ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

ELIANE BETÂNIA CARVALHO COSTA

ANÁLISE DE PARÂMETROS INFLUENTES NA ADERÊNCIA DE MATRIZES CIMENTÍCIAS

SÃO PAULO
2014

ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

ELIANE BETÂNIA CARVALHO COSTA

ANÁLISE DE PARÂMETROS INFLUENTES NA ADERÊNCIA DE MATRIZES CIMENTÍCIAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil.

Área de concentração**:**
Engenharia de Construção Civil e Urbana

Especialidade:
Materiais e Componentes de Construção Civil

Orientador: Prof. Dr.
Vanderley M. John

SÃO PAULO
2014

ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, de janeiro de 2014.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Costa, Eliane Betânia Carvalho
Análise de parâmetros influentes na aderência de matrizes cimentícias / E.B.C. Costa. -- versão corr. -- São Paulo, 2014.
156 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil.

1. Cimento 2. Materiais porosos 3. Absorção 4. Ligantes I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Construção Civil II. t.

Aos meus pais, Maria Estela e José Urias *(in memorian)* e
as minhas irmãs, Érika Elisabeth e Simone Cristina,
pelo amor incondicional.

A vovó Brasilina e ao vovô Pedro *(in memorian).*

AGRADECIMENTOS

O que posso dizer-lhe sobre estes últimos minutos?
Toda a minha vida parece-me neste momento único e belo.
Yuri Gagarin, 1961.

Eis que o trem se aproxima da estação. Por um instante me recordo de todo percurso, ora marcado pelo desânimo face aos obstáculos ora pelo fascínio das descobertas. Um caminho enriquecedor no plano científico e pessoal que não teria sido alcançado se não fosse aqueles que me acompanharam. Quero, agora, expressar o meu reconhecimento e a minha gratidão.

As instituições, agências de fomento e empresas que forneceram subsídios para o seu desenvolvimento: a CAPES, FUSP, FAPESP (processos nº 2010/10843-7; n° 2010/51284-0) e FURNAS e CONSITRA pelo indispensável apoio financeiro e aquisição de equipamentos. A Intercement e a *Dow Corning Construction* pelos materiais cedidos a pesquisa.

À Profª. Helena Carasek pela colaboração e recomendação ao doutorado.

Ao meu orientador Prof. Vanderley John pela orientação: seus questionamentos e análise crítica me permitiram a abrir o caminho para novas ideias; pelos conselhos, sugestões e, sobretudo, por me instigar a sair da zona de conforto e superar meus limites. Muito obrigada, pois a porta cujas chaves me foram dadas abriram caminhos que vão muito além da pesquisa científica.

Ao Prof. Rafael Pileggi pelas importantes sugestões e discussões.

Ao Prof. Fernando Kurokawa pelo auxílio na elaboração do modelo matemático e apoio durante a realização desta.

Ao Prof. Edgardo Fabian Irassar e à Denise Antunes pelas contribuições feitas durante o exame de qualificação.

À Profª. Maria Alba Cincotto pela leitura e considerações feitas ao longo do doutorado. Meu respeito e admiração pelo pioneirismo e incansável busca pelo conhecimento.

A Márcia Shirakawa e a Profª. Kai Loh pelo incentivo e pelos conselhos.

Aos colegas do Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência pelo aprendizado contínuo durante a elaboração e execução dos ensaios; pela discussão de resultados e pela convivência diária. Destaco a colaboração do Fábio Cardoso no planejamento experimental das atividades de caracterização reológica; do Cesar Romano, pela disponibilidade e auxílio com o reômetro; do

Bruno Damineli pela troca de informações; e dos alunos de iniciação científica e estagiários, em especial a Verônica Freitas que não mediu esforços e dedicação para me ajudar na realização das atividades experimentais.

A Engracia Bartuciotti por toda ajuda nos trâmites burocráticos e financeiros e, sobretudo pela atenção e carinho.

Ao Mário Takeashi pelo auxílio na elaboração de diversos aparatos e pelas fotografias que ilustram a tese. Ao Adilson e a Renata pelo suporte durante as atividades experimentais. Ao Paulo e à equipe de informática do PCC, Patrícia, Edson e Rogério por toda colaboração.

Aos amigos: Brunoro Giordano, Rui Barbosa, Rômulo Bernardo, Marylinda França, Isabela Libório, Márcia Midori, Ana Paula, Rosiany, Felipe Fachini, Kátia Punhagui, Alessandra Oliveira, Marília Oliveira, Mariana Renó, com quem compartilhei minhas preocupações, aflições, descobertas e conquistas durante o percurso. Muito obrigada pelo companheirismo, aprendizado, incentivo e amizade. Estendo os meus agradecimentos aos mais novos passageiros, Vanessa Oliveira, Lidiane Santana, Marco Quattrone e Winnie Franco pelo apoio e carinho.

Um agradecimento especial a D. Lúcia, Seu Miguel e toda a família Oliveira por me receberem de coração aberto sempre!

Algumas pessoas não têm seus laços de sangue, mas sempre fizeram parte de você: Waleska Barbosa adorei te reencontrar. Muito obrigada pelo carinho, torcida e todos os momentos compartilhados, estar com você e sua família é sempre um presente. Meus agradecimentos também a D. Irô (*in memorian*), ao Rafael e a encantadora Maria Luiza.

Ao amigo, Guénolé Labey-Guimard, sua companhia foi enriquecedora e seu apoio imprescindível. Obrigada pela energia nos dias em que a luz não brilhava tanto. Merci beaucoup!

A Marina Rocha pela amizade e incentivo, você foi essencial à minha adaptação em São Paulo e ao delineamento da pesquisa. As discussões com o pessoal do LMC sobre o tema da pesquisa me ajudaram a traçar novas diretrizes. Agradeço também ao Julien.

A minha família, pela força, incentivo, confiança e amor, dedicação. Em especial, os meus pais, José Urias (*in memorian)* e Maria Estela, e as minhas irmãs, Érika Elisabeth e Simone Cristina, jamais teria chegado tão longe se não fosse o amor e o exemplo de coragem e perseverança de vocês.

Como toda viagem reserva surpresas, próximo à estação, eis que alguém segura a minha mão e me ajuda a controlar a ansiedade nos momentos finais. Obrigada Eugênio pelo amor, cuidado e incentivo.

Finalmente, a Deus que inquieta meu espírito, instiga o meu coração e me leva à sempre buscar... Graças por ter me conduzido em mais esta etapa.

Eliane Betânia

“O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é um oceano”.
Isaac Newton

"O importante é não parar de questionar.
A curiosidade tem sua própria razão para existir”.
Albert Einstein

RESUMO

COSTA, E. B. C. **Análise de parâmetros influentes na aderência de matrizes cimentícias**. 2013. 135f. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

O presente trabalho tem como objetivo identificar e analisar parâmetros que influenciam a aderência de matrizes cimentícias a substratos apontando soluções técnicas para a melhoria de tal propriedade. Para tanto, foram desenvolvidos três estudos independentes: primeiro, a elaboração e validação de um modelo matemático com base na restrição geométrica para verificar a contribuição da penetração de partículas em meios porosos. O modelo considera que, após serem lançadas sobre a superfície, as partículas com área de projeção no plano menor ou igual à área do poro podem penetrá-la; segundo, um estudo experimental comparando substratos cimentícios com mesmas características topográficas (rugosidade/porosidade) e diferentes níveis de absorção obtidos mediante tratamentos superficiais: aplicação de silano e lixamento para verificar o efeito da absorção do substrato. O controle da absorção foi realizado por medições do ângulo de contato aparente e ensaios de absortividade; e por último, a influência do teor de ligante da matriz foi avaliada pela substituição de 30% e 60% do cimento por finos calcários, com duas distribuições granulométricas, em argamassas aplicadas sobre blocos cerâmicos. O efeito da aglomeração de partículas foi estudado pela adição de dispersante a base de policarboxilato num teor de 0,02% em relação ao volume total de sólidos. As características reológicas das argamassas foram medidas por reometria rotacional. O desempenho mecânico da interface matriz-substrato foi avaliado pela resistência de aderência ä tração. Os resultados mostraram que a aderência depende de parâmetros mais complexos que a simples absorção do substrato e, consequente ancoragem mecânica pela penetração de partículas nos poros. O uso de partículas finas associadas a dispersantes e tratamentos superficiais do substrato aumentaram aderência pelo acréscimo de contato matriz-substrato.

Palavras-chave: **Aderência; matrizes cimentícias; tamanho de partículas; topografia do substrato; absorção; ligantes.**

ABSTRACT

COSTA, E. B. C. **Analysis parameters that influence the adhesion of cementitious matrices**. 2013. 135f. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

This study aims to identify and analyse parameters that influence the adhesion among cementitious matrices and substrates pointing out technical solutions to improve this property. The research has been developed by means of three independent studies.

The first one concerns the development and validation of a mathematical model, based on geometric constraints, for the estimation of the particles' potential penetration in porous media. The model considers particles with projected area less than or equal to the pore area can penetrate the pore. The second study is an experimental comparison among cementitious substrates with same porosity and roughness and different levels of absorption achieved by surface treatment. The application of abrasive methods and a water repellent have been used to manage the effect of the absorption of substrates. The control of wettability and absorption has been carried out by measuring the apparent contact angle and sorptivity. The third one regards the evaluation of binder's content in cementitious matrices. Mortars, with two different limestone fines, have been made and applied on red ceramic substrates (clay bricks). The limestone fines, with two different particle size distributions, have been added at rates of 30% and 60% as replacement of binder's volume. The agglomeration of particles has been assessed adding a polycarboxylate type admixture (0.02% of total solid's volume), whereas the rheological behavior have been determined using a rotational rheometer. The performance of interface between matrix and substrate has been determined measuring the tensile adhesive strength. Results showed that the adhesion depends on parameters more complex than the simple absorption of substrate and the consequent mechanical interlocking of particles into pores. The use of fine particles, combined with the dispersant and with the silane surface treatment increased the adhesion through the increase of the contact area.

Keywords: Adhesion; cementitious matrix; particles; surface's topography; absorption; binders.

