e pela evolução microestrutural do material. Esse processo é influenciado por fatores como finura e composição do cimento, relação água/cimento, temperatura de cura e presença de aditivos (CASTRO, 2009). A hidratação adequada é essencial para o desenvolvimento das propriedades mecânicas e da durabilidade, conforme também enfatizado por Bastos (2023).

A composição final do cimento depende diretamente das características do clínquer, cuja mineralogia resulta da combinação entre a composição química da farinha crua, sua granulometria, a presença de elementos menores e as condições de queima e resfriamento no interior do forno rotativo. Assim, a performance final do cimento Portland deriva de uma interação complexa entre sua composição químico-mineralógica, as condições de hidratação e os procedimentos de cura. Tais fatores justificam seu amplo uso global, sendo esse material superado apenas pela água em volume consumido pela sociedade (ABCP, 2009).

Em um cenário pericial no qual se faça necessária a investigação direta do cimento, a análise do clínquer apresenta-se como uma abordagem estratégica e tecnicamente mais robusta, uma vez que este constitui a fase base do material, isenta das adições minerais (como fíler

calcário, escória ou pozolanas) que podem variar conforme o tipo de cimento comercial. Por se tratar de um material mais “puro”, o clínquer preserva de forma mais fiel as características mineralógicas e químicas inerentes ao processo de fabricação, permitindo uma avaliação mais precisa de parâmetros como composição de fases (alite, belite, aluminatos e ferritas), cristalinidade e possíveis variações de processo (TAYLOR, 1997; SCRIVENER *et al.*, 2016).

Logo, em situações futuras de perícia envolvendo suspeitas de não conformidade, substituição de materiais ou inconsistências em especificações técnicas, a existência de parâmetros previamente estudados para o clínquer constitui um diferencial metodológico relevante, possibilitando análises comparativas mais confiáveis e fundamentadas. Assim, a incorporação do estudo do clínquer, em conjunto com argamassas e concretos, amplia o escopo investigativo e fortalece a rastreabilidade dos materiais cimentícios, alinhando-se às diretrizes de caracterização composicional estabelecidas na literatura técnica.

3.2.2. ARGAMASSAS

A argamassa é um material primordial para qualquer obra na construção civil, seja ela utilizada como revestimento de paredes, tetos e pisos ou, assentamentos em alvenarias de vedação e estrutural. A ABNT NBR 13.281:2005 define as argamassas como uma mistura homogênea de agregado(s) miúdo(s), aglomerante(s) inorgânico(s) e água, contendo ou não aditivos, com propriedades de aderência e endurecimento, podendo ser dosadas em obra ou em instalação própria. Para qualificar a aplicação da argamassa, a ABNT estabelece parâmetros normativos para algumas propriedades do material, como a trabalhabilidade, retenção de água, teor de ar incorporado e resistência de aderência por exemplo.

O comportamento ideal para uma argamassa é que apresente no estado plástico, boa trabalhabilidade e capacidade de retenção de água adequada para garantir a hidratação do cimento, e no estado endurecido apresente boa resistência de aderência/cisalhamento e boa resiliência. Essas argamassas devem ainda: permitir deformações necessárias para os diversos tipos de ambientes/situações; suportar/aderir aos blocos; resistir às cargas atuantes sem apresentar rupturas; ter adequada resistência à compressão, à tração e ao ataque de agentes químicos, dentre outros (MARTINELLI, 1989; SANTOS, 2014).

3.2.2.1 CONSTITUIÇÃO DAS ARGAMASSAS

a) Cimento Portland

O cimento Portland é composto de clínquer e adições minerais. A flexibilidade da sua composição possibilita a produção de diversos tipos de cimentos com diferentes propriedades químicas e mecânicas. O Clínquer, principal componente do cimento Portland, é obtido através de um processo de sinterização por volta de 1.450°C . Quando devidamente moído e misturado nas proporções adequadas com sulfato de cálcio e adições, dará origem ao cimento Portland. As matérias-primas mais comuns para a fabricação do clínquer são o calcário, argila e minério de ferro, responsáveis em sua composição química pelos principais óxidos componentes do clínquer, CaO , SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 (ABCP, 2002; MEHTA E MONTEIRO, 2008).

b) Água

A água é responsável por ativar as reações químicas do aglomerante, e deve atender a certas qualidades, não podendo conter impurezas e ainda estar dentro dos parâmetros recomendados pelas normas técnicas a fim de que garantam a homogeneidade da mistura.

c) Areia/Agregado

As areias provêm da desagregação das rochas. Do ponto de vista químico, podem distinguir-se dois grupos principais: as areias siliciosas (quartzosas e graníticas) e as areias calcárias. Os agregados influenciam o comportamento da argamassa tanto no seu estado fresco quanto no desempenho do revestimento, além de apresentar cerca de 60% a 80% do consumo dos materiais da argamassa pronta. Os agregados podem afetar a coesão, consistência e trabalhabilidade, em compósitos cimentícios no estado fresco, e a resistência à compressão, estabilidade dimensional, durabilidade, resistência à abrasão e aspecto visual no estado endurecido (CARASEK, 2010).

d) Cal Hidratada

A ABNT NBR 7175:2003 define a cal hidratada como um pó seco obtido a partir da hidratação adequada da cal virgem. A cal é um aglomerante que endurece devido à sua reação

de carbonatação originando o carbonato de cálcio. A cal possui propriedades plastificantes e de retenção de água, proporcionando melhor trabalhabilidade e maior produtividade na execução do revestimento, além de influenciar em algumas propriedades físico-mecânicas das argamassas no estado endurecido, melhorando a resistência à compressão e a aderência à tração. A cal quando adicionada à argamassa pode aumentar a resistência à penetração de água, garantindo maior durabilidade das construções (RAGO, 1999).

3.2.2.2. PROPRIEDADES REQUERIDAS PARA AS ARGAMASSAS

Para a argamassa no estado fresco ou plástico, devem ser avaliadas algumas propriedades importantes que interferem na qualidade final da argamassa, que são: a consistência, a trabalhabilidade, a plasticidade, a retenção de água, o teor de ar incorporado e a adesão inicial.

- **Trabalhabilidade:** determina a facilidade de manuseamento da argamassa ao ser misturada, transportada e aplicada. É resultante de outras propriedades, como a consistência, a plasticidade, a retenção de água, a densidade e a adesão inicial.
- **Consistência e plasticidade:** A consistência está associada à capacidade da argamassa deformar-se sob a ação de cargas e é influenciada pela quantidade de água na mistura, a plasticidade está relacionada com a capacidade de a argamassa manter-se deformada após a redução das tensões de deformação. Ambos remetem à trabalhabilidade e são influenciadas pelo teor de água, teor de ar incorporado e pelo processo da mistura.
- **Retenção de água:** está associada à capacidade da argamassa manter a sua trabalhabilidade quando sujeita a solicitações que provocam perda de água de amassamento, que pode ser por evaporação e por absorção de água da base, interferindo no processo de acabamento e na retração plástica. A retenção de água também permite que as reações químicas de endurecimento dos aglomerantes ocorram de maneira mais gradativa, proporcionando adequada hidratação do cimento e consequentemente aumento de resistência mecânica e a durabilidade do material.
- **Teor de ar incorporado:** a porosidade da argamassa está relacionada com os materiais da sua composição, modo de aplicação, processo de cura, textura e porosidade da base onde será aplicada. O percentual de porosidade da argamassa, o

tipo e a distribuição dos poros em sua microestrutura permitem avaliar o desempenho da argamassa (QUARCIONI, 2009).

- **Adesão inicial:** é a capacidade da argamassa, no estado fresco, unir-se a uma base que depende das características de trabalhabilidade da argamassa e do substrato onde ela será aplicada. A redução da tensão superficial da pasta propicia um maior contato com os grãos de agregado e com a base, melhorando a adesão. A cal na argamassa contribui para a diminuição da tensão superficial e consequentemente melhora na adesão da argamassa ao substrato.

Para a argamassa no estado final ou endurecido, devem ser avaliadas algumas propriedades importantes que garantem o bom desempenho da argamassa ao longo da sua vida útil, como: a resistência mecânica, a durabilidade, a retração, a capacidade de absorver deformações e a aderência ao substrato.

- **Retração:** ocorre devido à perda rápida de água de amassamento e pelas reações na hidratação dos aglomerantes, ocasionando fissuras na estrutura. As argamassas ricas em cimento apresentam maior probabilidade para o surgimento de fissuras durante a secagem. É importante que a secagem da argamassa ocorra lentamente, para que se tenha tempo suficiente em atingir uma resistência à tração necessária para suportar as tensões internas que surgirem.
- **Resistência de aderência à tração:** a ABNT NBR 13528:2010 define a resistência de aderência à tração como a tensão máxima suportada por uma área limitada de revestimento, na interface de avaliação, quando submetido a um esforço normal de tração. É a propriedade do revestimento em se manter fixo ao substrato, apresentando resistência às tensões normais e tensões tangenciais que surgem na interface base/revestimento.
- **Capacidade de absorver pequenas deformações:** a argamassa deve apresentar capacidade de absorver pequenas deformações de modo a não comprometer a sua aderência e durabilidade. Esta propriedade da argamassa está associada ao módulo de elasticidade e à resistência mecânica das argamassas, podendo influenciar na fissuração e na aderência dos revestimentos (MEHTA E MONTEIRO, 2008).
- **Resistência à tração na flexão e à compressão:** a resistência mecânica das argamassas diz remete à sua capacidade de suportar esforços mecânicos de diversas

origens, que são as tensões simultâneas de tração, compressão e cisalhamento. A resistência mecânica pode variar dependendo das diferentes solicitações em que a argamassa está submetida. Estas solicitações podem provocar fissuras ou falha na aderência entre a argamassa e a base, que devem ser combatidas pela resistência mecânica das argamassas.

3.2.2.3 TRAÇOS DE ARGAMASSAS

É sabido que os constituintes da argamassa influenciam diretamente e isoladamente como é o caso das areias e ligantes, porém, a dosagem relativa entre os constituintes desempenha papel significativo nas propriedades finais. O traço de uma argamassa pode ser definido como sendo a proporção ou dosagem de cada componente que entra na sua composição. A determinação quantitativa da proporção ligante/agregado é um passo importante no processo laboratorial de investigação, pois esta proporção afeta a retração das argamassas, a porosidade e a microestrutura, parâmetros que têm uma grande influência nas propriedades físico-mecânicas da argamassa, afetando diretamente o desempenho final da estrutura.

O traço das argamassas influencia na resistência mecânica, de tal forma que a resistência à tração e à compressão evolui com limitadas adições de cal. Porém, quando esse volume cresce significativamente, a resistência à compressão e o módulo de elasticidade decresce. Quanto maior o teor de cimento, maior será a resistência à compressão, tração e rigidez, e, quanto maior a relação água/cimento, menor será a resistência à compressão e à tração das argamassas convencionais mistas de cimento, cal e areia (QUARCIONI, 2005).

No âmbito da engenharia forense aplicada a obras públicas, a necessidade de perícia em edificações prontas é recorrente. Entre essas demandas, a averiguação do traço de argamassa utilizado na obra, especialmente de composições usuais como 1:2:8 (traço em volume), assume papel central, pois o traço constitui parâmetro técnico obrigatório em editais de licitação e é determinante para a conformidade, desempenho e segurança das construções (ALBUQUERQUE, 2025).

Diante da complexidade envolvida em periciar estruturas já concluídas, torna-se essencial o desenvolvimento de metodologias capazes de correlacionar evidências microestruturais com características macroestruturais, permitindo identificar, com rigor

técnico, o traço originalmente empregado. Essa abordagem, que parte da análise do material em escala macro e progride até seus constituintes fundamentais, possibilita identificar com precisão a proporção dos agregados e do ligante. Assim, a determinação do traço torna-se um elemento-chave para avaliar a conformidade da obra com o que foi contratado, além de subsidiar diagnósticos de desempenho, durabilidade e possíveis irregularidades em obras públicas.

3.2.3. CONCRETO

O concreto ocupa papel central na construção civil mundial, sendo indispensável em edificações, pavimentações e obras de infraestrutura. De acordo com a ABNT NBR 12655:2015, é definido como uma mistura homogênea de cimento, agregados e água, com possível inclusão de aditivos ou adições minerais, que desenvolve resistência e durabilidade ao longo do tempo. Essa norma também estabelece diretrizes para dosagem, preparo, transporte e controle tecnológico, etapas essenciais para garantir o desempenho do material.

Conforme destaca Pinheiro (2010), o concreto apresenta uma estrutura interna de natureza complexa e heterogênea, o que torna sua análise um desafio contínuo no campo da engenharia de materiais. A compreensão aprofundada das propriedades e das interações entre os materiais constituintes é essencial para o entendimento das características macroscópicas e do comportamento global do concreto. Nesse contexto, Neville (2013) propõe três perspectivas complementares de interpretação do material: na primeira, o cimento é considerado o componente fundamental, sendo os agregados empregados apenas como material de enchimento; na segunda, os agregados graúdos são concebidos como blocos estruturais interligados pela argamassa; e, na terceira, o concreto é descrito como um sistema bifásico composto pela pasta de cimento e pelos agregados, cujas propriedades resultam da interação física e química entre essas duas fases.

O comportamento do concreto está diretamente relacionado à qualidade de seus constituintes e às condições de mistura, adensamento e cura. A variação na proporção e nas características dos materiais utilizados resulta em diferentes níveis de resistência e trabalhabilidade, sendo o processo de definição dessas proporções conhecido como dosagem. A evolução da microestrutura durante a hidratação do cimento é determinante para o

desempenho final do material, sendo influenciada pela relação água/cimento, pela compactação e pela presença de vazios ou microfissuras (MEHTA E MONTEIRO, 2008; NEVILLE, 2013).

Durante sua produção, o concreto passa por duas fases distintas. Na fase inicial, o estado fresco, deve apresentar boa trabalhabilidade e coesão, possibilitando mistura, transporte, lançamento e adensamento adequados. Na fase seguinte, com o avanço das reações de hidratação, ocorre o endurecimento, conferindo ao material elevada resistência mecânica, durabilidade e estabilidade volumétrica (HELENE; ANDRADE, 2010).

3.2.3.1. CONSTITUIÇÃO DO CONCRETO

a) Cimento Portland

O cimento Portland é o principal aglomerante utilizado na produção de concretos. É composto por clínquer, gesso e adições minerais, conforme a ABNT NBR 16697:2018, que classifica os cimentos quanto à sua composição e características.

Durante a hidratação, o cimento reage com a água formando compostos hidratados, como o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o hidróxido de cálcio, que conferem resistência ao concreto (MEHTA E MONTEIRO, 2008). As reações de hidratação ocorrem principalmente com as fases alita (C_3S) e belita (C_2S), responsáveis pelo ganho de resistência nas idades iniciais e finais, respectivamente (NEVILLE, 2011).

b) Água

A água desempenha função essencial na composição do concreto, sendo o agente responsável por iniciar as reações de hidratação do cimento e conferir a trabalhabilidade necessária à mistura. Para que o processo de hidratação ocorra de forma adequada e o material atinja o desempenho esperado, é indispensável que a água utilizada apresente qualidade compatível com os requisitos estabelecidos pela ABNT NBR 15900-1:2009. Essa norma define que a água destinada ao preparo do concreto deve estar livre de impurezas prejudiciais, como óleos, substâncias orgânicas, sais ou álcalis, uma vez que tais contaminantes podem comprometer a resistência mecânica e reduzir a durabilidade do compósito cimentício.

Entre os parâmetros de controle mais relevantes na produção do concreto destaca-se a relação água/cimento (a/c), que exerce influência direta sobre a porosidade, a resistência e a durabilidade do material. Valores elevados dessa relação tendem a aumentar o volume de vazios capilares na matriz endurecida, resultando em concretos mais permeáveis e suscetíveis a processos de deterioração e perda de desempenho ao longo do tempo (HELENE, 1993).

c) Agregados

Os agregados correspondem, em média, de 70% a 80% do volume total do concreto, exercendo influência direta sobre suas propriedades físicas, mecânicas e de durabilidade. De acordo com as normas ABNT NBR 7211:2019 e NBR NM 248:2003, esses materiais são classificados em miúdos, geralmente representados por areias naturais ou artificiais, e graúdos, constituídos por britas ou seixos rolados.

As características intrínsecas dos agregados afetam significativamente o comportamento do concreto, tanto no estado fresco quanto no endurecido. Agregados com superfície mais áspera e formas angulosas tendem a aumentar a aderência à pasta de cimento, favorecendo a resistência mecânica, ainda que reduzam a trabalhabilidade. Em contrapartida, agregados de formas mais arredondadas proporcionam maior fluidez à mistura, facilitando o adensamento e o lançamento do concreto (MEHTA E MONTEIRO, 2008; NEVILLE, 2011).

Outro aspecto de grande relevância refere-se à reatividade potencial entre os agregados e os álcalis presentes no cimento, fenômeno conhecido como reação álcali-agregado. Esse processo pode ocasionar expansões indesejáveis e fissuras ao longo do tempo, devendo, portanto, ser identificado e controlado conforme os procedimentos estabelecidos pela ABNT NBR 15577:2018. Helene e Andrade (2010) ressaltam que a ausência de agregados em uma matriz cimentícia resultaria em elevada retração e consequente fissuração, uma vez que esses materiais atuam como elementos estabilizadores da variação volumétrica. Assim, além de conferir rigidez e resistência, os agregados contribuem para a redução das deformações e para o equilíbrio dimensional do concreto.

d) Adições e Aditivos

As adições minerais (como sílica ativa, metacaulim, cinza volante e escória de alto-forno) são materiais finamente divididos, adicionados ao concreto com o objetivo de modificar suas propriedades físicas e químicas, contribuindo para o aumento da resistência e da durabilidade. Essas adições são regulamentadas pela ABNT NBR 12653:2014.

Os aditivos químicos, por sua vez, são substâncias introduzidas em pequenas quantidades (geralmente $< 5\%$ da massa do cimento) para modificar as características do concreto fresco ou endurecido. Entre os mais comuns estão os plastificantes, superplastificantes, incorporadores de ar, retardadores e aceleradores de pega, todos normatizados pela ABNT NBR 11768-1:2019.

3.2.3.2. PROPRIEDADES REQUERIDAS PARA O CONCRETO

Para o concreto no estado fresco, devem ser avaliadas algumas propriedades importantes que interferem na sua qualidade, que são: a trabalhabilidade, a consistência, a coesão e agregação.

- **Trabalhabilidade:** A trabalhabilidade é a principal propriedade do concreto no estado fresco, pois determina sua facilidade de mistura, transporte, lançamento e adensamento, sem ocorrência de segregação ou exsudação. De forma geral, expressa o grau de facilidade com que a massa pode ser moldada e compactada, mantendo sua homogeneidade. Essa característica depende de fatores intrínsecos, como a relação água/cimento, o tipo de cimento, a granulometria e a forma dos agregados, bem como do teor de argamassa, e também de fatores extrínsecos, como a temperatura ambiente, as condições de transporte, os métodos de lançamento e a disposição das armaduras (HELENE; ANDRADE, 2010). É avaliada pelo ensaio de abatimento do tronco de cone, conforme ABNT NBR NM 67:1998.
- **Consistência:** A consistência está intimamente ligada à trabalhabilidade, sendo entendida como a fluidez ou mobilidade do concreto fresco. Representa a capacidade da mistura de se deformar sob seu próprio peso, característica que influencia diretamente a facilidade de manuseio e de compactação do material (HELENE; ANDRADE, 2010). Neville e Brooks (2013) definem a consistência como a aptidão de uma substância para manter sua forma ou para fluir, dependendo do teor de água incorporada e da distribuição granulométrica dos agregados.

- **Coesão e Segregação:** A coesão é a propriedade que garante a integridade da mistura de concreto, mantendo os componentes bem distribuídos e evitando a separação entre a pasta de cimento e os agregados. Um concreto coeso apresenta homogeneidade e estabilidade, o que resulta em maior resistência e durabilidade após o endurecimento (MEHTA E MONTEIRO, 2008). Por outro lado, a segregação consiste na separação dos constituintes da mistura, resultando em uma distribuição desigual dos agregados e da argamassa. Segundo Neville e Brooks (2013), trata-se de um processo natural em materiais heterogêneos que pode ocorrer durante o transporte, o lançamento ou o adensamento. Felipe e Reis (2008) destacam que o equilíbrio entre fluidez e coesão é fundamental para evitar a segregação e o exsudato. O concreto deve apresentar escoamento suficiente para preencher todos os espaços das fôrmas e contornar as armaduras, sem que ocorra separação dos componentes. Dessa forma, assegura-se a homogeneidade da mistura e o desempenho estrutural adequado após a cura.

Para o concreto no estado endurecido, devem ser avaliadas algumas propriedades importantes que garantem o bom desempenho da estrutura ao longo da sua vida útil, como resistência à compressão, módulo de elasticidade, retração, fluência, durabilidade e aderência aço-concreto.

- **Resistência à compressão:** A resistência à compressão é a propriedade mais representativa do concreto no estado endurecido e constitui o principal parâmetro de dimensionamento estrutural. Essa resistência expressa a capacidade do material de suportar tensões compressivas sem ruptura e está diretamente relacionada à qualidade da matriz cimentícia e à interação entre seus componentes.
Segundo Mehta e Monteiro (2008), diversos fatores influenciam o valor obtido, entre eles: o tipo e a proporção dos materiais constituintes, a relação água/cimento, o teor de agregados, as condições de compactação e o processo de cura. Relações a/c mais elevadas aumentam a porosidade da pasta e reduzem a resistência final, enquanto uma cura adequada favorece a formação contínua de produtos de hidratação, garantindo maior densidade e resistência. Além disso, o princípio do empacotamento de partículas contribui para o aumento da resistência, uma vez que a redução de vazios internos melhora a transmissão de tensões e eleva a compacidade da mistura.
- **Módulo de Elasticidade:** O módulo de elasticidade expressa a rigidez do concreto e indica sua capacidade de se deformar elasticamente sob tensão. Essa propriedade

representa a relação entre a tensão aplicada e a deformação correspondente no limite elástico do material. De acordo com a ABNT NBR 8522:2021, o ensaio é realizado em corpos de prova cilíndricos, submetidos a cargas axiais controladas, o que permite a determinação dos módulos estático e dinâmico.

O módulo de elasticidade depende fortemente da natureza e da rigidez dos agregados, da resistência da pasta de cimento e da relação entre esses constituintes. Concretos com agregados de maior densidade e resistência tendem a apresentar módulos mais elevados, refletindo maior capacidade de redistribuição de tensões e menor deformabilidade (NEVILLE, 2011). Essa propriedade é particularmente importante em estruturas sujeitas a deformações limitadas, como pilares e lajes de grande vão.

- **Retração e Fluência:** As variações volumétricas que ocorrem ao longo do tempo, conhecidas como retração e fluência, constituem fenômenos intrínsecos ao concreto endurecido e podem afetar significativamente o desempenho estrutural. A retração consiste na redução volumétrica da pasta cimentícia, decorrente da evaporação da água livre e da continuidade das reações de hidratação, enquanto a fluência corresponde à deformação lenta e progressiva do material quando submetido a tensões constantes (NEVILLE, 2011).

Esses efeitos, quando excessivos, podem provocar fissuras, deslocamentos diferenciais e perda de rigidez, comprometendo a durabilidade e a estabilidade da estrutura. A intensidade desses fenômenos depende de fatores como a composição do concreto, o teor de água, as condições ambientais e o tipo de cura aplicada. O controle adequado da retração e da fluência é essencial para evitar deformações indesejadas e garantir o desempenho a longo prazo.

- **Durabilidade:** A durabilidade está associada à capacidade do concreto de resistir à ação de agentes agressivos do meio ambiente sem perda significativa de desempenho. Essa propriedade depende, sobretudo, da baixa permeabilidade e da qualidade da cura, que asseguram a integridade da microestrutura e a proteção contra a penetração de substâncias nocivas (HELENE, 1993).

Entre os principais agentes de degradação estão os íons cloreto e sulfato, o dióxido de carbono (CO_2) e, em climas frios, os ciclos de gelo e degelo. A presença desses agentes pode desencadear processos como a corrosão das armaduras, a expansão por reação álcali-agregado e a carbonatação, o que leva à perda de resistência e à deterioração prematura da estrutura. Assim, o projeto de um concreto durável requer

o controle rigoroso da relação água/cimento, o uso de adições minerais adequadas e a execução de uma cura eficiente.

- **Aderência Aço-Concreto:** A aderência entre o aço e o concreto é um dos aspectos mais relevantes para o comportamento composto das estruturas de concreto armado. Essa interação garante a transmissão eficiente de esforços entre os dois materiais, permitindo que trabalhem de forma solidária sob carregamento. A ABNT NBR 6118:2023 estabelece os critérios e parâmetros de projeto que asseguram a adequada aderência e o desempenho conjunto da estrutura.

A eficiência dessa ligação depende de fatores como a rugosidade superficial das barras, o recobrimento do concreto, a qualidade da mistura e a presença de fissuras ou agentes agressivos. Uma boa aderência impede o deslizamento relativo entre o aço e o concreto, assegurando que as tensões sejam transferidas de maneira uniforme, o que é essencial para a segurança e durabilidade das estruturas armadas.

3.2.3.3. DOSAGEM E TRAÇOS DE CONCRETO

A dosagem do concreto consiste na definição das proporções ideais entre cimento, agregados, água e aditivos para atingir propriedades específicas de resistência, durabilidade e trabalhabilidade, com o menor consumo possível de materiais. De acordo com a ABNT NBR 12655:2015, o *traço* é expresso como a proporção em volume dos constituintes do concreto, normalmente representado na forma cimento: agregado miúdo: agregado graúdo. O método de dosagem mais amplamente utilizado no Brasil é o Método IPT/EPUSP, desenvolvido por Helene e Terzian (1993). Esse método considera simultaneamente parâmetros de trabalhabilidade, resistência mecânica e durabilidade, permitindo a definição de uma relação água/cimento (a/c) otimizada e o consumo mínimo de pasta.

No contexto de obras públicas, torna-se fundamental identificar e caracterizar a composição real do concreto aplicado em campo, uma vez que o traço especificado no edital estabelece propriedades mínimas de resistência e consumo de cimento. Qualquer desvio, como redução indevida de cimento, adição excessiva de água ou substituições não autorizadas, pode resultar em patologias, queda de desempenho ou até superfaturamento técnico (VELHO, 2017; DEUTSCH, 2023).

3.3. TÉCNICAS INTEGRADAS PARA CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

A investigação da autenticidade e da qualidade dos materiais empregados em uma obra requer métodos analíticos precisos e reprodutíveis. Os materiais de construção, como argamassas, concretos e revestimentos, apresentam variabilidade composicional que pode mascarar desvios intencionais, como a substituição de agregados, o aumento da proporção de areia em relação ao cimento ou o uso de adições minerais não especificadas.

A escolha das técnicas de caracterização é um aspecto crítico no processo de caracterização de elementos estruturais, pois cada técnica possui suas próprias vantagens e limitações. Ao integrar diversas abordagens, busca-se reduzir as limitações individuais de cada técnica, proporcionando uma visão mais completa e confiável da composição e características das amostras. Essa abordagem integrativa permite identificar os constituintes fundamentais dos materiais cimentícios e também compreender suas interações e características microestruturais.

Para o estudo e caracterização desses materiais, diversas técnicas microestruturais são utilizadas, entre as quais se destacam a Difração de Raios X (DRX), empregada na identificação e quantificação das fases cristalinas presentes; a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), que permite observar a morfologia e a textura das partículas, além das interfaces entre os componentes; e a Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), acoplada ao MEV, que possibilita a análise química elementar e a correlação composicional das fases identificadas (CALLISTER, 2020; SCRIVENER et al., 2016; TAYLOR, 1997; LI et al., 2024).

No presente trabalho, serão utilizadas essas três técnicas em conjunto, por se tratarem de ferramentas consolidadas e amplamente reconhecidas para a caracterização microestrutural e mineralógica de materiais cimentícios, permitindo correlacionar a composição cristalina e química dos materiais com seu comportamento em campo, fornecendo subsídios robustos para análises periciais em obras públicas.

Essas técnicas permitem não apenas identificar as causas de falhas construtivas, mas também verificar a conformidade dos materiais empregados com as especificações contratuais e normativas. A integração disciplinada entre análise mineralógica, microestrutural e química

possibilita identificar desvios intencionais de traço, uso de insumos de qualidade inferior ou adulteração de misturas, todos elementos que podem configurar superfaturamento ou fraude.

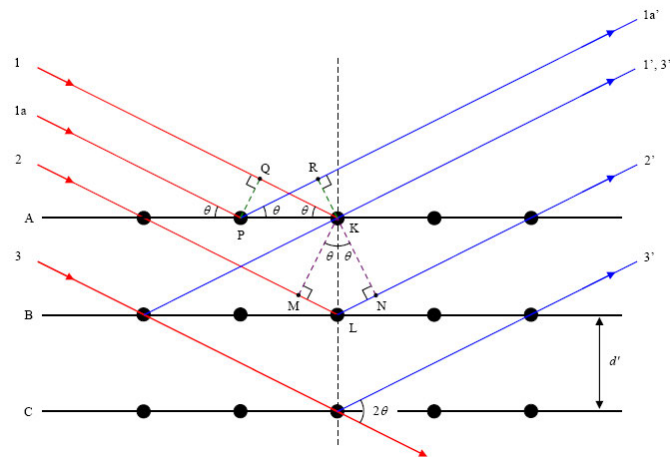
3.3.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E O MÉTODO RIETVELD

Os raios X são radiações eletromagnéticas que ao incidirem em um material cristalino, interagem com seus elétrons, que serão excitados e vibrarão com a mesma frequência do feixe incidente emitindo raios-X em todas as direções com a mesma frequência do feixe incidente, logo, cada átomo pode ser visto como uma fonte de emissão esférica de radiação (princípio de Huyghens).

Ao se incidir um feixe de raios-X sobre um cristal, onde os átomos estão regularmente espaçados, cada átomo será uma fonte de emissão esférica de radiação interferindo-se mutuamente. Nestas condições poderá haver interferências construtivas em ângulos determinados pela Lei de Bragg (Equação 1) e/ou interferências destrutivas nas demais direções. A difração ocorrerá quando houver espalhamento dessa radiação incidente ocorrendo interferência construtiva em ângulos específicos. Para que isso seja possível, é necessário que o comprimento de onda da radiação incidente seja da mesma ordem de grandeza da distância entre os planos atômicos da estrutura cristalina (CULLITY, 1967).

As superposições de duas ondas podem ocorrer de três modos: dobrando a intensidade, se interferindo ou se anulando completamente. Esta situação é que define o espectro dos Raios-X da análise de uma estrutura cristalina. Considere os planos cristalinos formados por átomos ordenados conforme mostra a Figura 5.

Figura 5. Esquema da difração de Bragg.



Fonte: Jenkins, 1996.

A lei de Bragg estabelece as condições necessárias para que as interferências construtivas aconteçam dadas por:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Onde: $n = 1, 2, 3, \dots$ λ é comprimento de onda dos raios-X em Angstrom ($\text{\AA}$), d é distância interplanar, θ é o ângulo de incidência ou reflexão do feixe incidente.

Cada cristal possui uma relação geométrica entre o espaçamento basal e os parâmetros de rede. Ao analisar o padrão de difração de um cristal verificam-se diferentes intensidades para os picos referentes a diferentes planos. Baseado nos aspectos geométricos da Lei de Bragg espera-se que os picos apresentem a mesma intensidade visto que há interferência construtiva, porém, há vários aspectos físicos que interferem na intensidade. Um aspecto a ser considerado é o fator de espalhamento atômico, que indica o quanto um átomo pode espalhar a um dado ângulo e certo comprimento de onda. Tais interferências podem estar relacionadas a fatores instrumentais, intrínsecos ao material ou à preparação de amostras, que podem influenciar a intensidade, posição angular e a forma dos picos de um difratograma (KLUG E ALEXANDER, 1974).

O aspecto mais importante dos cálculos de intensidade é o fator de estrutura. Este termo refere-se à interferência entre os átomos de dispersão em uma célula unitária de um cristal. Se

houver mais de um átomo em uma célula unitária (por exemplo, uma rede cúbica centrada na face tem quatro átomos em uma célula unitária), a intensidade de certos planos cristalográficos pode se tornar extinta devido à interferência entre átomos em diferentes planos (BLEICHER e SASAZAKI, 2000).

O fator de estrutura de intensidade pode ser calculado pelo fator de estrutura F_{hkl} como mostra a Equação 2.

$$F_{hkl} = \sum_n^N f_n \exp [2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)] \quad (2)$$

Assim como o fator de espalhamento atômico (f), o fator de estrutura é um quociente de duas amplitudes, no caso, a amplitude da onda espalhada por todos os átomos da célula unitária e a amplitude da onda espalhada por um elétron, ou seja, deve-se calcular o somatório para todos os N átomos na célula unitária. A razão de F ser um número complexo (observe o i no expoente de e) é que ele expressa tanto a amplitude quanto a fase da onda.

A partir do difratogramas obtido para um material é possível ler informações sobre as propriedades dos diferentes compostos cristalinos. Materiais cristalinos podem ser analisados de acordo com os seguintes métodos: análise qualitativa e quantitativa de fases, determinação de rede cristalina e parâmetros de rede, refinamento estrutural, determinação do tamanho do cristalito, tensão residual, análise de textura e estudo de defeitos cristalino.

Certas propriedades intrínsecas ao material, fatores instrumentais geométricos e outros relacionados à preparação de amostras podem influenciar na intensidade, posição e perfil dos picos presentes em um difratograma. Tais aspectos são extremamente relevantes, pois afetam diretamente a qualidade do difratograma, visto a importância da largura e intensidade dos picos difratados na determinação de tamanhos de grãos e parâmetros de rede, assim como a posição dos picos na determinação correta de espaçamentos interplanares.

Os principais interferentes instrumentais estão relacionados ao desalinhamento do equipamento e ao uso de fendas e comprimento de onda inadequado. A radiação $K\alpha$ é a radiação

de interesse na difratometria de raios X e é composta por duas radiações $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$ que têm comprimentos de onda muito próximos onde nem sempre são individualizadas em picos separados, sendo responsáveis pela assimetria dos picos principalmente em baixos ângulos. O comprimento de onda utilizado na radiação deve satisfazer a Lei de Bragg para que haja interferências construtivas, o comprimento de onda errado causa alterações no background, perda de resolução do difratograma e perda da intensidade de picos de fases cristalinas. A utilização de uma abertura maior na fenda divergente para o feixe incidente resulta em aumento das intensidades dos picos, por outro lado, fendas divergentes mais estreitas restringem a incidência dos raios X e garantem que o porta amostras não seja irradiado, evitando que picos do material do porta amostras apareçam no difratograma (CULLITY, 1967; KLUG e ALEXANDER, 1974; MCCUSKER, 1999).

Dentre os fatores intrínsecos à amostra podemos relatar a orientação preferencial de determinados minerais que corresponde à tendência dos cristais de um mineral moído de se orientarem em determinadas direções segundo um plano cristalográfico preferencial ocasionando aumento das intensidades dos picos correspondentes aos planos de clivagem levando à alteração das intensidades relativas das reflexões dos planos cristalográficos podendo, ainda, gerar deslocamento de picos, presença de quantidades significativas de materiais amorfos que modifica o background dos difratogramas, tornando-o não linear. Tal fenômeno pode causar dificuldades na separação de picos pouco intensos, que não se destacam claramente do background e temperatura do material, que em maiores temperaturas, a amplitude das vibrações aumenta resultando em expansão da célula unitária com consequente modificação nas distâncias interplanares e deslocamento de picos podendo ainda diminuir as intensidades dos picos difratados e causar aumento da intensidade de background (GOBBO, 2003; ANTONIASSI, 2010).

Preparação de Amostra

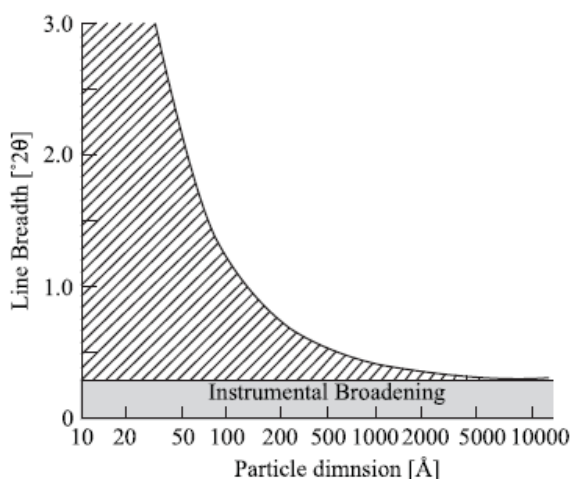
O difratômetro de raios-X foi originalmente projetado para examinar amostras de pó. No entanto, o difratômetro é frequentemente usado para examinar amostras de agregados cristalinos diferentes do pó. É importante ressaltar que uma amostra deve conter um grande número de minúsculos cristais (ou grãos) que se orientam aleatoriamente no espaço tridimensional porque os dados padrão de difração de raios X são obtidos de amostras de pó de

orientação perfeitamente aleatória. Intensidades relativas entre os picos de difração de uma amostra “bulk” podem ser diferentes do padrão porque a aleatoriedade perfeita da orientação dos grãos em amostras sólidas é rara. Os melhores métodos de preparação de amostras são aqueles que permitem que os analistas obtenham as informações desejadas com a menor quantidade de tratamento, pois pode ocorrer contaminação química durante os tratamentos da amostra (ZEVIN E KIMMEL, 1995).