LISTA DE TABELAS

Capítulo 1 – Aderência substrato-matriz cimentícia: Estado da arte

Tabela 1.1 – Teorias da aderência em função da escala de interação entre substrato-adesivo. Fonte: Ebnesajj[20] 28

Tabela 1.2 – Definições dos ângulos de contato. Adaptado de Bernadin *et al*.[67] 43

Capítulo 2 – Análise do potencial de penetração de partículas em substratos

Tabela 2.1 – Potencial máximo de penetração de partículas presentes numa matriz ($P_{máx}$) e a porcentagem de poros preenchidos por partículas nos poros ($P_{máx}$) de diferentes substratos adotando os seguintes parâmetros α = 57%; e = 50 µm; A_s = 1000000 µm²; e_s = 100 µm. 69

Capítulo 3 – Efeito da absorção do substrato para aderência

Tabela 3.1 – Características físicas das frações da argamassa utilizada no estado anidro. 79

Tabela 3.2 – Análise química por fluorescência de raios X da fração fina da argamassa utilizada. 79

Tabela 3.3 – Caracterização da topografia da superfície – parâmetros de rugosidade avaliados em função do tratamento do substrato. 85

Tabela 3.4 – Porosidade dos corpos-de-prova em função do tratamento superficial. 87

Tabela 3.5 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato e do tempo no valor ângulo de contato..... 88

Tabela 3.6 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial na cinética de absorção do substrato. 91

Tabela 3.7 – Valores médios de k1 e coeficiente de variação em função do tratamento superficial do substrato..... . 92

Tabela 3.8 – Caracterização da argamassa no estado fresco e endurecido. 94

Tabela 3.9 – Quantificação das partículas remanescentes na superfície de diferentes substratos após 5 min e 10 min de contato. 105

Tabela 3.10 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração aos 28 dias. 107

Tabela 3.11 – Perda de massa corrigida para a base de não voláteis das matrizes cimentícias aos 28 com diferentes teores de hidrofugante. 113

Capítulo 4 - Influência do teor de ligante da matriz para aderência

Tabela 4.1 – Características físicas das frações da argamassa utilizada no estado anidro. ... 121

Tabela 4.2 – Composição química do cimento e dos finos calcários utilizados. 122

Tabela 4.3 – Fator de rugosidade dos blocos cerâmicos estudados..... 124

Tabela 4.4 – Ângulo de contato medido em blocos cerâmicos com e sem o tratamento superficial com silano após 60 s de deposição da gota. 125

Tabela 4.5 – Proporção volumétrica das argamassas estudadas..... 126

Tabela 4.6 – Caracterização das argamassas no estado fresco. 131

Tabela 4.7 – Caracterização das argamassas no estado endurecido. 133

Tabela 4.8 – Valores médios e coeficientes de variação da resistência de aderência à tração aos 14 dias das argamassas estudadas aplicadas em blocos cerâmicos hidrofugados..... 134

Tabela 4.9 – Avaliação da eficiência do uso de ligante para as argamassas e sistemas estudadas quantificado pelo índice de ligante 138

LISTA DE FIGURAS

Introdução

Figura 1 – Hierarquia estrutural do sistema de aderência da largatixa (Gekko gecko). Fonte: http://geckolab.lclark.edu/dept/AutumnLab/Images.html#0 19

Capítulo 1 – Aderência substrato-matriz cimentícia: Estado da arte

Figura 1.1 – Representação esquemática do plano superficial do substrato (a) superfície lisa sem poros e (b) superfície irregular (rugosidade+porosidade)..... 31

Figura 1.2 – Representação esquemática dos mecanismos de aderência adesivo-substrato ... 32

Figura 1.3 – Exemplo de um perfil de rugosidade de um bloco cerâmico disponível no mercado nacional mostrando a natureza multiescala das irregularidades superficiais obtido com perfilômetro óptico digital (NPflex-Bruker) - ampliação 5x..... 33

Figura 1.4 – Perfil de rugosidade de um bloco cerâmico comercialmente denominado liso, sem rnhura, numa magnificação de 100x. 34

Figura 1.5 – Mecanismo de intertravamento mecânico da matriz nos poros e rugosidade do substrato (a) aderência adequada devido à penetração da matriz nos poros do substrato e (b) aderência inadequada devido à baixa porosidade do substrato. Fonte: http://www.comunidadedaconstrucao.com.br/upload/ativos/279/anexo/ativosmanu.pdf, p. 7-8..... 34

Figura 1.6 – Micrografias ópticas da superfície do bloco cerâmico após a retirada da argamassa. Nota-se uma grande quantidade de poros com diâmetro superior a 1 mm não preenchidos com argamassa. Fonte: Sugo[60]. 36

Figura 1.7 – Micrografias da superfície do bloco cerâmico após a retirada da argamassa. Em ambas as figuras observa-se a presença de etringita (1) em maior proporção e, calcita (2). Fonte: Carvalho Jr[15]..... 36

Figura 1.8 – (a) Resistência de aderência em função da taxa de macrodefeitos na interface substrato cimentício-argamassa, considerando diferentes tipos de matrizes e altura de lançamento e (b) um exemplo de imagens obtidas para avaliação da taxa de macrodefeitos na interface. Fonte: Antunes[62]. 38

Figura 1.9 – Micrografia da interface argamassa/substrato cerâmico: (a) argamassa sem aditivo incorporador de ar; e, (b) com incorporador de ar (0,41 mLAIA/kgcimento/kgágua). Fonte: Sugo[60]. 38

Figura 1.10 – Contato substrato-adesivo.Fonte:Persson[64]..... 39

Figura 1.11 – Defeitos interfaciais em concretos confeccionados com diferentes agregados pela falta de contato entre a argamassa e o agregado graúdo.Fonte:Rocco; Elices[66]..... 40

Figura 1.12 – Defeitos na interface oriundos da combinação inadequada entre a reologia da matriz e a rugosidade do substrato (a) Interface substrato-argamassa; (b) Interface substrato-chapisco-argamassa. Fonte: Pretto[52]..... 41

Figura 1.13 – Condições de molhamento previstas pela Equação de Young (a) superfície super-hidrofílica – molhamento total do substrato pelo líquido; (b) superfície hidrofílica – molhamento parcial e (c) superfície hidrofóbica – o líquido não molha o substrato. 42

Figura 1.14 – Modelo de Wenzel – O ângulo de contato aparente ($\theta*$) pode ser obtido pela variação de energia de superfície devido a um pequeno deslocamento da linha de contato na medida em que o líquido se espalha nas irregularidades da superfície. Fonte: Quèré[68]..... 45

Capítulo 2 – Análise do potencial de penetração de partículas em substratos

Figura 2.1 – Partículas com área de projeção igual ou inferior à área de projeção poro podem penetrá-lo. Assim, num mesmo poro pode haver penetração de uma (a) e/ou mais partículas (c), podendo estas ser de mesmo tamanho (b) ou diferente (c). 57

Figura 2.2 – Representação esquemática da hidratação da alita em idades iniciais. Fonte: Juilland *et al*.[29] 58

Figura 2.3 – Imagens de microscopia de raios X moles de partículas de C3S e C3A hidratando em solução saturada de hidróxido de cálcio e gipsita em diferentes tempos de hidratação. Fonte: Silva e Monteiro[25,26] 58

Figura 2.4 – Distribuição granulométrica de partículas de cimento e cal determinadas por granulometria a laser em função do tempo (a); Razão entre os volumes após 0.5h; 1h; 3h; e, 6h em função do cimento anidro (b). Fonte: Cardoso[27,30] 59

Figura 2.5 – Aspecto superficial das membranas de nylon utilizadas para filtração das matrizes com lado igual a (a) 100 µm; (b) 41 µm, e; (c) 10 µm. Imagens obtidas com microscópio óptico digital (Hirox KH 7700) – ampliação 400x 62

Figura 2.6 – Distribuição discreta das partículas de cimento e sílica ativa utilizadas na confecção das matrizes. 63

Figura 2.7 – Dispositivo utilizado para a filtração das matrizes (a) e detalhe da posição da membrana e disco de algodão para coleta das partículas (b). Fotos: Mário Takeashi. 64

Figura 2.8 – Porcentagem de penetração de partículas do (a) cimento e da (b) argamassa em função da dimensão da malha das membranas estudadas. Dados experimentais e do modelo $\alpha = 1\%$..... 65

Figura 2.9 – Argamassa diferentes concentrações – material passante pelos poros da membrana 66

Figura 2.10 – Superfície das membranas após filtração da argamassa (a) de 10 µm e (b) 41 µm (Ampliação 300x)..... 67

Figura 2.11 – Superfície da membrana de 100 µm após filtração da argamassa. Observa-se a obstrução de parte dos orifícios pela aglomeração das partículas de cimento presentes na mistura (Ampliação 300x). 67

Figura 2.12 – Distribuição discreta das partículas no estado anidro. 68

Figura 2.13 – Distribuição discreta de poros dos substratos analisados. 68

Figura 2.14 – Volume de poros do substrato e volume partículas de sílica ativa nos poros do substrato: (a) cimentício (SCIM-A); (b) cerâmico (SCER-B), e; (c) cerâmico (SCER-C)..... 70

Figura 2.15 – Potencial de penetração de partículas em função da relação entre o diâmetro dos poros do substrato cimentício e o diâmetro das partículas presentes nas matrizes estudadas (a) argamassa, cimento e cal; (b) filer calcário e sílica ativa. 71

Capítulo 3 – Efeito da absorção do substrato para aderência

Figura 3.1 – Distribuição granulométrica da argamassa industrializada utilizada juntamente com os dados percentuais. 78

Figura 3.2 – Espectro no infravermelho do octiltrietoxisilano. 80

Figura 3.3 – Fórmula estrutural do octiltrietoxisilano. 80

Figura 3.4 – Aspecto superficial dos substratos analisados: (a) natural; (b) hidrofugada; e (c) hidrofugada+lixada. Imagens obtidas com microscópio óptico digital (HIROX) – ampliação 50x. 82

Figura 3.5 – Perfilômetro óptico utilizado para caracterização da topografia dos substratos após a aplicação dos tratamentos superficiais. Fotos: Mário Takeashi. 82

Figura 3.6 – Representação esquemática do principio da interferometria a laser. Cortesia: Bruker. 83

Figura 3.7 – Exemplo da topografia da superfície do bloco cerâmico com diâmetro de 50 mm (a) antes e (b) após a interpolação dos pontos.. 84

Figura 3.8 – Detalhe da preparação das amostras extraídas para ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio. 86

Figura 3.9 – Distribuição do diâmetro dos poros dos substratos utilizados após desgaste da superfície obtida por porosimetria por intrusão de mercúrio. 86

Figura 3.10 – Ângulo de contato da gota de água deionizada em bases com diferentes tratamentos superficiais: (a) natural; (b) hidrofugada; e (c) hidrofugada+lixada em função do tempo. 88

Figura 3.11 – Histerese do ângulo de contato das bases hidrofugadas e lixadas e das hidrofugadas e em função do tempo. 89

Figura 3.12 – Cinética de absorção dos substratos com diferentes tratamentos superficiais (a) natural; (b) hidrofugado; (c) hidrofugado+lixado; (d) média dos tratamentos..... 90

Figura 3.13 – Curvas de recuperação de pressão de substratos com diferentes tratamentos superficiais (a) natural; (b) hidrofugado; (c) hidrofugado+lixado. 92

Figura 3.14 – Mecanismo de atuação de tratamentos superficiais (a) modificador da tensão superficial dos poros; (b) formação de película em alguns pontos do substrato. Adaptado de Kus[41]. 93

Figura 3.15 – Dispositivo utilizado para manter a ortogonalidade da pastilha durante a colagem no corpo-de-prova. Fotos: Mário Takeashi. 96

Figura 3.16 – Adaptação da máquina universal de ensaios para ensaio de resistência de aderência à tração: (a) visão geral; (b) sistema de acoplamento célula de carga-pastilha; (c) acoplamento pastilha-base prensa. Fotos: Mário Takeashi. 97

Figura 3.17 – Influência da capacidade de sucção do substrato no comportamento reológico da argamassa: (a) base natural; (b) base hidrofugada e, (c) base hidrofugada e lixada..... . 98

Figura 3.18 – Influência da perda de água da argamassa pelo substrato após 5 e 10 minutos na capacidade de espalhamento da argamassa. 99

Figura 3.19 – Teor de umidade do substrato após ensaios de absorção de água livre e perda de água da argamassa em função dos tratamentos superficiais nos tempos de (a) 5 min e (10 min) 100

Figura 3.20 – Volume de água disponível para absorção da base natural (BN) em função do tempo para a argamassa utilizada. 102

Figura 3.21 – Espessura de saturação da base de argamassa sem tratamento superficial (BN) em função da espessura da argamassa aplicada, assumindo que toda a água da argamassa migra (o que é impossível). Em verde: No experimento mesmo se toda a agua presente da argamassa migrasse, os poros da base não seriam saturados. 103

Figura 3.22 – Aspecto superficial do substrato após remoção da argamassa depois de 5 min de contato, e; a massa de partículas (Mp) remanescente à superfície e poros. Fotos: Mário Takeashi. 104

Figura 3.23 – Aspecto superficial do substrato após remoção da argamassa depois de 10 min de contato, e; a massa de partículas (Mp) remanescente à superfície e poros. Fotos: Mário Takeashi. 105

Figura 3.24 – Resistência de aderência à tração em função da taxa de absorção de água inicial (AIA) 106

Figura 3.25 – Resistência de aderência à tração em função do coeficiente de absorção capilar (i). 106

Figura 3.26 – Efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração 28 dias após aplicação da argamassa sobre o substrato 107

Figura 3.27 – Efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração 310 dias após aplicação da argamassa sobre os substratos. 108

Figura 3.28 – Microscopia óptica da interface substrato-argamassa (seção transversal) após 28 dias do contato da argamassa com substrato (a) natural e (b) hidrofugado. Imagens Hirox - ampliação 250X; resolução 0,76 µm. 109

Figura 3.29 – Imagens obtidas de alguns corpos de prova após a execução dos ensaios de resistência de aderência à tração, aos 310 dias; em vernelho: substrato e cinza: argamassa. Observa-se que houve um aumento do contato efetivo da argamassa com a base quando a mesma era hidrofugada. Fotos: Mário Takeashi. 110

Figura 3.30 – Resistência à tração de pastas cimentícias em função do teor de hidrofugante (octiltrietoxisilano) presente na água de mistura. 112

Figura 3.31 – Curvas de (a) TG e (b) DTG das pastas cimentícias com diferentes teores de hidrofugante após 28 dias de hidratação utilizando substratos com diferentes tratamentos superficiais. 113

Capítulo 4 –Influência do teor de ligante da matriz para aderência

Figura 4.1 – Distribuição granulométrica das matérias-primas estudadas medidas por técnicas de difração a laser para o ligante e os finos calcários (*Malvern MSS Mastersizer*) e peneiramento mecânico a seco para a areia. 121

Figura 4.2 – Distribuição de poros do substrato cerâmico utilizado (a) discreta e (b) acumulada e o diâmetro médio das partículas constituintes das argamassas. 123

Figura 4.3 – Exemplo da topografia da superfície do bloco cerâmico com diâmetro de 50 mm (a) antes e (b) após a interpolação dos pontos. A escala de cores mostra os picos, os pontos mais altos, em vermelho e os vales, pontos mais baixos, em azul. 124

Figura 4.4 – Absorção capilar de água do bloco cerâmico com e sem a aplicação de silano. 125

Figura 4.5 – Determinação da tensão de escoamento e viscosidade plástica das argamassas estudadas por meio da curva torque vs. velocidade obtida após o ciclo de cisalhamento imposto ao material (curva de desaceleração). 128

Figura 4.6 – Detalhe da produção dos corpos de prova para a realização do ensaio de resistência de aderência à tração (a) a fim de eliminar a etapa de corte os corpos de prova foram moldados com auxílio de molde cilíndrico de PVC com diâmetro de 50 mm x 20 mm de espessura; (b) corpos de prova após moldagem da argamassa e retirada do molde cilíndrico e (c) condicionamento do conjunto substrato-argamassa em embalagens plásticas para garantir as mesmas condições de umidade e temperatura durante 13 dias. Fotos: Mário Takeashi. .. 129

Figura 4.7 – Ensaio de resistência de aderência à tração (a) vista lateral do corpo de prova após a colagem da pastilha; (b) acoplamento pastilha-equipamento e (c) dinamômetro utilizado para execução do ensaio – *Dynatest DTE – 5000*. Fotos: Mário Takeashi. 130

Figura 4.8 – Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas sem o uso de dispersante. 131

Figura 4.9 – Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas com 0,02% de aditivo dispersante. 131

Figura 4.10 – Módulo de elasticidade dinâmico em função do teor de fino calcário e de dispersante das argamassas aos 14 dias. 132

Figura 4.11 – Resistência à tração por compressão diametral em função do teor de fino calcário e de dispersante das argamassas aos 14 dias. 132

Figura 4.12 – Resistência de aderência à tração em função do teor de fino calcário das argamassas sem o uso de dispersante. 134

Figura 4.13 – Resistência de aderência à tração em função do teor de fino calcário das argamassas com o uso de dispersante. 134

Figura 4.14 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz monodispersa constituída por cimento (D10 = 2,87 µm). As partículas de cimento não preenchem todas as irregularidades da superfície do substrato. 135

Figura 4.15 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz monodispersa constituída pelo fino calcário mais fino (D10 = 1,39 µm).. 136

Figura 4.16 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz polidispersa constituída por cimento + fino calcário mais fino. 136

Figura 4.17 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz polidispersa constituída por cimento + fino calcário mais fino + partículas <1 µm. 137

Figura 4.18 – Relação entre a resistência de aderência à tração e o módulo de elasticidade das argamassas. 138

Figura 4.19 – Relação entre a resistência de aderência à tração e a resistência à tração das argamassas. 138

Figura 4.20 – Índice de ligante para resistência à tração das argamassas. 139

Figura 4.21 – Índice de ligante para a resistência de aderência à tração do sistema argamassa-substrato. 139

Capítulo 5 – Influência do teor de ligante da matriz para aderência

Figura 5.1 – Representação esquemática da influência da capacidade de absorção do substrato na formação da interface substrato-matriz cimentícia desconsiderando a perda de água por evaporação (a) substrato não absorvente e (b) substrato absorvente. 145

Figura 5.2 – Representação esquemática da distribuição das partículas de cimento na zona de transição e distribuição obtida a partir de análise de imagens da distribuição das partículas de cimento em concretos de relação a/c = 0,40 em várias idades. Com o avanço da hidratação, o efeito da granulometria das partículas pode ser minimizado. Fonte: Scrivener et al.75. 147

Figura 5.3 – Representação esquemática da influência da adição de partículas finas na matriz cimentícia (a) matriz sem finos; (b) matriz com finos. As partículas finas irão preencher os vazios deixados pelas maiores reduzindo a porosidade tanto da matriz quanto da interface. 148

Figura 5.4 – Representação esquemática do empacotamento das partículas na superfície do substrato (a) matriz dispersa e (b) matriz aglomerada. 149

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO 18

OBJETIVO 19
ESTRUTURA DA TESE 20
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 21

1. ADERÊNCIA SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA – ESTADO DA ARTE..... 24

INTRODUÇÃO..... 24
1.1 ADERÊNCIA – CONCEITOS E TEORIAS 26
1.1.1 ADERÊNCIA QUÍMICA..... 28
1.1.2 ADERÊNCIA MECÂNICA 30
1.1.2.1 Penetração de matriz em substratos porosos..... 34
1.2 CONTATO SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA..... 37
1.2.1 MOLHAMENTO – SUPERFÍCIES IDEAIS..... 41
1.2.2 MOLHAMENTO – SUPERFÍCIES NÃO IDEAIS 43
1.2.2.1 Superfícies rugosas..... 44
1.2.2.2 Superfícies porosas..... 45
1.2.2.2.1 Capilaridade 46
1.2.2.2.2 Fluxo capilar entre substratos porosos e matrizes particuladas 47
1.4 CONCLUSÕES PARCIAIS 48
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 49

2. ANÁLISE DO POTENCIAL DE PENETRAÇÃO DE PARTÍCULAS EM SUBSTRATOS 54

INTRODUÇÃO..... 54
2.1 METODOLOGIA..... 56
2.2 FORMULAÇÃO DO MODELO – PARÂMETROS E EQUAÇÕES..... 57
2.2.1 EQUAÇÕES DO MODELO SIMPLIFICADO 60
2.3VALIDAÇÃO DO MODELO 62
2.3.1 Substratos..... 62
2.3.2 Matrizes – Caracterização e Mistura..... 63
2.3.3 Metodologia experimental 64
2.3.4 Parâmetros de entrada do modelo 65
2.3.5 Resultados e discussão..... 66
2.4 APLICAÇÃO DO MODELO – ESTUDO DE CASO..... 68
2.4.1 Resultados e Discussão 70
2.5 CONCLUSÕES PARCIAIS 73
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 73