Fatores relacionados à preparação de amostras são considerados as maiores fontes de erro para as três informações fundamentais de cada reflexão: posição angular, intensidade e perfil de pico. A superfície da amostra precisa ficar perfeitamente nivelada à superfície do porta amostra para garantir a geometria parafocal Bragg-Brentano evitando o deslocamento das posições dos picos. As amostras em forma de pó garantem que todos os planos cristalinos estejam expostos ocorrendo a reflexão de todos os planos possíveis possibilitando a determinação dos picos (ZEVIN E KIMMEL, 1995).

Idealmente, um pico de difração de Bragg é uma linha sem largura, mas na realidade, a difração de uma amostra de cristal produz um pico com uma certa largura. Essa largura do pico pode resultar do efeito de tamanho dos cristais. Pequenos cristais fazem com que o pico seja ampliado devido a interferências incompletamente destrutivas. A largura do pico é inversamente relacionada ao tamanho do cristal; ou seja, a largura do pico aumenta com a diminuição do tamanho das partículas do cristal, conforme mostrado na Figura 6.

Figura 6. Influência do tamanho de cristalito no alargamento dos picos de difração de raios X.



Fonte: Zevin e Kimmel, 1995.

Outra questão relacionada à amostra é que a penetração de raios X na matéria é limitada por causa da absorção de raios-X na matéria. Uma certa profundidade da superfície só pode ser examinada. Obviamente, os raios X penetram mais profundamente em materiais compostos de elementos mais leves que os elementos pesados, logo, em análises de materiais policristalinos, é muito importante levar em consideração a diferença de composição química das diversas fases cristalinas que compõem o material (ZEVIN E KIMMEL, 1995).

A interação de raios X com uma amostra cristalina ocorre considerando o volume, a densidade e a estrutura da amostra. Como pode ser visto na Figura 7, a área iluminada, denominada L_p , refere-se à região onde um feixe de área constante incide na amostra. Nesse processo, o raio X que atinge determinada região da amostra pode apresentar uma interação menor/maior em comparação com o raio X que incide na região vizinha. A diferença na interação dos raios X com os grãos da amostra em comparação com a matriz, por exemplo, está relacionada à densidade dos materiais envolvidos.

Para os compósitos cimentícios, nos grãos, a densidade costuma ser maior devido à estrutura mais compacta e à presença de átomos mais pesados ou mais concentrados em determinadas regiões. Por outro lado, na matriz, a densidade é geralmente menor devido à distribuição mais espaçada dos átomos. Quando os raios X atingem os grãos mais densos, sua penetração é mínima, resultando em uma interação menor quando comparado à matriz de menor densidade. Essa variação na interação é crucial para a análise de difração de raios X, pois pode apresentar variações, mesmo quando os constituintes estão presentes em proporções semelhantes, devido à influência da densidade da fase cristalina na interação do feixe.

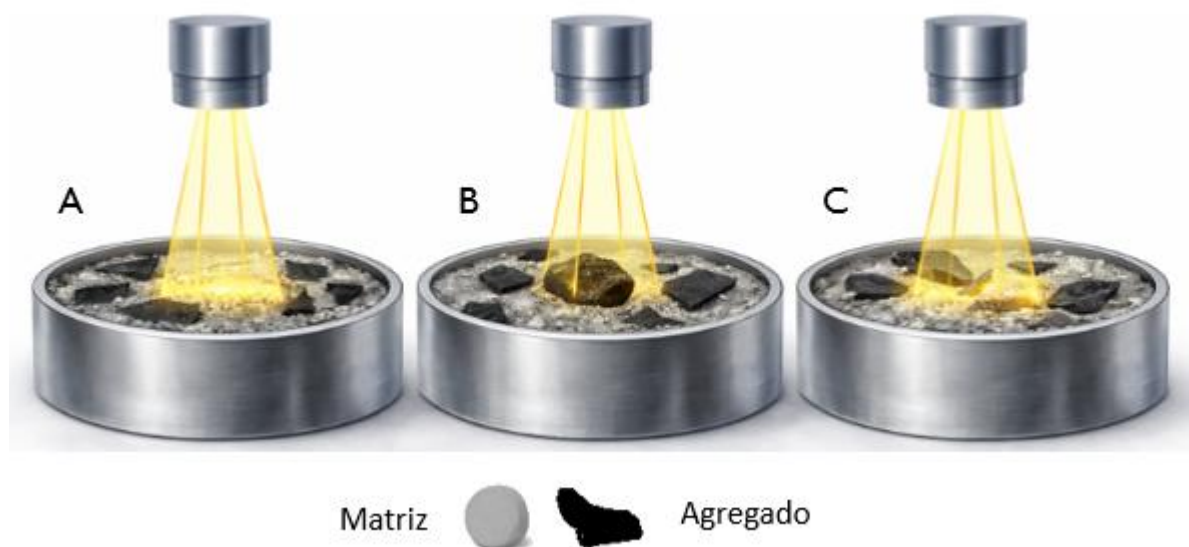
Figura 7. Interação do feixe incidente na amostra.



Fonte: Autora.

A disposição da amostragem durante o ensaio pode ocasionar uma distinção de composição, favorecendo regiões a apresentarem maior/menor teores de determinada fase cristalina. Como ilustrado na Figura 8, a depender da região contemplada pelo feixe incidente ao atingir a amostra, bem como a predisposição da amostragem, é possível favorecer/desfavorecer a intensidade de difração de alguma fase cristalina, levando o ensaio de caracterização a um resultado que não condiz com a situação real da amostra. A Área iluminada pode contemplar uma região homogênea e representativa da amostra, no caso da Figura 8 (a), uma região predominantemente de grãos (b), ou ainda uma região predominantemente de matriz (c).

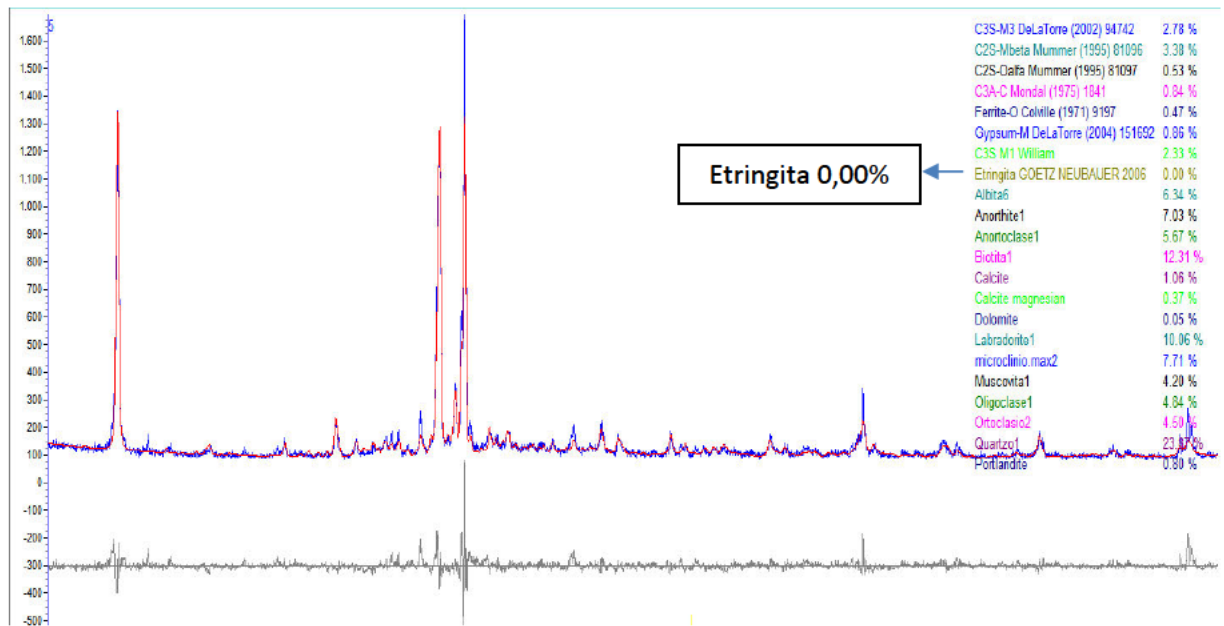
Figura 8. Disposição da amostra de acordo com a região escolhida.



Fonte: Autora.

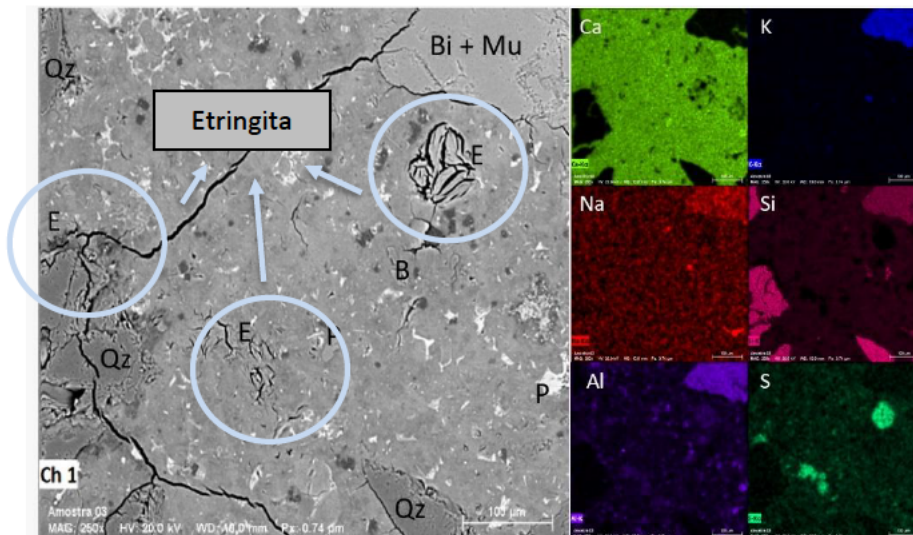
A seguir pode ser visualizado nas Figuras 9 e 10 o resultado de um ensaio de DRX, e MEV, respectivamente, abordando o conflito de resultados onde a análise de DRX não contemplou a presença de etringita, mesmo quando foi encontrado a presença de grãos de etringita no MEV.

Figura 9. Resultados de análises de DRX para amostra de concreto.



Fonte: Autora.

Figura 10. Resultado de análise de MEV/EDS para amostra de concreto.



Fonte: Autora.

Para garantir a homogeneidade e contemplação estatística da amostra, uma alternativa é optar pela redução do corpo sólido a pó, conforme ilustrado na Figura 11. Assim, todas as fases presentes são fragmentadas e distribuídas mais homogeneamente em toda a região da amostragem. A maneira mais eficiente de realizar o ensaio expressando quantitativamente os teores das fases constituintes é reduzir a dimensão a níveis menores do que a dimensão média

da menor fase. Essa cominuição, além de assegurar que os diferentes planos cristalinos estejam adequadamente expostos, possibilitando a reflexão de um maior conjunto de planos e, conseqüentemente, a correta determinação dos picos difratados, promove uma maior aleatoriedade na orientação dos cristais, reduzindo significativamente os efeitos de orientação preferencial e as interferências associadas na análise difratométrica.

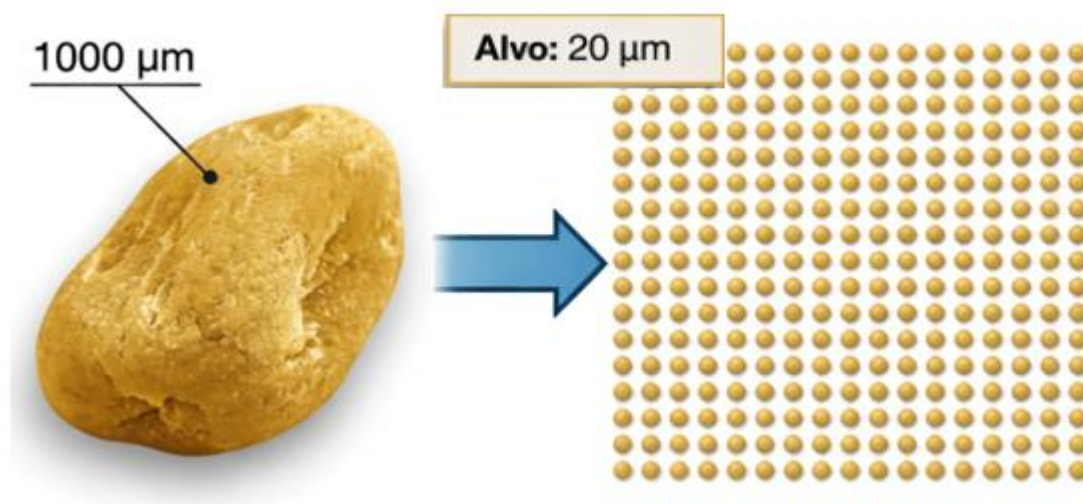
Figura 11. Cominuição da amostra garantindo uma distribuição estatística das partículas.



Fonte: Autora.

O tamanho médio de um grão de areia, é da ordem de 1000 micrômetros, se a pulverização da amostra alcançar a ordem de aproximadamente 40 micrômetros (peneiras 400 mesh), haverá uma malha mais distribuída e contemplativa em torno de 25x25, e uma média 625 partículas fragmentadas, garantindo a distribuição estatística das mesmas, resultando em um espectro mais representativo e confiável. A homogeneidade e a representatividade da amostra garantem a leitura correta de toda a amostra, em vez do favorecimento de uma fase em determinada região. A figura 12 ilustra a representatividade da diminuição do tamanho das partículas.

Figura 12. Cominuição de um grão de areia a partículas de 20 μ , aumentando a distribuição estatística das partículas.



Fonte: Autora.

Método Rietveld

O método de Rietveld é uma ferramenta de análise estrutural, potencialmente utilizada em análise quantitativa de fases, em especial, para materiais cristalinos não disponíveis na forma monocristalina. O método foi inicialmente desenvolvido para refinamento de dados de difratometria de nêutrons, e após desenvolvimento de funções que descrevem o perfil dos picos para a radiação de raios X, (MALMROS e THOMAS, 1977; YOUNG, 1977), foi adaptado para ser utilizado na difratometria de raios X.

O método baseia-se em uma simulação do perfil difratométrico a partir das estruturas cristalinas, permitindo a extração de um maior número de informações a partir do difratograma. O método analisa o perfil de padrão difratométrico como um todo e utiliza as intensidades individuais de cada passo angular, permite ainda o refinamento de estruturas cristalinas complexas e a determinação quantitativa de fases a partir do difratograma com ótima precisão (RIETVELD, 1969; WILL, 2006).

Para aplicação deste método é necessário conhecer previamente a estrutura das fases presentes na amostra e obter informações cristalográficas sobre elas, tais como grupo espacial e posições dos átomos na célula unitária. A partir dessas estruturas, é modelado um

difratograma calculado da amostra que determina a intensidade calculada em cada passo angular. O refinamento pelo método de Rietveld consiste na aproximação do perfil difratométrico calculado ao perfil difratométrico observado através do método dos mínimos quadrados. A qualidade e eficiência do refinamento são verificadas através de indicadores estatísticos e numéricos que são considerados durante o processo de cálculo e no término do refinamento. O R_{WP} (R-weighted pattern) é um dos índices que melhor refletem a qualidade do processo de refinamento por ter no numerador o resíduo que é minimizado.

A quantidade minimizada no refinamento é a função residual S_y dos mínimos quadrados dada por:

$$S_y = \sum W_i (Y_i - Y_{ci})^2 \quad (3)$$

em que:

W_i = peso de uma média ponderada

Y_i = intensidade observada no i ésimo passo,

Y_{ci} = intensidade calculada no i ésimo passo.

Rietveld aplicou um modelo analítico para o cálculo da intensidade para definir um padrão calculado que melhor se ajusta ao padrão observado, dado pela equação:

$$Y_i(calc) = \sum_{j=1}^{N_{fases}} S_j \sum_{k=1}^{N_{picos}} L_{Pk} |F_{k,j}|^2 G_j (2\theta_i - 2\theta_{k,j}) A_j P_{k,j} + bkg_i \quad (4)$$

Onde:

S = Fator de escala

L_{Pk} = Fator de polarização

$|F_{k,j}|^2$ = Fator de estrutura

G_j = Função do perfil de reflexão

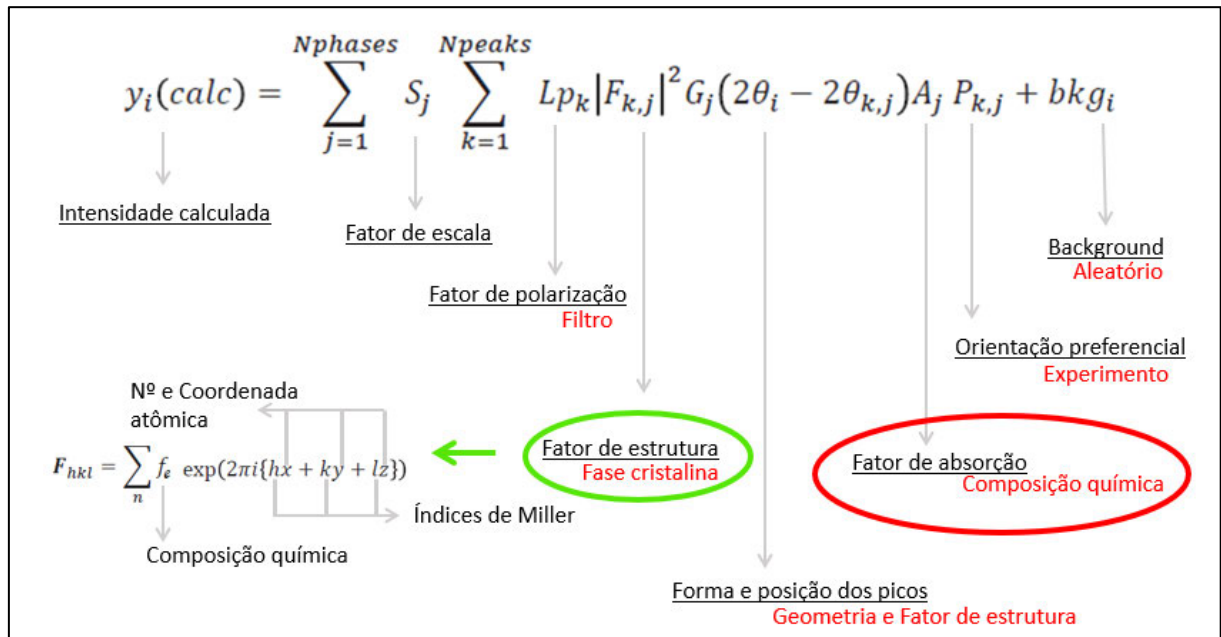
A_j = Fator de absorção

$P_{k,j}$ = Função de orientação preferencial

bkg_i = Background

Esta equação, melhor ilustrada na Figura 13, contém os parâmetros variáveis necessários para ajustar o padrão de difração observado. O refinamento leva sempre em consideração a sobreposição dos picos de todas as fases presentes e as contribuições do ruído de fundo.

Figura 13. Parâmetros da equação do método de Refinamento de Rietveld e suas contribuições para a intensidade calculada do difratograma.



Fonte: Autora.

Durante o refinamento, parâmetros globais e específicos de cada fase constituinte, bem como parâmetros instrumentais que afetam fisicamente os difratogramas, podem ser considerados, calculados e compensados, tais como parâmetros geométricos das fases presentes, parâmetros de rede e de perfil (YOUNG, 2002; MCCUSKER, 1999).

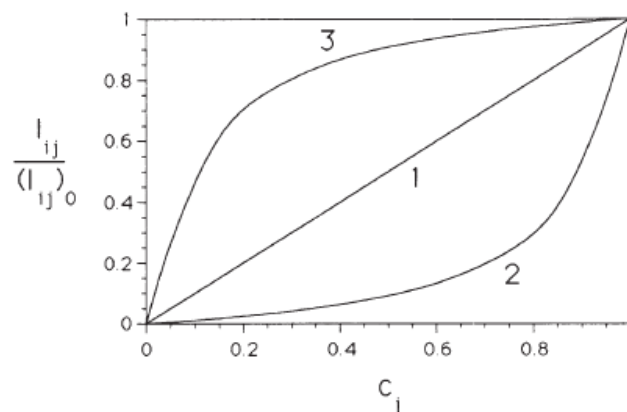
São esses os parâmetros:

- Parâmetros individuais para cada fase:
 - x_j y_j z_j , B_j e N_j (posições atômicas, parâmetro termal isotrópico e multiplicador de ocupação do sítio, respectivamente, todos para o $j^{\text{ésimo}}$ átomo na célula unitária;
 - Fator escala;
 - Parâmetros de largura de perfil de picos (u , v e w);
 - Parâmetros da célula unitária;
 - Fator temperatura total (b overall);
 - Parâmetro termal anisotrópico individual;

- Orientação preferencial;
 - Tamanho de cristalitos e micro-tensões (parâmetros de perfil de pico);
 - Extinção.
-
- Parâmetros globais
 - Zero do goniômetro (2θ -Zero);
 - Perfil instrumental;
 - Assimetria do perfil;
 - Linha do background;
 - Comprimento de onda;
 - Deslocamento da amostra;
 - Transparência da amostra;
 - Absorção.

A figura 14 apresenta a variação da intensidade relativa normalizada em função da fração volumétrica ou concentração da fase em um sistema binário, considerando diferentes relações de coeficiente de absorção mássico entre a fase de interesse e a matriz. De acordo com o formalismo proposto por Zevin e Kimmel, a intensidade de difração de uma fase em uma mistura não depende apenas de sua fração volumétrica, mas também do contraste de absorção entre as fases. A absorção diferencial de raios X altera o volume efetivamente irradiado e, conseqüentemente, a intensidade difratada medida.

Figura 14: Variação da intensidade relativa normalizada em função da fração volumétrica ou concentração da fase em um sistema binário.



Fonte: Zevin e Kimmel, 1995.

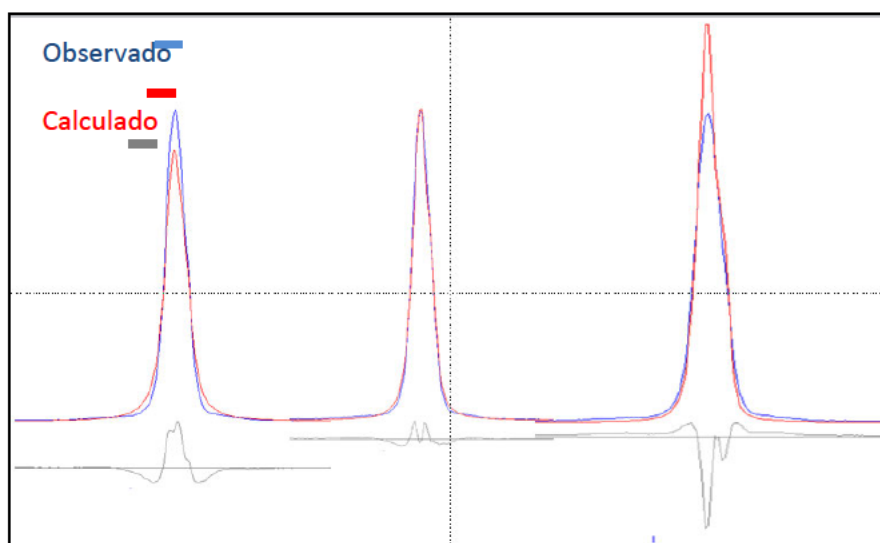
Podemos concluir que a relação entre intensidade difratada e concentração de fase em sistemas binários é fortemente influenciada pelo contraste de absorção entre as fases. A equação fundamental para intensidade em misturas multifásicas, como é o caso dos compósitos cimentícios, inclui explicitamente o coeficiente de absorção linear médio do sistema, o que introduz não linearidade sempre que o coeficiente de absorção da matriz for diferente do coeficiente de absorção dos grãos. Assim:

- Sem contraste de absorção (1) → relação linear (condição ideal).
- Fase mais absorvente (3) → intensificação inicial e tendência à saturação.
- Fase menos absorvente (2) → crescimento retardado da intensidade.

Esses efeitos são particularmente relevantes em análises quantitativas por DRX, pois podem introduzir erros significativos se não forem aplicadas correções de absorção. Por isso a importância de se aplicar o método Rietveld que leva em consideração todas as variantes possíveis. Logo, a interpretação quantitativa da intensidade de difração deve considerar explicitamente os coeficientes de absorção mássicos das fases constituintes, sob pena de superestimar ou subestimar a fração real da fase analisada.

A Figura 15 apresenta alguns exemplos de curvas de refinamento para uma mesma amostra, evidenciando a curva observada e calculada e o resíduo, para que o refinamento seja satisfatório, a linha que representa o difratograma calculado deve se sobrepor à linha do difratograma observado, sendo assim, a linha de diferença deve se aproximar de uma reta.

Figura 15. Comparação da curva de refinamento para mesma amostra.



Fonte: Autora.

A aplicação da difusão de raios-X na análise de materiais de construção desempenha um papel crucial na garantia da qualidade e durabilidade das estruturas construídas. Nesse âmbito, a determinação da proporção dos componentes fundamentais de uma edificação, torna-se essencial para garantir o desempenho adequado em aplicações específicas. A técnica de Difratometria de Raios-X destaca-se como uma ferramenta indispensável, fornecendo informações com precisão excepcional na identificação dos constituintes cruciais dos materiais cimentícios, possibilitando uma análise mais refinada em comparação com os métodos convencionais.

A ASTM International, por meio da norma ASTM D3294-22, estabelece diretrizes para a preparação de amostras em análises forenses de materiais geológicos e derivados, incluindo argamassas e concretos, recomendando granulometria inferior a 100 μm para ensaios pelo método do pó. Contudo, a própria norma ressalta que a faixa ideal situa-se entre 10 e 20 μm , evidenciando a importância do controle granulométrico na obtenção de resultados analíticos confiáveis.

A variação dentro dessa janela granulométrica não é trivial e pode impactar diretamente a qualidade e a reprodutibilidade dos resultados, especialmente em técnicas como a difração de raios X (DRX). Partículas mais grossas (próximas a 100 μm) tendem a intensificar efeitos de orientação preferencial, reduzir a estatística de amostragem e gerar heterogeneidade no volume irradiado, comprometendo a representatividade mineralógica. Por outro lado, partículas na faixa ideal (10–20 μm) promovem melhor aleatorização dos cristalitos, aumento da área superficial exposta e maior homogeneidade do empacotamento no porta-amostras, favorecendo a acurácia na identificação e quantificação de fases cristalinas (CULLITY, 1967; JENKINS, 1996).

No contexto da ciência forense, tais aspectos assumem relevância ainda maior. A análise de vestígios minerais — como partículas de areia aderidas a calçados, vestimentas ou superfícies — fundamenta-se no princípio da individualidade mineralógica dos ambientes geológicos. Diferentes localidades apresentam assinaturas mineralógicas específicas, determinadas por fatores como litologia, intemperismo, transporte e deposição. Assim, a caracterização precisa dessas amostras pode permitir a associação entre um indivíduo e um determinado local (MURRAY, 2004; PITTS & CLARKE, 2020).

Esse mesmo princípio é aplicável a materiais cimentícios e rochas em investigações forenses, como na rastreabilidade de jazidas clandestinas ou na análise comparativa de concretos e argamassas. Entretanto, a confiabilidade dessas correlações depende diretamente da qualidade da preparação da amostra. Variações granulométricas inadequadas podem introduzir viés analítico, mascarar fases minerais minoritárias ou alterar relações quantitativas entre os constituintes, comprometendo a robustez da evidência pericial.

Dessa forma, o rigor no controle da granulometria — privilegiando a faixa ideal recomendada — é um fator crítico para assegurar a validade científica, a reprodutibilidade dos resultados e a admissibilidade das evidências em contexto forense.

3.3.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

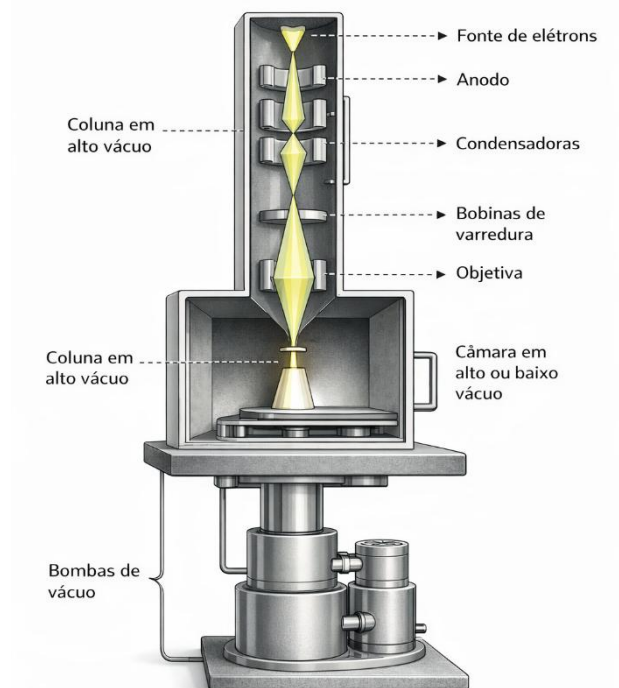
O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), conhecido como Scanning Electron Microscopy (SEM) em inglês, é um instrumento altamente versátil utilizado para observar e analisar as características microestruturais de materiais sólidos. Este tipo de microscópio é empregado na caracterização e análise da microestrutura de amostras em diversos campos do conhecimento. Ele gera imagens tridimensionais de alta resolução, fornecendo informações detalhadas sobre a natureza química do material. Além disso, possibilita a identificação da estrutura, morfologia, elementos químicos e topografia da superfície da amostra (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

O MEV surgiu em 1938 a partir da adaptação do Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), por meio do acoplamento de bobinas de varredura ao equipamento, permitindo a varredura da superfície do material (VON ARDENNE, 1938). Em 1942, foi descrita a utilização de um MEV para a análise de amostras espessas, com base na detecção de elétrons secundários (ZWORYKIN et al., 1942). O primeiro equipamento comercial foi desenvolvido na década de 1960 pela Cambridge Scientific Instrument Company, marcando um avanço significativo na consolidação da técnica. Desde então, inúmeros aprimoramentos tecnológicos têm sido incorporados, promovendo uma verdadeira revolução na Ciência e Engenharia de Materiais.

O microscópio eletrônico de varredura é constituído, basicamente, de: Uma coluna óptico-eletrônica; uma unidade de varredura; uma câmara de amostras; um sistema de detecção; e um sistema de visualização e armazenamento da imagem. Na coluna optoeletrônica localizam-se o canhão de elétrons, que gera os elétrons primários com energia e em quantidade suficiente para promoverem a excitação da amostra; as lentes condensadoras, as quais colimam o feixe de elétrons primários; as bobinas eletromagnéticas, que promovem a deflexão do feixe de elétrons primários no sentido horizontal (varredura) e vertical (focalização) sobre uma dada região da amostra; e as bobinas eletromagnéticas, as quais fazem as correções de astigmatismo.

O princípio de funcionamento do MEV consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (eletrodo negativo), mediante a aplicação de uma diferença de potencial que pode variar de 0,5 a 30 KV. Essa variação de voltagem permite a variação da aceleração dos elétrons, e também provoca o aquecimento do filamento. A parte positiva em relação ao filamento do microscópio (eletrodo positivo) atrai fortemente os elétrons gerados, resultando numa aceleração em direção ao eletrodo positivo. A correção do percurso dos feixes é realizada pelas lentes condensadoras que alinham os feixes em direção à abertura da objetiva. A objetiva ajusta o foco dos feixes de elétrons antes dos elétrons atingirem a amostra analisada. Como conhecido pela física, quando um feixe de elétrons incide sobre a amostra, ocorrerá interação com os átomos da camada mais externa, e estas interações geradas serão captadas por detectores acoplados ao equipamento, que serão posteriormente traduzidos em imagens na tela do computador. A seguir é possível ver a ilustração do funcionamento de microscópio eletrônico na Figura 16.

Figura 16. Esquema da coluna de um Microscópio Eletrônico de Varredura.



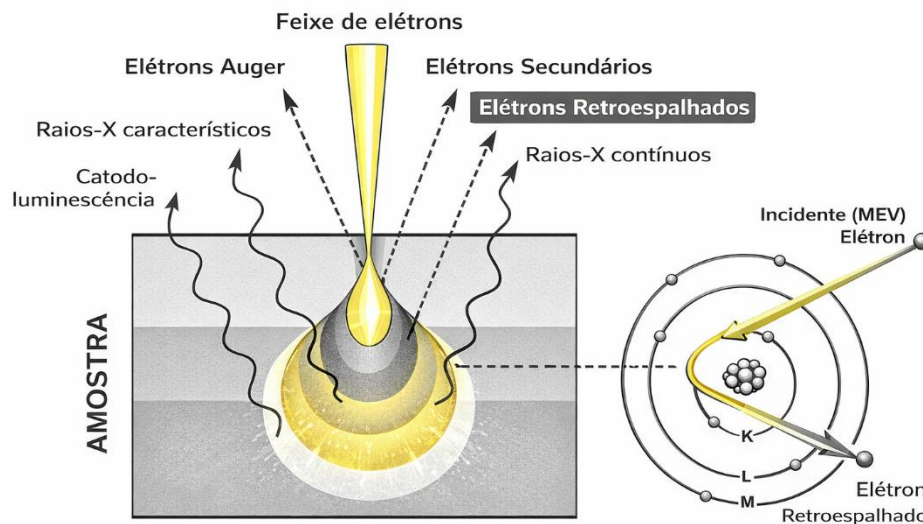
Fonte: Adaptado de Barbosa *et al.*, 2019.

Nos microscópios convencionais, os elétrons são emitidos termionicamente a partir de um cátodo (filamento) de tungstênio ou hexaboreto de lantânio (LaB6) e acelerados através de um ânodo, sendo também possível obter elétrons por efeito de emissão de campo. O tungstênio é tipicamente usado por ser o metal com mais alto ponto de fusão e mais baixa pressão de vapor, permitindo que seja aquecido para a emissão de elétrons. O feixe de elétrons, o qual normalmente têm uma energia que vai desde as algumas centenas de eV até 100keV, é focalizado por uma ou duas lentes condensadoras, em um feixe com um ponto focal muito fino, com tamanho variando de 0,4 a 0,5 nm. Este feixe passa através de pares de bobinas de varredura e pares de placas de deflexão na coluna do microscópio.

Quando o feixe primário interage com a amostra, os elétrons perdem energia por dispersão e absorção em um volume em forma de gota, conhecido como volume de interação como pode ser visto na Figura 17, o qual se estende de menos de 100 nm até em torno de 5 μm para dentro da superfície da amostra. O tamanho do volume de interação depende da energia dos elétrons, do número atômico dos átomos da amostra e da densidade da amostra. A interação entre o feixe de elétrons e a amostra resulta na emissão de elétrons secundários, elétrons retroespalhados, elétrons Auger, raios-x Bremstrahlung, raios-x característicos, radiação

eletromagnética na região do infravermelho, do visível e do ultravioleta, fônons além de causar aquecimento da amostra.

Figura 17. Interações do Feixe de Elétrons com a Amostra e Geração de Sinais no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).



Fonte: Adaptado de Moraes, 2020.

Quando o feixe primário incide na amostra, parte dos elétrons difunde-se e constitui um volume de interação que depende principalmente da tensão de aceleração e do número atômico da amostra. Nesta interação, os elétrons e as ondas eletromagnéticas produzidos são atraídos até o detector e serão utilizados para gerar os resultados na forma de imagens e análises físico-químicas. A profundidade máxima de detecção, portanto, a resolução espacial, depende da energia com que estas partículas ou raios atingem o detector, ou são capturadas pelo mesmo. Por exemplo: elétrons retroespalhados possuem maior energia do que os elétrons secundários, assim, o detector de elétrons retroespalhados irá operar na faixa de energia maior e o de elétrons secundários na faixa menor.

A imagem formada a partir do sinal captado na varredura eletrônica de uma superfície pode apresentar diferentes características, uma vez que a imagem resulta da amplificação de um sinal obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra. Dentre os sinais gerados pela interação feixe/amostra, os mais utilizados para obtenção da imagem na técnica MEV são provenientes dos elétrons secundários (SE) e/ou dos elétrons retroespalhados (BSE).

- Elétrons Secundários (SE)

Os elétrons secundários são aqueles liberados pela amostra como resultado de colisões com elétrons incidentes, sendo elétrons de baixa energia (menos de 50 eV) e proporcionam imagens com alta resolução (3-5 nm). São os responsáveis pela formação da imagem tridimensional e informações topológicas da superfície da amostra. As imagens fornecidas por SE se apresentam em tons de cinza, onde os tons mais claros podem corresponder as faces do material voltadas para o detector e a resolução das imagens podem variar de acordo com parâmetros de uso do equipamento como a intensidade de corrente.

- Elétrons Retroespalhados (BSE)

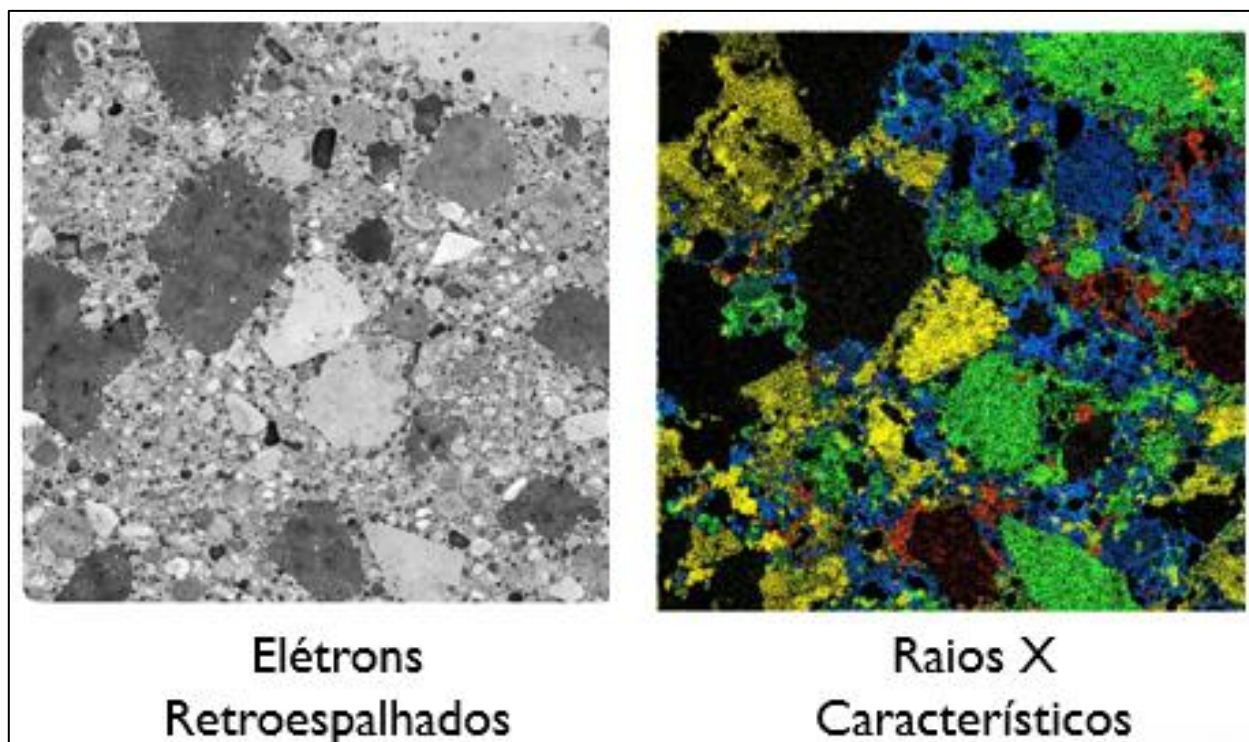
Os elétrons retroespalhados referem-se a elétrons primários que foram desviados em ângulos muito pequenos em relação à direção inicial do feixe, que ocorre quando os elétrons incidentes interagem com núcleos atômicos na amostra, resultando em uma pequena mudança de direção. Nestas imagens, o nível de cinza é proporcional ao número de elétrons, e consequentemente ao peso atômico médio em cada pixel da imagem, o que a torna, de maneira indireta, uma imagem composicional, uma vez que a intensidade e o ângulo de retroespalhamento dependem da massa atômica dos átomos na amostra. Os tons mais claros de cinza correspondem às porções constituídas por elementos com Z (número atômico) relativamente maior do que aquelas com tons mais escuros. Contudo, a resolução da imagem de BSE é menor que a de SE, pois as regiões de back-scattering abrangem uma área maior que aquelas de liberação de elétrons secundários na superfície analisada.

O MEV pode ser ainda integrado a um detector de raios-X conhecido como Espectrômetro por Energia Dispersiva de Raios X (EDX ou EDS – energy dispersive x-ray detector), que possibilita a identificação e quantificação dos elementos químicos que constituem o composto analisado na amostra. Esta técnica de EDS complementa a capacidade de imagem do MEV, fornecendo informações sobre a composição elementar da amostra. Cada elemento químico emite raios-X com energias características quando excitado por elétrons, sendo assim, a amostra irá emitir raios-X característicos a partir da interação do feixe primário com a amostra, que serão detectados e medidos pelo espectrômetro de EDS. O resultado é um espectro de energia que representa a intensidade dos raios-X em função da energia. Cada pico no espectro está associado a um elemento específico presente na amostra. Comparando os picos do espectro com bancos de dados conhecidos, é possível identificar os elementos presentes na amostra. A intensidade dos picos está relacionada à concentração dos elementos. Em algumas

aplicações, a técnica EDS pode ser utilizada para mapear a distribuição espacial dos elementos na amostra, fornecendo informações sobre a sua heterogeneidade (DUARTE, 2003).

A Figura 18 apresenta a comparação entre duas abordagens analíticas aplicadas à caracterização microestrutural de materiais cimentícios. À esquerda, observa-se a imagem obtida por elétrons retroespalhados, que evidencia contrastes relacionados à composição química média das fases presentes, permitindo distinguir agregados, matriz cimentícia e porosidade. À direita, a imagem gerada a partir de raios X característicos (mapeamento químico) destaca a distribuição espacial dos elementos químicos, possibilitando uma análise mais detalhada da heterogeneidade composicional e da identificação de fases específicas no material.

Figura 18: Imagem por elétrons retroespalhados (esquerda) e mapeamento por raios X característicos (direita), evidenciando contraste composicional e distribuição química.



Fonte: Autora.

O MAZE é um sistema computacional desenvolvido pelo projeto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação P&D+I da CHESF, 2018, atualmente utilizado em pesquisas no laboratório TECNOMAT/UFPB de forma complementar à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Trata-se de um pacote tecnológico voltado para identificação de fases em rochas e análise automática de danos em concreto a partir de ensaios não destrutivos e para predição da reação álcali-agregado com base em técnicas de aprendizagem de máquina. Ele é dividido nos subsistemas ou módulos abaixo:

- i. Base de dados de agregado, que reúne informações sobre fases cristalinas presentes em concretos;
- ii. Análise e segmentação de imagens, responsável pelo processamento e classificação das imagens microscópicas;
- iii. Ensaios de microdureza, utilizados na caracterização mecânica local dos materiais;
- iv. Redes neurais, aplicadas à classificação e à predição de comportamentos associados à reação álcali-agregado.

O MAZE foi escrito na linguagem Python e utiliza as seguintes bibliotecas:

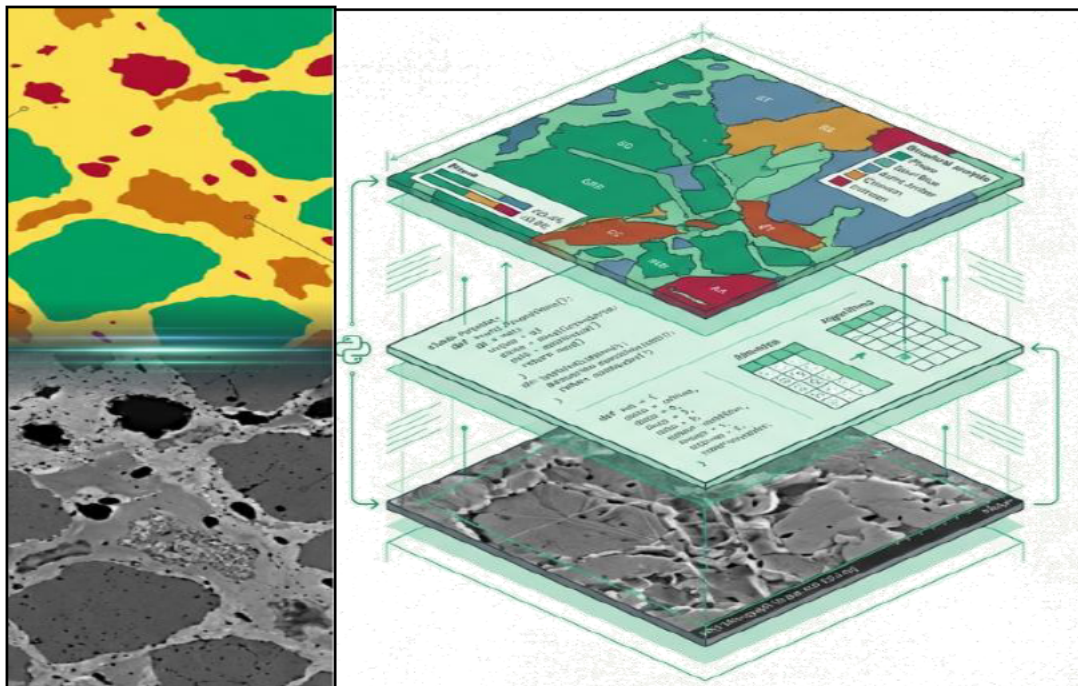
- *PyQt5*: Pacote com um framework para a criação de interfaces gráficas;
- *NumPy*: Pacote de computação científica;
- *SciPy*: Pacote de computação científica;
- *Pandas*: Pacote para manipulação e análise de dados;
- *Matplotlib*: Pacote de geração de gráficos;
- *Seaborn*: Pacote de geração de gráficos;
- *OpenCV*: Pacote de visão computacional e processamento digital de imagens;

O MAZE é capaz de classificar automaticamente o padrão de cada impressão gerada sobre a superfície da amostra ensaiada. Cada ponto amostral submetido à indentação produz uma impressão associada às deformações resultantes do campo de tensões sob o indentador, as quais podem apresentar geometrias regulares ou imperfeitas, especialmente em amostras com elevada variabilidade de fases. Essas variações decorrem da heterogeneidade microestrutural do material, influenciada por sua formação mineralógica e pelas diferenças locais no padrão de dureza. A partir dessa análise, o sistema gera relatórios que apresentam a porcentagem de cada classe ou fase identificada na imagem.

No processo de segmentação, o MAZE realiza a análise pixel a pixel das imagens provenientes do MEV, equalizando os tons de cinza e enquadrando-os em classes previamente definidas pelo operador. Para garantir maior confiabilidade na classificação, recomenda-se que o número de classes adotado seja, no mínimo, igual ao número de fases físicas visíveis na imagem analisada. Para fins de padronização visual, recomenda-se estabelecer um esquema de cores associado aos diferentes tons de cinza observados nas micrografias, no qual as fases e defeitos da amostra são representadas sempre pela mesma cor em cada amostra. Esse procedimento auxilia na interpretação das imagens e na quantificação das fases cristalinas, contribuindo para análises direcionadas a aplicações em obras de engenharia civil e estudos de desempenho e durabilidade de materiais cimentícios.

A Figura 19 ilustra o fluxo de processamento e análise de micrografias aplicado à caracterização microestrutural. A partir de imagens obtidas por microscopia eletrônica, são empregadas etapas de segmentação, classificação e quantificação, permitindo a identificação das diferentes fases presentes e a extração de parâmetros quantitativos relevantes. Esse tipo de abordagem integra dados microestruturais e ferramentas computacionais, ampliando a precisão e a reprodutibilidade das análises.

Figura 19: Fluxo ilustrativo de análise de imagens microestruturais, da micrografia para a segmentação, classificação e quantificação das fases.



Fonte: Autora.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Esse capítulo apresenta os materiais analisados e os procedimentos metodológicos adotados para a caracterização dos materiais cimentícios investigados, com foco na determinação da composição mineralógica, na avaliação microestrutural e na determinação de traços para verificação de conformidade com as especificações de editais de obras públicas.

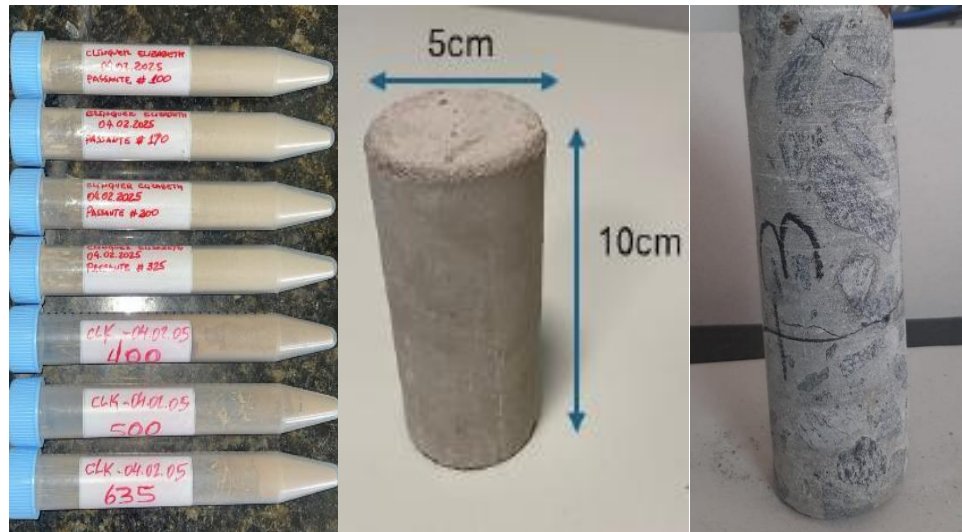
A metodologia foi estruturada de forma a integrar técnicas complementares de caracterização (DRX e MEV/EDS), permitindo correlação sólida entre dados cristalográficos, químicos e morfológicos, conforme se espera em análises periciais no âmbito da engenharia legal.

O protocolo desenvolvido incorpora parâmetros críticos identificados em estudos anteriores de Albuquerque (2025), que realizou um levantamento dos materiais de maior impacto econômico apresentados nas licitações de obras públicas, como é o caso das argamassas de revestimento, bem como parâmetros comuns de preparação física que, embora frequentemente passem despercebidos na rotina laboratorial, afetam diretamente os resultados, como o tempo de moagem e a finura, os quais influenciam de forma significativa a qualidade e a confiabilidade das análises por difração de raios X. Assim, para cada tipo de material cimentício, estabeleceu-se um procedimento-padrão de preparação e análise, de modo a garantir a reprodutibilidade e minimizar erros associados ao processamento da amostra.

4.1. NATUREZA DA AMOSTRA

Os materiais avaliados nesta pesquisa abrangem as três classes principais de produtos cimentícios fundamentais em obras de infraestrutura: clínquer Portland, argamassa de revestimento e concreto estrutural, conforme mostra a Figura 20. A seleção das amostras foi delineada para contemplar tanto materiais de referência, produzidos sob condições controladas em laboratório, quanto materiais reais extraídos de ambiente de serviço, garantindo variabilidade composicional e representatividade técnica.

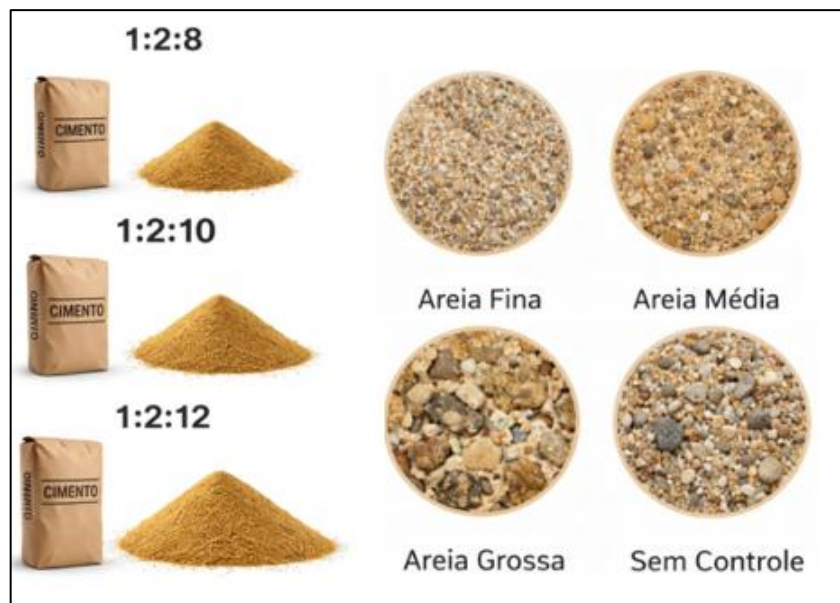
Figura 20. Amostras trabalhadas na validação da metodologia a ser aplicada.



Fonte: Autora.

Foram analisadas argamassas com diferentes traços (1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12) e variações granulométricas dos agregados, incluindo amostras industrializadas para fins comparativos. A Figura 21 apresenta a variação dos traços de argamassa em função da proporção cimento:areia, associada às diferentes distribuições granulométricas do agregado miúdo. Observa-se a comparação entre areias fina, média, grossa e uma condição sem controle granulométrico

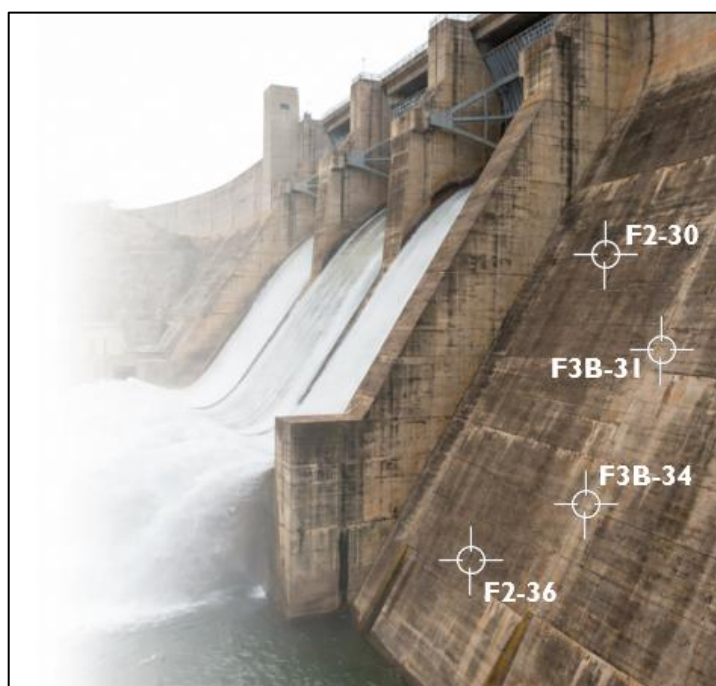
Figura 21: Traços de argamassa (1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12) e diferentes granulometrias de areia: fina, média, grossa e sem controle.



Fonte: Autora.

Os concretos estruturais foram coletados da barragem da Usina Hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV), conforme ilustrado na Figura 22., envolvendo amostras com manifestações patológicas reais coletadas em diferentes profundidades e tomada d'água. Complementarmente, o clínquer de origem industrial foi utilizado para estabelecer parâmetros de estabilidade analítica, assegurando que os resultados reflitam a composição intrínseca dos materiais.

Figura 22. Representação ilustrativa da estrutura de barragem com indicação dos pontos de coleta das amostras de concreto utilizados na análise



Fonte: Autora.

4.2. ESTRUTURAÇÃO E DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

A estruturação experimental desta pesquisa foi delineada em duas etapas fundamentais, visando garantir a robustez técnica e a validação científica do protocolo. A primeira etapa da pesquisa consistiu em um estudo de sensibilidade voltado à variação do método, no qual os valores dos parâmetros de preparação — [REDACTED] — foram variados para teste. O objetivo central deste estágio preliminar foi identificar como essas variáveis influenciam a qualidade e a confiabilidade das análises por difração de raios X (DRX) e o subsequente refinamento de Rietveld.

Nesta etapa, foram utilizadas as seguintes amostras: duas amostras de argamassas de traço conhecido 1:2:8 e 1:2:12, produzidas em laboratório por Albuquerque (2025) sem controle específico da granulometria da areia; e duas amostras de concreto estrutural provenientes da barragem da Usina Hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV) (HENRIQUE, 2022), com traço em volume de 1:3,7:10, coletadas de duas tomadas d'água distintas e profundidades similares, chamadas de F230 e F3B34, para avaliar a resposta mineralógica em diferentes condições de [REDACTED] para identificar as variáveis que influenciam a qualidade dos difratogramas.

A segunda etapa consistiu na aplicação e validação do método, utilizando os parâmetros de preparação otimizados na fase anterior (especificamente [REDACTED]). Esta fase visou comprovar a capacidade da metodologia em identificar e diferenciar traços, consolidando sua eficácia para a rotina pericial. As argamassas foram produzidas em laboratório por Albuquerque (2025), seguindo rigorosamente as normas técnicas vigentes, contemplando diferentes variações de traços e condições granulométricas. Para o traço 1:2:8, foram avaliadas três faixas granulométricas da areia fina (F4), média (M4) e grossa (G4), enquanto para o traço 1:2:10 foi empregada areia de granulometria média (M410). O traço 1:2:12 foi produzido sem controle específico da granulometria do agregado miúdo, além da inclusão de uma argamassa industrializada para fins comparativos (ALBUQUERQUE *et al.*, 2025). Dessa forma, as argamassas analisadas foram identificadas e nomeadas como F4, M4, G4, 1:2:10, 1:2:12 e industrial, respectivamente, como pode ser visto na Tabela 2.

Tabela 2: Nomenclatura das argamassas analisadas em cada etapa.

Nome	Cimento	Cal	Areia	Etapa
T38	1	2	8	1ª etapa
T312	1	2	12	
F4	1	2	8	
M4	1	2	8	2ª etapa
G4	1	2	8	
1:2:10	1	2	10	
1:2:12	1	2	12	
Industrial	Sem informações do fabricante.			

Os concretos avaliados na segunda etapa, correspondem a amostras coletadas da barragem da Usina Hidrelétrica de Paulo Afonso IV (PA IV), as quais apresentavam manifestações patológicas (HENRIQUE, 2022). Foram analisadas duas amostras distintas, sendo uma proveniente do furo 2, à profundidade de 36 m, e outra do furo 3, à profundidade de 31 m, ambos das tomadas d'água da barragem, possibilitando a investigação das condições microestruturais e mineralógicas de materiais submetidos a processos de degradação em ambiente real de serviço. Dessa forma, os concretos analisados foram identificados e nomeados conforme a Tabela 3.

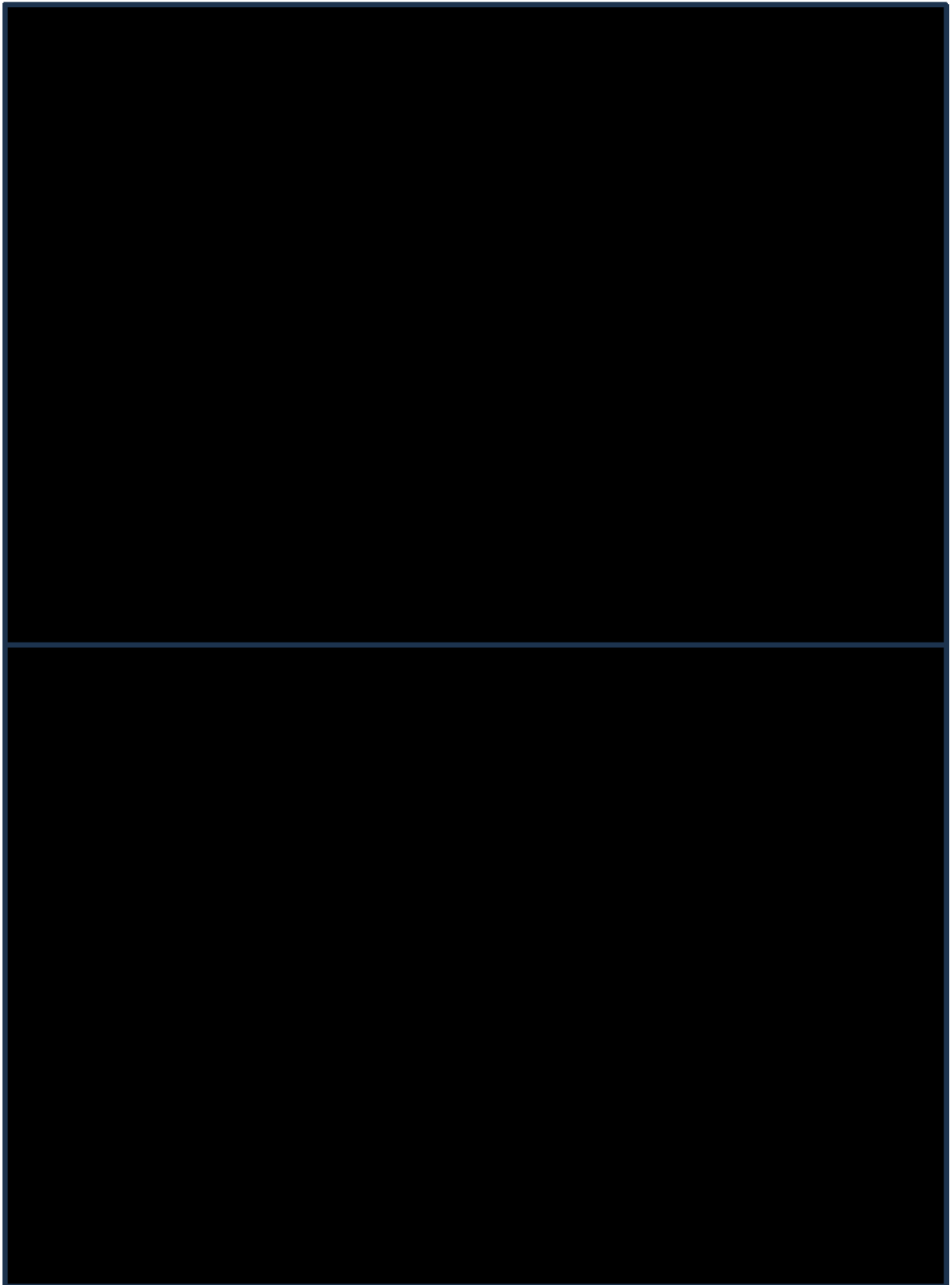
Tabela 3: Nomenclatura dos concretos analisados em cada etapa.

Nome	Furo	Profundidade	Traço	Etapa
F2-30	Furo 2	30m	1:3,7:10	1ª Etapa
F3B-34	Furo 3	34m	1:3,7:10	
F2-36	Furo 2	36m	1:3,7:10	2ª Etapa
F3B-31	Furo 3	31m	1:3,7:10	

As amostras de clínquer foram fornecidas diretamente por uma indústria cimenteira, garantindo origem controlada e representativa do material precursor do cimento Portland. Contudo, devido à dificuldade de se obter clínqueres com teores específicos e definidos previamente em um cenário industrial real, a pesquisa concentrou-se em uma etapa dedicada à definição de parâmetros de preparo utilizando uma única amostra de referência disponível. O objetivo central dessa abordagem foi identificar [REDACTED] necessário para que [REDACTED] deixasse de exercer influência sobre a caracterização e a quantificação mineralógica via método Rietveld. Dessa forma, buscou-se atingir um ponto de estabilidade analítica onde os resultados obtidos por DRX refletissem a composição intrínseca do material, eliminando erros sistemáticos e variações induzidas por interferências [REDACTED] ou efeitos de [REDACTED]. Como a indústria já utiliza um parâmetro de [REDACTED] fixo para o clínquer, então foi fixado esse [REDACTED] e variado apenas as [REDACTED] ([REDACTED]) para a amostra de nome CLK.

O delineamento experimental adotado está sintetizado na Figura 23, que apresenta, de forma esquemática, as etapas de sensibilidade e de validação da metodologia aplicada às análises por DRX.

Figura 23. Fluxograma da estruturação e do delineamento experimental da pesquisa.



Fonte: Autora.

4.3. METODOLOGIA DE PREPARAÇÃO E AJUSTE DE VARIÁVEIS

Esse estágio possibilita o estudo sistemático dos parâmetros que influenciam a qualidade dos resultados finais, como [REDACTED]. A análise comparativa entre clínquer, argamassas e concretos, neste estágio preliminar, favorece a identificação das peculiaridades inerentes a cada material cimentício, permitindo ajustar e otimizar as variáveis experimentais de acordo com as características específicas de cada material. Dessa forma, a coleta de dados iniciais contribui diretamente para o refinamento da metodologia, assegurando maior precisão, reprodutibilidade e confiabilidade nas análises e para a posterior aplicação da metodologia com base nos parâmetros definidos.

Para garantir precisão analítica e comparabilidade entre diferentes materiais, adotou-se um protocolo sistemático de preparação, ajustado às especificidades de cada material. Na etapa inicial da preparação da amostra, os corpos de prova (argamassas e concretos) passaram por uma redução de tamanho estratégica, para facilitar a homogeneização do material. Os corpos de prova obtidos foram separados em duas partes distintas, cada uma destinada a diferentes ensaios de caracterização, MEV/EDS e DRX, respectivamente.

A primeira parte foi destinada à preparação para as análises avançadas em Microscopia Eletrônica de Varredura acoplada à Espectroscopia de Energia Dispersiva (MEV/EDS), onde iniciou-se com o seccionamento das amostras cilíndricas de concreto e argamassa. Para garantir cortes precisos e reduzir ao mínimo a geração de danos térmicos ou mecânicos, utilizou-se uma serra circular metalográfica modelo CONTENCO I-3056, resultando em corpos de prova com superfície transversal representativa.

Na sequência, as amostras previamente seccionadas, foram submetidas a um corte lento, utilizando o equipamento cutoff modelo Struers Minitom. O processo foi conduzido com óleo mineral como fluido lubrificante e velocidade de corte de 350 rpm, reduzindo a espessura final das amostras para aproximadamente 2,5 cm e promovendo maior regularização da superfície destinada ao preparo metalográfico.

Após o corte, procedeu-se ao desbaste mecânico, etapa destinada à remoção das irregularidades decorrentes do seccionamento e à obtenção de uma superfície plana e uniforme. Essa preparação foi conduzida com lixas d'água abrasivas de granulometria progressiva, variando de 200 a 1200, assegurando a redução gradual dos riscos superficiais. Esse procedimento foi realizado em movimentos lineares e perpendicularizados entre uma etapa e outra, conforme orienta a norma ASTM E3-11, garantindo que os riscos remanescentes da etapa anterior fossem completamente eliminados antes do avanço para uma granulometria mais fina.

Em seguida, realizou-se o polimento metalográfico, cujo objetivo é eliminar completamente os riscos do lixamento e conferir um acabamento espelhado à superfície, condição indispensável para análises microestruturais de alta resolução. O processo foi conduzido em politriz automatizada utilizando panos metalográficos adequados e pastas diamantadas de 3 μm , 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm , aplicadas de forma sequencial e com controle de pressão e velocidade, conforme recomendado pela norma ASTM E3-11. Cada etapa teve duração de 3 minutos, e, entre cada granulometria, foi realizado um ciclo de banho ultrassônico de 480 segundos em álcool isopropílico, visando remover abrasivos residuais e evitar contaminação entre as etapas.

Considerando a alta porosidade inerente aos materiais cimentícios, efetuou-se o selamento das faces laterais e da superfície posterior com esmalte incolor, a fim de otimizar o desempenho durante o ensaio, reduzindo o tempo de estabilização do vácuo no microscópio eletrônico. A superfície destinada à análise permaneceu exposta durante todo o processo. Como se trata de materiais com comportamento elétrico isolante, foi necessária a etapa de metalização da superfície polida por meio de banho metalográfico de ouro, criando uma fina camada condutiva. Essa metalização é essencial para minimizar o carregamento elétrico durante a incidência do feixe de elétrons, garantindo melhor qualidade de imagem e estabilidade analítica, especialmente nas análises por EDS.

A técnica empregada, baseada na obtenção de uma seção polida de alta qualidade para análise morfológica e composicional, é ilustrada na Figura 24. Esse procedimento é fundamental para compreender a organização microestrutural e as interações entre matriz e agregados, especialmente em estudos de degradação, aderência e mecanismos de formação de produtos de hidratação

Figura 24. Amostra de superfície polida e metalizada pronta para ensaio de MEV.



Fonte: Autora.

A segunda parte do material foi destinado à preparação para as análises por difração de raios X (DRX). Considerando que a técnica requer uma distribuição estatisticamente representativa das fases cristalinas na região irradiada pelo feixe, tornou-se necessária a redução dos corpos sólidos (concretos e argamassas) a pó fino e homogêneo, visto que o clínquer já se encontra na forma de pó. Esse procedimento assegura que todas as fases presentes, inclusive as distribuídas de forma heterogênea em materiais cimentícios, sejam devidamente fragmentadas e incorporadas ao volume efetivo de análise, evitando vieses de orientação ou de concentração mineralógica.

No caso específico dos concretos, realizou-se previamente [REDACTED], na perspectiva de que o concreto é um sistema bifásico onde os agregados graúdos são blocos estruturais interligados por uma matriz de argamassa, como proposto por Neville (2011). Essa decisão foi fundamentada nas diferenças entre os coeficientes de absorção das fases constituintes da matriz cimentícia e daqueles presentes nos agregados, bem como no impacto dessas diferenças sobre a intensidade relativa dos picos difratométricos. Os agregados graúdos (britas), compostos

predominantemente por fases minerais naturais como quartzo, feldspatos e outros silicatos, apresentam elevado grau de cristalinidade e, conseqüentemente, geram picos de difração intensos e bem definidos. [REDACTED], tais fases poderiam dominar o difratograma, mascarando ou sobrepondo os picos característicos das fases anidras e hidratadas do cimento (MUROUCHI, 2021). Além disso, as diferenças nos coeficientes de absorção de raios X entre a matriz e o agregado poderiam introduzir distorções na intensidade relativa dos picos, comprometendo a interpretação quantitativa e a estimativa da concentração real das fases cimentícias.

Assim, [REDACTED] teve como objetivo minimizar interferências associadas à absorção diferencial e à alta intensidade difratométrica dos agregados, concentrando a análise na [REDACTED]. Esse procedimento permitiu uma caracterização mineralógica mais fidedigna da matriz cimentícia e de seus produtos de hidratação, reduzindo a heterogeneidade composicional da amostra e aumentando a confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados obtidos por DRX. [REDACTED] não altera a natureza da análise; ela limpa o ruído mineralógico para que a argamassa constituinte do concreto possa ser avaliada com o mesmo rigor e parâmetros técnicos de uma argamassa de revestimento.

O processo de [REDACTED] do concreto ([REDACTED]) e da argamassa foi conduzido variando-se os [REDACTED], de modo a investigar a resposta granulométrica e otimizar a condição de preparação para DRX no moinho vibratório de anéis (discos) da GRAVIMETA. Após a moagem, as amostras passaram por [REDACTED], garantindo a seleção de partículas compatíveis com a geometria de espalhamento necessária à análise difratométrica.

No caso das amostras de clínquer, por estas já se apresentarem originalmente na forma pulverulenta em função de seu processo industrial de fabricação, não se fez necessária a etapa de cominuição mecânica. A preparação dessas amostras restringiu-se, portanto, [REDACTED]
[REDACTED]
[REDACTED]. O processo está ilustrado na Figura 25. Esse procedimento teve como objetivo avaliar a influência [REDACTED] na qualidade dos difratogramas obtidos, bem como assegurar uma distribuição granulométrica adequada à incidência do feixe de raios

X, minimizando efeitos de orientação preferencial e maximizando a representatividade estatística das fases cristalinas presentes no volume efetivamente analisado.

A definição criteriosa [REDACTED] é essencial, pois tanto a sobremoagem quanto a moagem insuficiente comprometem significativamente a qualidade dos difratogramas. Tempos excessivos de cominuição podem induzir amorfização parcial, introduzir tensões residuais e promover o alargamento artificial dos picos de difração, prejudicando a quantificação por métodos como o Rietveld. Por outro lado, tempos insuficientes resultam em partículas grosseiras, suscetíveis à orientação preferencial, ao alargamento instrumental não controlado e à baixa resolução dos picos difratados. Assim, a moagem foi otimizada para obter uma granulometria adequada, sem causar danos estruturais significativos aos cristais analisados, preservando a resposta difratométrica verdadeira do material.

Figura 25. Etapa de moagem e peneiramento da amostra.



Fonte: Autora.

Essa metodologia, portanto, assegura maior fidedignidade na identificação e quantificação das fases cristalinas, permitindo definir para cada material cimentício o conjunto de parâmetros que minimiza a variabilidade entre análises repetidas e estabelece condições robustas e reproduzíveis para o estudo mineralógico. A padronização da preparação em níveis adequados [REDACTED] reduz incertezas experimentais e garante que diferenças mineralógicas observadas reflitam, de fato, o comportamento intrínseco do material, e não artefatos de preparação.

No âmbito da engenharia forense, tais cuidados são essenciais, uma vez que a interpretação dos difratogramas constitui etapa crítica na reconstituição dos traços dos materiais analisados, que implica na determinação de conformidade e na detecção de eventuais adulterações ou desvios de qualidade sobretudo em concretos e argamassas. Dessa forma, a metodologia adotada contribui diretamente para a traçabilidade dos resultados, para a reprodutibilidade das perícias e para o estabelecimento de conclusões técnicas confiáveis relacionados a obras públicas e estruturas de interesse pericial.

4.4. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

4.4.1. DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

A difração de raios X em pó (DRX) foi realizada em Equipamento BRUKER D8 PHASER com radiação $\text{CuK}\alpha$, 40 kV, 30mA, modo de varrimento de passos ($0,02^\circ/\text{passo}$, 1s/passos) e variação angular de incidência de 5° a $70^\circ 2\theta$, no Laboratório de Caracterização Microestrutural da UFPB. O difratograma foi coletado e tratado utilizando os programas de TOPAS (*Total Pattern Analysis Software* ®) para identificação das fases mineralógicas e posterior realização do refinamento Rietveld, onde foi possível a realização de análise qualitativa e quantitativa. O sistema cristalográfico usado teve como base as estruturas cristalinas publicadas segundo a ICSD (Inorganic Crystal Structure Database).