3. EFEITO DA ABSORÇÃO DO SUBSTRATO NA ADERÊNCIA 76

INTRODUÇÃO 76
3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS 78
3.1.1 MATERIAIS UTILIZADOS 79
3.1.1.1 Argamassa 79
3.1.1.2 Hidrofugante 80
3.1.2 PRODUÇÃO DOS SUBSTRATOS 81
3.1.2.1 Preparo superficial dos substratos 82
3.1.3 CARACTERIZAÇÃODOS SUBSTRATOS 83
3.1.3.1 Topografia da superfície 83
3.1.3.2 Distribuição do diâmetro de poros 86
3.1.3.3 Porosidade aparente – Método Arquimedes 88
3.1.3.4 Ângulo de contato aparente 88
3.1.3.5 Absorção ao longo do tempo 91
3.1.3.6 Permeabilidade 92
3.1.4 PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA MATRIZ CIMENTÍCIA 94
3.1.5 MÉTODOS – ANÁLISE DO CONTATO SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA .. . 95
3.1.5.1Reologia da matriz sobre o substrato – Squeeze flow 95
3.1.5.2 Transporte de massa entre a matriz e o substrato 96
3.1.5.3 Desempenho mecânico da interface matriz-substrato 97
3.1.5.4 Análise da interface substrato-argamassa 98
3.2 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS 99
3.2.1 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DA MATRIZ SOBRE O SUBSTRATO.... . 99
3.2.2 TRANSPORTE DE MASSA ARGAMASSA-SUBSTRATO 101
3.2.3 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO 107
3.2.3.1 Influência do hidrofugante no desempenho da matriz cimentícia 112
3.3 CONCLUSÕES PARCIAIS 115
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 115

4. INFLUÊNCIA DO TEOR DE LIGANTE DA MATRIZ PARA ADERÊNCIA 119

INTRODUÇÃO 119
4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS 121
4.1.1 MATERIAIS UTILIZADOS 121
4.1.1.1 Particulados 121
4.1.1.2 Substrato cerâmico 124
4.1.2 PRODUÇÃO DAS ARGAMASSAS 127
4.1.2.1 Proporção das argamassas 127
4.1.2.2 Mistura e ciclos de cisalhamento 128
4.1.2.3 Moldagem e cura dos corpos de prova 129
4.1.3 ENSAIOS REALIZADOS 130
4.1.3.1 Desempenho mecânico das argamassas 130
4.1.3.2 Avaliação da aderência substrato-argamassa 130
4.1.3.3 Eficiência do uso de ligante 131
4.2 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS 131
4.2.1 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DAS ARGAMASSAS 131
4.2.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS ARGAMASSAS 133
4.2.3 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO 134

4.2.4 EFICIÊNCIA DO USO DE LIGANTE 139
4.3 CONCLUSÕES PARCIAIS 140
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 141

5. PROPOSTA DE MODELO DE FORMAÇÃO DA INTERFACE SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA 143
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 150

CONCLUSÃO 153
SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS 154
ARTIGOS PUBLICADOS 155

APÊNDICE A – EFEITO DA ABSORÇÃO DO SUBSTRATO PARA A ADERÊNCIA
APÊNDICE B – INFLUÊNCIA DO TEOR DE LIGANTE DA MATRIZ PARA ADERÊNCIA

INTRODUÇÃO

Por que as largatixas não caem das paredes?

A aderência é uma propriedade que abrange vários conceitos e parâmetros que dificultam o seu entendimento e a formulação de uma teoria universal que a explique. Trata-se de uma propriedade relevante em muitas aplicações práticas, como revestimentos, filmes, laminados, sistemas particulados, células biológicas, adesivos, resinas, lubrificantes, compósitos entre outros.

Um dos questionamentos mais intrigantes nesse assunto é a locomoção de lagartixas em superfícies verticais, invertidas e úmidas. Várias hipóteses foram levantadas e alguns pesquisadores sugeriram a existência de microventosas nas patas das mesmas. No entanto, todas as tentativas de se provar a existência de tais ventosas falharam: as lagartixas possuem tal comportamento mesmo sob vácuo ou em superfícies lisas e úmidas.

Em 1960, Hiller sugeriu que as forças atrativas entre as moléculas da superfície e as da pata da lagartixa eram responsáveis pela aderência. Poucos deram crédito a ele, tudo bem que forças intermoleculares de Van der Waals mantenham moléculas unidas, mas uma lagartixa? Somente em 2000, evidências de que, de fato, são forças intermoleculares as responsáveis pela aderência da pata da lagartixa à parede foram divulgadas. Autumm e seus colaboradores publicaram um artigo na *Nature* mostrando que a nanoestrutura geométrica em forma de espátula presente em cada uma dos 14400 cerdas da estrutura da pata da lagartixa (Figura 1), é responsável pelo contato molecular entre as superfícies e não a sucção exercida por ventosas[1].

O entendimento completo do mecanismo ainda era evasivo em relação às forças capilares. Para verificar se as forças capilares ou de van der Waals são suficientes para garantir a aderência entre as superfícies, Autumn e sua equipe[2] verificaram a aderência dos

dedos da largatixa (superfície hidrofóbica)[a] em duas superfícies semicondutoras polarizadas: uma hidrofílica e outra hidrofóbica. Os autores consideraram as seguintes hipóteses: (a) se as forças de van der Waals dependem da polaridade das superfícies, a largatixa deve aderir em ambas às superfícies e, (b) se for necessária forças capilares, não haveria aderência nas superfícies hidrofóbicas. Os resultados mostraram não houve diferença significativa entre as superfícies analisadas para a aderência, ou seja, a nanoestrutura geométrica que constituem os dedos adere às superfícies por forças de van der Waals não sendo necessárias forças capilares para sua ocorrência. Assim, pode-se concluir que a aderência depende da proximidade e da área de contato entre as superfícies[3,4]

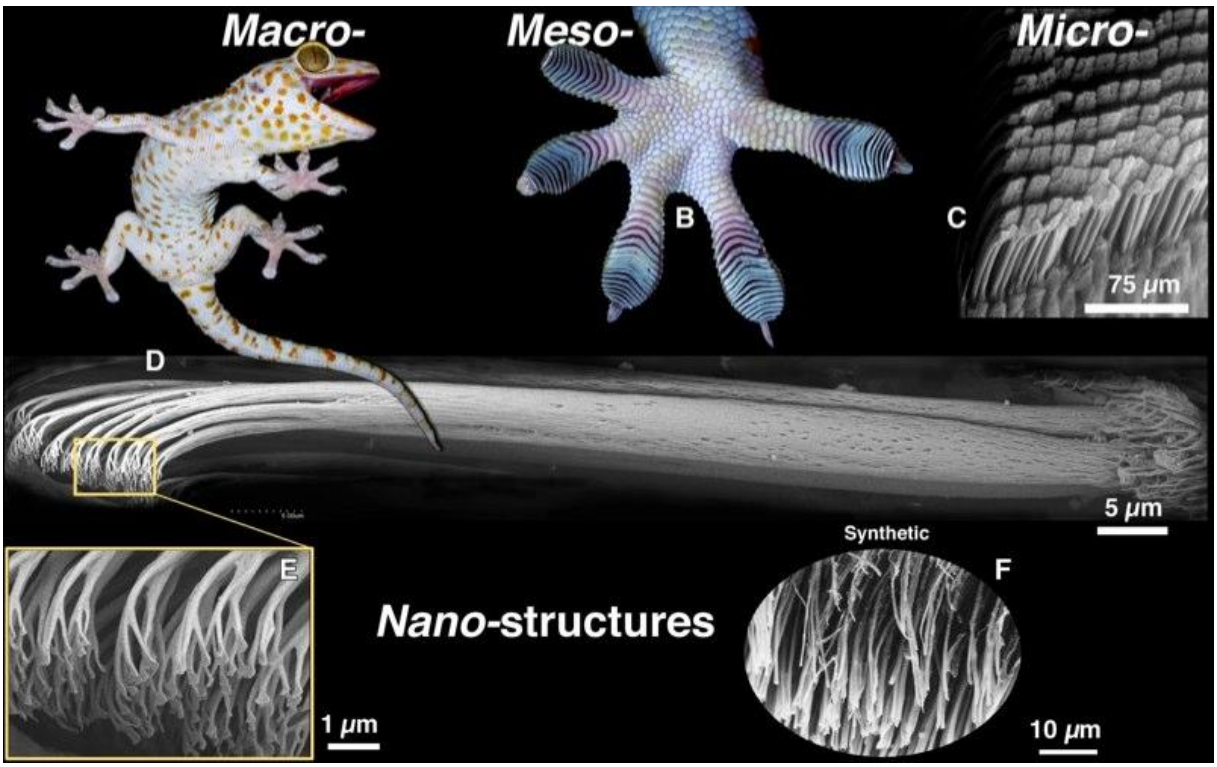


Figura 1 – Hierarquia estrutural do sistema de aderência da largatixa (Gekko gecko). (A) Ventre da largatixa escalando uma superfície vertical vítrea. (B) Pata da largatixa mostrando em mesoescala as escamas ou lamelas adesivas. (C) Microescala do feixe das cerdas presente em cada uma das escamas. (D) Filamento com 100 μm de comprimento e 4.2 μm que compõe cada cerda (cryo-microscopia). (E) Nanoestrutura de um feixe de centenas de pontas em forma de espátula de um único filamento, com 0.2 μm de comprimento, o que torna essa estrutura responsável pelo contato íntimo com a superfície.

Fonte: http://geckolab.lclark.edu/dept/AutumnLab/Images.html#0.

Nos materiais de base cimentícia ocorre naqueles que dependem do contato entre a matriz (cimento, água, aditivos e outros finos) e outras fases sólidas (agregados, fibras, cerâmicas de revestimento, alvenarias, armaduras). Resultados experimentais comprovam que

[a] As escamas que constituem os dedos da largatixa são formadas por queratina proteína fibrosa, rígida e insolúvel.

a aderência influencia o comportamento mecânico e a durabilidade de concretos (zona de transição agregado-matriz)[5–9]; revestimentos de argamassa (interface argamassa-elementos de alvenaria)[10–15] e de reparo[16–18]; compósitos (interface fibra-matriz)[9,19,20], entre outros [21–23], constituindo-se num dos principais indicadores de qualidade do desempenho de sistemas multifásicos. Embora envolva materiais e processos de produção diferentes, todos estes casos implicam na formação de uma interface, cujas interações ocorrem após o contato da matriz cimentícia ainda no estado plástico com o substrato[b] e, vão se modificando ao longo do tempo devido à cinética de hidratação dos ligantes e absorção do substrato.