4.4.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA COM ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA

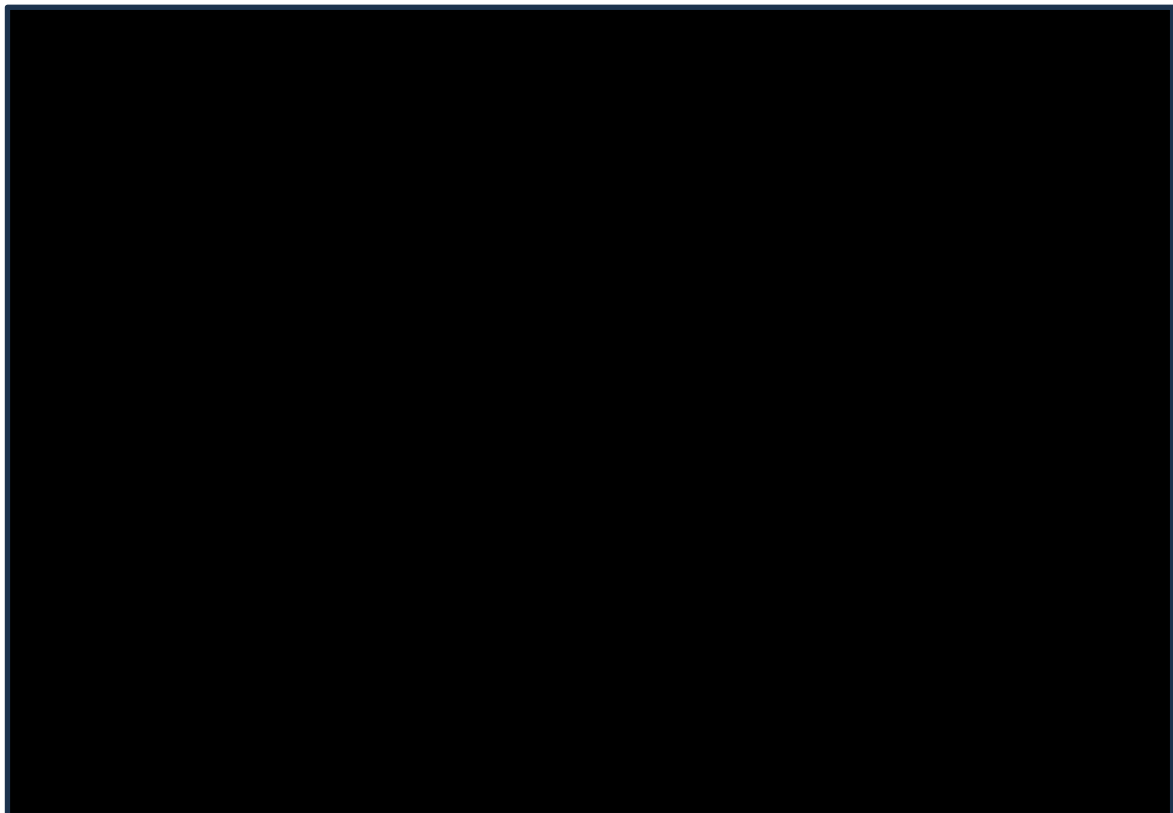
Para a realização das análises, empregou-se o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Quanta 450 FEI. Esta análise foi realizada em conjunto com o Espectrômetro por Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), disponível nas instalações do Laboratório Tecnomat da UFPB. Essa abordagem integrada permite uma investigação abrangente das características microscópicas e composição elementar das amostras em estudo. As condições operacionais durante as análises foram ajustadas meticulosamente para garantir resultados precisos e representativos oferecendo resolução máxima e detalhamento na visualização da microestrutura possibilitando uma análise precisa da composição elementar por meio do EDS. As micrografias

foram coletadas e tratadas utilizando o programa do MAZE para distribuição das fases mineralógicas e quantificação de poros e vazios.

4.5. FLUXOGRAMA METODOLÓGICO

A fim de proporcionar uma visão panorâmica e integrada dos procedimentos adotados nesta pesquisa, este tópico apresenta a síntese dos caminhos percorridos. O fluxograma metodológico, ilustrado na Figura 26, organiza de maneira lógica e sequencial todas as etapas detalhadas anteriormente, permitindo uma compreensão imediata das interdependências entre as fases do trabalho. Esta representação gráfica atua como um mapa orientador, facilitando o acompanhamento do rigor técnico aplicado desde a escolha do tipo de amostra até a análise final dos resultados

Figura 26: Fluxograma metodológico do protocolo adotada para análise de caracterização microestrutural em materiais cimentícios.



Fonte: Autora.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos serão apresentados de forma clara e concisa, destacando as descobertas e as tendências identificadas nas análises. Discussões aprofundadas sobre os resultados proporcionam uma interpretação crítica, contextualizando os dados no âmbito da engenharia civil e evidenciando as implicações práticas para o setor.

5.1. AMOSTRAS DE CLÍNQUER

5.1.1. Composição Mineralógica

Os gráficos apresentados evidenciam de forma consistente a influência [REDACTED] da amostra, controlada [REDACTED], sobre a precisão e estabilidade dos teores quantificados das fases mineralógicas do clínquer por difração de raios X. Como se trata da mesma amostra de clínquer, as variações observadas não estão associadas a diferenças composicionais intrínsecas, mas sim a efeitos induzidos pelo preparo da amostra, especialmente relacionados à distribuição de tamanhos de partícula, área superficial específica e representatividade estatística das fases no volume irradiado.

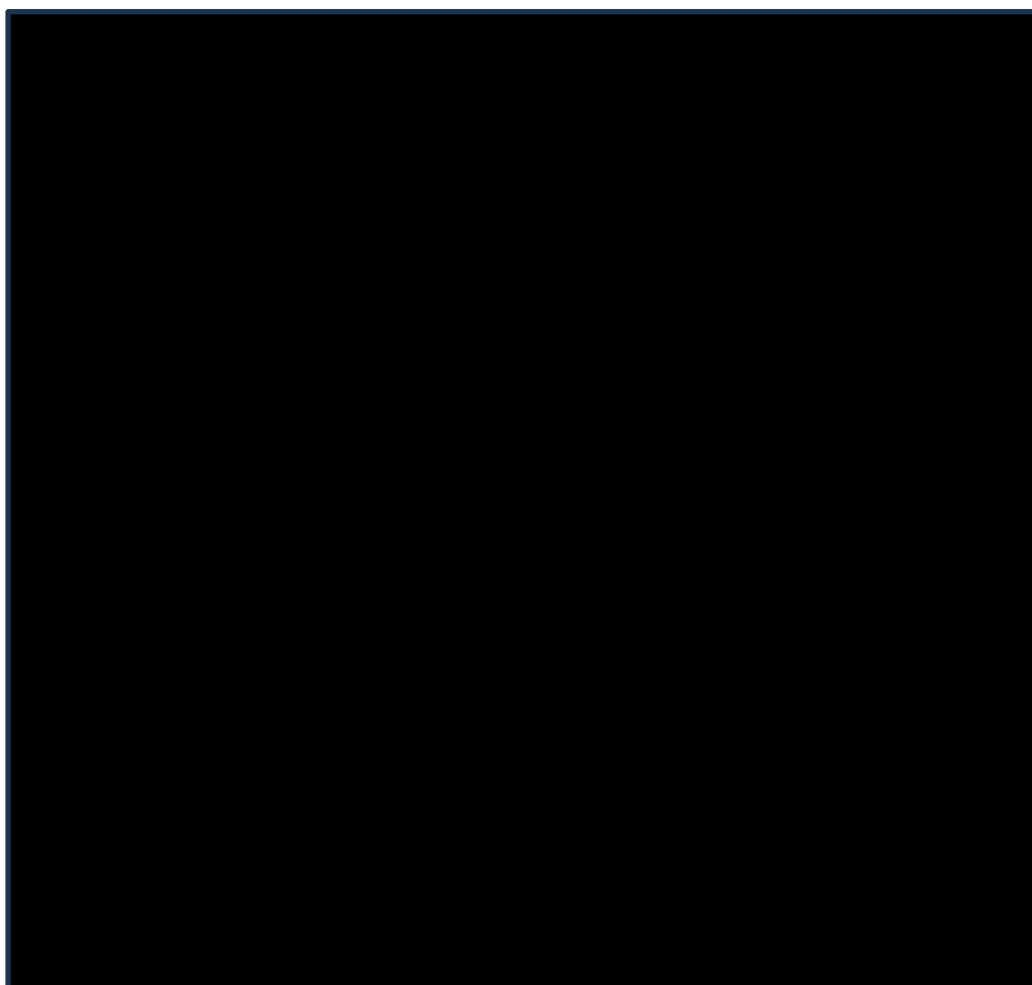
A Figura 27 mostra que as fases majoritárias, em especial alita (C_3S) e belita (C_2S), apresentam variações sistemáticas com a alteração da granulometria. Observa-se que, para malhas mais grossas, há maior dispersão dos valores quantificados, enquanto o refinamento granulométrico conduz a uma redução progressiva da variabilidade, indicando maior estabilidade e reprodutibilidade dos resultados (STUTZMAN, 1994). Esse comportamento é coerente com a diminuição dos efeitos de orientação preferencial e com o aumento da homogeneidade do pó analisado à medida que o tamanho de partícula é reduzido, especialmente para as fases da alita como relatado por Kang *et al.* 2023.

Por outro lado, as fases ferrita (C_4AF), aluminato tricálcico (C_3A) e periclásio (MgO) apresentaram teores praticamente constantes, independentemente da variação granulométrica. Esse resultado sugere que tais fases se encontram distribuídas de maneira relativamente homogênea no clínquer, sendo menos sensíveis às variações no preparo da amostra, ao contrário do que se observa para as fases silicáticas. Podemos ainda salientar que se trata de fases de fácil

moagem, de modo que já se encontram muito finas desde as etapas iniciais do processamento. Isso faz com que a fração passante não apresente variações significativas entre as diferentes peneiras utilizadas (██████████).

Ademais, a alita e a belita, por apresentarem silício em sua composição, são fases de maior resistência à moagem devido a sua dureza. Dessa forma, o tamanho de partícula da alita e da belita é significativamente mais influenciado pelo processo de peneiramento, de modo que a utilização de peneiras de menor abertura promove uma melhor homogeneização da fração passante. Como consequência, obtêm-se resultados com menor dispersão nas análises por difração de raios X (DRX) e no refinamento de Rietveld.

Figura 27. Variação da fração de fases cristalinas em função da malha de peneiramento, obtida por DRX, evidenciando a influência do controle granulométrico na quantificação das fases



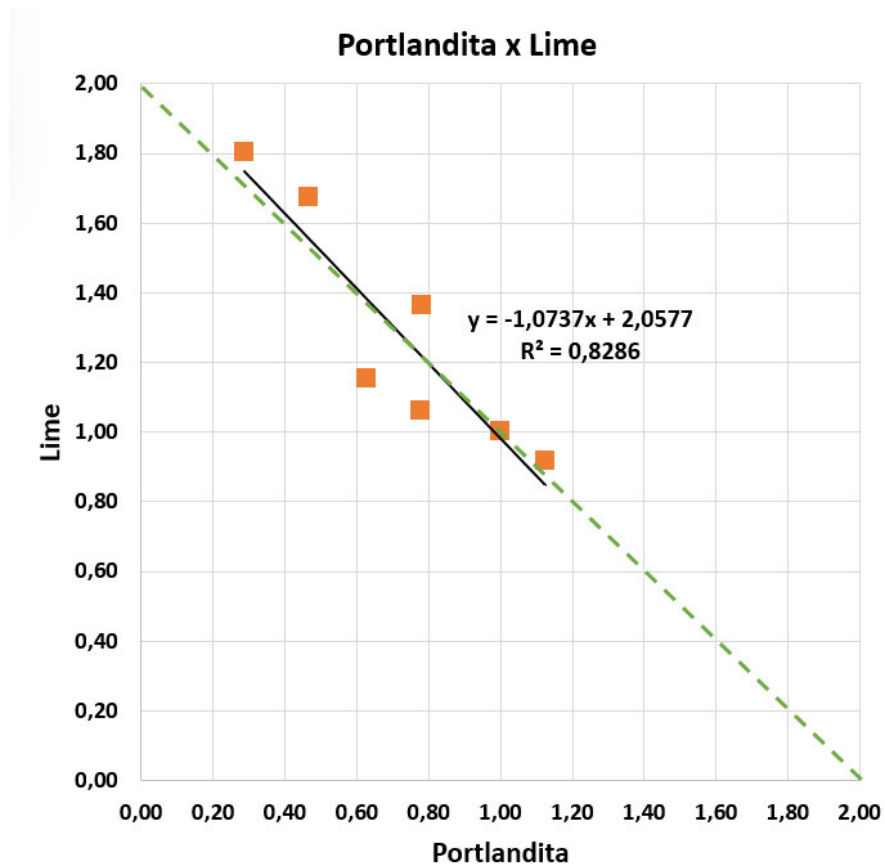
Fonte: Autora.

A Figura 28 revela uma correlação negativa bem definida entre os teores de cal livre (CaO) e portlandita (Ca(OH)_2), com coeficiente de determinação elevado ($R^2 \approx 0,83$). Esse comportamento indica que, à medida que a granulometria da amostra se torna mais fina, ocorre hidratação parcial da cal livre, favorecida pelo aumento da área superficial específica e pela maior reatividade das partículas. Como consequência, observa-se a conversão progressiva de CaO em portlandita, mesmo em condições de preparo controladas, comportamento relatado por Lambart *et al.* 2018 e Alvarez *et al.* 2021.

Esse resultado possui elevada relevância metodológica, pois demonstra que a granulometria não apenas influencia a qualidade do difratograma, mas pode alterar efetivamente o estado químico das fases presentes, introduzindo produtos secundários que não necessariamente refletem a condição original do clínquer. Tal efeito deve ser rigorosamente controlado, sobretudo quando a análise visa à quantificação precisa de cal livre, parâmetro crítico para avaliação da qualidade e da reatividade do clínquer.

Sob a perspectiva da engenharia forense, esse comportamento possui implicações relevantes, uma vez que evidencia a necessidade de controle rigoroso do tempo de armazenamento, das condições ambientais e do intervalo entre a coleta da amostra e a realização dos ensaios. A ausência desse controle pode induzir à formação de portlandita não representativa do estado original do material, comprometendo a interpretação pericial quanto à qualidade, conformidade normativa ou possível degradação do clínquer analisado.

Figura 28. Correlação inversa entre os teores de portlandita e cal livre obtidos a partir da análise por DRX.



Fonte: Autora.

A Figura 29 mostra gráficos com tendências complementares. A alita (C_3S) apresenta leve aumento ou estabilização de seus teores com a redução do tamanho de partícula, acompanhado por diminuição da dispersão dos dados. Em contrapartida, a belita (C_2S) tende a apresentar redução gradual de seus teores à medida que a granulometria se torna mais fina.

Esse comportamento sugere uma distribuição heterogênea das fases silicáticas no grão de clínquer, em que a belita pode estar mais concentrada em regiões superficiais, enquanto a alita predomina no núcleo. Em condições de moagem menos intensas ou peneiramento mais grosseiro, a resposta difratométrica pode ser dominada pelas fases superficiais, mascarando o teor real de C_3S . Com o refinamento granulométrico, ocorre maior exposição do interior dos grãos, resultando em uma quantificação mais representativa da alita.

Figura 29. Influência da malha de peneiramento na quantificação das fases C_3S e C_2S por DRX, com comparação entre diferentes condições de preparação das amostras.



Fonte: Autora.

Os resultados apresentados demonstram que [REDACTED] exerce papel determinante na qualidade, estabilidade e representatividade dos dados obtidos por DRX, mesmo quando se analisa uma única amostra de clínquer. A escolha inadequada da [REDACTED] pode induzir: superestimação ou subestimação das fases silicáticas; formação artificial de portlandita a partir da cal livre; e aumento da dispersão dos resultados e redução da reprodutibilidade.

No contexto da engenharia forense, essas observações são particularmente críticas. A interpretação de resultados de DRX para fins de verificação de conformidade, avaliação de qualidade do clínquer ou investigação de eventuais desvios de especificação deve considerar que diferenças observadas podem ser consequência direta do preparo da amostra, e não de alterações reais no material. Assim, a padronização [REDACTED] emerge como requisito indispensável para assegurar a comparabilidade entre análises e a confiabilidade das conclusões técnicas.

5.2. AMOSTRAS DE ARGAMASSAS

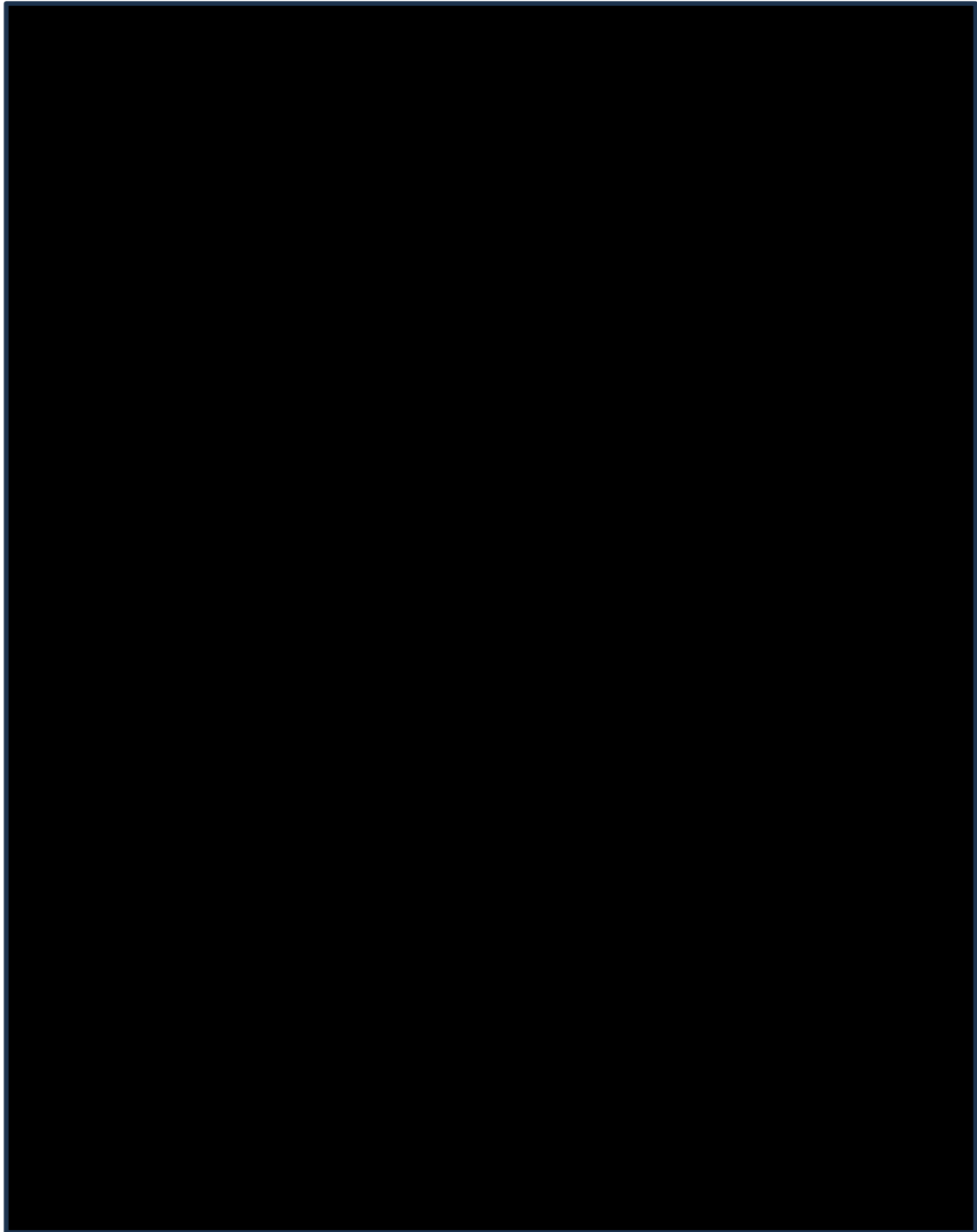
5.2.1. Composição Mineralógica

Nota-se na Figura 30, para as argamassas do tipo 1:2:8 (traço em volume), que o teor relativo de agregado aumentou com o incremento do [REDACTED], comportamento associado principalmente à elevada dureza e estabilidade cristalina do quartzo, bem como à sua distribuição heterogênea na matriz cimentícia. À medida que o [REDACTED] aumenta, a matriz hidratada sofre fragmentação mais intensa, enquanto o quartzo mantém maior integridade, passando a dominar estatisticamente o volume analisado (LI *et al.*, 2014; CHEN *et al.*, 2014).

Quando se considera [REDACTED], observa-se que os teores associados à matriz cimentícia tornam-se mais elevados nos menores [REDACTED], decaindo progressivamente com o aumento [REDACTED]. Esse resultado indica que [REDACTED] favorecem a super-representação do agregado, distorcendo a relação real entre matriz e agregado presente no traço original da argamassa.

Para a argamassa 1:2:8, o conjunto de parâmetros que apresentou maior concordância com o traço real correspondeu [REDACTED]. Essa constatação é particularmente relevante, uma vez que o traço da argamassa exerce influência direta sobre propriedades fundamentais do material, como resistência mecânica, durabilidade e comportamento reológico. Assim, uma preparação inadequada da amostra pode induzir a resultados mineralógicos que não refletem fielmente a realidade da obra executada, comprometendo análises técnicas e periciais.

Figura 30: Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado e na estimativa do traço cimento:agregado da argamassa 1:2:8.

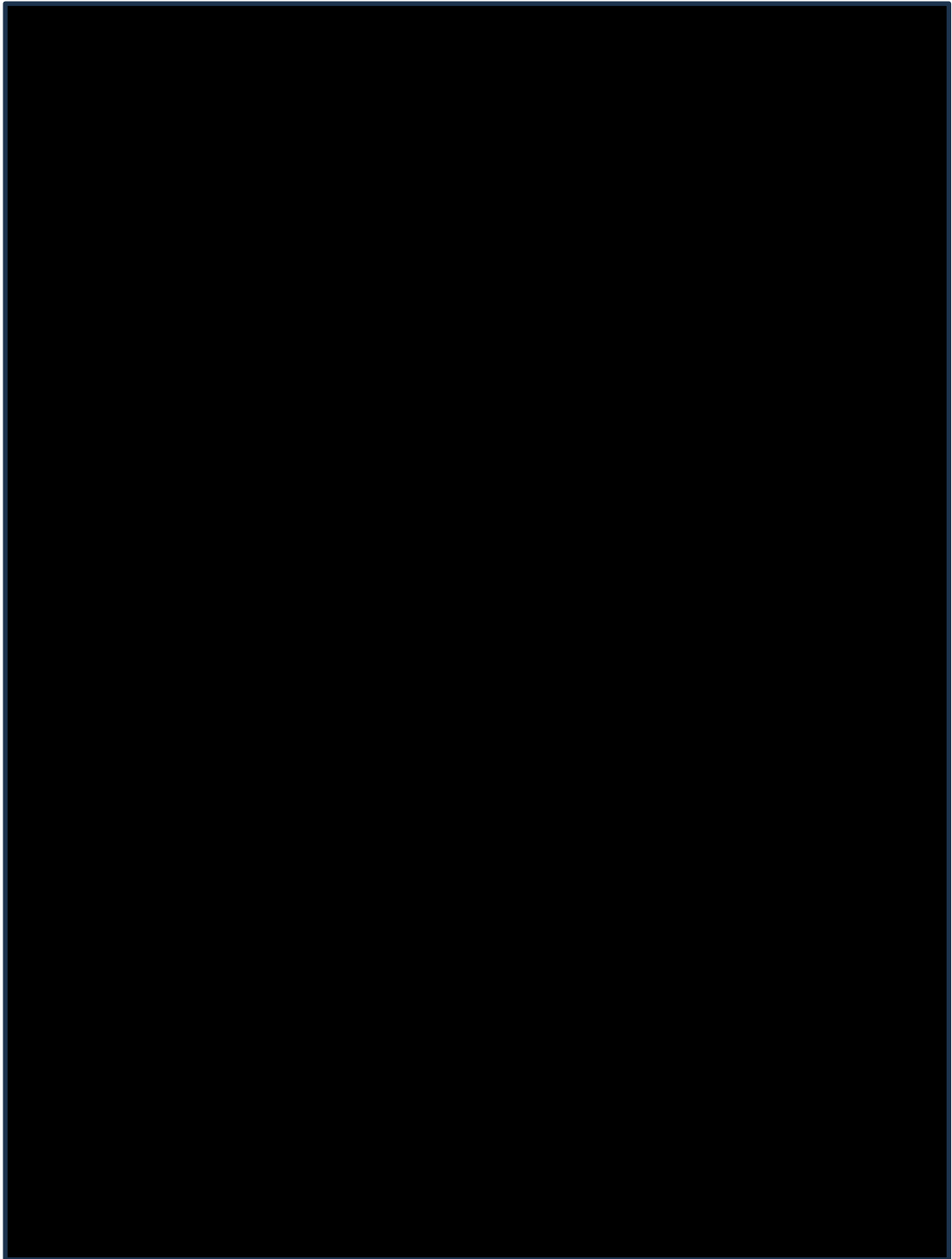


Fonte: Autora.

Na Figura 31, um comportamento análogo foi observado para a argamassa do tipo 1:2:12, a qual apresentou tendência semelhante quanto à influência [REDACTED] [REDACTED] na representação das fases constituintes. Da mesma forma, os parâmetros que

melhor reproduziram o traço real corresponderam às

Figura 31: Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado e na estimativa do traço cimento:agregado da argamassa 1:2:12.



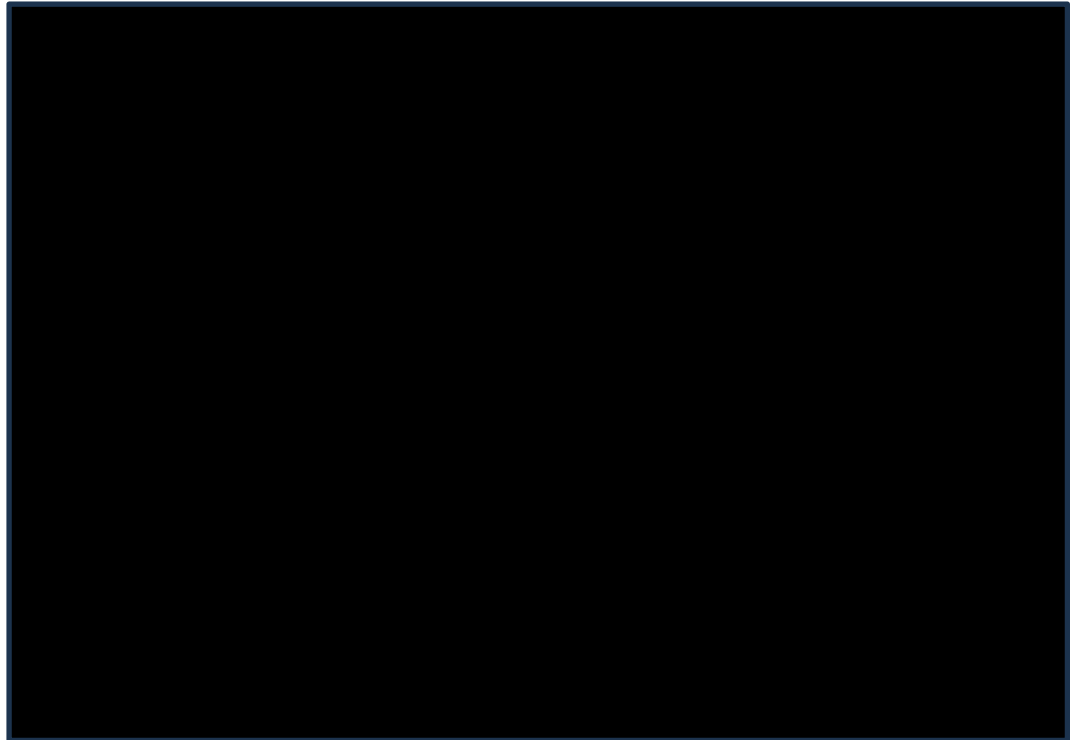
Fonte: Autora.

Esses resultados demonstram que [REDACTED] induzem uma super-representação do agregado, levando a interpretações que podem sugerir, de forma equivocada, um empobrecimento da matriz cimentícia. Do ponto de vista técnico, tal distorção não está necessariamente associada a uma alteração real do traço da argamassa, mas sim a efeitos introduzidos durante a preparação da amostra.

A partir da análise comparativa dos resultados e da identificação das condições que apresentaram maior aderência aos valores reais dos traços, adotou-se como protocolo padrão para as amostras de argamassa [REDACTED]. Essas condições foram consideradas as mais adequadas para assegurar equilíbrio entre representatividade estatística, minimização de efeitos de orientação preferencial e preservação da integridade mineralógica das fases analisadas. Tal comportamento é coerente com a elevada dureza e estabilidade cristalina do quartzo (TAVARES *et al.*, 2020), que tende a dominar o difratograma quando submetido a [REDACTED], em detrimento das fases hidratadas da matriz cimentícia, que sofrem fragmentação mais acentuada.

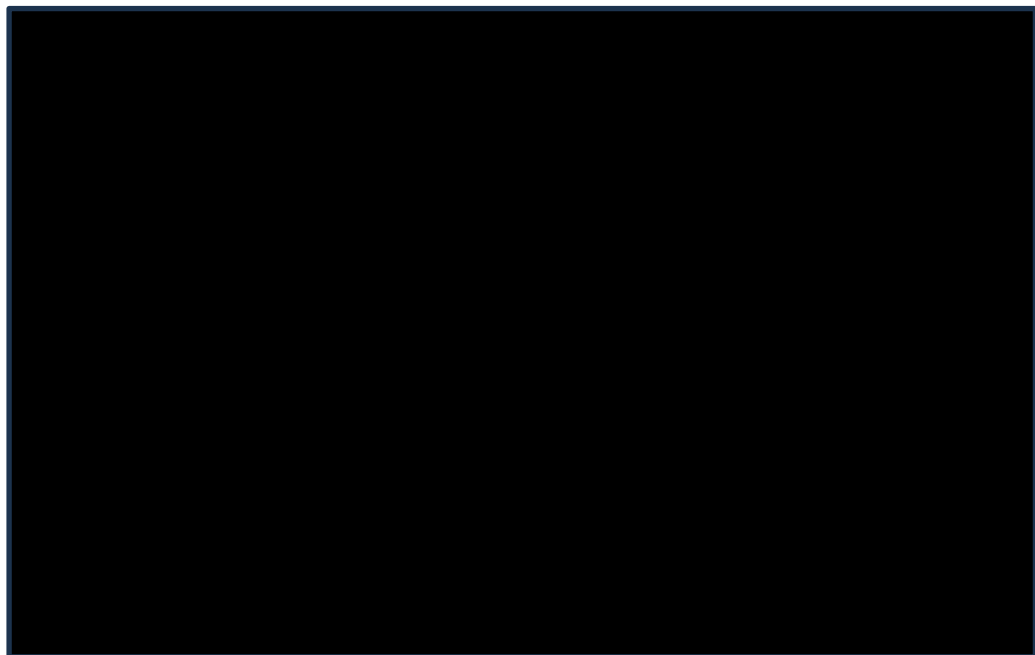
Os resultados apresentados nas seções subsequentes foram obtidos a partir desse protocolo, o qual se mostrou robusto, reproduzível e tecnicamente adequado, tanto para fins acadêmicos quanto para aplicações no contexto da engenharia forense, em que a confiabilidade da preparação da amostra é condição indispensável para a validade das conclusões técnicas.

Figura 32: Distribuição percentual das fases cristalinas associadas ao material cimentício e ao agregado em amostras de argamassa com diferentes composições.



Fonte: Autora.

Figura 33 – Estimativa da proporção do traço cimento:agregado em argamassas com diferentes composições, obtida a partir da quantificação das fases cristalinas por DRX.



Fonte: Autora.

Na figura 32, observa-se que a fração atribuída ao material cimentício varia significativamente entre as diferentes condições de preparo, oscilando aproximadamente entre 20% e 36%, enquanto a fração correspondente ao agregado varia de forma complementar, alcançando valores entre 65% e 80%. Esse comportamento reforça que a resposta difratométrica não reflete apenas o traço nominal da argamassa, mas também a forma como as diferentes fases são fragmentadas e representadas estatisticamente após a cominuição.

As condições identificadas como F4, M4, G4 e Ind apresentam valores mais equilibrados entre matriz cimentícia e agregado, enquanto a condição 1:2:10 e 1:2:12 evidenciam uma sub-representação da matriz cimentícia, associada a um aumento expressivo da fração de agregado. Isso era esperado devido ao aumento do teor de agregado no traço nominal de 1:2:10 e 1:2:12.

A variação da distribuição granulométrica da areia em argamassas de traço 1:2:8, ainda que mantidas condições idênticas de preparação das amostras para difração de raios X (DRX) —  — pode resultar em diferenças significativas na quantificação das frações cimentícia e de agregado. No presente caso, observou-se que a argamassa com areia fina apresentou aproximadamente 33% de fração cimentícia, enquanto a com areia média apresentou cerca de 25% e a com areia grossa cerca de 30%, evidenciando variações que não correspondem ao traço nominal da mistura. Esse comportamento pode ser atribuído à cominuição diferencial entre as fases, uma vez que os produtos de hidratação da pasta cimentícia, menos duros e mais frágeis, são reduzidos mais eficientemente a partículas finas, ao passo que o quartzo, principal constituinte da areia, apresenta elevada dureza e tende a resistir à fragmentação, especialmente quando proveniente de frações granulométricas mais grosseiras. Mesmo após peneiramento, diferenças no tamanho efetivo das partículas podem persistir, favorecendo a ocorrência de efeitos de microabsorção e impactando a intensidade difratada do quartzo (HILLIER, 2000).

Nesse contexto, a menor fração cimentícia observada na amostra M4 com areia média pode estar associada a uma condição intermediária de moagem, em que há melhor representatividade do quartzo na análise, enquanto os valores mais elevados nas amostras com areia fina (F4) e grossa (G4) podem refletir, respectivamente, uma maior homogeneização granulométrica e efeitos de submoagem do quartzo. Assim, os resultados indicam que a

granulometria inicial do agregado exerce influência indireta, porém relevante, na quantificação mineralógica por DRX, sendo fundamental considerar tais efeitos na interpretação dos dados obtidos por refinamento de Rietveld.

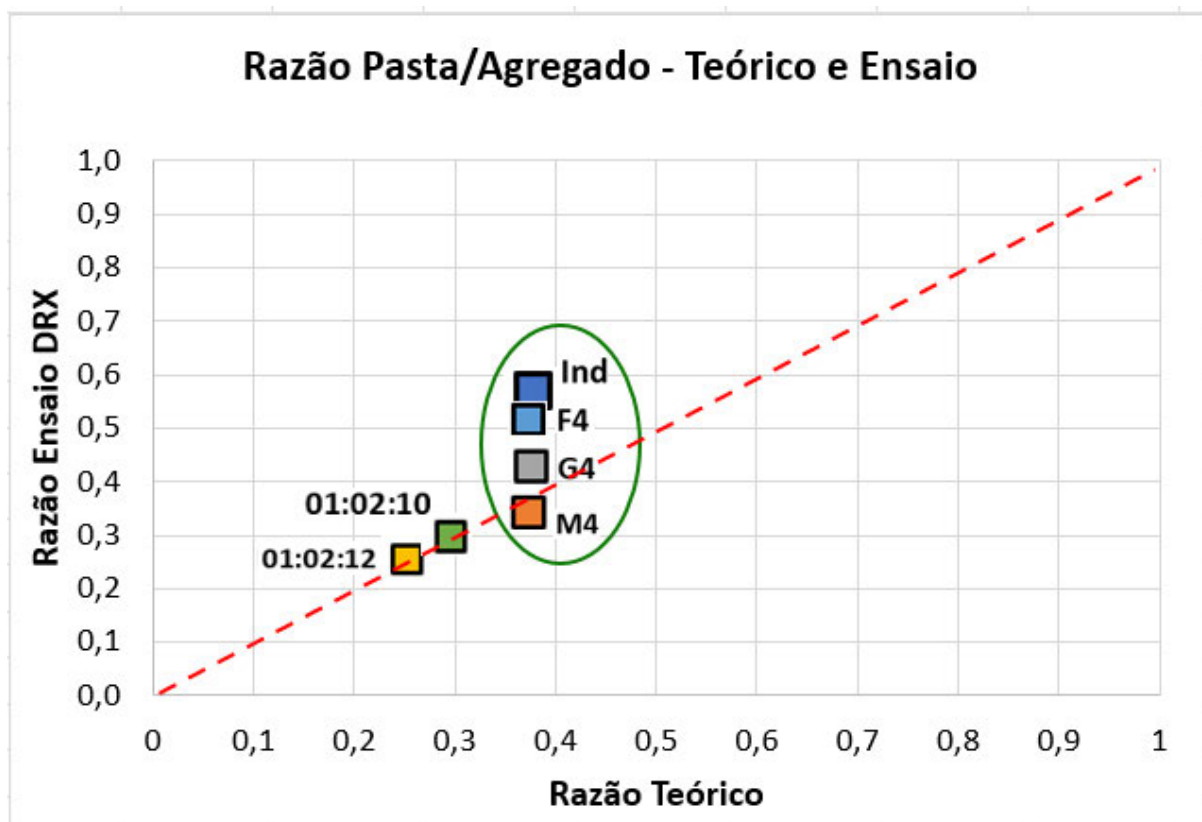
A figura 33 correlaciona os resultados mineralógicos com a proporção estimada do traço. Observa-se que a amostra Industrial apresenta valor de 0,56, sendo mais compatível com o traço nominal esperado para a argamassa de traço 1:2:8. Em contraste, as condições, 1:2:10 e 1:2:12 conduzem a proporções mais elevadas de agregado, como 0,30 e 0,25, evidenciando a similaridade com o traço real, 1:2:10 e 1:2:12 respectivamente.

No contexto da engenharia forense, essa constatação é particularmente relevante. A interpretação de resultados de DRX visando à verificação de conformidade de traços, detecção de possíveis fraudes ou avaliação de qualidade de argamassas em obras públicas pode ser severamente comprometida caso os parâmetros de preparação não sejam criteriosamente definidos e padronizados. Um preparo inadequado pode induzir conclusões errôneas quanto ao consumo de cimento, à presença excessiva de agregado ou à suposta não conformidade do material analisado.

Dessa forma, os gráficos corroboram a necessidade de definição prévia e validação experimental dos parâmetros de moagem e peneiramento, evidenciando que condições menos agressivas, associadas a granulometrias mais finas e tempos de moagem reduzidos, são mais adequadas para preservar a representatividade do traço original da argamassa. Essa abordagem assegura que as diferenças observadas nos difratogramas reflitam efetivamente o comportamento intrínseco do material, e não variações artificiais introduzidas pelo preparo da amostra.

A Figura 34 correlaciona a razão Pasta/Agregado – Teórico (derivada do traço) com a razão Pasta/Agregado – Ensaio (estimada por DRX). Ao incorporar a identificação dos traços, observa-se que o gráfico passa a registrar simultaneamente dois efeitos: a variação real de composição entre argamassas de traços distintos e a sensibilidade do DRX às condições de preparação, que pode amplificar ou reduzir a concordância entre valores teóricos e experimentais.

Figura 34: Relação entre teor de agregado por pasta de cimento teórica e obtida por DRX.



Fonte: Autora.

As amostras M4, F4 e G4, todas produzidas com traço 1:2:8, se agrupam em uma região relativamente próxima no eixo teórico, como esperado para materiais com a mesma dosagem nominal. No entanto, a dispersão ao longo do eixo “Y” indica que, mesmo mantendo o traço constante, a razão Agregado/Pasta estimada por DRX pode variar em função do preparo ou características da amostra, como a distribuição granulométrica. Esse comportamento é consistente com a literatura de DRX em materiais cimentícios: a matriz hidratada é mais suscetível à fragmentação e a efeitos de amorfização/alteração superficial, enquanto o quartzo do agregado tende a manter forte contribuição difratométrica, podendo dominar estatisticamente o volume irradiado dependendo da moagem e do peneiramento.

Em termos metodológicos, esse agrupamento do “cluster” 1:2:8 sustenta que o protocolo de preparo é capaz de produzir resultados coerentes e comparáveis, mas também evidencia a necessidade de padronização rigorosa, pois variações de preparo tais como distribuição

granulométrica dos agregados podem introduzir deslocamentos que, se interpretados isoladamente, poderiam ser confundidos com alterações de traço.

Observa-se que as amostras F4 e industrial (Ind) apresentam-se posicionadas em níveis superiores, o que está diretamente relacionado à granulometria do agregado utilizado. Areias mais finas tendem a sofrer cominuição mais eficiente durante a etapa de preparação das amostras, resultando em maior proporção de partículas efetivamente reduzidas a tamanhos adequados para análise por difração de raios X. Como consequência, há aumento da fração de quartzo passante na peneira de 635 mesh, elevando sua contribuição para o espectro difratométrico e, portanto, sua quantificação no refinamento.

No caso da argamassa industrial, que apresenta valor de razão pasta/agregado similar a amostra F4, esse comportamento pode estar associado a uma distribuição granulométrica mais otimizada, com presença de finos que favorecem tanto a eficiência de moagem quanto a homogeneidade da amostra pulverizada. Dessa forma, a maior intensidade difratada observada não reflete necessariamente um maior teor real de agregado, mas sim uma maior eficiência de preparação e resposta difratométrica do material.

A posição da amostra 1:2:10 em uma região com menor razão Pasta/Agregado é, em parte, estruturalmente esperada, pois se trata de uma argamassa 1:2:10, ou seja, com maior proporção de agregado em relação à pasta quando comparada ao traço 1:2:8. Assim, o afastamento de 1:2:10 em relação ao agrupamento do 1:2:8 não deve ser interpretado automaticamente como viés de preparação; ao contrário, ele fornece um indicativo de que o método é sensível à diferença real de traço.

Contudo, a distância entre o valor teórico e o valor obtido por DRX pode revelar também a contribuição do preparo: em condições de moagem mais agressivas, a matriz cimentícia pode ser superfragmentada e o quartzo passar a dominar o difratograma, diminuindo a razão experimental além do que seria esperado apenas pela mudança de traço. Portanto, 1:2:10 funciona como um “ponto crítico” para demonstrar que a técnica consegue captar a diferença de dosagem, mas exige controle de preparação para evitar superestimação do agregado.

A amostra 1:2:12, por possuir o maior teor de agregado entre as avaliadas, tende naturalmente a ocupar a região de menores razões Pasta/Agregado. Sua posição no gráfico,

mais afastada do cluster 1:2:8 e abaixo de 1:2:10, é consistente com a hierarquia esperada entre traços ($1:2:8 > 1:2:10 > 1:2:12$). Isso fortalece a interpretação de que o método, em princípio, é capaz de distinguir materiais de dosagens diferentes.

Ainda de acordo com o gráfico da Figura 34, em relação à variação da distribuição granulométrica da areia - fina, média ou grossa - no traço de argamassa 1:2:8, vemos que a diminuição da amostra diminui a sensibilidade da técnica de DRX à distribuição granulométrica dos agregados miúdos. A argamassa industrializada, cuja curva granulométrica da areia não é conhecida, apresentou comportamento mineralógico semelhante ao observado para as argamassas F4, M4 e G4, todas produzidas com traço 1:2:8. Esse resultado indica que, independentemente da variação granulométrica do agregado, a resposta difratométrica é predominantemente governada pela fração cristalina das fases minerais, em especial o quartzo, e não pela organização física ou pelo empacotamento dos grãos.

Adicionalmente, observa-se que, à medida que aumenta a proporção de agregado no traço, torna-se mais elevada a concordância entre os valores teóricos e aqueles obtidos por DRX, conforme evidenciado na Figura 34. Em contrapartida, verifica-se que a taxa de erro, aumenta com a maior concentração de material cimentício no traço teórico. Tal comportamento decorre do fato de que a metodologia de refinamento de Rietveld aplicada aos dados de DRX é fortemente influenciada pela fração mineral cristalina, predominante nos agregados, enquanto a matriz cimentícia apresenta maior complexidade mineralógica e contribuição amorfa, o que impacta diretamente a acurácia quantitativa do método.

A similaridade observada entre a argamassa industrializada e as argamassas de traço controlado sugere que o consumo de areia na formulação industrial não excede, de forma significativa, o limite de oito partes em relação à pasta cimentícia, reforçando a hipótese de que o traço da argamassa industrial analisada é compatível com um traço do tipo 1:2:8. Tal inferência é particularmente relevante em contextos nos quais a composição do material não é fornecida pelo fabricante ou não se encontra documentada.

Adicionalmente, a análise do gráfico evidencia que, mesmo após a correção dos fatores de relação pasta/agregado obtidos por meio do DRX, a quantificação do quartzo não incorpora efeitos associados à densidade de empacotamento dos agregados. Isso ocorre porque a técnica difratométrica quantifica, essencialmente, a presença e a proporção da fase cristalina do

quartzo, independentemente de sua localização no material, seja nos grãos de agregado propriamente ditos ou dispersa na matriz cimentícia. Assim, aspectos físicos, como a distribuição espacial dos grãos, o grau de empacotamento e a contribuição volumétrica efetiva do agregado, são parâmetros que não interferem potencialmente na determinação do traço de argamassa quando se utiliza a correta preparação física da amostra.

Com a identificação dos traços, a Figura 34 ganha relevância técnica por mostrar que: O DRX pode ser usado como ferramenta para diferenciação comparativa de traços (pelo menos entre 1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12), desde que o preparo seja padronizado; Sem padronização, variações induzidas por moagem/peneiramento podem gerar falsos positivos de “excesso de agregado” (interpretação típica em suspeitas de fraude/empobrecimento da pasta); A melhor prática pericial é ancorar conclusões em protocolos validados (com condições que reproduzam o traço conhecido), além de registrar formalmente tempo entre coleta–preparo–ensaio e condições de armazenamento, reduzindo a chance de artefatos.

5.2.2. Análise de Imagens

As micrografias apresentadas na Figura 35, obtidas por microscopia eletrônica de varredura, evidenciam de forma clara a influência combinada do traço da argamassa e da granulometria do agregado miúdo sobre a organização microestrutural do material. Nesse modo de imagem, o contraste está diretamente associado ao número atômico médio das fases, permitindo distinguir com clareza os grãos de agregado quartzoso (regiões mais claras) da matriz cimentícia hidratada (regiões mais escuras). Ressalta-se que todas as imagens foram adquiridas sob a mesma magnificação (100×), com o objetivo de possibilitar um comparativo microestrutural consistente entre os agregados e a matriz cimentícia.

As amostras F4, M4 e G4, todas produzidas com traço 1:2:8, diferindo apenas pela granulometria da areia (fina, média e grossa, respectivamente), (ALBUQUERQUE *et al.*, 2025), apresentam microestruturas globalmente semelhantes em termos de proporção entre agregado e matriz, corroborando os resultados obtidos por DRX. Entretanto, observam-se diferenças marcantes na distribuição espacial e no empacotamento dos grãos, diretamente relacionadas à granulometria do agregado.

Na amostra F4, caracterizada por areia fina, observa-se uma microestrutura mais homogênea, com grãos de agregado de menor dimensão, melhor distribuídos e maior continuidade da matriz cimentícia. Essa configuração favorece uma interface matriz–agregado mais contínua, resultando em menor volume aparente de vazios e maior uniformidade microestrutural.

A amostra M4, composta por areia de granulometria média, apresenta uma distribuição mais heterogênea dos grãos, com coexistência de partículas de diferentes tamanhos e maior variabilidade local na espessura da matriz cimentícia entre os agregados. Ainda assim, a proporção global entre matriz e agregado permanece compatível com o traço 1:2:8, evidenciando que a variação granulométrica, embora influencie a morfologia, não altera substancialmente a composição volumétrica do material.

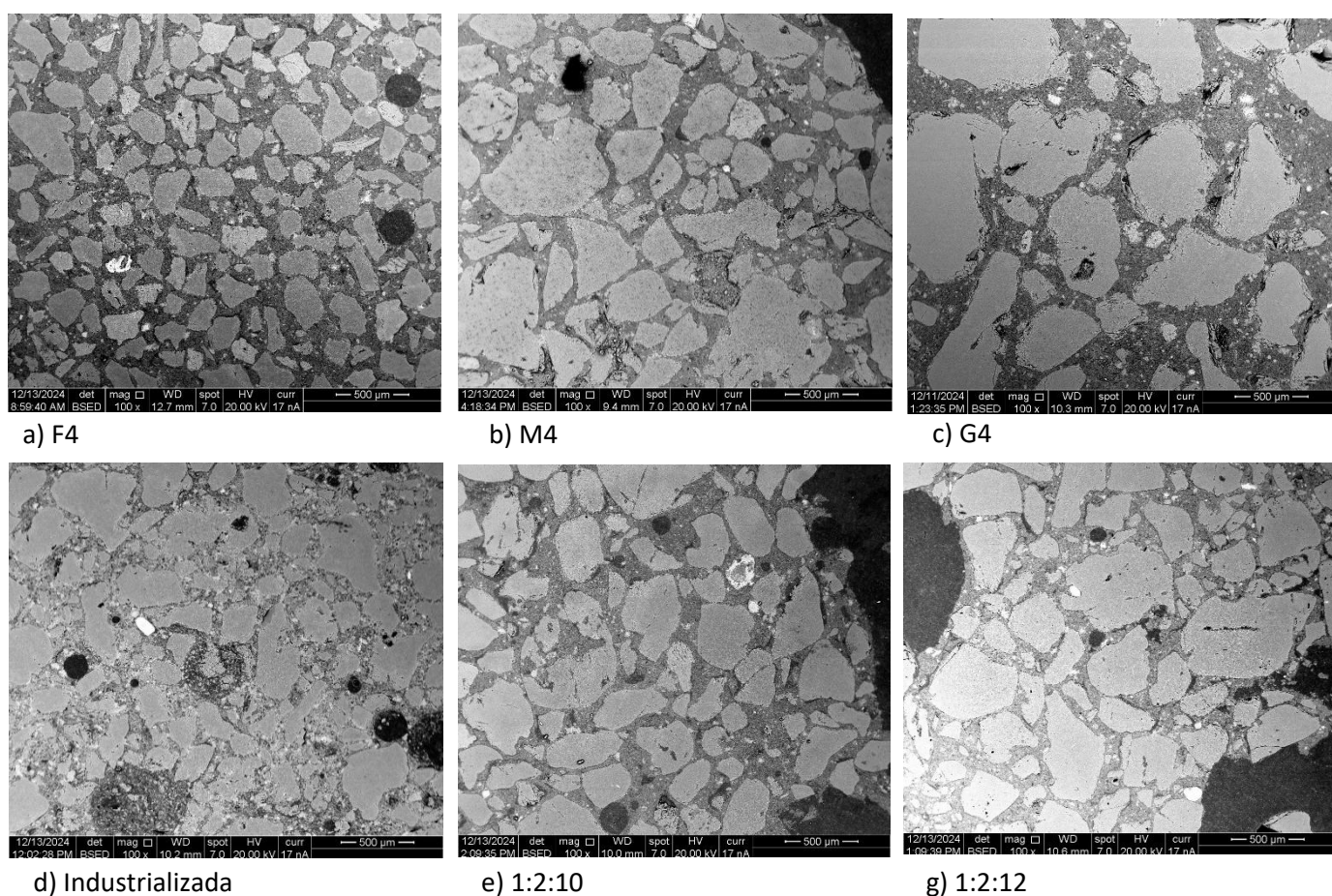
Na amostra G4, com areia grossa, observa-se a presença de grãos de maior dimensão, com contornos mais definidos e maior espaçamento entre partículas, o que resulta em regiões localizadas com maior espessura de matriz cimentícia e maior heterogeneidade microestrutural. Essa configuração tende a intensificar efeitos de empacotamento menos eficiente, com implicações diretas na porosidade e no comportamento mecânico do material.

A argamassa industrializada, cuja composição granulométrica do agregado não é conhecida, apresenta microestrutura semelhante às argamassas F4, M4 e G4, especialmente no que se refere à proporção visual entre agregado e matriz. Essa observação reforça os resultados obtidos por DRX, indicando que o traço da argamassa industrial é compatível com um traço do tipo 1:2:8. Contudo, nota-se uma distribuição granulométrica mais ampla, com coexistência de partículas finas e grossas, sugerindo o uso de uma curva granulométrica otimizada pelo fabricante, voltada à melhoria do empacotamento e da trabalhabilidade.

A amostra 1:2:10, correspondente ao traço 1:2:10, apresenta aumento perceptível da fração de agregado em relação à matriz cimentícia, evidenciado pela maior ocupação da área da imagem por grãos quartzosos. Observa-se redução da continuidade da matriz e maior proximidade entre os grãos de agregado, em consonância com o maior teor de areia do traço. Essa característica microestrutural está diretamente alinhada com o deslocamento observado nos gráficos de razão agregado/pasta obtidos por DRX.

Por fim, a amostra 1:2:12 exhibe a microestrutura mais rica em agregado dentre as analisadas, com predomínio claro dos grãos quartzosos e matriz cimentícia mais descontínua. A elevada proporção de agregado resulta em maior heterogeneidade microestrutural e potencial aumento da porosidade intergranular, aspectos que justificam, do ponto de vista microestrutural, os valores elevados de razão agregado/pasta identificados nas análises difratométricas.

Figura 35: Micrografias por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das argamassas com diferentes composições e condições de preparo, evidenciando a morfologia dos agregados, a matriz cimentícia e a distribuição das fases.



Fonte: Autora.

A análise conjunta das micrografias de MEV e dos resultados de DRX demonstra que, enquanto o DRX é sensível à quantidade de fases cristalinas, particularmente ao quartzo, a microscopia eletrônica permite compreender a organização física dessas fases, incluindo empacotamento, distribuição espacial e continuidade da matriz. Essa complementaridade é

fundamental, especialmente no contexto da engenharia forense, pois evita interpretações simplificadas baseadas exclusivamente em dados mineralógicos.

Os resultados evidenciam que argamassas com o mesmo traço podem apresentar microestruturas distintas em função da granulometria do agregado, sem que isso implique necessariamente alteração do traço determinado pela razão pasta/agregado. Assim, a avaliação pericial da conformidade de argamassas deve considerar não apenas a quantificação mineralógica, mas também a análise microestrutural, de modo a distinguir diferenças reais de dosagem de efeitos associados à granulometria e ao empacotamento dos agregados.

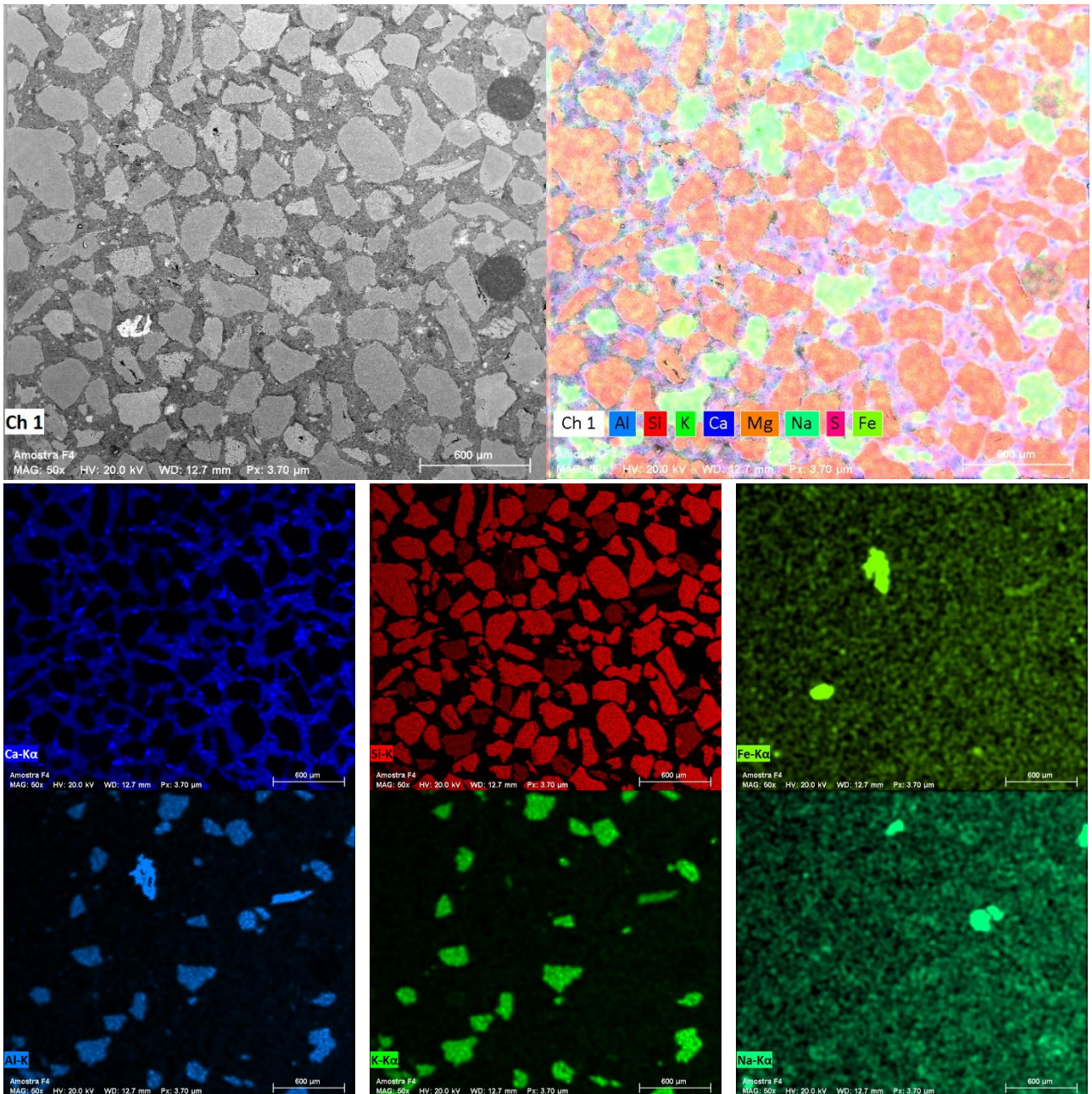
Com o objetivo de aprofundar a compreensão da constituição química dos constituintes das argamassas analisadas, apresentam-se a seguir os resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura associada à espectroscopia por dispersão de energia (MEV/EDS).

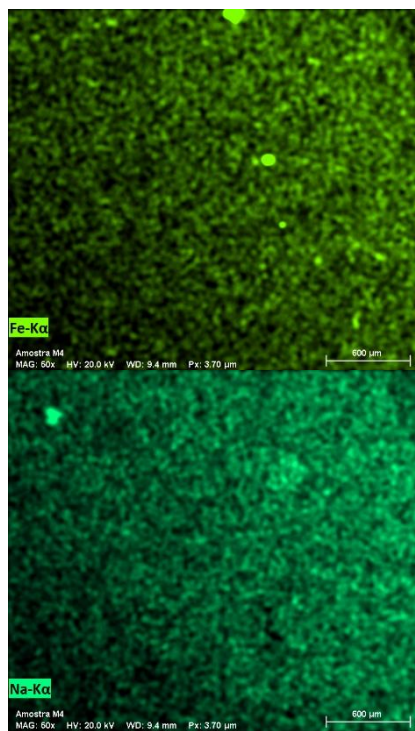
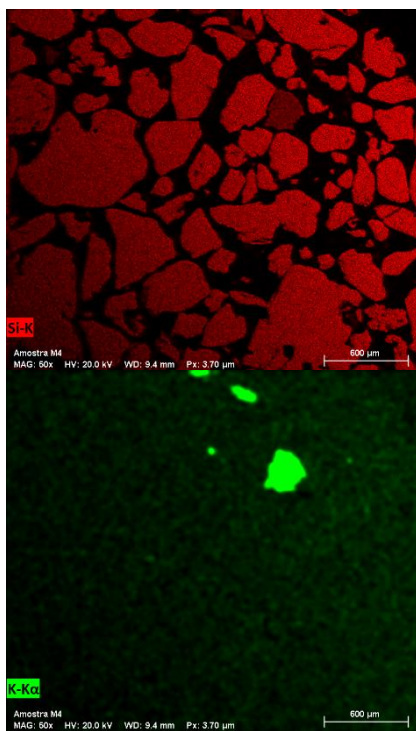
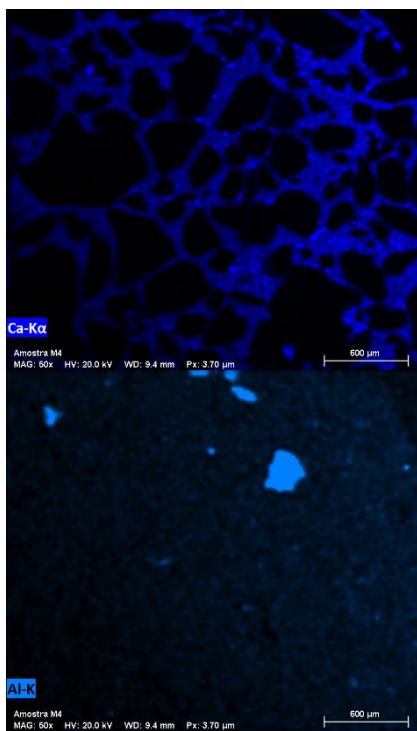
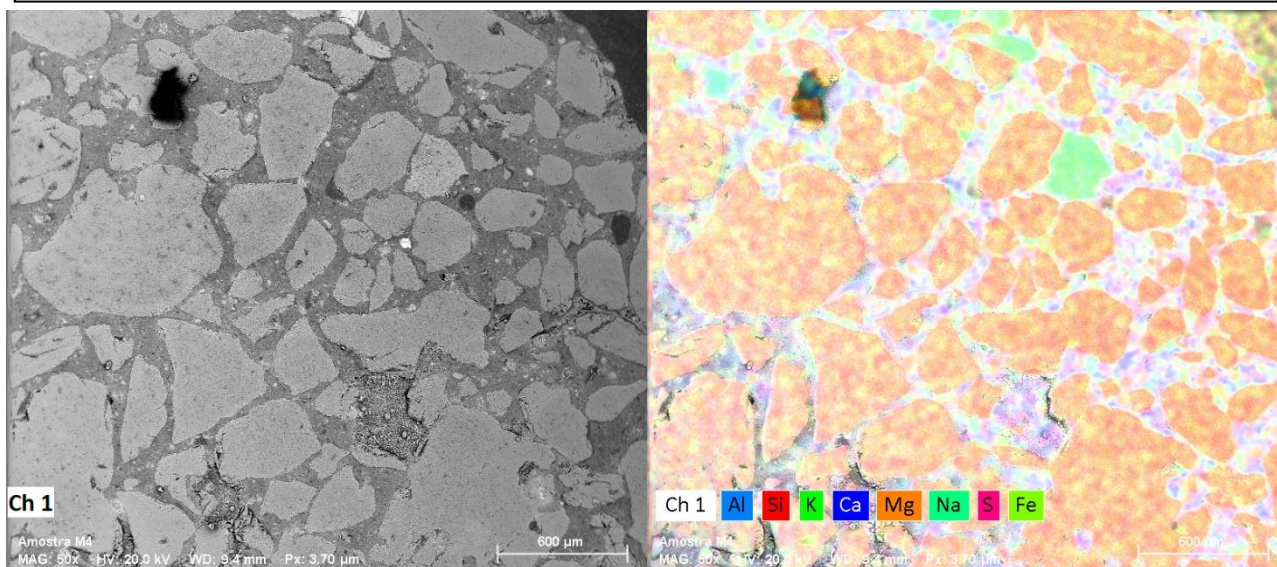
A Figura 36 retrata as amostras F4, M4 e G4, todas produzidas com o mesmo traço 1:2:8, diferindo exclusivamente pela granulometria da areia (fina, média e grossa), apresentam composição química global semelhante nas análises por EDS, com predomínio de Si associado ao quartzo do agregado, e Ca, Al e Si relacionados à matriz cimentícia hidratada.

As análises evidenciaram ainda teores detectáveis de alumínio (Al), potássio (K) e sódio (Na), elementos que, assim como o silício, estão associados à presença de feldspatos nos agregados. Embora esses minerais ocorram em proporções reduzidas, eles integram a composição dos agregados naturais. Adicionalmente, foi identificada a presença de ferro (Fe), magnésio (Mg) e enxofre (S), ainda que em baixas concentrações, elementos estes predominantemente relacionados à composição do cimento empregado na formulação das argamassas.

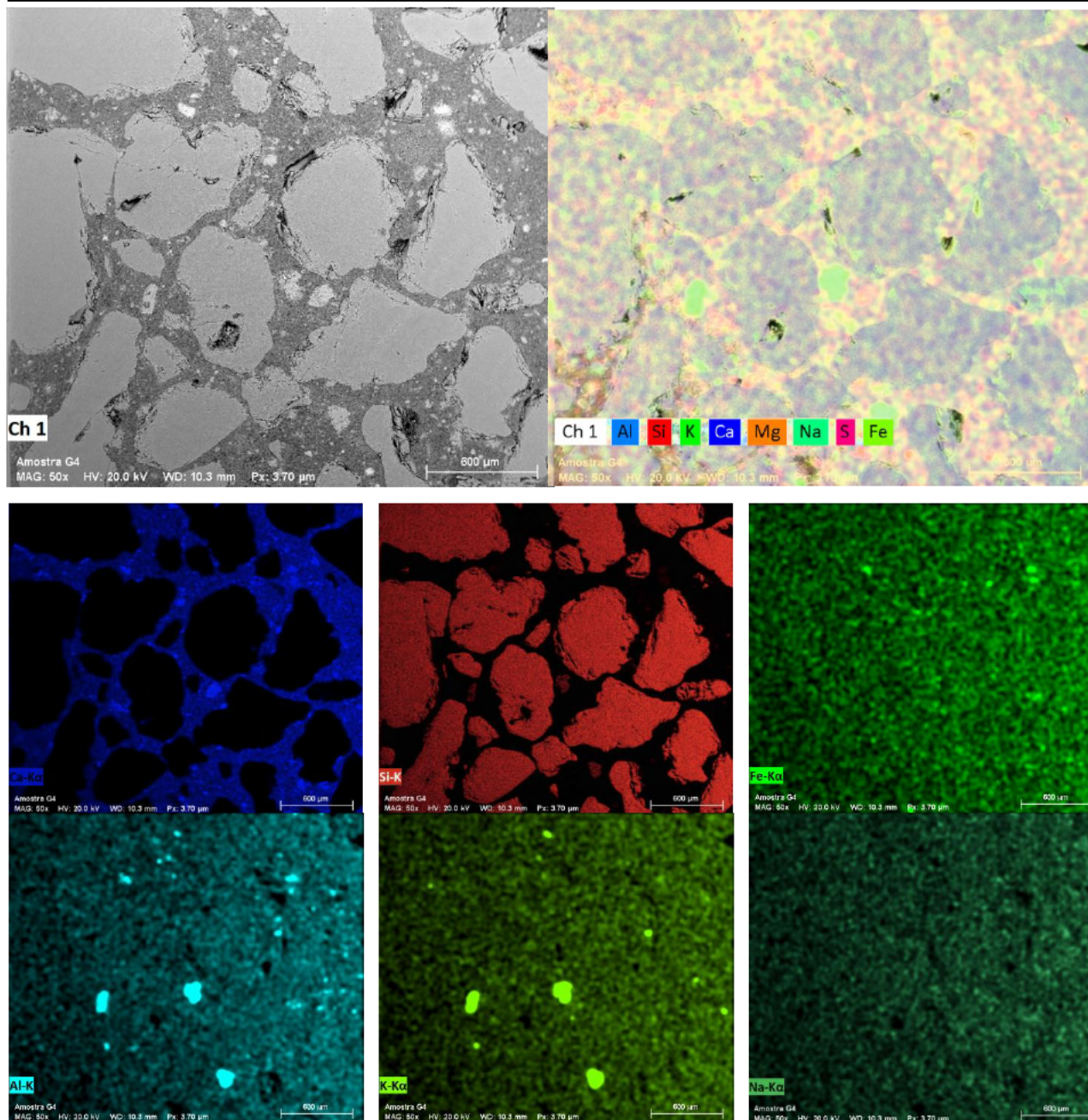
Figura 36: Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS das argamassas, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados: a) F4, b) M4, c) G4.

a) Argamassa F4



b) Argamassa M4

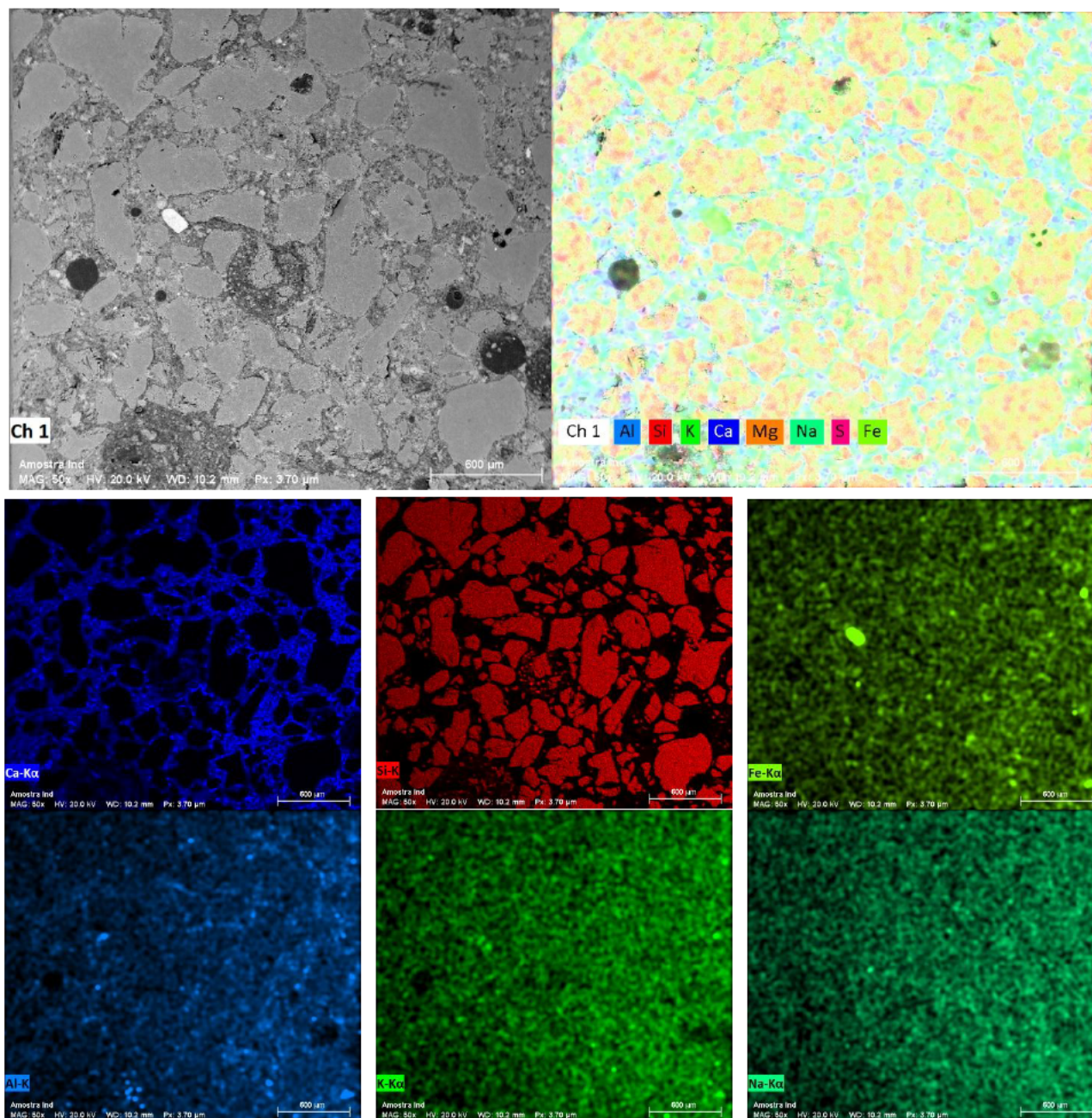
c) Argamassa G4



A argamassa industrial, cuja distribuição granulométrica do agregado não é conhecida, apresentou comportamento microestrutural e composicional semelhante às argamassas F4, M4 e G4. A análise por EDS, na Figura 37, indica proporções elementares compatíveis com uma argamassa rica em quartzo, associada a uma matriz cimentícia típica, sem evidências de empobrecimento acentuado de Ca ou enriquecimento excessivo em Si.

Figura 37: Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa industrial, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.

Argamassa Industrial

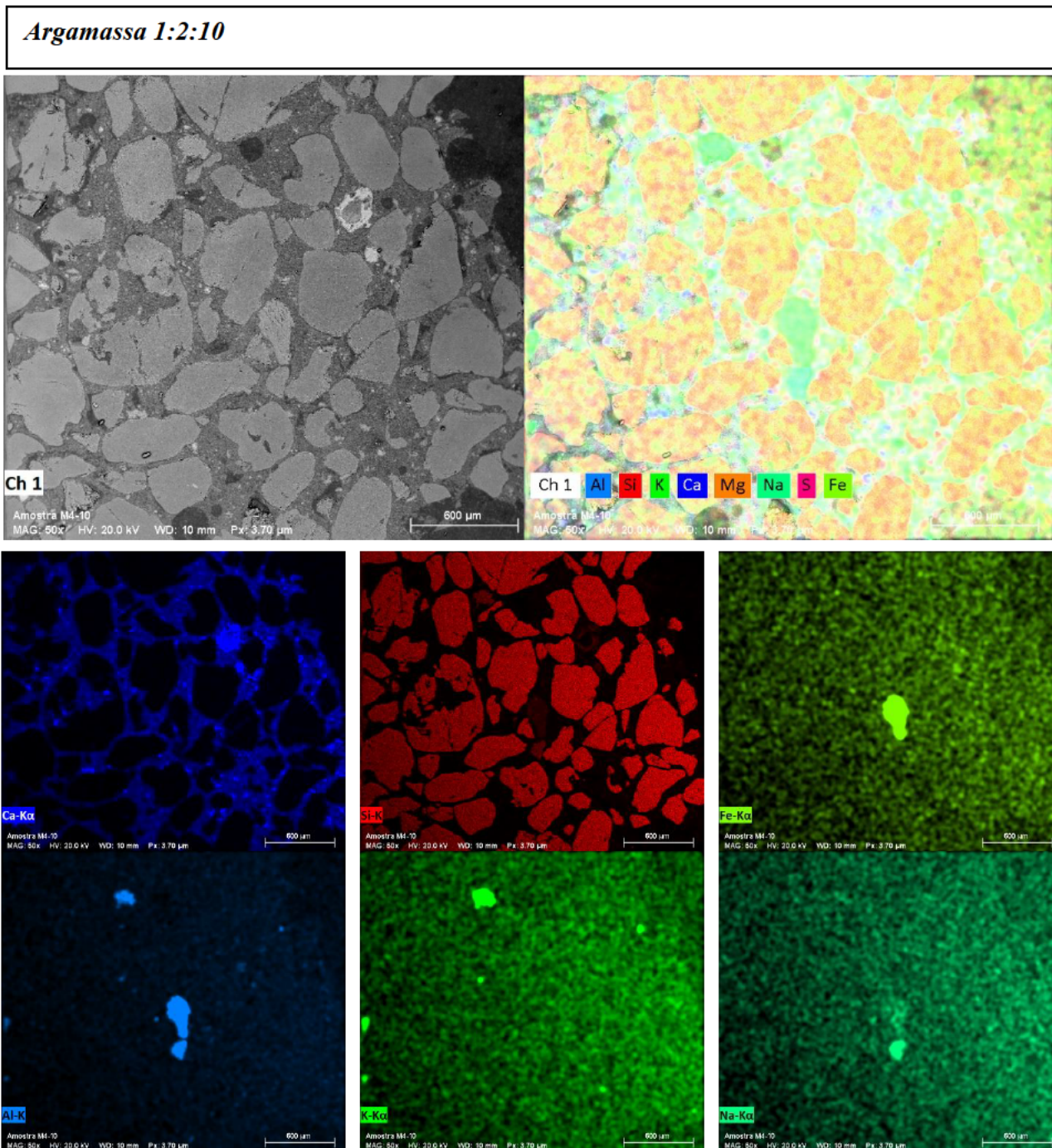


A amostra 1:2:10, correspondente ao traço 1:2:10, apresenta diferenças claras tanto do ponto de vista microestrutural quanto composicional. As imagens de MEV evidenciam maior ocupação da área por grãos de agregado, com redução relativa da continuidade da matriz

cimentícia. Na Figura 38, o EDS confirma essa tendência, com maior contribuição relativa de Si em relação ao Ca, quando comparada às argamassas 1:2:8.