Apesar de ter sido alvo de inúmeras pesquisas, os parâmetros que determinam o contato de matrizes cimentícias a substratos ainda não são bem compreendidos tornando difícil estabelecer métodos para o aperfeiçoamento dessa região. Até o momento, os estudos dão ênfase nas alterações da microestrutura da interface (composição, morfologia e densidade dos produtos hidratados). Pouco tem sido explorado no que se refere à influência das características superficiais do substrato (rugosidade, porosidade/absorção de água); composição e distribuição de partículas. Parte dessa lacuna de conhecimento é devido à falta de técnicas de caracterização adequadas e ao estudo isolado das propriedades da matriz cimentícia (pasta ou argamassa) e do substrato (agregados, fibras, cerâmicas de revestimento, alvenarias, armaduras) não considerando de maneira sistêmica a interação entre os materiais, o que gera dúvidas, divergências e alto índice de manifestações patológicas. A carência de uma metodologia adequada para a determinação da resistência de aderência, o uso de equipamentos obsoletos, falta de repetições e pequeno número de amostras também corroboram para a falta de entendimento da mesma.

Neste contexto, este trabalho pretende colaborar com o preenchimento desta lacuna, desenvolvendo metodologias para caracterização da matriz e do substrato contribuindo para a elaboração de sistemas com propriedades controladas como forma de aperfeiçoar a aderência e o desempenho de sistemas cimentícios.

OBJETIVO

Identificar e analisar parâmetros que influenciam a aderência de matrizes cimentícias e apontar soluções técnicas para a melhoria de tal propriedade contribuindo com o aumento da ecoeficiência de sistemas cimentícios.

[b] O termo substrato, neste trabalho, refere-se à superfície em contato com a matriz cimentícia, tais como: agregado, elementos de alvenaria, fibras.

ESTRUTURA DA TESE

A tese foi estruturada em quatro capítulos elaborados de forma independente, ou seja, em cada capítulo são apresentados os dados da literatura, a descrição da metodologia, a apresentação e discussão dos resultados e considerações finais, bem como das referências bibliográficas utilizadas. Os capítulos são intitulados conforme a descrição seguinte, a qual também apresenta o objetivo de cada um. Ao final dos quatro capítulos, serão tecidas as conclusões bem como as sugestões para futuras pesquisas.

1. Aderência substrato-matriz cimentícia – Estado da arte

Este capítulo apresenta o estado da arte da aderência substrato-matriz cimentícia, discutindo os parâmetros e os modelos teóricos existentes para a explicação de tal propriedade. A partir desse conhecimento, foram delineados os próximos passos da pesquisa.

2. Análise do potencial de penetração de partículas em substratos

Este capítulo tem como objetivo verificar a contribuição da penetração de partículas nos poros para a aderência. Para tanto, foi elaborado um modelo matemático simplificado baseando-se na restrição geométrica e teoria das probabilidades. O modelo foi validado por ensaios de filtração. O potencial de penetração de partículas em meios porosos foi avaliado para partículas típicas de argamassas e concretos em substratos com diferentes distribuições de poros, todos disponíveis do mercado nacional. Foram feitas análises da influência da distribuição granulométrica das partículas; da distribuição do tamanho de poros e da relação entre o diâmetro do poro e o da partícula.

3. Efeito da absorção do substrato para aderência

O desenvolvimento da aderência matriz/substrato está associado ao transporte de fluidos da matriz para o substrato (ou vice-versa). Esta hipótese não explica a aderência de substratos com absorção nula. Algumas pesquisas foram desenvolvidas na tentativa de estabelecer uma correlação entre a absorção do substrato e a aderência deste com uma dada matriz, porém há uma divergência de resultados: substratos com elevada absorção ora apresenta valores de resistência de aderência elevados ora baixos. Sendo assim, este capítulo foi elaborado com o objetivo de avaliar a influência da absorção de um substrato cimentício, com porosidade e rugosidade controladas, porém com níveis de absorção diferentes na aderência com uma dada matriz.

4. Influência do teor de ligante da matriz para aderência

O objetivo deste capítulo foi avaliar a influência do teor de ligante da matriz para a aderência considerando a distribuição granulométrica e a dispersão das partículas. O ligante foi substituído por finos calcários com duas distribuições granulométricas em teores de 30% e 60% do volume de cimento; as características reológicas das argamassas foram controladas por ensaios de reometria rotacional e a topografia do substrato e a sua absorção foram mantidas constantes. As propriedades mecânicas das argamassas foram avaliadas por ensaios de módulo de elasticidade dinâmico e de resistência à tração por compressão diametral e o desempenho da interface substrato-argamassa pela resistência de aderência à tração após 14 dias de moldagem. A ecoficiência do uso de ligantes foi calculada pelo índice de ligante proposto por Damineli *et al*[24].

5. Proposta de um modelo de formação da interface substrato-matriz cimentícia

Este capítulo teve como objetivo propor um modelo de formação da interface substrato matriz-cimentícia considerando os dados da literatura e os resultados obtidos na pesquisa.

Conclusão

Nesta seção será apresentada uma análise geral acerca dos resultados mais relevantes obtidos nas diferentes etapas da pesquisa apontando soluções encontradas como forma de melhorar a aderência. Também tecidas sugestões para futuras pesquisas e serão apresentados os artigos publicados até o momento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AUTUMN, K. *et al.* Adhesive force of a single gecko foot-hair. *Nature* **405,** 681–685 (2000).

2. AUTUMN, K. Gecko Adhesion: Structure, Function and applications. *MRS BULLETIN* **32,** 473–478 (2007).

3. KENDALL, K. *Molecular adhesion and its applications : the sticky universe*. (Kluwer Academic/Plenum, 2001).

4. Wu, S. *Polymer interface and adhesion*. M. Dekker: New York, 1982.

5. FARRAN, J. Contribution minéraloqique à l'étude de l'adherence entre les constituants hydratés des ciments et les matériaux enrobés. (1956). *Revue Des Matériaux de Construction*, n° 490-491, Toulouse: Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie des Liants Hydrauliques.

6. MONTEIRO, P. J. M. Microstructure of Concrete and its Influence on the Mechanical Properties. (1985). *Thesis (Doctor)*, Berkeley: University of California.

7. MITSUI, K.; ZONGJIN, L.; LANGE, D. A.; SHAH, S. P. Relation between microstructure and mechanical properties of paste-aggregate interface. *Materials Journal* **91**, 30–39 (1994)..

8. OLLIVIER, J. P.; MASO, J. C.; BOURDETTE, B. Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials* **2**, 30–38 (1995).

9. MASO, J. C. Influence of the interfacial transition zone on composite mechanical properties. In: *Interfacial Transition Zone in Concrete*. Edited: J. C. Maso. (1996).

10. PALMER, L. A.; PARSONS, D. A. A study of the properties of mortars and bricks and their relation to bond. *Bureau of Standarts Journal of Research* **12**, 609–644 (1934).

11.GOODWIN, J. F.; WEST, H. W. H. A review of the literature brick-mortar bond. *Prooceedings British Ceramic Society* **30, n° 23**, 23–35 (1982).

12. GRANDET, J. Contribution à l'étude de la liaison entre la pâte de ciment Portland et les terres cuites. (1971). *Thèse (Doctorat)*, Toulouse, France: Université Toulouse III - Paul Sabatier.

13. CARASEK, H. Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação. (1996). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

14. CARVALHO JR, A. N. Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico. (2005). *Tese (Doutorado)*, Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais.

15. JENNI, A.; HOLZER, L.; ZURBRIGGEN, R.; HERWEGH, M. Influence of polymers on microstructure and adhesive strength of cementitious tile adhesive mortars. *Cement and Concrete Research* **35**, 35–50 (2005).

16. VAN GEMERT, D. Force transfer in epoxy bonded steel/concrete joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* **1**, 67–72 (1980).

17. COURARD, L. Parametric study for the creation of the interface between concrete and repair products. *Mat. Struct.* **33**, 65–72 (2000).

18. LI, G., XIE, H.; XIONG, G. Transition zone studies of new-to-old concrete with different binders. *Cement and Concrete Composites* **23**, 381–387 (2001).

19. CHAN, Y.-W.; LI, V. C. Effects of transition zone densification on fiber/cement paste bond strength improvement. *Advanced Cement Based Materials* **5**, 8–17 (1997).

20. SAVASTANO, H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites. *Cement and Concrete Composites* **21**, 49–57 (1999).

21. BROWN, C. B. Bond failure between steel and concrete. *Journal of the Franklin Institute* **282**, 271–290 (1966).

22. KARBHARI, V. M.; ENGINEER, M.; ECKEL, D. A. On the durability of composite rehabilitation schemes for concrete: peel-test. *Journal of Materials Science* **32**, 147–156 (1997).

23. DANCYGIER, A. N.; BAUM, H.; TURGEMAN, H. Adhesion of plaster coatings to RC walls subjected to bending. *Construction and Building Materials* **23**, 1815–1827 (2009)

1

ADERÊNCIA

SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA – ESTADO DA ARTE

Se não houver contato, não há aderência[1].

INTRODUÇÃO

Os primeiros estudos de aderência em materiais cimentícios foram realizados na área de argamassas, a partir de 1930, coincidindo com a grande discussão que ocorria em nível científico mais geral[a].

Voss[2], em 1933, por meio de análises petrográficas, demonstrou a importância da absorção e retenção de água na extensão do contato – isto é, na quantidade de defeitos – argamassa-substrato após uma ampla investigação do fluxo de água de argamassas com diferentes composições aplicadas em substratos com diferentes capacidade de sucção. Resultados similares foram obtidos por Palmer e Parsons[3], após uma ampla investigação experimental – seis tipos de substratos, com características de absorção e rugosidade distintas e quinze matrizes cimentícias constituídas por diferentes ligantes.

Os autores introduziram o conceito de *extensão de aderência* na área de argamassas, definindo-o como a "fração ou porcentagem de área do substrato recoberta pela matriz cimentícia". Conceito esse, ainda em voga, reflete na verdade a quantidade de defeitos na interface – quanto menor a quantidade de defeitos maior a aderência.

Contudo, maior avanço nos estudos de aderência foi impulsionado pelo grande número de descolamentos, rocha-matriz cimentícia ocorridos durante o processo de reconstrução da Europa após a Segunda Grande Guerra e o surgimento de técnicas de análises microestruturais

[a] Informação levantada no site http://pubs.acs.org/search/adhesion. Pesquisa realizada em jan. 2011.

– microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difratometria de raios X (DRX) – que permitiram estudos da microestrutura da interface.