Esse comportamento é coerente com o aumento real do teor de agregado no traço e explica o deslocamento observado nos gráficos de razão agregado/pasta obtidos por DRX. Importante destacar que, nesse caso, a divergência em relação às argamassas 1:2:8 não decorre apenas de artefatos de preparo, mas reflete uma diferença composicional intrínseca, validada de forma consistente pelas duas técnicas.

Figura 38: Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa 1:2:10, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.

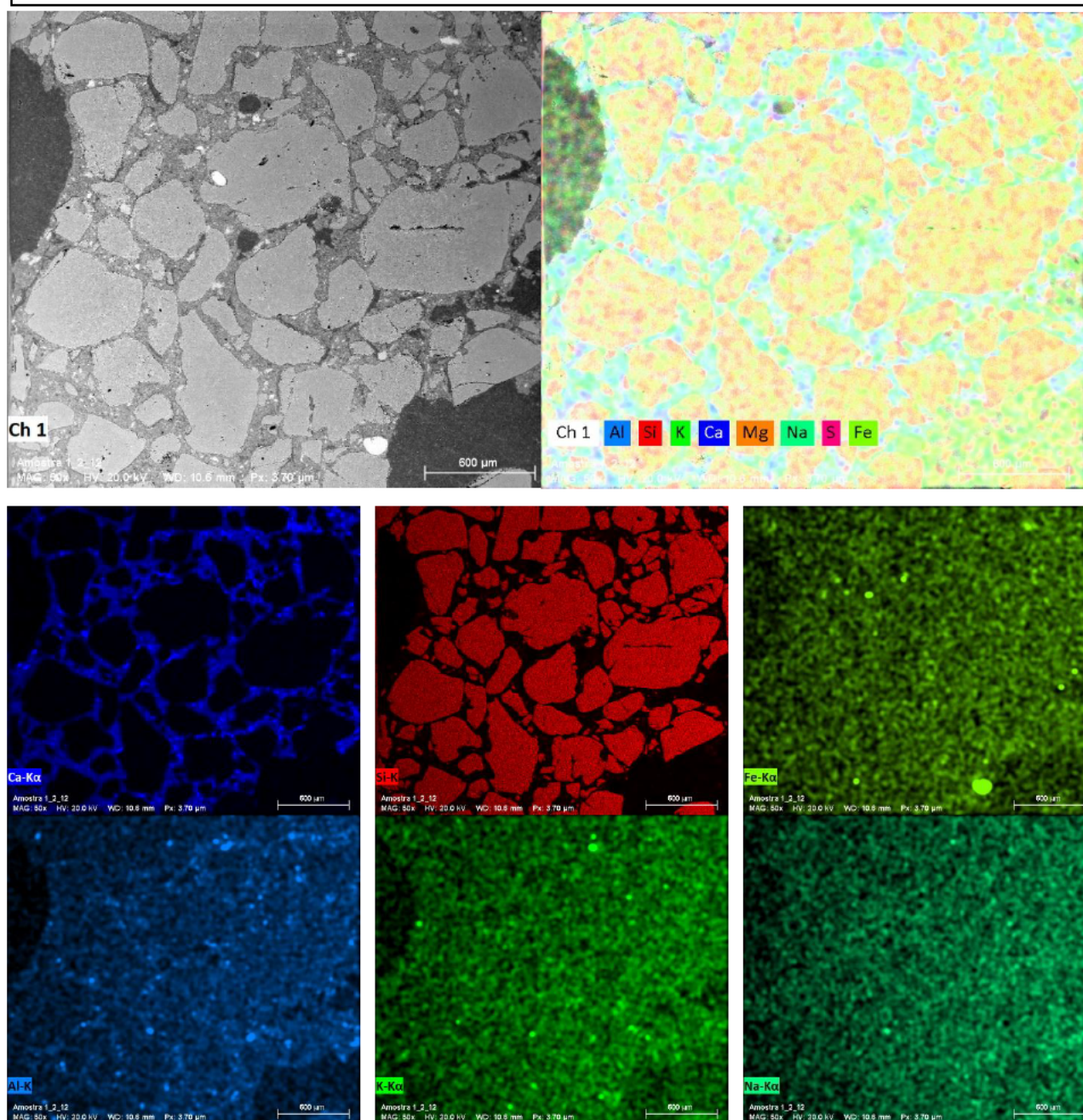


Como pode ser observado na Figura 39, a argamassa 1:2:12 apresenta a microestrutura mais rica em agregado entre todas as amostras analisadas. As micrografias revelam predomínio marcante de grãos quartzosos e matriz cimentícia mais descontínua, com maior heterogeneidade e potencial aumento da porosidade intergranular. A análise por EDS reforça

esse cenário, com elevada contribuição de Si e redução relativa dos elementos associados à pasta cimentícia.

Figura 39: Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS da argamassa 1:2:12, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados.

Argamassa 1:2:12



Esse conjunto de características justifica plenamente os valores mais elevados de razão agregado/pasta obtidos por DRX e confirma que, para traços mais pobres em cimento, a resposta difratométrica tende a ser dominada pelo quartzo. Do ponto de vista da engenharia forense, esse comportamento estabelece um limite prático: quanto maior o teor de agregado, maior a necessidade de controle rigoroso do preparo da amostra, sob pena de superestimação do agregado e subavaliação da matriz.

A integração dos resultados de MEV/EDS e DRX demonstra que a avaliação confiável do traço de argamassas não pode se apoiar em uma única técnica. O DRX fornece uma medida robusta da quantidade de fases cristalinas, especialmente do quartzo, enquanto o MEV/EDS permite compreender como essas fases estão distribuídas e organizadas no material.

No contexto da engenharia forense, essa abordagem integrada é essencial para evitar conclusões equivocadas, como a atribuição indevida de fraude ou não conformidade a argamassas que apresentam apenas variações granulométricas ou de empacotamento dos agregados. Os resultados desta pesquisa evidenciam que diferenças reais de traço (1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12) podem ser distinguidas de forma confiável quando o preparo é padronizado e as técnicas são interpretadas de maneira complementar.

5.2.3. Análise MAZE

Na Figura 40, temos a aplicação do sistema MAZE às imagens obtidas por Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), particularmente àquelas associadas aos mapas de cálcio (Ca) e silício (Si), permitiu a quantificação média da distribuição relativa desses elementos nas argamassas analisadas. Essa abordagem automatizada viabiliza uma avaliação objetiva da relação entre matriz cimentícia e agregado, uma vez que o Ca está majoritariamente associado à pasta de cimento hidratada, enquanto o Si está predominantemente relacionado ao quartzo dos agregados naturais.

As amostras F4, M4 e G4, produzidas com o mesmo traço 1:2:8, diferindo apenas pela granulometria da areia (fina, média e grossa), apresentaram resultados coerentes entre si quando analisadas pelo MAZE. Observa-se que os percentuais relativos de Ca e Si permanecem próximos, confirmando que a variação granulométrica do agregado não implica em alterações

muito significantes da relação pasta/agregado, mas sim mudanças na organização espacial e no empacotamento dos grãos, como já evidenciado pelas análises microestruturais.

Nas imagens segmentadas, a fase associada ao Ca (representada em azul) forma uma rede relativamente contínua, envolvendo os grãos ricos em Si (representados em vermelho), compatível com uma argamassa com teor equilibrado de matriz cimentícia. A similaridade entre F4, M4 e G4 reforça que o MAZE é capaz de distinguir variações reais de composição de simples efeitos granulométricos, evitando interpretações equivocadas quanto ao traço do material.

A argamassa industrializada apresentou comportamento composicional semelhante ao das argamassas de traço controlado 1:2:8, com percentuais de Ca e Si compatíveis com aqueles observados em F4, M4 e G4. Esse resultado corrobora as análises anteriores por DRX e MEV, sugerindo que o traço da argamassa industrial não excede significativamente oito partes de agregado em relação à pasta cimentícia.

Entretanto, a segmentação das imagens revela uma distribuição mais heterogênea das fases, com maior diversidade no tamanho e na forma dos grãos ricos em Si, indicando o uso de uma curva granulométrica otimizada, característica típica de produtos industrializados. Do ponto de vista pericial, essa observação é relevante, pois demonstra que a heterogeneidade microestrutural não necessariamente está associada a empobrecimento da pasta, mas pode refletir estratégias industriais de otimização do empacotamento.

A amostra 1:2:10, apresenta aumento significativo da fração associada ao Si, acompanhado por redução relativa da área segmentada como Ca. Essa tendência é coerente com o maior teor de agregado do traço e confirma a sensibilidade do MAZE em captar diferenças reais de dosagem, mesmo quando aplicadas a imagens EDS bidimensionais.

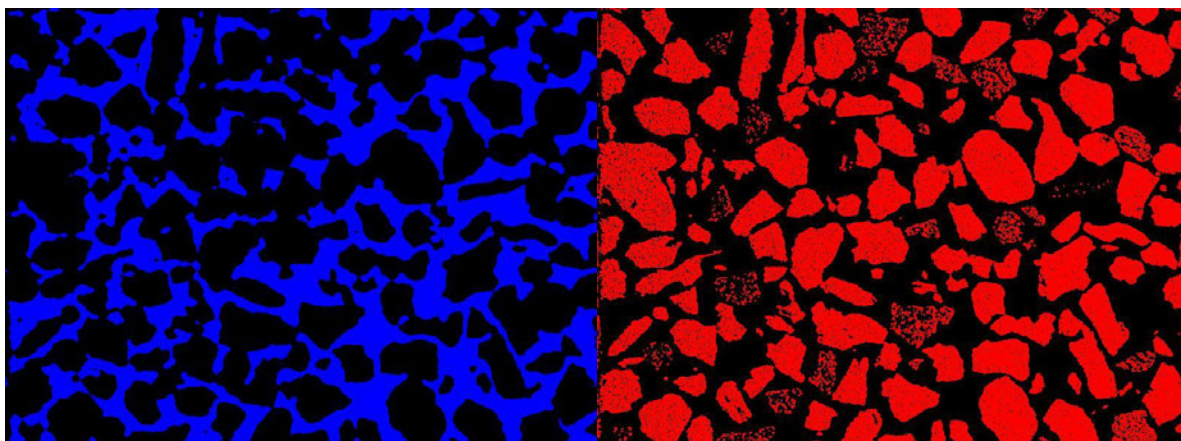
A menor continuidade da rede rica em Ca observada nas imagens indica uma matriz cimentícia mais descontínua, com implicações diretas na interpretação do desempenho mecânico e da durabilidade do material. Esses resultados alinham-se com os deslocamentos observados nos gráficos de razão agregado/pasta obtidos por DRX, reforçando a robustez da abordagem integrada.

A argamassa 1:2:12 apresenta o cenário mais extremo entre as amostras analisadas, com predomínio marcante da fase rica em Si e redução expressiva da área associada ao Ca. A segmentação evidencia grãos quartzosos de maior dimensão e uma matriz cimentícia significativamente mais fragmentada e descontínua, compatível com o elevado teor de agregado do traço.

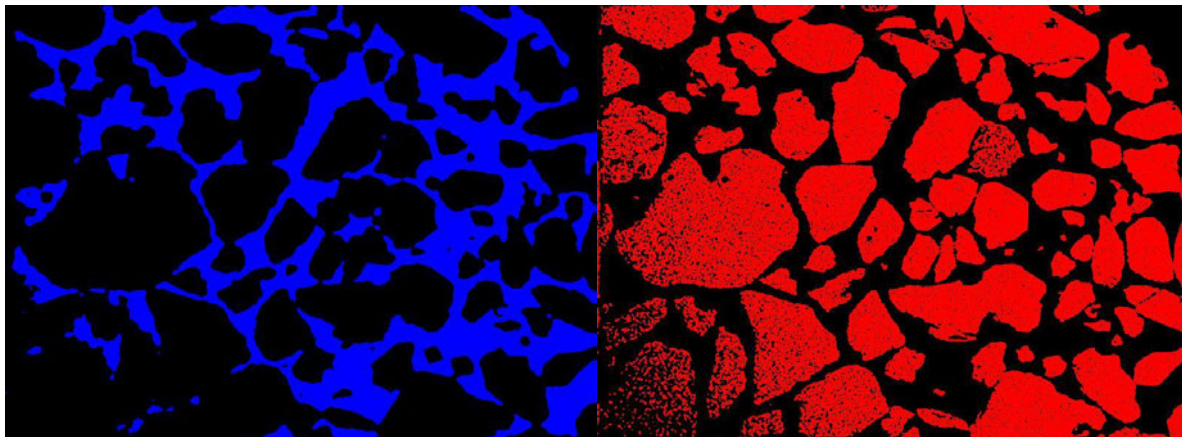
Esse comportamento confirma que, à medida que o teor de areia aumenta, a resposta composicional passa a ser fortemente dominada pelo quartzo, tanto em DRX quanto em EDS. No contexto da engenharia forense, esse resultado estabelece um limite operacional importante, pois argamassas muito pobres em pasta podem apresentar respostas analíticas fortemente influenciadas pela preparação da amostra, exigindo cautela adicional na interpretação dos dados.

Figura 40 – Análise comparativa da distribuição de Ca e Si em argamassas de diferentes traços por MEV/EDS e processamento MAZE; a) F4, b) M4, c) G4, d) Industrial, e) 1:2:10 e f) 1:2:12.

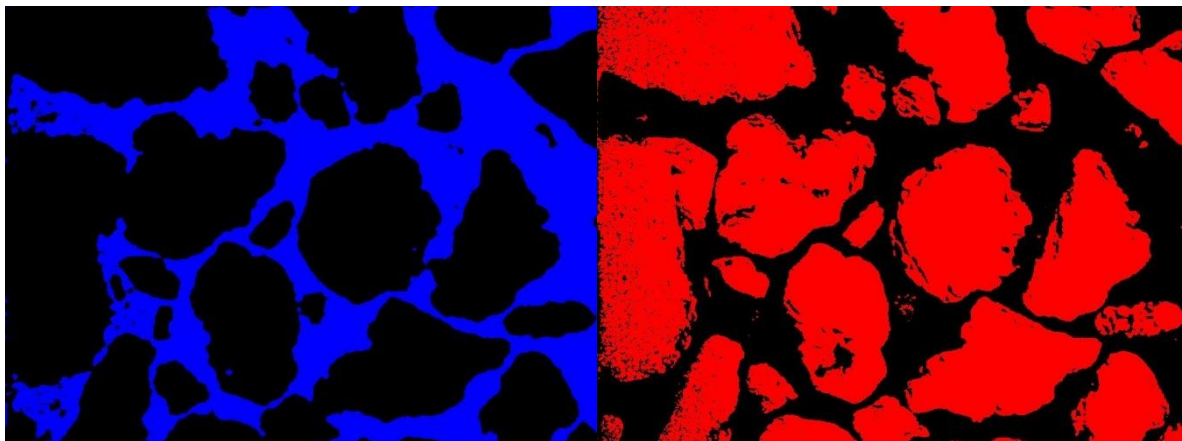
a) Argamassa F4: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



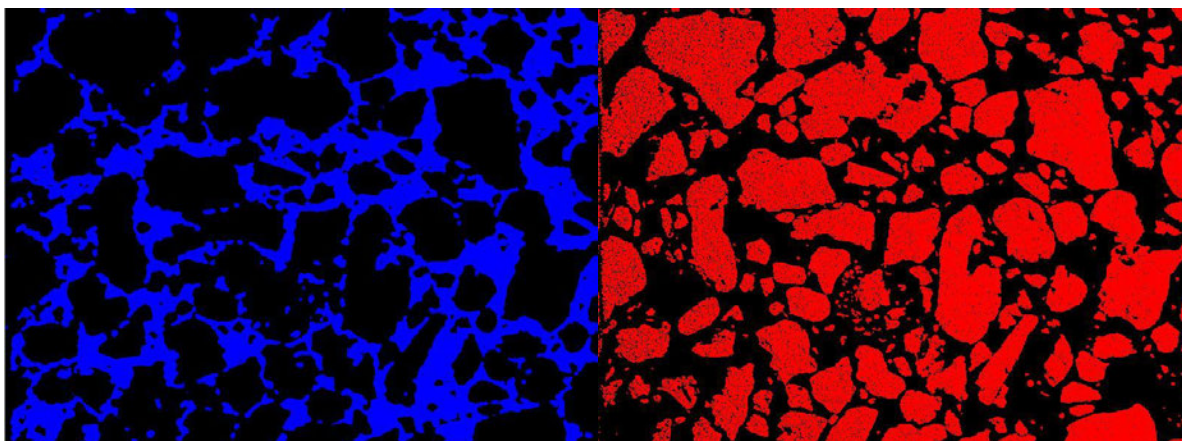
b) Argamassa M4: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



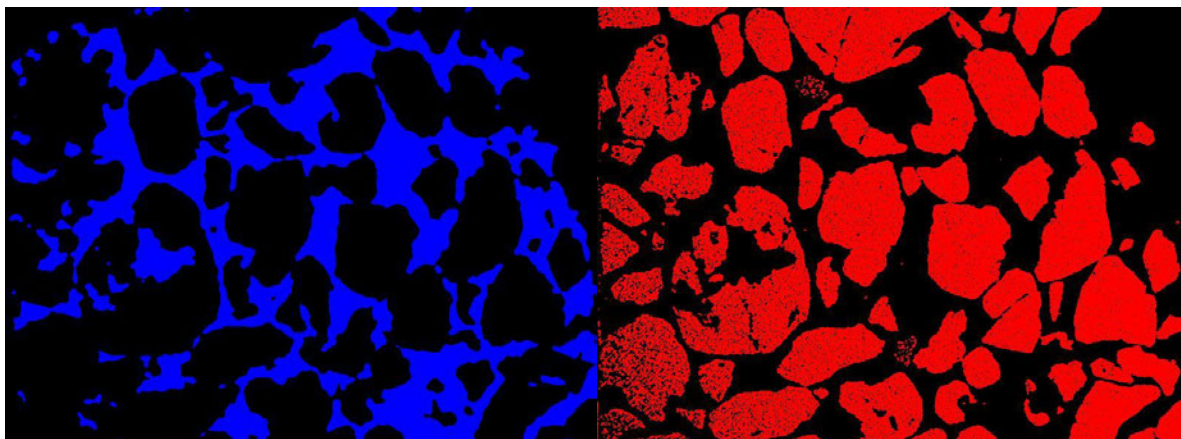
c) Argamassa G4: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



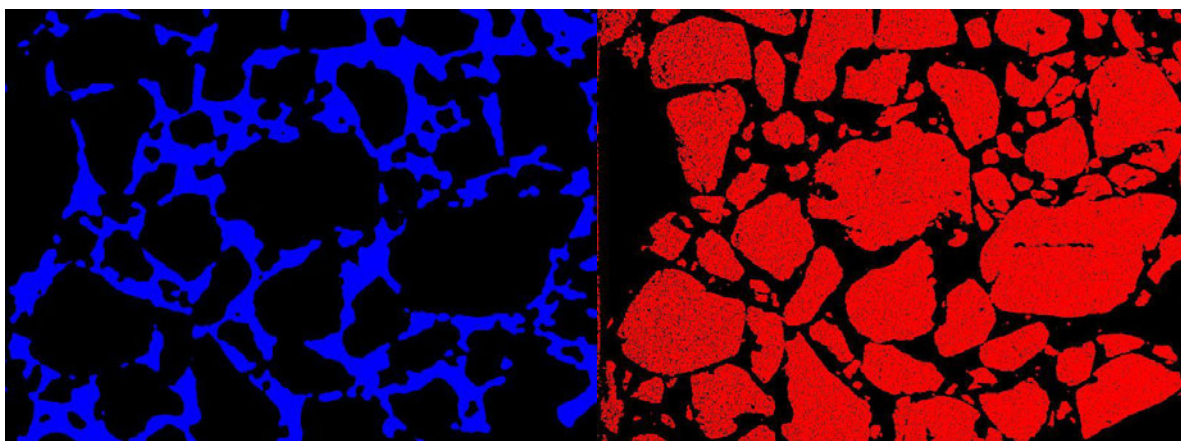
d) Argamassa Industrial: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



e) Argamassa 1:2:10: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



f) Argamassa 1:2:12: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si).



As Figuras 41, 42 e 43 evidenciam a relação entre composição química e traço das argamassas, conforme determinado a partir da segmentação das imagens MEV/EDS com auxílio do sistema MAZE. A análise conjunta dos teores de cálcio (Ca), silício (Si) e da fração associada a vazios, poros e outros constituintes permite uma interpretação robusta da proporção relativa entre matriz cimentícia e agregado, bem como dos efeitos do empacotamento e da porosidade.

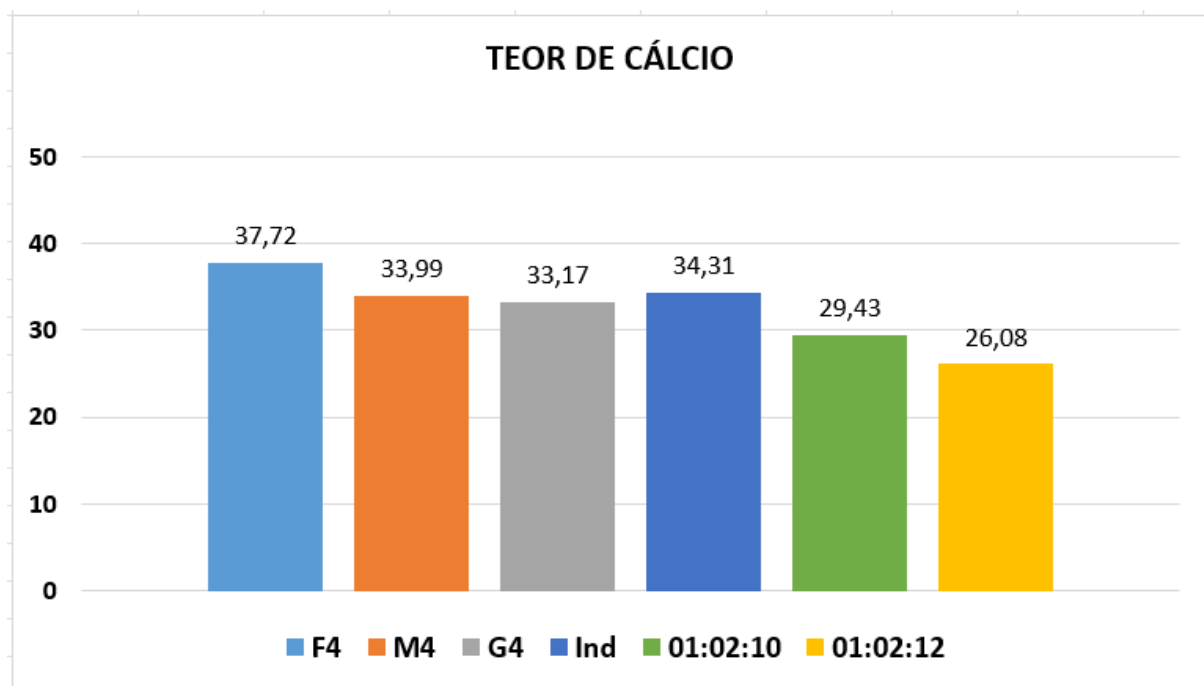
Observa-se na Figura 41 que as argamassas F4, M4 e G4, todas produzidas com traço 1:2:8, apresentam teores de cálcio relativamente elevados e próximos entre si, não apresentando nenhum teor abaixo de 33% indicado no gráfico. Esse comportamento confirma que a variação da granulometria da areia não altera de forma significativa a razão pasta/agregado, mas apenas sua distribuição espacial, como já evidenciado pelas análises microestruturais. A argamassa industrial (IND) também apresenta teor de Ca compatível com o grupo 1:2:8, reforçando a hipótese de que seu traço não excede oito partes de agregado em relação à pasta cimentícia.

Entretanto, observa-se que a amostra G4, correspondente à areia de granulometria mais grossa, apresenta o menor teor de cálcio dentro do grupo 1:2:8. Esse comportamento não está associado a uma redução real do teor de cimento, essa diferença observada está relacionada principalmente ao aumento do teor de vazios e poros na microestrutura da argamassa G4. A utilização de areia mais grossa resulta em um empacotamento menos eficiente das partículas, elevando a porosidade e reduzindo a densidade da matriz cimentícia por unidade de área analisada. Como consequência, há menor fração volumétrica efetiva de produtos hidratados ricos em cálcio (como C-S-H e portlandita) na região observada, o que se reflete em menores intensidades associadas ao cálcio nas análises por MEV/EDS.

Portanto, a redução do teor de cálcio na G4 não indica empobrecimento do traço, mas sim um efeito microestrutural decorrente da maior porosidade induzida pela granulometria mais grossa, evidenciando a importância de considerar parâmetros como distribuição de vazios na interpretação de resultados periciais.

Em contraste, as argamassas 1:2:10 e 1:2:12 apresentam redução progressiva do teor de Ca, comportamento diretamente associado à diminuição do conteúdo relativo de matriz cimentícia nesses traços mais pobres em cimento. Essa tendência é coerente com os resultados obtidos por DRX e MEV/EDS, confirmando a sensibilidade do método à variação real de dosagem.

Figura 41 – Avaliação comparativa do teor de cálcio (Ca) em argamassas com diferentes traços.



Fonte: Autora.

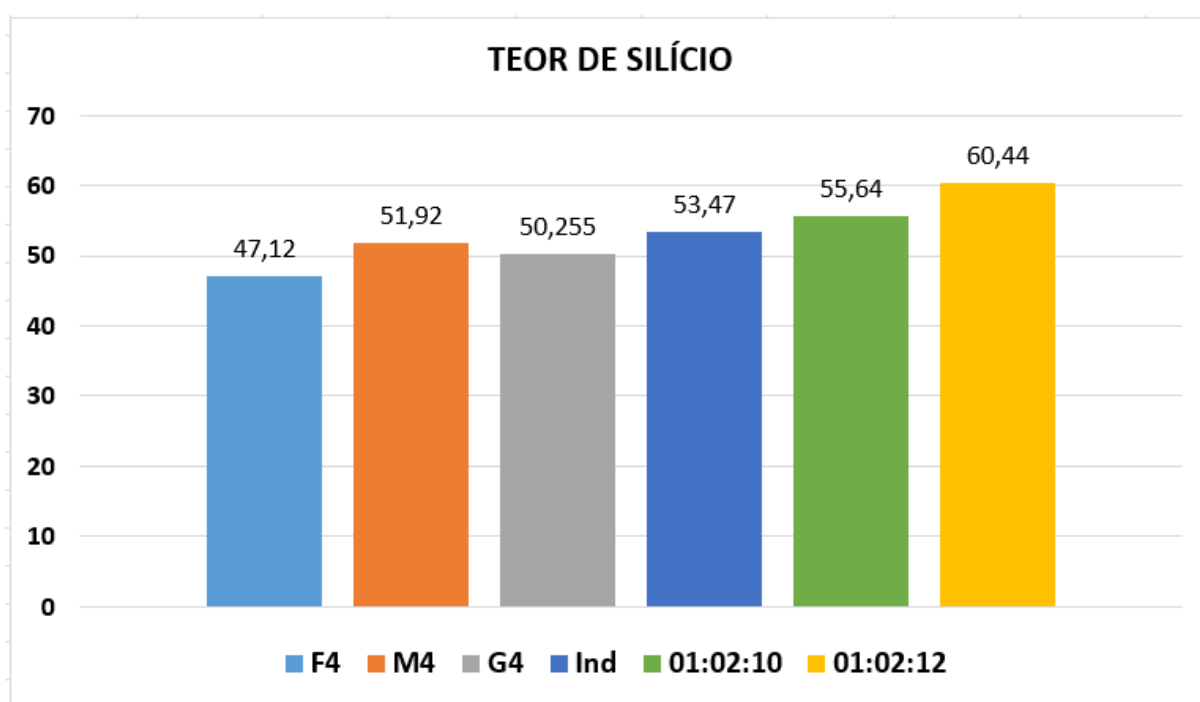
O gráfico de teor de silício na Figura 42 apresenta comportamento complementar ao do cálcio. As argamassas F4, M4 e G4 exibem valores próximos entre si, compatíveis com a presença predominante de agregados silicosos, sem diferenças relevantes atribuíveis à granulometria. A argamassa industrial posiciona-se de forma intermediária, reforçando a hipótese de que seu traço é compatível com 1:2:8. Esse enquadramento se justifica pelo equilíbrio entre os teores de silício e cálcio, indicando uma proporção semelhante entre agregado e matriz cimentícia quando comparada às argamassas de referência. Em outras palavras, a industrial não apresenta enriquecimento excessivo em sílica (como nos traços mais pobres, 1:2:10 e 1:2:12), nem redução significativa que indicaria maior teor de pasta, mantendo-se dentro da faixa característica do traço 1:2:8.

Observa-se, contudo, que a amostra F4 apresenta o menor teor de silício dentre as argamassas do grupo 1:2:8. Esse comportamento está associado à granulometria mais fina da areia, que promove um empacotamento mais eficiente das partículas e reduz o volume de vazios na microestrutura. Como consequência, há maior densificação da matriz cimentícia por unidade de área analisada, aumentando a fração relativa de fases ricas em cálcio e, proporcionalmente, reduzindo a fração aparente de fases silicosas detectadas. Além disso, a maior área superficial

dos grãos finos exige maior recobrimento por pasta de cimento, o que intensifica a presença de produtos de hidratação na região analisada. Esse efeito não altera o traço global da argamassa, mas modifica a distribuição local das fases, impactando diretamente os resultados obtidos por MEV/EDS.

Por outro lado, observa-se aumento expressivo do teor de Si nas argamassas 1:2:10 e, sobretudo, na 1:2:12, refletindo o maior teor de agregado desses traços, não apresentando valores menor do que 55%. O valor máximo de silício registrado para a argamassa 1:2:12 evidencia a dominância do quartzo na resposta composicional, resultado esperado para uma argamassa com elevada proporção de areia. Essa relação inversa entre Ca e Si confirma a robustez da abordagem baseada no sistema MAZE para avaliação comparativa de traços.

Figura 42 – Avaliação comparativa do teor de silício (Si) em argamassas com diferentes traços.



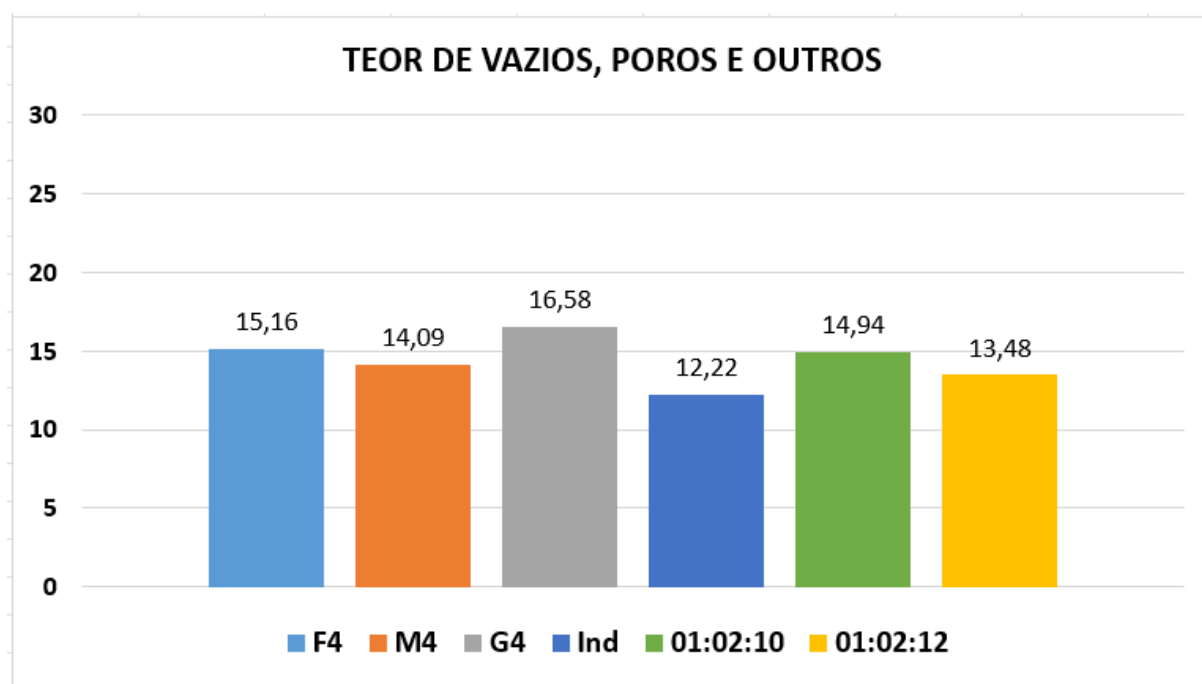
Fonte: Autora.

O gráfico referente à fração de vazios, poros e outros revela diferenças importantes entre as amostras na Figura 43. As argamassas F4 e M4 apresentam valores moderados e próximos, indicando microestruturas relativamente bem empacotadas. A amostra G4, apesar de manter o mesmo traço, apresenta teor mais elevado dessa fração, o que pode ser associado à menor

eficiência de empacotamento característica de agregados mais grossos, resultando em maior volume de vazios intergranulares (KWAN, 2009).

A argamassa industrial apresenta o menor valor entre todas as argamassas, compatível com uma distribuição granulométrica otimizada do agregado utilizado, especialmente pela presença de finos, enquanto a argamassa 1:2:10 apresenta aumento significativo dessa fração, indicando maior descontinuidade da matriz cimentícia e potencial incremento da porosidade. A argamassa 1:2:12, apesar do elevado teor de agregado, apresenta redução relativa da fração de vazios quando comparada à 1:2:10, possivelmente em função do maior preenchimento volumétrico pelos grãos de areia, ainda que à custa de uma matriz cimentícia mais descontínua.

Figura 43– Avaliação comparativa do teor de vazios e poros em argamassas com diferentes traços.



Fonte: Autora.

A análise integrada dos três gráficos demonstra que os teores de Ca e Si constituem indicadores confiáveis da proporção relativa entre pasta cimentícia e agregado, enquanto a fração de vazios fornece informações complementares sobre a qualidade do empacotamento e da microestrutura. As argamassas de mesmo traço (1:2:8) mantêm comportamento químico semelhante, independentemente da granulometria, ao passo que os traços mais pobres em cimento (1:2:10 e 1:2:12) apresentam respostas claramente distintas. A concordância entre os

resultados de MEV/EDS segmentado, DRX e análise microestrutural reforça a confiabilidade da metodologia proposta.

No âmbito da engenharia forense, essa abordagem integrada é particularmente relevante, pois reduz a subjetividade na interpretação visual das micrografias e fornece parâmetros quantitativos que podem subsidiar avaliações de conformidade, auditorias técnicas e investigações de possíveis desvios de traço. Assim, o uso combinado de MEV/EDS, MAZE e DRX constitui um arcabouço metodológico robusto para a caracterização e a interpretação técnica de argamassas em contextos acadêmicos e periciais.

5.3. AMOSTRAS DE CONCRETO

5.3.1. Composição Mineralógica

Antes de seguir a metodologia proposta por este trabalho, foi realizado um ensaio prévio em um concreto utilizando toda a sua fração (matriz cimentícia, agregado miúdo e graúdo). A partir desse ensaio, observou-se que a influência combinada [REDACTED] [REDACTED] impacta significativamente a quantificação das fases mineralógicas por difração de raios X. Como se tratava da mesma amostra, as variações observadas refletiram exclusivamente os efeitos do preparo, como a fragmentação diferencial e a representatividade estatística das fases, ressaltando que o concreto possui uma complexidade superior à argamassa devido às múltiplas fases cristalinas do agregado graúdo.

Na Figura 44, na fração retida [REDACTED], observa-se que o teor de agregado permanece elevado, com leve tendência de decréscimo à medida [REDACTED] [REDACTED], refletindo a fragmentação progressiva dos grãos mais grosseiros. O quartzo, principal constituinte cristalino do agregado, apresenta tendência de aumento moderado com o tempo de moagem, indicando que a redução de tamanho favorece sua exposição e representatividade difratométrica, como já discutido no caso das argamassas.