Em 1956, Farran[4] preocupado com a influência da aderência agregado-pasta no desempenho de concretos introduziu o conceito de interface entre as fases. Com a aplicação da difratometria de raios X, descreveu a composição dessa região verificando a influência da natureza mineralógica de agregados não porosos na aderência com a pasta cimentícia. Segundo o autor, tal propriedade resulta de três tipos de ligações: (a) ancoragem mecânica; (b) ligações químicas; e, (c) forças de atração; podendo essas ocorrer de forma isolada ou simultânea conforme os constituintes das fases envolvidas.

Maso (1969)[5], dando continuidade aos estudos de Farran, descreveu o processo de formação da interface agregado-pasta e demonstrou a importância da aderência no nível de resistência dos sistemas cimentícios multifásicos. Segundo o autor, a ruptura desses materiais geralmente ocorre na interface porque, próximo ao substrato, a matriz possui menor resistência e descontinuidades que intensificam os níveis de tensão.

Somente em 1971 a análise da interface foi estendida a substratos porosos por Grandet[6]. O autor analisando a interface bloco cerâmico-argamassa verificou que esta era constituída principalmente por cristais de etringita. O autor observou que a quantidade de hidróxido de cálcio na interface varia com o teor de água na superfície do substrato; substratos absorventes e secos não apresentam portlandita ao contrário das superfícies vítreas ou de substratos umedecidos.

A maior porosidade dessa região é explicada segundo Monteiro, Maso e Ollivier[7] pela formação de um filme de água na superfície do substrato não absorvente quando a matriz é colocada em contato. O acúmulo de água na interface impede o contato molecular entre as partículas e a superfície. Além disto, se o volume da matriz for mantido constante, esse espaço será ocupado por fluidos (água e ar incorporado) – o que resultará numa interface mais porosa após a evaporação ou consumo de água pelas reações de hidratação.

Desde então, estudos sobre a zona de transição vêm sendo realizados com o intuito de melhorar o desempenho de sistemas cimentícios multifásicos. No entanto, o processo de formação da interface e como este influencia a aderência não são bem compreendidos, uma vez que a abordagem tem sido feita de maneira independente para concretos e argamassas, considerando nesses casos substratos com características de sucção e materiais de naturezas distintas. Além da deficiência das técnicas de caracterização.

Neste sentido, o presente capítulo foi elaborado a fim de **subsidiar o entendimento dos mecanismos envolvidos na formação da interface substrato-matriz cimentícia fundamentados em conceitos científicos e enfocando os parâmetros influentes na aderência**. A partir desse conhecimento, espera-se ser possível elaborar um modelo para aderência delineando os próximos passos da pesquisa.

1.1 ADERÊNCIA – CONCEITOS E TEORIAS

A aderência é a propriedade resultante das ligações que ocorrem na interface entre duas superfícies. Wu[8], um dos autores mais citados no tema, define a "aderência como o estado no qual duas fases mantêm-se unidas por contato interfacial, de forma que forças mecânicas ou trabalho possam ser transferidos através da interface."

Segundo Kendall[9] trata-se de uma interação intermolecular na interface entre duas superfícies, resultante das forças de London[b], cuja intensidade das ligações químicas depende da proximidade e da área de contato entre as fases. É regida por três leis fundamentais, a saber: **1ª:** "*Todos os átomos e moléculas aderem com força considerável";* **2ª:** *"A contaminação das superfícies reduz a aderência"; e,* **3ª:** "*Alguns parâmetros dificultam o contato a nível molecular, como textura da superfície, viscosidade do adesivo, sucção, dispersão de partículas podendo reduzir a aderência se houver diminuição da área de contato entre as superfícies".*

Para Gutowski[11] a aderência pode ser considerada como um sistema termodinâmico e, o seu desempenho pode ser analisado pela determinação da energia interfacial entre as fases. De acordo com a segunda lei da termodinâmica, um sistema constituído de duas fases é estável sob dada condição quando a energia necessária a essas condições é mínima. Para a estabilidade de uma interface substrato/adesivo supõe que a energia mínima na interface corresponde a: (1) máxima aderência e (2) máxima durabilidade (resistência à degradação sob condições ambientais: água, temperatura, umidade, etc.). Os adesivos, porém, são aplicados no estado líquido e desenvolvem resistência como sólido. Desse modo, o processo de aderência tem que ser considerado como dinâmico, pois as propriedades do adesivo, como consistência, viscosidade, energia de superfície, resistência, módulo de elasticidade e massa específica, alteram-se com o tempo e condições ambientais (temperatura, umidade e pressão).

[b] Força entre dois dipolos instantaneamente induzidos devido à diferença da posição dos elétrons durante o seu movimento em torno do núcleo exercendo forte atração molecular[10].

A formação da aderência abrange muitos fenômenos, de modo que a elaboração de uma teoria única que explique os mecanismos químicos e físicos da aderência torna-se difícil devido à natureza e à interdisciplinaridade dos mesmos. Na tentativa de explicar a natureza de tal propriedade alguns modelos teóricos foram propostos[12], dentre eles:

- **Teoria do Intertravamento Mecânico** – o conceito, elaborado a partir dos estudos de McBain e Hopckins[13], concebe o travamento mecânico do adesivo nas imperfeições da superfície do sólido (poros e rugosidade). Essa teoria continua em pauta na área de argamassas[6,14,15] e asfaltos[16].

- **Teoria das Ligações Químicas** – o nível de aderência é definido pelas ligações químicas: primárias e secundárias formadas na interface. A intensidade das ligações depende do contato entre as fases, quanto mais próximo maior a intensidade.

- **Teoria da Zona de Transição** (*Weak Bond Layer)* – na região de contato adesivo-sólido há a formação de uma interface[17] cujas propriedades diferem da estrutura interna das fases envolvidas. Segundo Wu[8]: "Interface é uma região de espessura finita, geralmente menor que 0.1 μm, cuja composição e energia variam continuamente do interior de uma fase a outra". A zona de transição ou interface é consequência do contato entre as fases, sendo a sua formação inevitável, exceto em materiais de gradação funcional que apresentam propriedades variáveis ponto a ponto[18] e cadeias poliméricas formadas a partir da interdifusão molecular.

- **Teoria Termodinâmica ou Adsorção –** teoria proposta por Sharpe e Schornorn (1964) é a mais aceita, propõe que o adesivo adere ao substrato devido às forças interatômicas e intermoleculares estabelecidas na interface após "molhagem" do substrato pelo adesivo[19]. Além das ligações químicas, esta teoria engloba os conceitos de reologia, molhamento e energia de superfície.

- **Teoria Eletrostática (ou Eletrônica)** – propõe que a aderência ocorre pela transferência de elétrons entre o adesivo e o substrato, de modo que uma dupla camada elétrica é formada na interface. Esta teoria é utilizada para explicar as ligações polímeros-metais. Não pode ser considerado o mecanismo principal da aderência, pois a radiação e a umidade alteram as cargas elétricas.

- **Teoria da Difusão –** aplicada principalmente aos sistemas em que tanto o adesivo como o substrato são polímeros. Essa teoria supõe que a aderência é oriunda da difusão de íons/moléculas/partículas entre o adesivo e o substrato. Para que tal fenômeno ocorra deve haver uma diferença de concentração entre as fases além da mobilidade iônica.

Segundo Ebnesajjad[20] essas teorias estão diretamente relacionadas à escala na qual o substrato e o adesivo interagem: macroscópica, microscópica, molecular ou atômica, conforme mostra a Tabela 1.1. É uma classificação arbitrária, pois alguns parâmetros podem atuar em diferentes escalas, como por exemplo, a topografia das superfícies dificultando o entendimento de como influenciam a aderência.

Tabela 1.1 – Teorias da aderência em função da escala de interação entre substrato-adesivo
Fonte: Ebnesajjad[20].

Teorias	***Escala de ação***
Eletrostática	Macroscópica
Intertravamento mecânico	Microscópica
Ligações químicas	Atômica
Difusão	Molecular
Termodinâmica	Molecular
Zona de transição	Molecular

Assumindo que cada uma dessas teorias é válida em caráter restrito, dependendo da natureza dos materiais em contato e condições de formação desse sistema, ressalta-se que os mecanismos ora são complementares ora contraditórios. Este trabalho irá discutir a natureza química e mecânica da aderência cujo resultado é a formação de uma interface (zona de transição) analisando os parâmetros que influenciam no contato substrato-matriz cimentícia.

1.1.1 ADERÊNCIA QUÍMICA

A aderência é de natureza predominantemente química resultante das forças de atração moleculares entre as fases: ligações primárias – iônicas; covalentes e metálicas – e, secundárias – forças intermoleculares, também denominadas forças de van der Waals[21].

As forças intermoleculares são as principais responsáveis pela aderência da maioria dos materiais multifásicos. Embora possuam menor energia de ligação (da ordem de 50 KJ/mol) em relação às primárias (de 100 a 1000 KJ/mol), as ligações secundárias não são desprezíveis[12]. Essas ligações são fortes o suficiente para explicar a aderência, não sendo necessário a ocorrência de ligações primárias entre os dois materiais para garantir a estabilidade dos mesmos.

A ocorrência de ligações primárias na interface substrato-matriz cimentícia é pouco descrita na literatura pela dificuldade de comprovação. Geralmente, são constatadas pelas alterações morfológicas dos produtos hidratados na interface, principalmente pela quantidade e orientação de cristais de hidróxido de cálcio em matrizes produzidas com agregados reativos[5,22–24] ou polímeros.

Tasong, Cripps e Lynsdale[22] avaliaram a influência de quatro tipos de agregados– basalto, calcário, arenito e quartzito – com propriedades químicas distintas na formação da interface e os resultados mostraram que esses reagem com a matriz cimentícia modificando a estrutura da interface pela formação de diferentes compostos hidratados.

Monteiro e Mehta[23] observaram através de MEV e DRX a redução de cristais de hidróxido de cálcio e menor porosidade da interface com a utilização de agregados carbonáticos. Essa alteração microestrutural da interface foi atribuída à formação de carbonato de cálcio.

O efeito da adição de polímeros em compósitos cimentícios, chapiscos, pinturas (primers), argamassas colantes, tem sido amplamente investigado por apresentar melhoria da aderência[25–32]. Zhao, Zhang e Guan[25] investigaram a influência da incorporação de uma blenda polimérica constituída de álcool polivinílico (PVA) e metil-celulose (MC) na microestrutura matriz-agregado quartzosa. Foi verificada a formação de uma interface mais coesa, sem a presença de hidróxido de cálcio e etringita nos compósitos com a blenda polimérica (PVA + MC). Segundo os autores, isso ocorre pela atração eletrostática e reações químicas entre os grupos polares presentes na blenda e os íons resultantes do ataque superficial do quartzo e da dissolução do cimento, dando origem a uma camada de gel rico em Ca e Si que envolve o agregado.