Em contrapartida, a fração cimentícia apresenta uma tendência de redução com o [REDACTED] [REDACTED], comportamento que pode ser atribuído à fragmentação preferencial da matriz cimentícia hidratada, que tende a migrar para a fração passante à medida que o tempo

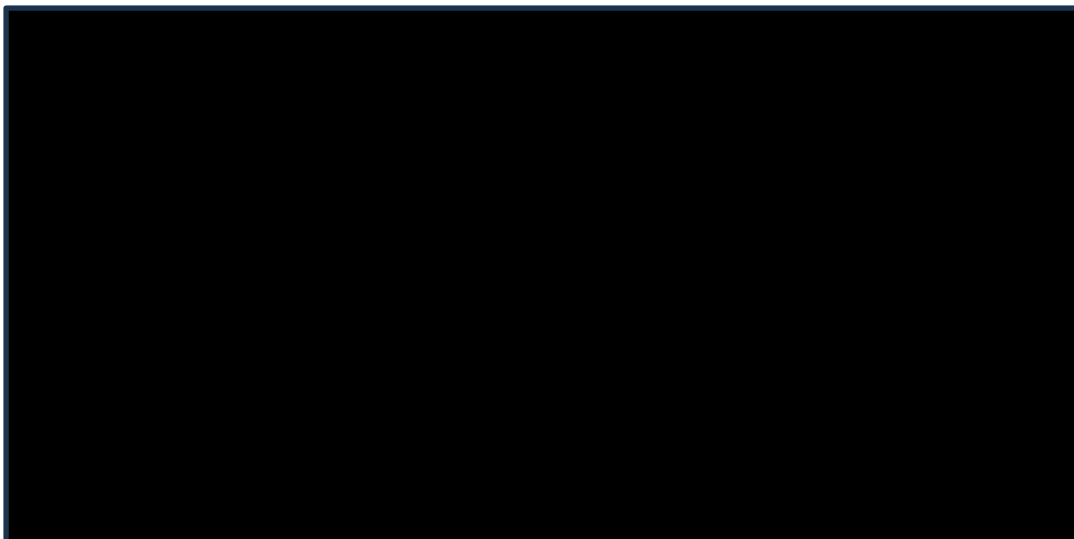
de moagem aumenta. Os coeficientes de determinação moderados (R^2 entre $\sim 0,69$ e $\sim 0,66$) indicam que, embora haja uma tendência geral, a resposta mineralógica nessa fração ainda é influenciada por heterogeneidades residuais e pela coexistência de partículas de diferentes naturezas e tamanhos.

Na fração passante [REDACTED], os efeitos do [REDACTED] tornam-se significativamente mais evidentes. Observa-se aumento sistemático dos teores de quartzo com o incremento [REDACTED], acompanhado por elevada correlação linear ($R^2 \approx 0,95$), evidenciando que o prolongamento da [REDACTED] promove a incorporação progressiva de partículas quartzosas finas a essa fração (MUROUCHI, 2021).

Paralelamente, a fração cimentícia apresenta tendência de [REDACTED] [REDACTED], também com alta correlação ($R^2 \approx 0,95$). Esse comportamento sugere que [REDACTED] podem conduzir à superfragmentação da matriz cimentícia, potencialmente associada à amorfização parcial ou à redistribuição das fases hidratadas, reduzindo sua contribuição difratométrica relativa (MEJDOUB *et al.*, 2017).

O agregado total mantém valores elevados e relativamente estáveis nessa fração, com tendência levemente crescente, indicando que, à medida [REDACTED], uma parcela crescente do agregado passa a compor o passante, reforçando a dominância do quartzo na resposta difratométrica.

Figura 44: Influência do tempo de moagem e da fração granulométrica ([REDACTED] [REDACTED]) na quantificação mineralógica de uma amostra de concreto por DRX.



Fonte: Autora.

Esses resultados demonstram que [REDACTED] exerce papel crítico na redistribuição das fases entre as frações granulométricas, podendo induzir a interpretações mineralógicas distintas para uma mesma amostra de concreto. [REDACTED] podem resultar em sub-representação do agregado fino na fração passante, enquanto [REDACTED] favorecem a super-representação do quartzo, mascarando a contribuição real da matriz cimentícia.

Diante da constatação de que o concreto apresenta um grau de complexidade superior ao da argamassa — visto que só o agregado graúdo já contribui com muitas fases cristalinas de alta dureza e cristalinidade que podem mascarar os resultados — [REDACTED]. Em vez disso, optou-se por [REDACTED] para garantir um refinamento de Rietveld mais fidedigno e reprodutível. Essa decisão fundamentou-se na teoria de Neville (2011), que visualiza o concreto como um sistema bifásico, no qual os agregados graúdos são blocos estruturais interligados pela matriz de argamassa. Portanto, a partir dessas conclusões, foi definida e seguida a metodologia proposta na seção 4 deste trabalho, que [REDACTED]

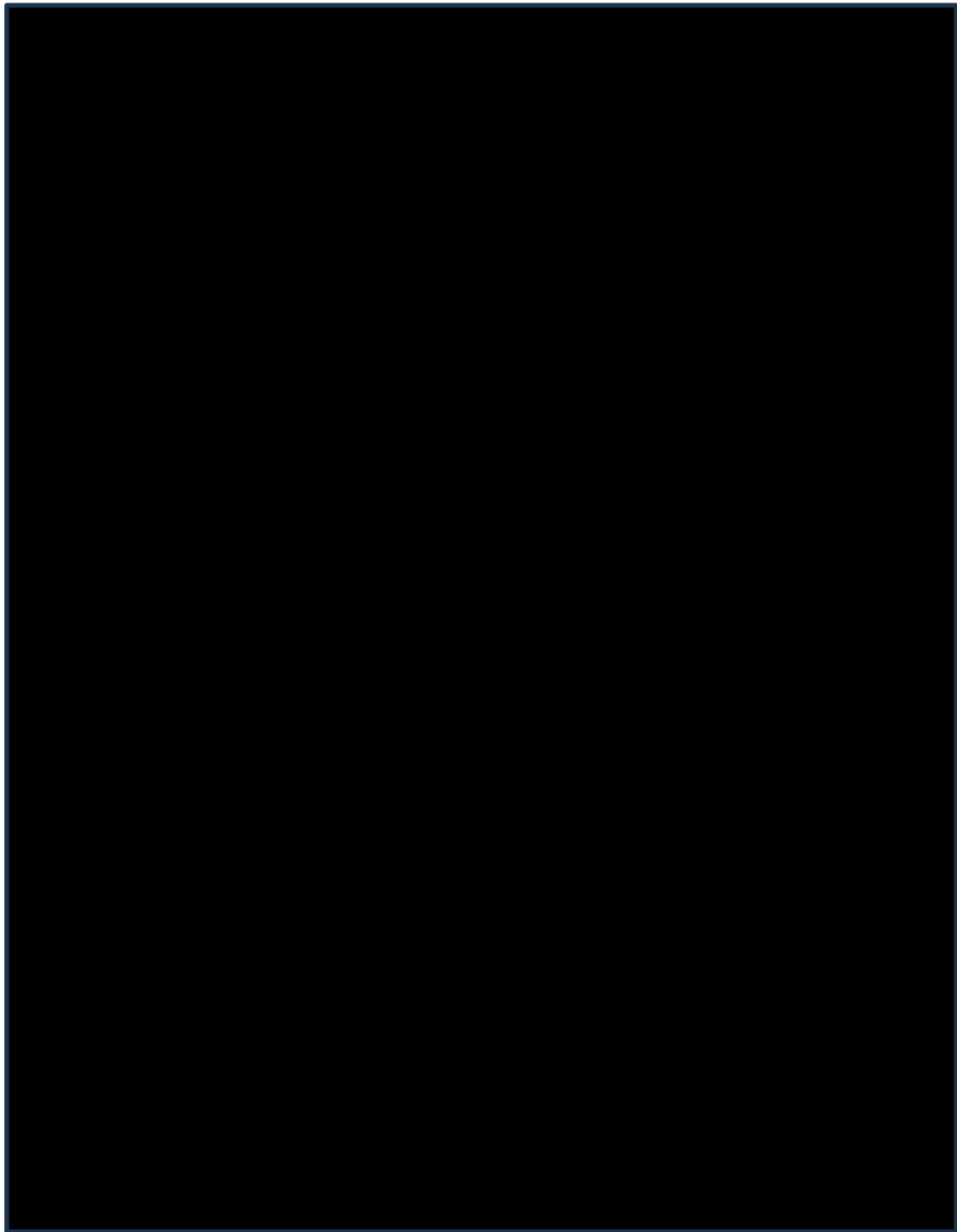
Seguindo o protocolo descrito previamente [REDACTED], obtivemos os resultados vistos nas Figuras 45 e 46. Os dados da Figura 45 revelam a mesma tendência já encontrada para as argamassas, que o teor de agregados detectado cresce proporcionalmente [REDACTED]. Esse fenômeno decorre da

fragmentação diferencial: enquanto a matriz cimentícia hidratada é mais frágil e se pulveriza rapidamente, o quartzo e os feldspatos possuem elevada dureza e estabilidade estrutural, resistindo à moagem e passando a dominar estatisticamente o volume analisado pelo feixe de raios X (HILLIER, 2000).

Em relação ao [REDACTED], nota-se que o uso [REDACTED] [REDACTED] permite captar teores mais elevados da matriz cimentícia nos estágios iniciais [REDACTED], valor que decresce à medida que o tempo de processamento avança. Esse comportamento comprova que o [REDACTED] gera uma super-representação artificial dos agregados, distorcendo a proporção real entre o ligante e o material inerte originalmente presente na mistura.

A partir da Figura 46, vemos que o equilíbrio analítico, com a máxima fidedignidade em relação ao traço real, foi obtido utilizando-se o [REDACTED] [REDACTED] para os dois concretos. A padronização desses parâmetros é vital para a Engenharia Forense, pois uma preparação inadequada pode gerar resultados mineralógicos distorcidos, levando a conclusões errôneas sobre a conformidade técnica, a durabilidade e a qualidade das obras periciadas.

Figura 45: Influência do tempo de moagem e da fração passante nas proporções de material cimentício e agregado dos concretos F2 30 e F3B 34.



Fonte: Autora

Figura 46: Influência do tempo de moagem e da fração passante na estimativa do traço cimento:agregado dos concretos F2 30 e F3B 34.



Fonte: Autora.

Após a definição dos parâmetros [REDACTED] que apresentaram maior concordância com os valores reais, adotou-se [REDACTED] [REDACTED] para as amostras de concreto analisadas. Como a fração remanescente (matriz + agregado miúdo) possui a mesma natureza mineralógica

de uma argamassa comum, a aplicação dos mesmos parâmetros de preparação era esperada garantindo a eficácia da metodologia.

A Figura 47 ilustra a distribuição percentual das fases cristalinas identificadas nas amostras de concreto F2 e F3B. Como se trata de concretos, observa-se naturalmente o predomínio de fases associadas aos agregados naturais, sobretudo minerais silicáticos, bem como a presença de fases oriundas da pasta cimentícia hidratada e de possíveis produtos de alteração.

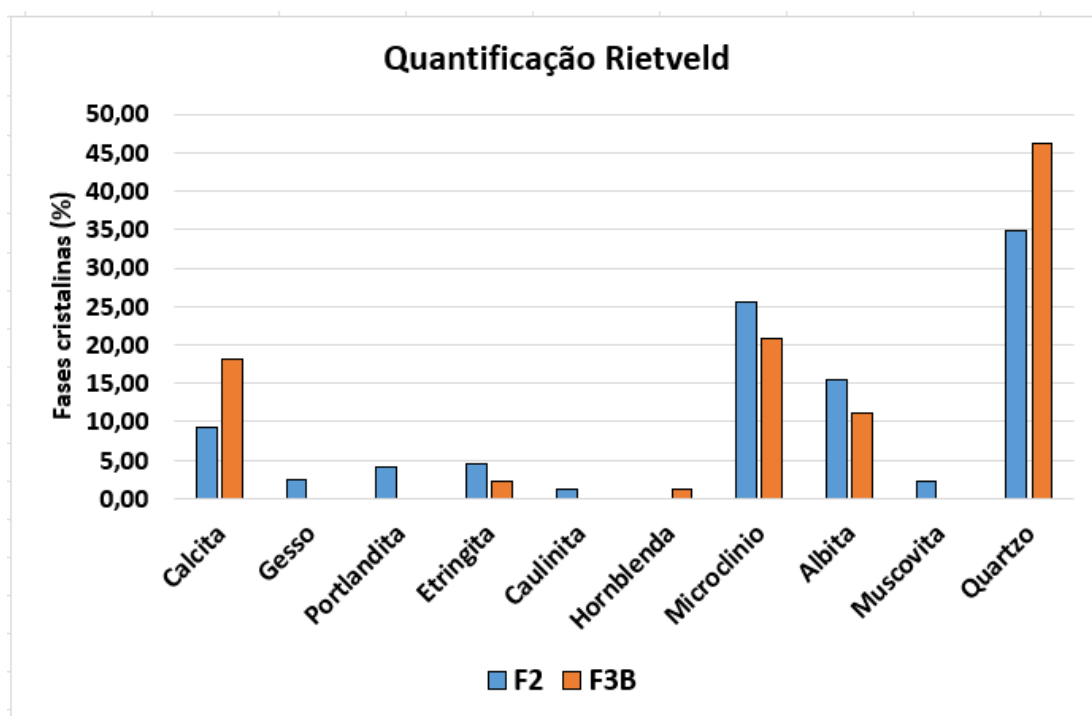
Em ambas as amostras, o quartzo constitui a fase majoritária, o que é compatível com o uso de agregados silicosos. No entanto, a amostra F3B apresenta teor de quartzo significativamente superior ao da amostra F2 (aproximadamente 46% contra 35%), indicando uma maior contribuição relativa do agregado silicoso. A presença de albita e microclínio em ambas as amostras indica contribuição relevante de feldspatos nos agregados, característica típica de materiais provenientes de fontes graníticas ou gnáissicas. Nota-se que a amostra F2 apresenta teores mais elevados dessas fases feldspáticas, o que pode refletir uma maior diversidade mineralógica do agregado, explicando assim a diferença no teor de quartzo. As fases calcita e dolomita estão presentes em proporções distintas entre as amostras.

No que se refere às fases típicas da hidratação do cimento, como portlandita, etringita e gesso, observa-se que a amostra F2 apresenta teores ligeiramente mais elevados quando comparada à amostra F3B. Esse comportamento pode indicar maior conteúdo relativo de pasta cimentícia, menor grau de carbonatação ou diferenças no histórico de cura e exposição ambiental. A presença simultânea de etringita e gesso, ainda que em baixos teores, pode estar relacionada a processos secundários de hidratação tardia ou a interações com sulfatos provenientes do cimento ou do meio externo.

As fases filossilicáticas, representadas por muscovita, biotita e caulinita, ocorrem em baixas concentrações em ambas as amostras, estando associadas principalmente aos agregados naturais. Embora minoritárias, essas fases são relevantes do ponto de vista da durabilidade, uma vez que podem influenciar propriedades físicas do concreto, como absorção de água e interação com a matriz cimentícia.

No contexto da engenharia forense, os resultados reforçam a importância de interpretar os dados de DRX de forma integrada, considerando que a quantificação relativa das fases cristalinas reflete tanto a composição original do concreto quanto os efeitos do preparo da amostra e de processos pós-execução, como carbonatação e hidratação tardia. Assim, a análise mineralógica comparativa constitui uma ferramenta robusta para avaliação de conformidade, desde que associada a informações complementares sobre traço, idade e condições de exposição do concreto analisado.

Figura 47: Quantificação das fases cristalinas identificadas pelo método Rietveld-DRX para o concreto F2 36 e F3B 31.



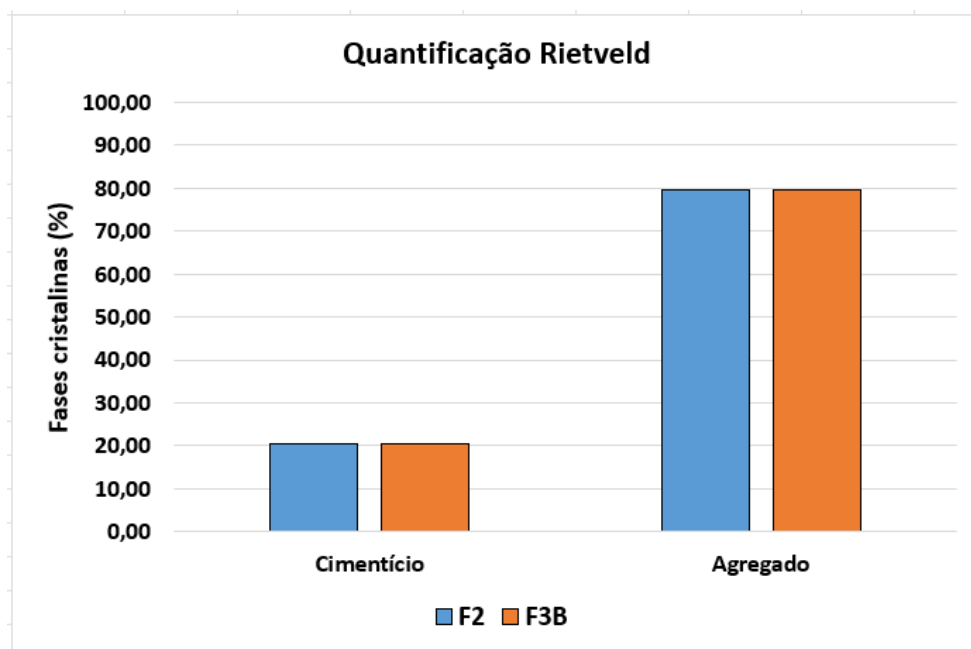
Fonte: Autora.

As Figuras 48 e 49 apresentadas sintetizam a separação das contribuições mineralógicas do concreto em dois grandes grupos: fração cimentícia (associada à matriz/argamassa de cimento e produtos de hidratação) e fração de agregado (associada predominantemente aos minerais do agregado gráudo e miúdo, em especial quartzo e feldspatos). Observa-se que as amostras F2 e F3B apresentam comportamento praticamente idêntico, com aproximadamente 20% atribuídos ao conjunto cimentício (calcita, gesso, portlandita e etringita) e cerca de 80% à fração de agregados (demais fases). Essa proximidade sugere consistência no preparo das amostras e reforça a reprodutibilidade da metodologia empregada.

A comparação com o traço executado foi feita considerando que o DRX fornece uma estimativa mineralógica relativa das fases cimentícias e das fases minerais que podem ser utilizadas para determinar a razão cimento/mineral da amostra analisada, a qual pode ser correlacionada ao traço volumétrico do concreto quando se utiliza uma regra de conversão compatível com a proporção de argamassa no sistema. A convergência observada entre a razão cimento/agregado estimada por Rietveld-DRX ($\approx 0,256$) e a razão esperada para o traço de referência em volume ($\approx 0,27$) indica que a proporção relativa de matriz cimentícia presente no concreto analisado é compatível com a formulação executada.

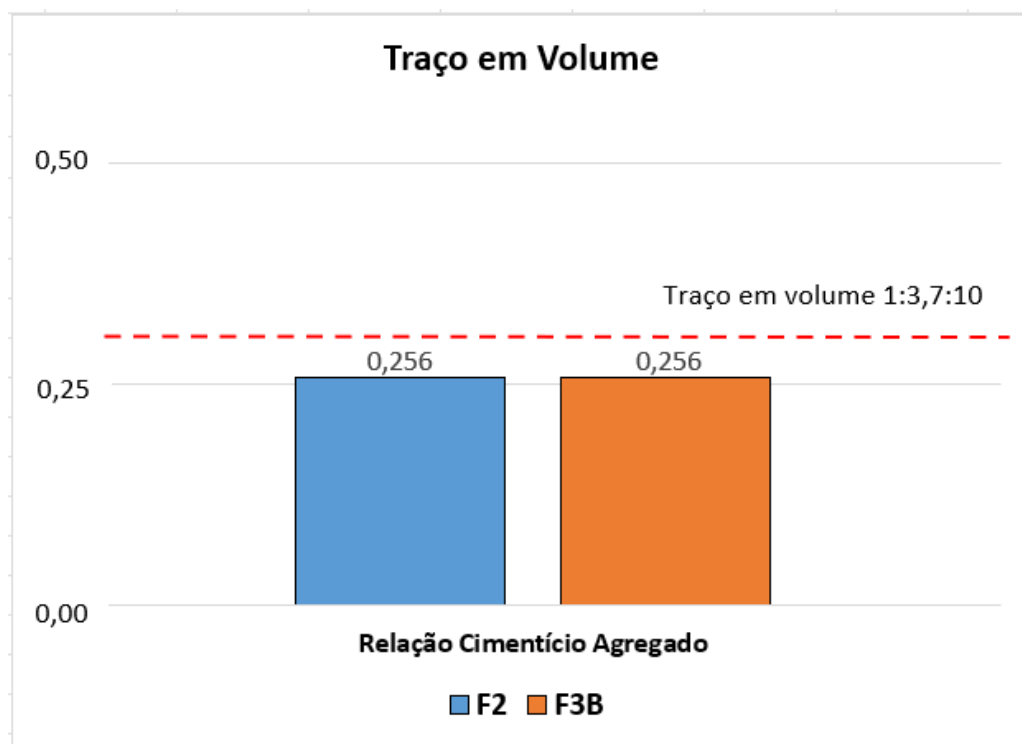
Isso é um resultado relevante porque, em concretos de grande volume e aplicação estrutural, variações na fração de argamassa afetam diretamente trabalhabilidade, compacidade, resistência e durabilidade. Além disso, o fato de F2 e F3B apresentarem valores praticamente iguais fortalece a confiabilidade do método, pois sugere que a técnica não está representando apenas heterogeneidades locais do concreto, mas sim uma assinatura composicional consistente.

Figura 48 – Frações relativas cimentícia e de agregado obtidas por DRX-Rietveld para amostras de concreto.



Fonte: Autora.

Figura 49 – Estimativa do traço em volume do concreto a partir da razão cimento/agregado determinada por DRX-Rietveld.



Fonte: Autora.

5.3.2. Análise de Imagens

A Figura 50 reúne micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura, acompanhadas de mapas elementares por EDS, permitindo uma análise integrada da organização microestrutural e da distribuição química dos constituintes dos concretos F2-36 e F3B-31. A análise integrada das fases associadas ao agregado indica que, a partir das espectroscopias por EDS, os elementos majoritários identificados em sua composição são silício (Si), sódio (Na), potássio (K) e alumínio (Al), característicos de minerais silicáticos e feldspáticos. Em concentrações intermediárias, com picos localizados em determinadas regiões, observou-se a presença de ferro (Fe), titânio (Ti) e magnésio (Mg), associados a minerais acessórios dos agregados. Já os elementos cálcio (Ca) e enxofre (S) foram detectados apenas de forma pontual e minoritária, indicando contribuição pouco significativa dessas espécies na constituição do agregado.

As micrografias obtidas por MEV revelam que os agregados graúdos apresentam predominantemente morfologia arredondada, típica de materiais naturais submetidos a processos de transporte e desgaste. Observa-se, ainda, a ocorrência frequente de microfissuras nas regiões de interface com a matriz cimentícia, sobretudo nas extremidades de contato,

enquanto o núcleo dos grãos permanece estruturalmente íntegro e resistente. Esse comportamento evidencia que os processos de fissuração tendem a se concentrar na zona de transição interfacial, e não no interior do agregado.

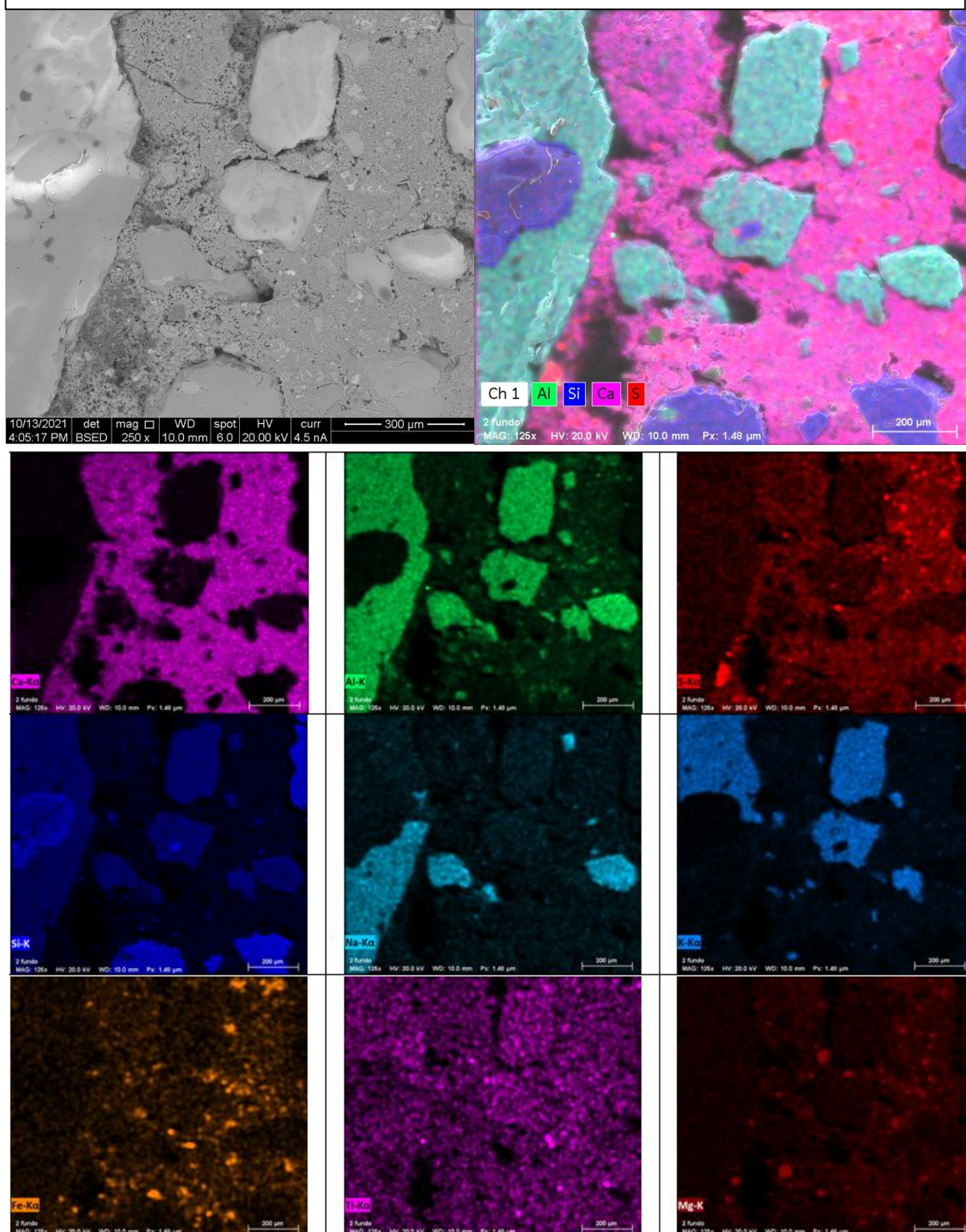
No que se refere à matriz cimentícia, as análises espectroscópicas indicam que os elementos predominantes são cálcio (Ca), silício (Si) e alumínio (Al), com clara dominância do cálcio na região analisada, compatível com a presença de produtos de hidratação do cimento. Elementos como enxofre (S), magnésio (Mg), sódio (Na), potássio (K), ferro (Fe) e titânio (Ti) aparecem em concentrações intermediárias e localizadas, podendo estar associados tanto à composição original do cimento quanto a contribuições secundárias dos agregados.

Do ponto de vista microestrutural, observa-se que a matriz cimentícia é constituída por diferentes regiões: agregados de menor dimensão, mais homogêneos; pasta de cimento hidratada, de natureza marcadamente heterogênea; além de poros e fissurações distribuídos em uma ampla faixa de tamanhos. A heterogeneidade visual da pasta cimentícia está associada ao fato de que nem todo o clínquer original do cimento se hidrata de forma completa, resultando na coexistência de fases hidratadas, fases anidras remanescentes e produtos de hidratação com diferentes graus de cristalização e resistência.

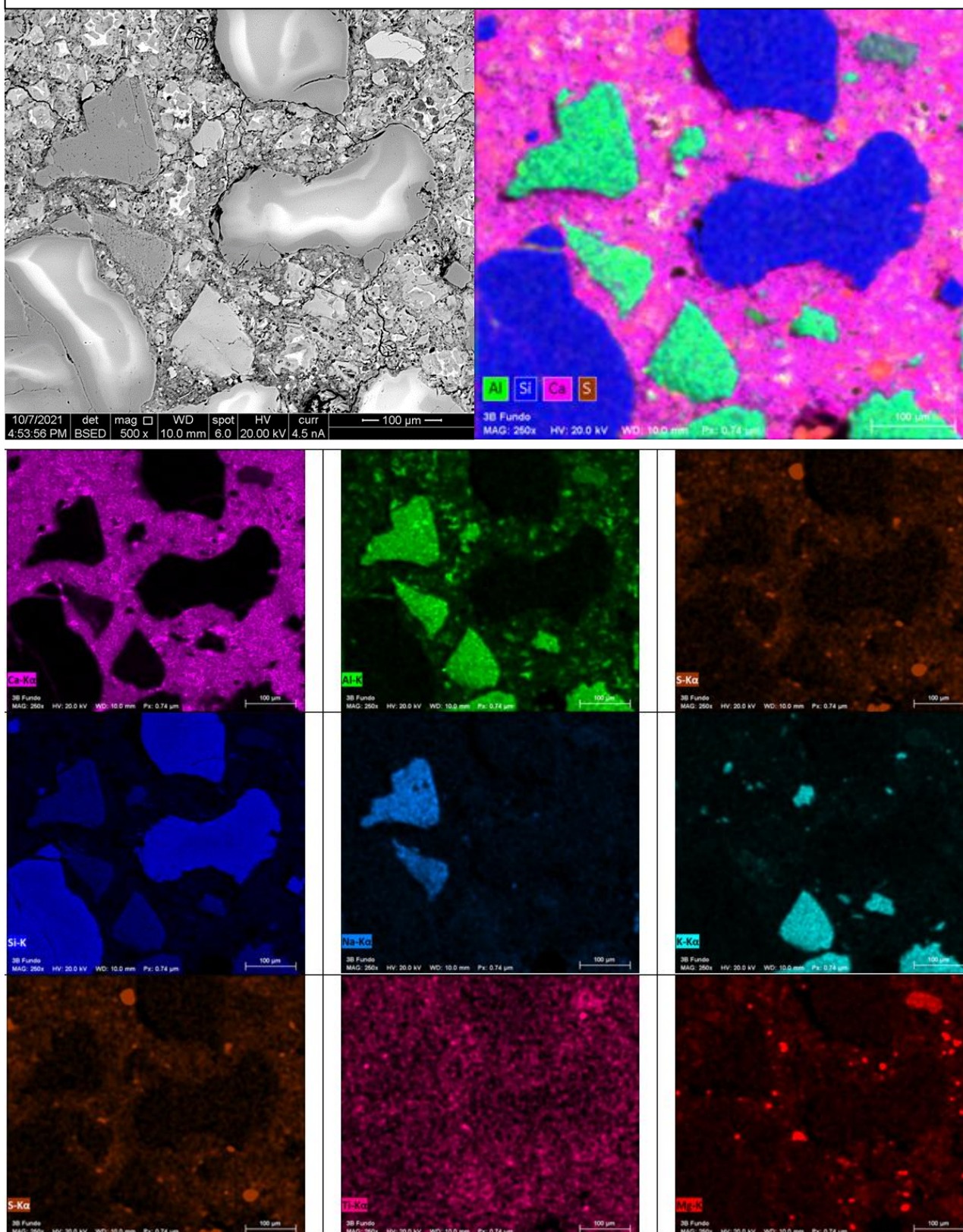
A análise global das micrografias evidencia a presença de poros presentes no concreto, que desempenham papel significativo no processo de fissuração da matriz cimentícia, uma vez que favorecem a interconexão de regiões mecanicamente frágeis, atuando como pontos de concentração de tensões. Ademais, a conectividade entre os poros da matriz e as microfissuras existentes na zona de transição interfacial ao redor dos agregados contribui para a propagação de danos, com implicações diretas na durabilidade e no desempenho mecânico do concreto.

Figura 50: Micrografia por MEV associada a mapeamento químico por EDS dos concretos, evidenciando a distribuição espacial dos principais elementos constituintes da matriz cimentícia e dos agregados: a) F2-36 e b) F3B-31.

a) Concreto F2-36



Fonte: Henriques, 2022.

b) Concreto F3B-31


Fonte: Henriques, 2022.

Do ponto de vista da engenharia forense, a heterogeneidade do concreto impõe um limite importante: a representatividade da região analisada é crítica. Áreas com maior concentração de agregados podem levar a interpretações equivocadas da proporção entre matriz cimentícia e agregados, especialmente quando não se consideram as variações locais da zona de transição interfacial (ITZ), onde se concentram microfissuras e descontinuidades.

A integração entre MEV/EDS e análise microestrutural mostra que a avaliação confiável do concreto não deve se basear em uma única técnica ou região. Enquanto o MEV/EDS identifica a distribuição dos elementos e das fases, a análise morfológica permite compreender sua organização, porosidade e fissuração. No contexto pericial, essa abordagem evita conclusões equivocadas, pois diferencia variações naturais — associadas ao empacotamento, à porosidade e à ITZ — de possíveis não conformidades de traço, garantindo interpretações mais seguras e tecnicamente fundamentadas.

5.3.3. Análise MAZE

A Figura 51 evidencia a correspondência entre as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e os mapas de segmentação automática gerados pelo sistema MAZE, bem como a quantificação relativa das fases identificadas. A análise conjunta das três fases sólidas, matriz cimentícia, agregado miúdo e agregado graúdo, associada à fração correspondente a vazios, poros e outros constituintes, torna-se mais complexa em função da heterogeneidade inerente ao concreto. Essa complexidade decorre, principalmente, das diferenças de composição mineralógica entre a matriz cimentícia e os agregados, além dos efeitos de empacotamento das partículas e da distribuição da porosidade.

Nas imagens segmentadas, a fase associada ao Ca (representada em azul) forma uma rede relativamente contínua, envolvendo os agregados ricos em Si, K, Na e Al (representados em vermelho), compatível com um concreto com teor equilibrado de matriz cimentícia. Ressalta-se que as amostras analisadas, provenientes do furo 2 à profundidade de 36 m e do furo 3 à profundidade de 31 m, foram extraídas da mesma barragem e apresentam o mesmo traço composicional. Dessa forma, as variações observadas na segmentação e na quantificação das fases não estão associadas a diferenças intencionais ou reais na dosagem do concreto, mas

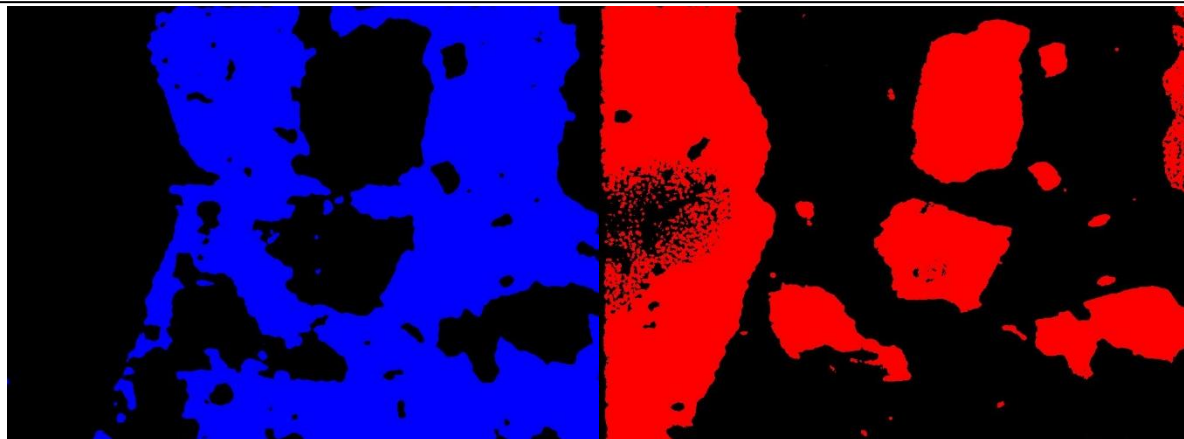
sim a fatores microestruturais locais, tais como variações no grau de compactação, na orientação e no empacotamento dos agregados, bem como na distribuição espacial da porosidade ao longo do elemento estrutural.

Observa-se ainda que o teor associado à classe “preto”, correspondente à fração de poros e vazios, 8,72 e 9,08% para a o concreto F2-36m e F3B-31m, respectivamente, apresenta valores semelhantes para ambas as amostras analisadas. Esse comportamento é coerente com o fato de os concretos possuírem o mesmo traço composicional e terem sido executados sob condições construtivas semelhantes, o que tende a resultar em níveis comparáveis de porosidade global. Ademais, em estruturas maciças como barragens, a porosidade total é fortemente influenciada pelo processo de lançamento, adensamento e cura do concreto, que, quando realizados de forma homogênea, produzem distribuições de vazios relativamente estáveis ao longo do elemento estrutural. Assim, a similaridade do teor de preto reforça a hipótese de que as diferenças observadas nas demais fases decorrem predominantemente de variações microestruturais locais e de limitações inerentes ao processo de segmentação, e não de alterações significativas na qualidade ou na dosagem do material.

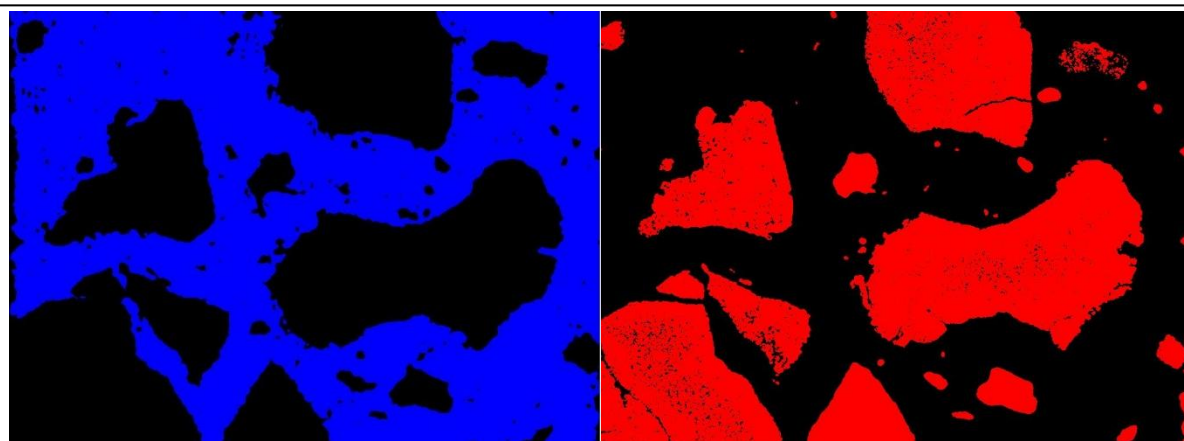
Adicionalmente, a coexistência de fases minerais com contrastes semelhantes de tons de cinza nas imagens de MEV, especialmente entre a matriz cimentícia hidratada e os agregados miúdos, impõe desafios à segmentação automática, podendo gerar sobreposição parcial entre classes. Esses efeitos reforçam a necessidade de uma interpretação integrada entre análise microestrutural, segmentação automatizada e métodos quantitativos complementares, de modo a assegurar a confiabilidade dos resultados obtidos.

Figura 51 – Análise comparativa dos concretos por segmentação de imagens no MAZE; a) F2-36m e b) F3B-31m.

b) Concreto F2-36: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si, K, Na e Al).



b) Concreto F3B-31: Fase Azul (Ca) e Fase Vermelha (Si, K, Na e Al).



Fonte: Autora.

A análise integrada dos resultados obtidos para os concretos demonstra que a quantificação das fases por meio de MEV/EDS associado à segmentação automatizada (MAZE) constitui uma ferramenta eficaz para a avaliação da distribuição relativa entre matriz cimentícia, agregados (miúdo e graúdo) e fração de vazios. Diferentemente das argamassas, o concreto apresenta maior complexidade microestrutural devido à presença simultânea de múltiplas fases com contrastes composicionais distintos, o que exige uma interpretação mais criteriosa dos dados. As amostras analisadas, provenientes de diferentes profundidades da mesma estrutura e com igual traço composicional, apresentaram comportamento globalmente semelhante, especialmente no que se refere à fração de vazios. Essa consistência reforça a confiabilidade do

método, uma vez que indica que não há variações significativas na dosagem do concreto, mas sim pequenas flutuações associadas a heterogeneidades locais inerentes ao processo construtivo.

No âmbito da engenharia forense, essa abordagem integrada é particularmente relevante, pois permite reduzir a subjetividade associada à interpretação visual de micrografias e fornece suporte quantitativo para a avaliação da conformidade do material. A distinção entre variações inerentes à heterogeneidade do concreto e eventuais não conformidades de traço é essencial em investigações técnicas, especialmente em estruturas de grande porte, como barragens. Dessa forma, o uso combinado de MEV/EDS, MAZE e análise microestrutural constitui um arcabouço metodológico consistente para a caracterização de concretos, possibilitando interpretações mais seguras e tecnicamente fundamentadas em contextos periciais.

5.4. CONSOLIDAÇÃO DA METODOLOGIA E PROTOCOLO DE TOMADA DE DECISÃO

Em suma, esta seção apresenta uma retrospectiva dos principais resultados obtidos para as três classes de materiais investigadas (clínquer, argamassa e concreto), consolidando a eficácia da abordagem multitécnica proposta.

Para a influência crítica da preparação de amostras, ficou evidente que a preparação física é o fator determinante para a validade dos laudos. [REDACTED] foi identificado como o protocolo ideal para as argamassas e concretos. [REDACTED] provocam a super-representação do agregado (especialmente o quartzo, por sua alta dureza) em detrimento da matriz cimentícia, o que poderia induzir a perícia a um falso diagnóstico de “empobrecimento” de cimento.

Com relação ao Clínquer Portland, o refinamento granulométrico reduziu a variabilidade estatística na quantificação da alita (C_3S) e belita (C_2S), permitindo identificar polimorfos com maior precisão devido à estabilização mineralógica. Identificou-se ainda que moagens mais finas favorecem a conversão de cal livre (CaO) em portlandite ($Ca(OH)_2$) devido ao aumento da área superficial, alertando para a necessidade de controle rigoroso para evitar erros na avaliação da reatividade original do material.

Para as argamassas, a metodologia via DRX/Rietveld foi capaz de distinguir com clareza os traços 1:2:8, 1:2:10 e 1:2:12, mostrando que a resposta difratométrica é governada pela fração mineral e não pela organização física dos grãos. Através do MEV e do sistema MAZE, comprovou-se que variações na finura da areia (fina, média ou grossa) alteram o empacotamento, porosidade e consumo global de cimento, mas não alteram o traço determinado pela razão pasta/agregado. Essa distinção é vital para evitar que o perito confunda uma areia mais grossa com uma fraude por falta de cimento.

Na avaliação dos concretos, a razão cimentício/agregado estimada ($\approx 0,256$) apresentou elevada convergência com o valor teórico executado ($\approx 0,27$), validando o método para análises retroativas de conformidade. A integração DRX e MEV/EDS permitiu identificar produtos de hidratação (portlandita, etringita) e a mineralogia dos agregados (quartzo, feldspatos), além de mapear microfissuras na zona de transição interfacial. A análise via MAZE revelou níveis de porosidade coerentes entre amostras de mesma origem, reforçando a reprodutibilidade da técnica em estruturas maciças.

Contudo, embora a metodologia tenha se mostrado eficaz na determinação do traço com base na fração cimentícia e no agregado miúdo, ainda é necessário avançar na correlação da [REDACTED] por meio de técnicas microestruturais. A [REDACTED] da brita, adotada para evitar interferências mineralógicas, limita a distinção entre traços com variações significativas nessa fração (como 1:2:3, 1:2:5 e 1:2:8). Assim, torna-se necessário o desenvolvimento de abordagens que integrem a representatividade macroscópica dos agregados graúdos à precisão microanalítica, visando ampliar a aplicabilidade da metodologia em análises periciais.

A integração das técnicas de DRX (Rietveld), MEV/EDS e processamento MAZE eliminou ambiguidades interpretativas e permitiu a construção de um protocolo para reprodução de traços composicionais de materiais cimentícios para a Engenharia Forense. A metodologia não apenas quantifica as fases, mas fornece a rastreabilidade necessária para sustentar laudos periciais sobre a conformidade da execução dos traços especificados em editais de licitação para obras públicas.

A consolidação da metodologia proposta culminou na sistematização do protocolo operacional em forma de fluxograma decisório, apresentado na Figura 52, o qual organiza, de maneira sequencial e lógica, as etapas de preparação, caracterização e interpretação dos resultados em função da natureza da amostra (clínquer, argamassa ou concreto). O fluxograma sintetiza os critérios técnicos adotados, desde a definição do tipo de material até a aplicação integrada das técnicas de caracterização, incluindo os pontos críticos de controle relacionados à moagem, peneiramento e separação de agregados. Dessa forma, a Figura 52 materializa o protocolo de tomada de decisão desenvolvido nesta pesquisa, assegurando rastreabilidade analítica, padronização metodológica e suporte técnico robusto à caracterização.

Figura 52: Fluxograma do protocolo para tomada de decisão para caracterização de materiais cimentícios.



Fonte: Autora.

6. CONCLUSÕES

O presente trabalho teve como objetivo desenvolver e validar uma metodologia integrada para a caracterização e quantificação de materiais policristalinos aplicados na construção civil, com foco em aplicações periciais em obras públicas. As seguintes conclusões podem ser obtidas:

A preparação física das amostras exerce influência direta e mensurável sobre a quantificação mineralógica por DRX. [REDACTED] altera significativamente a proporção relativa das fases cristalinas quantificadas, especialmente em materiais com teores de absorção muito distintas. Em particular, observou-se que [REDACTED] tendem a superestimar as fases de elevada dureza, enquanto sub-representam as fases associadas ao teor cimentício, comprometendo a interpretação quantitativa do traço.

A [REDACTED] no concreto mostrou-se fundamental para evitar mascaramento de fases hidratadas e anidras do cimento por minerais altamente cristalinos dos agregados. No caso do clínquer, o controle granulométrico permitiu maior precisão na distinção e quantificação dos polimorfos da alita, evidenciando que variações aparentemente pequenas na preparação podem introduzir erros sistemáticos na estimativa de fases. Para as argamassas, com base nos parâmetros corretos, foi possível identificar e diferenciar traços de argamassa. Conclui-se, portanto, que a etapa de preparação não é meramente operacional, mas constitui fator determinante para a validade metrológica da análise por DRX.

A aplicação integrada do DRX, associado ao refinamento pelo método de Rietveld, ao MEV/EDS e MAZE, mostrou-se altamente eficaz para a caracterização abrangente de clínquer, argamassas e concretos, ao permitir uma abordagem complementar entre análises estruturais, morfológicas e composicionais. O refinamento de Rietveld possibilitou a quantificação das fases cristalinas com maior robustez estatística, fornecendo dados quantitativos confiáveis para a interpretação mineralógica. Paralelamente, o MEV forneceu informações morfológicas e texturais detalhadas, permitindo a observação da distribuição espacial das fases e da interface pasta/agregado, enquanto o EDS complementou a investigação por meio da confirmação composicional pontual das fases previamente identificadas por DRX. A integração dessas

técnicas reduziu ambiguidades interpretativas, aumentou a confiabilidade das análises e consolidou um protocolo multitécnico de caracterização cientificamente consistente e adequado à complexidade microestrutural dos materiais cimentícios.

A metodologia desenvolvida demonstrou elevada capacidade de identificar e diferenciar traços de argamassas e concretos por meio da análise quantitativa das fases minerais, evidenciando sua aplicabilidade para avaliação tecnológica de materiais cimentícios. A quantificação das fases características da pasta cimentícia, associada à identificação das fases típicas dos agregados, permitiu estimar a proporção agregado/pasta. Ademais, a comparação entre os resultados experimentais e os valores teóricos especificados nos traços de referência permitiu verificar a conformidade das dosagens, essa boa correlação observada entre os valores determinados experimentalmente e os traços previamente estabelecidos valida a robustez da metodologia proposta, representando um avanço significativo para análises retroativas de conformidade.

Ainda do ponto de vista metodológico, a pesquisa demonstrou que a quantificação de fases em materiais cimentícios não é um procedimento puramente instrumental, mas depende criticamente de decisões relativas ao preparo amostral, à escolha das frações analisadas e à interpretação integrada dos resultados. A metodologia proposta mostrou-se reproduzível, tecnicamente consistente e capaz de reduzir incertezas quando comparada a abordagens baseadas em técnicas isoladas ou em protocolos não padronizados.

A metodologia proposta estabelece um padrão reproduzível e tecnicamente fundamentado para a caracterização de materiais cimentícios complexos, estruturado no controle granulométrico rigoroso, na separação criteriosa de frações e no refinamento de Rietveld integrado a análises de MEV/EDS e ao sistema MAZE. Ao reduzir as incertezas inerentes ao preparo de amostras que análises convencionais costumam negligenciar, este protocolo demonstra robustez científica para subsidiar exames periciais em obras públicas, promovendo maior confiabilidade analítica e rastreabilidade das conclusões. Assim, o trabalho constitui uma contribuição relevante tanto para a ciência dos materiais quanto para a prática da Engenharia Forense, fortalecendo a atuação da perícia criminal e abrindo perspectivas para o desenvolvimento de novos protocolos normativos e o aprimoramento do controle de recursos públicos.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Apesar da robustez da metodologia desenvolvida, convém ressaltar uma limitação inerente à análise de concretos: a necessidade de separação prévia do agregado graúdo. Embora a técnica tenha obtido sucesso na determinação do traço com base na relação entre a fase cimentícia e o agregado miúdo (fração de argamassa do concreto), a remoção da brita constituiu uma premissa metodológica indispensável para evitar o mascaramento das fases hidratadas e anidras do cimento pelos minerais altamente cristalinos do agregado graúdo, bem como para mitigar interferências de absorção diferencial de raios X. Como consequência, a metodologia em seu formato atual apresenta limitações para a diferenciação de traços de concreto que apresentem variações expressivas de dosagem exclusivamente na proporção de agregados graúdos — como, por exemplo, na distinção entre os traços 1:2:3, 1:2:5 ou 1:2:8.

Diante disso, como sugestão para trabalhos futuros, recomenda-se o aprofundamento dos estudos visando o desenvolvimento de modelos que integrem a representatividade macroscópica da brita à precisão microanalítica validada nesta pesquisa. A correlação da taxa de agregado graúdo por meio de técnicas complementares é uma etapa futura essencial para consolidar a ferramenta em cenários da Engenharia Forense onde a inconformidade técnica ou a fraude em obras públicas resida especificamente na manipulação da fração de agregados graúdos em relação à argamassa constituinte

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Guia básico de utilização do cimento Portland. São Paulo: ABCP, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Uma breve história do cimento Portland. São Paulo: ABCP, 1999.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 11768-1:2019. Aditivos químicos para concreto. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 12655:2015. Concreto de cimento Portland — Preparo, controle, recebimento e aceitação. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13281:2005. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13528:2010. Revestimento de paredes de argamassas inorgânicas — Determinação da resistência de aderência à tração. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15900-1:2009. Água para amassamento do concreto. Rio de Janeiro: ABNT, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 16697:2018. Cimento Portland — Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 5739:2018. Concreto — Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7175:2003. Cal hidratada para argamassas. Rio de Janeiro: ABNT, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7211:2019. Agregados para concreto — Especificação. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 8522:2021. Determinação do módulo estático de elasticidade e módulo de deformação. Rio de Janeiro: ABNT, 2021.

AGUIAR, F. B. S.; MEDEIROS, J. A D. M. Engenharia legal. In: VELHO, J. A.; GEISER, G. C.; ESPINDULA, A. Ciências forenses: uma introdução às principais áreas da criminalística moderna. 3. ed. São Paulo: Millennium, 2017. p. 315–338.

ALBUQUERQUE, T. M. M. Efeitos físico-químicos e microestruturais de particulados na reologia e propriedades mecânicas de compósitos cimentícios. 2025. 216 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2025.

ALBUQUERQUE, T. M. M.; TORRES, S. M.; LIMA FILHO, M. R. F.; LEAL, A. F.; SOUZA, W. M.; TAVARES, J. C.; ALMEIDA, A. N. F. Experimental and theoretical study on fine aggregates packing density for higher particle range classes. *Matéria* (Rio de Janeiro), v. 30, 2025.

ALVAREZ, J. I. *et al.* RILEM TC 277-LHS report: a review on the mechanisms of setting and hardening of lime-based binding systems. *Materials and Structures*, v. 54, n. 63, 2021.

ANTONIASSI, J. L. A difração de raios X com o método de Rietveld aplicada à bauxita de Porto Trombetas. 2010. 111 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

BARBOSA, M. P.; MACIEL, G. F.; CASTRO, A. L.; REIS, J. F. A.; LEMOS, K. A. A. Determinação de parâmetros reológicos de argamassas e concreto através de técnicas alternativas. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, v. 4, n. 3, ago. 2011.

BARBOSA, B. W. G.; FERNANDES, L. F. V. M.; DOMINGOS, B. S. M.; OLIVEIRA, W.; ROSA, J. L.; VERNILLI JÚNIOR, F.; RIBEIRO, R. B. Nanoarte: ciência e tecnologia dos materiais. *Plural Design*, v. 2, n. 1, 2019.

BASTOS, P. S. S. Fundamentos do concreto armado. Bauru: UNESP, 2006.

BATISTA, L. I. A. Ferramentas para análise de dados das perícias de Engenharia Legal da Polícia Federal no Estado da Paraíba. 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2022.

BAUER, L. A. F. Materiais de construção. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2019.

BENTZ, D. P.; STUTZMAN, P. E. Curing, hydration, and microstructure of cement paste. *ACI Materials Journal*, v. 103, n. 5, p. 348-356, 2006. Disponível em: https://tsapps.nist.gov/publication/get_pdf.cfm?pub_id=860599. Acesso em: 2 dez. 2025.

BLEICHER, L.; SASAZAKI, J. M. Introdução à difração de raios X em cristais. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2000.

BOMTEMPO, S.; BARROS, T. Engenharia civil forense: principais causas de incidentes em obras de engenharia civil e procedimentos de investigação. *Acta de Ciências e Saúde*, n. 5, v. 2, 2016.

BOTAS, J. L. M. Determinação do teor de ligante em argamassas antigas por diversas técnicas. 2008. Dissertação (Mestrado em Química Aplicada ao Património Cultural) – Universidade de Lisboa, Lisboa, 2008.

BRAKKE, M. K. [Título não informado]. *Journal of the American Chemical Society*, v. 73, p. 1847-1848, 1951.

BRASIL. Sistema de Transferências Voluntárias da União (SICONV). Brasília, DF: Governo Federal, 2024.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2020.

CARASEK, H. Argamassas. In: ISAIA, G. C. (org.). *Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais*. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2010. p. 893-941.

CARNEIRO, A. M. P.; CINCOTTO, M. A. Dosagem de argamassa através de curvas granulométricas. São Paulo: Escola Politécnica da USP, Departamento de Construção Civil, 1999. (Boletim técnico BT/PCC/237).

CASTRO, A. L.; PANDOLFELLI, V. C. Revisão: conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil. *Cerâmica*, v. 55, n. 333, p. 18-32, 2009.

CHAN, A. P. C.; OWUSU, E. K. Corruption forms in the construction industry: literature review. *Journal of Construction Engineering and Management*, v. 143, n. 8, p. 04017057-1–04017057-12, 2017.

CHEN, C. H. *et al.* Effect of the Quartz Particle Size on XRD Quantifications and Its Implications for Field Collected Samples. *Aerosol and Air Quality Research*, v. 14, p. 1573–1583, 2014.

CONTROLADORIA-GERAL DA UNIÃO (CGU). Guia prático: caracterização de superfaturamento em contratos de bens e serviços. Brasília: CGU, 2023.

COTOMÁCIO, A. C. Perícia criminal em local de desabamento: estudo de falha em uma edificação pré-moldada. [Título do periódico não informado], v. 12, n. 1, p. 74-86, 2023.

COTOMÁCIO, A. C. Engenharia diagnóstica aplicada à perícia criminal em local de desabamento: um ensaio de carbonatação com o uso de fenolftaleína. [Título do periódico não informado], v. 13, n. 1, p. 125-134, 2024.

CULLITY, B. D. Elements of X-ray diffraction. London: Addison-Wesley Publishing Company, 1967.

DE LA TORRE, A. G.; LEÓN-REINA, L.; ARANDA, M. A. G. Rietveld quantitative phase analysis of OPC clinkers, cements and hydration products. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, v. 74, p. 169-209, 2012.

DE SOTO GARCÍA, I. S.; GARCÍA GIMÉNEZ, M. R. de los R.; GARCÍA GIMÉNEZ, R. Mineralogical analysis of mortars in the walls of Ávila (Spain) and its surroundings. Minerals, v. 9, n. 6, p. 381, 2019.

DEDAVID, A. B.; GOMES, I. C.; MACHADO, G. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparo de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

DEUTSCH, S. F. Perícias de engenharia: a apuração dos fatos. 5. ed. São Paulo: Leud, 2023.

DUARTE, L. D. C. et al. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas: exemplos brasileiros. Pesquisas em Geociências, v. 30, n. 2, p. 3-15, 2003.

FILHO, M. J. Comentários à Lei de Licitações e Contratações Administrativas. 2. ed. São Paulo: Thomson Reuters, 2023.

GOBBO, L. A. Os compostos do clínquer Portland: sua caracterização por difração de raios X e quantificação por refinamento de Rietveld. 2003. 157 f. Dissertação (Mestrado em Recursos Minerais e Hidrogeologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

GOMES, C. F. Argilas: o que são e para que servem. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986.

HENRIQUES, G. F. Caracterização da microestrutura de concretos estruturais antigos de barragem: estudo de caso da hidrelétrica de Paulo Afonso IV – PA IV. 2022. 92 f. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2022.

HABIB, A. et al. Conventional and non-conventional experimental techniques used to characterize construction materials. Construction and Building Materials, v. 414, art. 135158, 2024.

HELENE, P.; ANDRADE, T. Concreto de cimento Portland. In: ISAIA, G. C. (org.). Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais. São Paulo: IBRACON, 2010. cap. 29.

HELENE, P.; TERZIAN, P. Manual de dosagem e controle do concreto. São Paulo: PINI/EPUSP, 1993.

HILLIER, S. Accurate quantitative analysis of clay and other minerals in sandstones by XRD: comparison of a Rietveld and a reference intensity ratio (RIR) method and the importance of sample preparation. *Clay Minerals*, v. 35, p. 291-302, 2000

HERFORT, D.; SOERENSEN, J.; COUTHARD, E. Mineralogy of sulfate rich clinker and the potential for internal sulfate attack. *World Cement Research and Development*, v. 28, p. 77-85, 1997.

ISAIA, G. C. (org.). Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2017.

JENKINS, R.; SNYDER, R. L. Introduction to X-ray Powder Diffractometry. New York: Wiley, 1996.

KANG, H.; LEE, Y.; LEE, J.; MOON, J. Importance of amorphous content, surface energy, and preferred orientation on the accurate quantification of cement minerals in clinkers. *Journal of Building Engineering*, 66, 105887, 2023.

KENNY, C. Construction, corruption, and developing countries. World Bank Policy Research Working Paper, n. 4271, 2007. DOI: 10.1596/1813-9450-4271.

KIHARA, Y.; BATTAGIN, A. F.; CENTURIONE, S. L.; PECCHIO, M. A. A microscopia do clínquer Portland e seus benefícios tecnológicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIMENTO, 2., 1990, São Paulo. Anais [...]. São Paulo: ABCP, 1990. p. 241-264.

KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. X-ray diffraction procedures. New York: John Wiley & Sons, 1974.

KWAN, A. K. H.; FUNG, W. W. S. Packing density measurement and modelling of fine aggregate and mortar. *Cement & Concrete Composites*, v. 31, p. 349–357, 2009.

LAMBART, S.; SAVAGE, H. M.; ROBINSON, B. G.; KELEMEN, P. B. Experimental Investigation of the Pressure of Crystallization of Ca(OH)_2 : Implications for the Reactive Cracking Process. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, v. 19, p. 3448–3458, 2018.

LARA, D. et al. Dosagem das argamassas. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 1., 1995, Goiânia. Anais [...]. Goiânia: ANTAC, 1995. p. 63-72.

LI, T. *et al.* Effects of dry grinding on the structure and granularity of calcite and its polymorphic transformation into aragonite. *Powder Technology*, v. 254, p. 338–343, 2014.

LI, L.; MAO, L.; YANG, J. A review of principles, analytical methods, and applications of SEM-EDS in cementitious materials characterization. *Advanced Materials Technologies*, v. 10, n. 7, art. 2401175, 2024.

LIMA, T. A.; DOURADO, G. R. A.; SILVA, W. C. T. The importance of technical expertise for civil construction. *Research, Society and Development*, v. 11, n. 1, p. e41511124990, 2022. DOI: 10.33448/rsd-v11i1.24990. Disponível em: <https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/24990>. Acesso em: 22 fev. 2026.

LOPES, A. O. Superfaturamento de obras públicas: do conceito à Lei nº 14.133/2021. Brasília, DF: Kindle, 2022. v. 2.

LOPES, A. O. Superfaturamento de obras públicas. 1. ed. São Paulo: Livro Pronto, 2011.

LOPES, A. O. Superfaturamento de contratos governamentais de serviços de engenharia de construção: estudo de caso da Operação Caixa-Preta - 2009. *Revista Brasileira de Ciências Policiais*, v. 9, n. 2, p. 71-109, 2019.

LOPES, A. O. Overbilling in urban pavement works—A case study of a city in the Brazilian Amazon. [S. l.]: ASCE, [s. d.].

LOUREIRO, A. M. S.; PAZ, S. P. A.; VEIGA, M. R.; ANGÉLICA, R. S. Investigation of historical mortars from Belém do Pará, Northern Brazil. *Construction and Building Materials*, v. 233, art. 117284, 2020.

LOWE, D. J.; ZHOU, L. Economic challenge of sustainable construction. In: RICS Construction and Building Research Conference, 2003, Wolverhampton. Proceedings [...]. [S. l.]: RICS Foundation, 2003.

MAKI, I. Formation and microscopic textures of Portland cement clinker minerals. Japão, 2004. 115 p.

MAKI, I.; FUKUDA, K.; YOSHIDA, H.; KUMAKI, J. Effect of MgO and SO₃ on the impurity concentration in alite in Portland cement clinker. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 75, p. 3163-3165, 1992.

MALMROS, G.; THOMAS, J. D. Least square's structure refinement based on powder film intensity data. *Journal of Applied Crystallography*, v. 10, p. 107-111, 1977.

MARTINELLI, F. A. Contribuição ao estudo de dosagem das argamassas mistas destinadas ao assentamento e revestimento de alvenarias. 1989. 179 f. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989.

MARTINS, A. F.; CUNHA, B. R.; HANLEY, Q. S. et al. Universality of political corruption networks. *Scientific Reports*, v. 12, p. 6858, 2022.

MCCUSKER, L. B. et al. Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, v. 32, n. 1, p. 36-50, 1999.

MEDEIROS, J. A. D. M.; AGUIAR, F. B. S. Engenharia legal. In: VELHO, J. A.; GEISER, G. C.; ESPINDULA, A. (org.). *Ciências forenses: uma introdução às principais áreas da criminalística moderna*. Campinas: Millennium, 2017. v. 1, p. 331-354.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: IBRACON, 2008. 751 p.

MEJDOUB, R.; HAMMI, H.; KHITOUNI, M.; SUÑOL, J. J.; M'NIF, A. The effect of prolonged mechanical activation duration on the reactivity of Portland cement: Effect of particle size and crystallinity changes. *Construction and Building Materials*, v. 152, p. 1041–1050, 2017.

MENDONÇA, B. C.; MOUNZER, E. C. Responsabilidade civil nas patologias de edificações: uma visão técnica sobre as perícias judiciais. *Revista Brasileira de Desenvolvimento*, v. 7, n. 4, p. 42457-42474, 2021. DOI: 10.34117/bjdv7n4-623.

MIDDENDORF, B.; HUGHES, J. J.; CALLEBAUT, K.; BARONIO, G.; PAPAYIANNI, I. Métodos de investigação para a caracterização de argamassas históricas – Parte 2: caracterização química. *Materials and Structures*, v. 38, p. 761-769, 2005.

MONTEIRO, B. K.; MASIERO, G.; SOUZA, F. R. Corrupção na indústria da construção: uma revisão da literatura recente. *International Journal of Construction Management*, v. 22, n. 14, p. 2744-2752, 2020. DOI: 10.1080/15623599.2020.1823588.

MORAIS, W. A. Proposta de procedimento para estimar a rigidez em metais texturizados pela análise dos dados de EBSD. *Unisantia Science and Technology*, v. 9, n. 1, p. 38-49, 2020.

MUMME, W. G.; HILL, R. J.; BUSHNELL, G. W.; SEGNET, E. R. Rietveld crystal structure refinements, crystal chemistry and calculated powder diffraction data for the polymorphs of dicalcium silicate and related phases. *Neues Jahrbuch für Mineralogie Abhandlungen*, v. 169, p. 35-68, 1995.

MUROUCHI, Y.; OKUNO, M.; SASAKI, N. Amorphization of wollastonite and diopside by ball milling. *Sci. Rep. Kanazawa Univ.*, v. 65, p. 17-30, 2021.

MURRAY, R. C. *Evidence from the Earth: Forensic Geology and Criminal Investigation*. Missoula: Mountain Press Publishing, 2004.

NEVILLE, A. M. *Properties of concrete*. 5th ed. London: Pearson Education, 2016.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. *Tecnologia do concreto*. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013. 448 p.

OLIVEIRA, E. P.; SANTOS, J.; FREITAS, A. P. A.; NEVES, S. F. M. Corrupção no Brasil: análise da transparência sob a ótica do setor da construção civil. *Research, Society and Development*, v. 10, n. 5, p. e46310515257, 2021. DOI: 10.33448/rsd-v10i5.15257.

PINHEIRO, L. M. et al. Estruturas de concreto: capítulo 2. 2010. Disponível em: <http://web.set.eesc.usp.br/mdidatico/concreto/Textos/02%20Concreto.pdf>. Acesso em: 22 fev. 2026.

PITTS, K. M.; CLARKE, R. M. The forensic discrimination of quartz sands from the Swan Coastal Plain, Western Australia. *Forensic Science International: Report*, v. 2, Dezembro de 2020.

QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F.; ANGULO, S. C.; GUILGE, M. S.; CAVANI, G. R.; CASTRO, A. L.; CINCOTTO, M. A. Estimativa da porosidade de argamassas de cimento e cal pelo método de cálculo de volumes. *Ambiente Construído*, v. 9, n. 4, p. 175-187, 2009.

QUARCIONI, V. A.; CINCOTTO, M. A. Influência da cal em propriedades mecânicas de argamassas. In: *SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS*, 6., 2005, Florianópolis. Anais [...]. Florianópolis, 2005. p. 233-250.

QUARCIONI, V. A. Reconstituição de traço de argamassas: atualização do Método IPT. 1998. 188 f. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.

RAGO, F.; CINCOTTO, M. A. Influência do tipo da cal hidratada na reologia de pastas. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1999. (Boletim Técnico 233).

RIBEIRO, B. V. V.; JAGADISH, K. S. Embodied energy of common and alternative building materials and technologies. *Energy and Buildings*, v. 35, p. 129-137, 2003.

RIBEIRO, D. V. *Princípios da ciência dos materiais cimentícios: produção, reações, aplicações e avanços tecnológicos*. [S. l.]: Appris, 2021. ISBN 9786525002385.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, v. 2, p. 65-71, 1969.

RODRIGUES, C. V.; TOLEDO, J. C. Um método para medição de desempenho do serviço público de perícia criminal com base no valor. *Gestão & Produção*, v. 24, n. 3, p. 538-556, 2017.

ROHDEN, A. B. Contribuição aos métodos de dosagem de concreto de alta resistência a partir do entendimento da influência dos agregados na mistura. 2015. 177 f. [Tipo de trabalho não informado] – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [S. l.], 2015.

SANTANA, J. E. Licitações e contratos: como evitar fraudes. São Paulo: Malheiros, 2018.

SANTOS, W. J. Desenvolvimento de metodologia de dosagem de argamassas de revestimento e assentamento. 2014. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.

SCHWARK, M. P. Inovação – porque o desinteresse na indústria da construção civil. In: *Inovação em construção civil: coletânea*. [S. l.]: [s. n.], 2006.

SCRIVENER, K.; JOHN, V. M.; GARTNER, E. Eco-efficient cements: potential, economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry. *Cement and Concrete Research*, v. 114, p. 2-26, 2018.

SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials. Boca Raton: CRC Press, 2016.

SEBASTIANY, A. P.; PIZZATO, M. C.; PINO, J. C.; SALGADO, T. D. M. A utilização da ciência forense e da investigação criminal como estratégia didática na compreensão de conceitos científicos. *Didáctica de la Química*, Universidad Nacional Autónoma de México, nov. 2012.

SIGNOR, R.; BALLESTEROS-PEREZ, P.; LOVE, P. E. D. Collusion detection in infrastructure procurement: a modified order statistic method for uncapped auctions. *IEEE Transactions on Engineering Management*, 2021.

SOGLIO, R. A. A ciência a serviço da justiça: a criminalística como forma de auxílio no combate ao crime. *História da Ciência e Ensino*, v. 12, p. 86-99, 2015.

SOUZA, V. C. M.; RIPPER, T. Patologia, recuperação e reforço de estruturas de concreto. 1. ed. São Paulo: PINI, 2009.

STANEK, T.; SULOVSKEÝ, P. The influence of the alite polymorphism on the strength of the Portland cement. *Cement and Concrete Research*, v. 32, p. 1169-1175, 2002.

STUTZMAN, P. E. Quantitative X-Ray Powder Diffraction Methods for Clinker and Cement. Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology, 1994. (NISTIR 5403).

TAVARES, Ludmila Rodrigues Costa *et al.* Influence of quartz powder and silica fume on the performance of Portland cement. Scientific Reports, [s. l.], v. 10, n. 21403, 2020.

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

TRIBUNAL DE CONTAS DA UNIÃO. Obras públicas: recomendações básicas para a contratação e fiscalização de obras públicas / Tribunal de Contas da União. – 2. ed. Brasília : TCU, SECOB, 2009.

VELHO, J. A.; GEISER, G. C.; ESPINDULA, A. Ciências forenses: uma introdução às principais áreas da criminalística moderna. 3. ed. São Paulo: Millennium, 2017. 528 p.

VON ARDENNE, M. Das Elektronen-Rastermikroskop. Zeitschrift für Physik, 1938.

WILL, G. Powder diffraction: the Rietveld method and the two stage method to determine and refine crystal structures from powder diffraction data. Berlin: Springer, 2006. 224 p.

YOUNG, R. A. The Rietveld method. Oxford: Oxford University Press, 2002.

YOUNG, R. A.; MACKIE, D. B.; VON DREELE, R. B. Application of the pattern fitting structure refinement method to X-ray powder diffractometer pattern. Journal of Applied Crystallography, v. 10, p. 262-269, 1977.

ZEVIN, L. S.; KIMMEL, Y. Quantitative X-ray diffractometry. New York: Springer-Verlag, 1995. 372 p.

ZWORYKIN, V. K. et al. Electron optics and the electron microscope. New York: Wiley, 1942.

ANEXO A

Protocolo Analítico para Verificação de Conformidade de Traços em Compósitos Cimentícios por Técnicas Integradas (DRX, MEV/EDS e MAZE)

Passo 1: Coleta e Redução Inicial da Amostra

- Identificar o tipo de material apreendido ou coletado.
- Após obter o corpo sólido representativo, dividir a amostra em duas partes: uma destinada às análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS/MAZE) e outra para a Difractometria de Raios X (DRX/RIETVELD).

Passo 2: Preparação Físico-Química para Microscopia (MEV/EDS)

Esta etapa visa obter uma superfície perfeitamente plana e espelhada para análise morfológica.

- **Seccionamento:** Cortar a amostra com uma serra circular metalográfica e, em seguida, utilizar um equipamento *cutoff* de corte lento (com óleo mineral como lubrificante) para reduzir a espessura a cerca de 2,5 cm.
- **Desbaste e Polimento:** Realizar o lixamento mecânico com lixas d'água de granulometria progressiva (200 a 1200), com movimentos lineares. A seguir, proceder com o polimento usando pastas diamantadas (3 µm, 1 µm e ¼ µm), intercalando com banhos ultrassônicos em álcool isopropílico para remover resíduos.
- **Selamento e Metalização:** Devido à alta porosidade, sele as faces laterais e o fundo da amostra com impermeabilizante para estabilizar o vácuo no equipamento. Em seguida, metalizar a superfície de análise para garantir condutividade elétrica durante ensaio.

Passo 3: Cominuição e Padronização para DRX

A preparação granulométrica é o ponto crítico para a validade do laudo pericial, pois o excesso de moagem gera super-representação dos agregados (quartzo) e gera falsos laudos de "empobrecimento" da argamassa.

- **Para concretos:**

_____ mascarem os resultados ou distorçam a quantificação da matriz cimentícia devido a diferenças de absorção de raios X.

- **Moagem Criteriosa:** Utilizar um moinho vibratório de anéis e _____

- **Peneiramento:** _____

_____. A amostra deve ser fina o suficiente para garantir distribuição estatística aleatória e representatividade de todas as fases no volume irradiado.

(Nota 1: _____)

_____).

(Nota 2: Caso o equipamento de moagem utilizado apresente eficiência energética distinta (devido a diferenças de modelo, potência ou condições operacionais), é indispensável realizar ensaios preliminares com amostras padrão. Esses ensaios devem ser conduzidos com o objetivo de determinar _____ ótimo que proporcione _____ adequada sem induzir efeitos de preparação da amostra, garantindo a confiabilidade dos resultados analíticos.).

Passo 4: Execução dos Ensaios Analíticos Integrados

- **Ensaio DRX:** Submeter o pó à Difração de Raios X. Utilizar um software (como o TOPAS) para realizar a análise qualitativa e quantitativa através do Método de Rietveld. O objetivo aqui é isolar e estimar a razão cimentício/agregado da amostra.
- **Ensaio MEV/EDS:** Analisar a amostra polida sob o microscópio. Obter imagens de elétrons retroespalhados (para avaliar o contraste/distribuição atômica) e utilizar a espectroscopia (EDS) para mapear elementos químicos, com foco no Cálcio (associado à pasta de cimento) e no Silício (associado ao quartzo/areia).

Passo 5: Análise Computacional (Sistema MAZE)

- Inserir as micrografias mapeadas quimicamente por EDS no sistema computacional MAZE.
- O MAZE processará a segmentação das imagens automaticamente. Ele vinculará o Cálcio a uma fase (ex.: azul) e o Silício a outra (ex.: vermelho).

- A partir disso, extrair dados quantitativos sobre o índice de vazios/poros do material executado.

Passo 6: Cruzamento de Dados e Conclusão Pericial

- **Valide o Traço:** Comparar a proporção cimento/agregado obtida experimentalmente (DRX) com o traço estipulado no edital da obra (ex: 1:2:8, 1:2:10).
- **Evite Falsos Diagnósticos:** Usar os dados do MEV/EDS e MAZE para certificar-se de que possíveis alterações visuais não são meros reflexos da granulometria da areia. A técnica prova que o uso de areia mais fina ou mais grossa altera a organização física dos grãos, a porosidade visual e o consumo real de cimento, mas o traço (razão pasta/agregado) se mantém.