Alem do citado, existe um grande número de trabalhos publicados a respeito da influência dos polímeros nas propriedades dos materiais à base de cimento, porém pouco se sabe das interações químicas e físicas entre esses materiais que possuem características tão distintas e o quanto podem interferir na aderência.

Atualmente, um dos mais importantes campos de aderência envolvendo ligações químicas é o uso de silanos[c] como tratamento superficial de diferentes tipos de substratos: sílica ativa[34,35]; fibras[36,37]; agregados[38–40]; bases cimentícias[38,39,41]; azulejos[42]. Em todos os casos, foi observado um aumento da aderência, embora o mecanismo de interação não tenha sido amplamente investigado. Segundo Comyn[43] o aumento da aderência pela utilização de silanos ocorre devido à formação de ligações covalentes na interface substrato-matriz.

[c] Os silanos são moléculas poliméricas que contêm dois grupos funcionais: um alcóxido (X) e outro organofuncional (Y) com estrutura geral X_3SiRY. O grupo organofuncional é escolhido pela reatividade ou compatibilidade com o polímero e o alcóxido. Em presença de água é hidrolisável formando moléculas de álcool e grupos silanol (Si-OH). Estes últimos se ligam à superfície do substrato por condensação formando uma ligação que dependendo da natureza do substrato pode ser muito estável[33].

Mansur *et al.*[42] avaliaram a influência de silanos com grupos funcionais distintos (hidroxil; vinil; amina; mercapto; metacrilato; isocianato) aplicados na superfície de azulejo na aderência de argamassas com adição de EVA. Constatou-se que todos os modificadores de superfície, exceto o grupo vinil, aumentaram a aderência azulejo-argamassa e em alguns casos alteraram o modo de ruptura da interface para o interior da argamassa. Tal efeito pode estar associado ao aumento da densidade das ligações por pontes de hidrogênio oriundas da reação entre o silano e os grupos hidroxil do polímero EVA contido na argamassa.

Existem muitos fatores que determinam a eficiência de um polímero e/ou silano como tratamento superficial dos substratos para o incremento da aderência. Dentre as características mais importantes, pode-se citar a reatividade dos grupos funcionais com o substrato, o teor utilizado, a massa molar e fatores externos como temperatura, umidade, natureza e rugosidade do substrato[37,42,32] .

1.1.2 ADERÊNCIA MECÂNICA

Apesar de existirem solida base cientifica demonstrando a natureza química da aderência, a contribuição do intertravamento mecânico não pode ser totalmente afastada. A ocorrência desse mecanismo depende da estrutura física da superfície do substrato e da capacidade de molhamento do produto aplicado sobre o substrato (neste caso, o produto aplicado precisa ser necessariamente liquido), que ainda no estado fresco, esse deve ser capaz de penetrar nas irregularidades superficiais (poros e rugosidade) exercendo a ação de ancoragem após a solidificação.

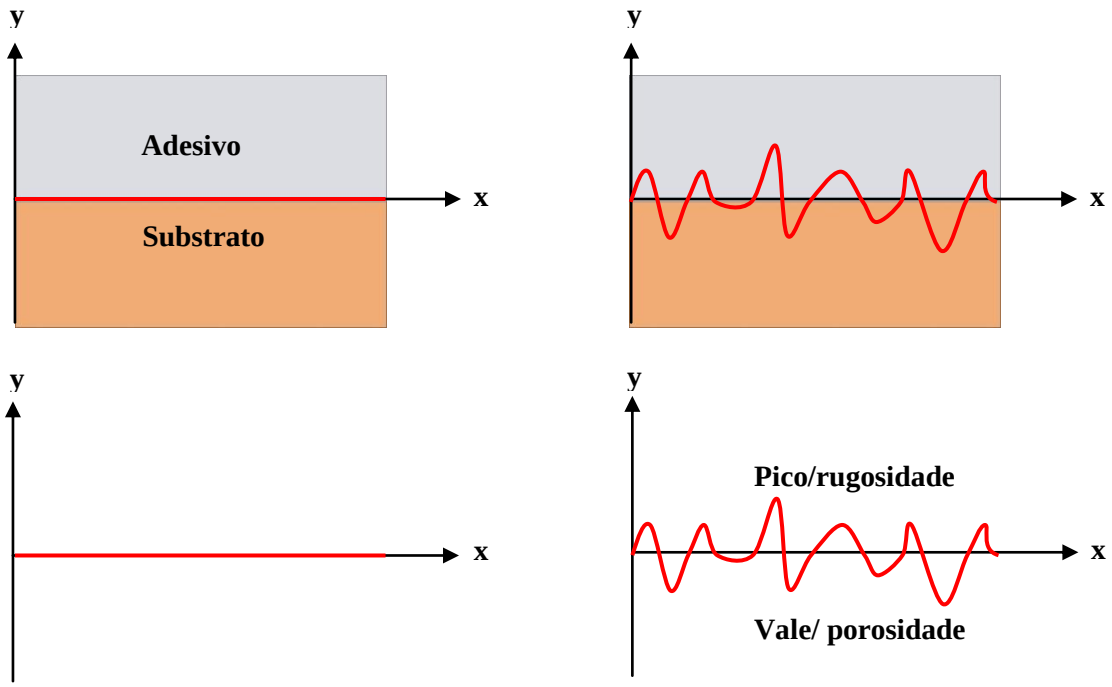
Segundo Von Recum *et al.*[44] a topografia define a morfologia de uma superfície, sendo essa dividida entre **rugosidade** e **textura**. A **rugosidade** é caracterizada por alterações da topografia da superfície incluindo picos e vales com tamanhos e distribuição aleatória. Pode ser resultado da estrutura cristalina do material, do processo de fabricação ou acabamento superficial incluindo: gravação; polimento ou jateamento de areia. **Textura** é qualquer configuração da morfologia da superfície com dimensões e distribuição definidas. Os autores assumem que a **porosidade** pode ser considerada um caso especial de textura[d] consistindo de poros individuais ou interconectados na estrutura do material.

Embora haja pesquisas sobre os métodos de caracterização da rugosidade[e] dos substratos[47,47–51] a análise quantitativa ainda é incipiente e aliada à própria definição de

[d] O trabalho aborda a aderência celular em substratos com porosidade controlada.

[e] Revisões bibliográficas sobre os métodos de quantificação de rugosidade e os parâmetros existentes podem ser obtidas em Santos; Julio[45] e Leach[46], respectivamente.

rugosidade gera dúvidas e divergências de resultados. Isso porque há inúmeros parâmetros de rugosidade e a distinção entre rugosidade e porosidade, que em grande parte é arbitrária, depende da determinação do plano perpendicular à superfície e de um fator de escala. Por exemplo, uma superfície plana perfeita cortada por um plano perpendicular originará um perfil geométrico que será uma linha reta, como mostrado na Figura 1.1a. Numa superfície irregular, o perfil apresentará picos e vales; geralmente, o que está abaixo do plano é denominado vale (porosidade) e o que está acima, pico (rugosidade) – Figura 1.1b. Essas definições dependem do plano estabelecido.



(a) Superfície lisa (b) Superfície irregular

Figura 1.1 – Representação esquemática do plano superficial do substrato (a) superfície lisa sem poros e (b) superfície irregular (rugosidade+porosidade).

O modelo do intertravamento mecânico não pode ser considerado universal porque não considera os fatores que ocorrem em nível molecular na interface adesivo/substrato[12,17,52]. Numa superfície topográfica idealizada, perfeitamente lisa, tal como mostra a Figura 1.2a, a aderência é essencialmente química, não havendo parcela mecânica, pois não há qualquer tipo de penetração da matriz no substrato. Isso também ocorre em algumas superfícies topográficas irregulares, se os esforços aplicados forem perfeitamente normais ao plano[f], tais como os exemplos mostrados nas Figuras 1.2 (b) e (c). Nestes dois casos, o aumento da aderência pode ser atribuído simplesmente ao acréscimo de área de contato interfacial, pois se

[f] A aderência descreve somente os fenômenos nos quais uma força normal é necessária para separar os materiais. Em esforços não normais há efeitos de atrito oriundos das forças de cisalhamento ou deslizamento[9].

não houvessem ligações químicas haveria apenas o encaixe entre as fases. De fato, o travamento mecânico só irá ocorrer se o substrato apresentar irregularidades que permitam a ancoragem do adesivo, tal como exibem as Figuras 1.2 (d) e (e).

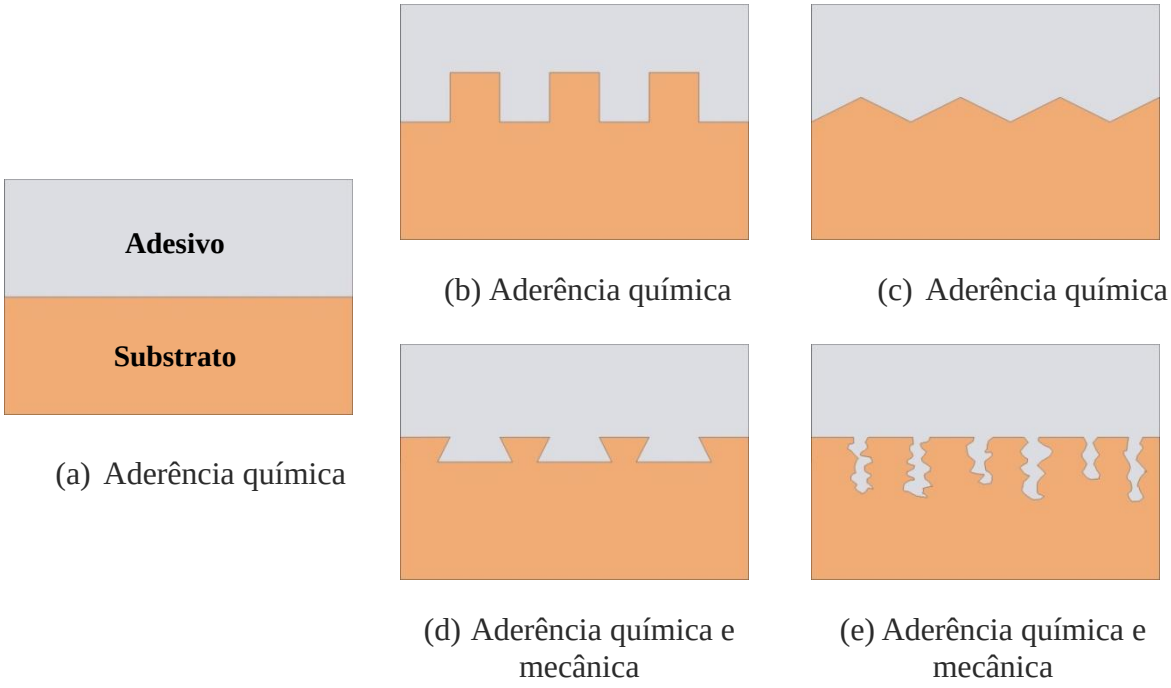


Figura 1.2 – Representação esquemática dos mecanismos de aderência adesivo-substrato. Observa-se que a aderência química ocorre em todas as situações e a área de contato da superfície lisa (a) é menor que a das demais; (d) e (e) somente podem ser obtidos com uma das fases no estado liquido.

Na prática, nenhuma superfície é perfeitamente plana e irá depender da escala de observação: Em baixa ampliação a superfície é plana, mas quando a ampliação é aumentada verificam-se alterações na topografia da mesma: rugosidade e poros. A Figura 1.3 mostra como exemplo a superfície de um bloco cerâmico obtida por perfilometria óptica com magnificação de 5x. Nota-se que na medida em que o perfil é ampliado diferentes níveis de rugosidade são observados. Aumentando-se a magnificação em 100 x observa-se, na Figura 1.4, que nenhuma superfície é perfeitamente plana.

Além disso, a superfície pode ser composta por várias escalas de rugosidade[48,49,53] devido aos diferentes processos a que foi submetida. A aplicação de tratamentos superficiais como chapiscos em sistemas de revestimento ou métodos abrasivos como lixamento, apicoamento ou jateamento, em sistemas de reparo passam a ser uma solução técnica para aumentar a área de contato[17] substrato-matriz. No entanto, o ganho de aderência só será efetivo se o adesivo recobrir toda a superfície do substrato, garantindo o contato molecular – tal como será discutido posteriormente.

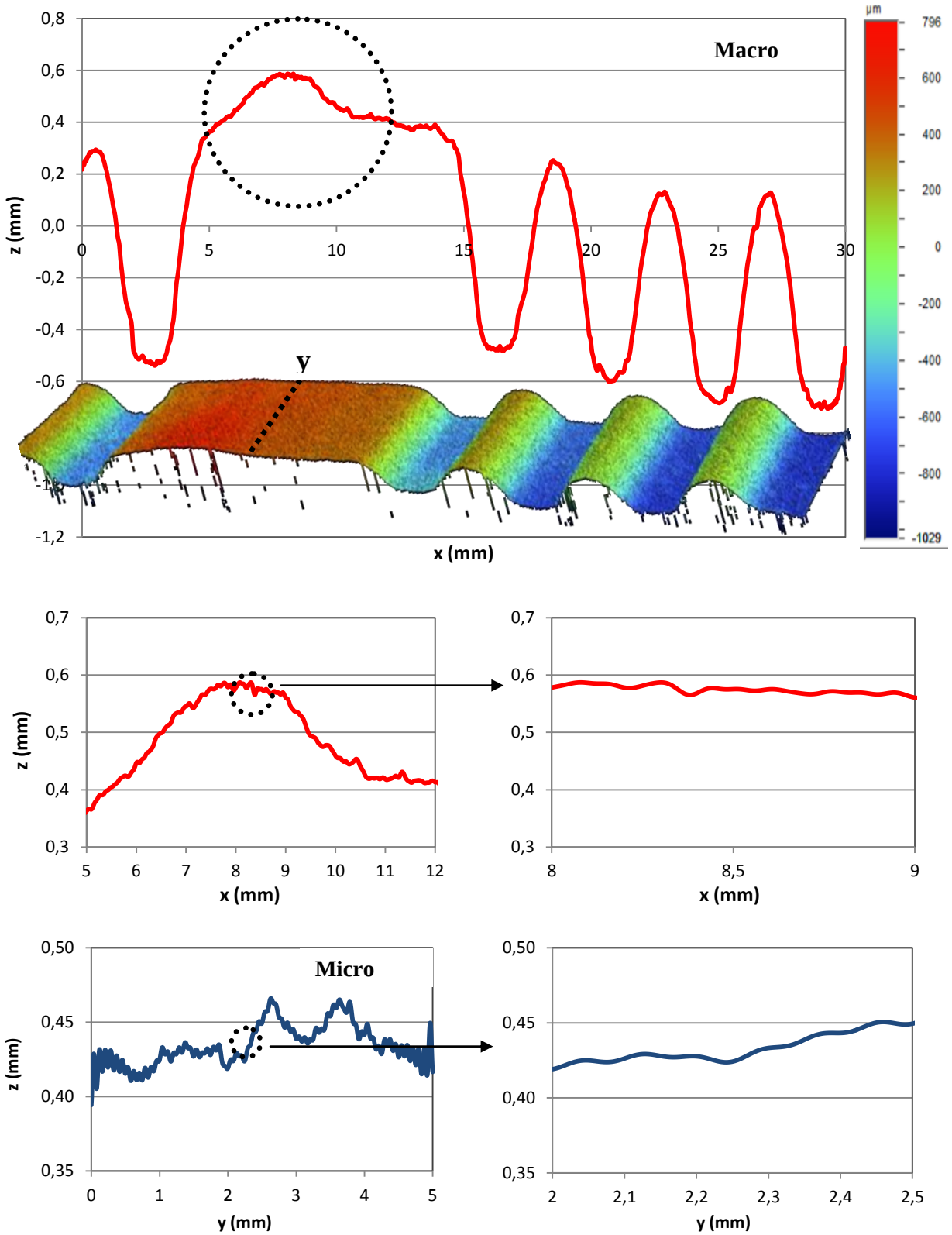


Figura 1.3 – Exemplo de um perfil de rugosidade de um bloco cerâmico disponível no mercado nacional mostrando a natureza multiescala das irregularidades superficiais obtido com perfilômetro óptico digital (*NPflex – Bruker*) - ampliação 5x.

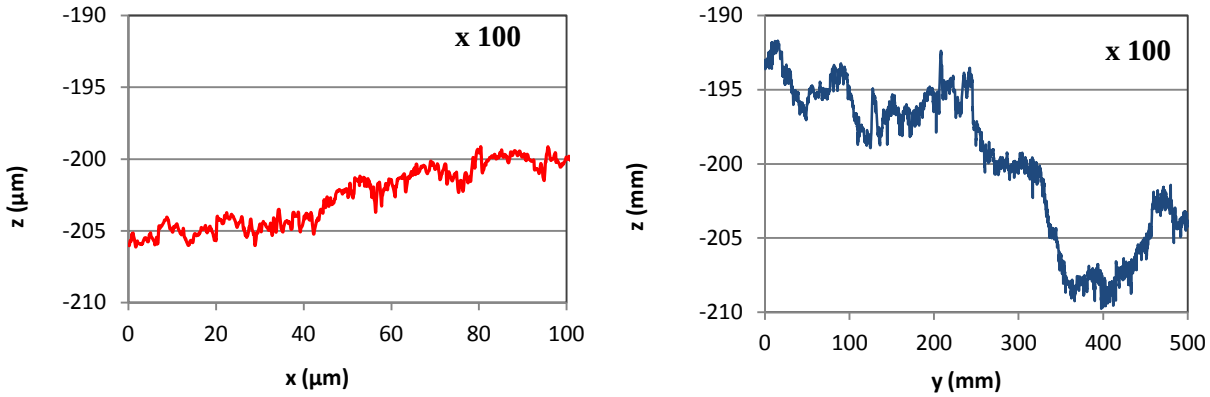


Figura 1.4 – Perfil de rugosidade de um bloco cerâmico comercialmente denominado liso, sem ranhura, numa magnificação de 100x. Observa-se que na prática nenhuma superfície é perfeitamente plana, depende da escala de observação.

1.1.2.1 Penetração de matriz em substratos porosos

Como dito anteriormente, a teoria do intertravamento mecânico é difundida na área de argamassas como o principal mecanismo de aderência[6,14,15]. Segundo a mesma, a aderência é resultado da ancoragem mecânica da pasta nos poros do substrato, ou seja, parte da matriz ou da água de amassamento contendo o ligante é succionada pelos poros do substrato onde ocorre a consolidação (Figura 1.5a). Esta teoria não explica a aderência a superfícies planas e sem poros; associando a baixa porosidade do substrato à baixa aderência (Figura 1.5b).

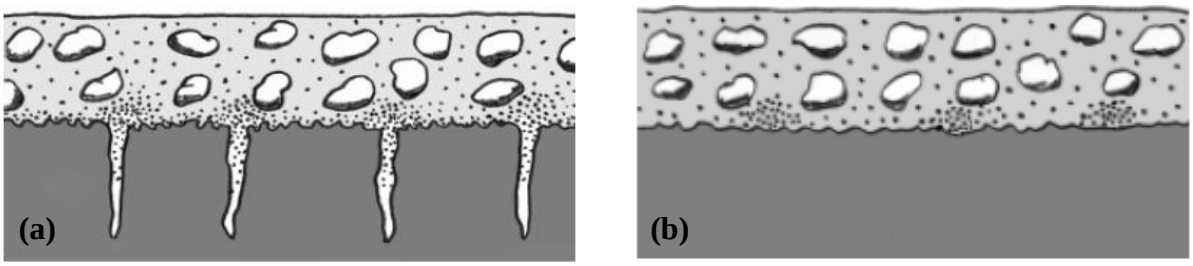


Figura 1.5 – Mecanismo de intertravamento mecânico da matriz nos poros e rugosidade do substrato (a) aderência adequada devido à penetração da matriz nos poros do substrato e (b) Aderência inadequada devido à baixa porosidade do substrato. Fonte: http://www.comunidadedaconstrucao.com.br/upload/ativos/279/anexo/ativosmanu.pdf, p. 7-8.

A penetração de partículas e a precipitação de cristais no interior dos poros e/ou rugosidade do substrato irá depender da geometria dos poros e das partículas. Se a seção das irregularidades superficiais for menor ou igual à das partículas irá ocorrer o entupimento Adicionalmente, é de se esperar que as partículas sedimentem na superfície do substrato levando a um processo de filtração da matriz. É mais provável – e está comprovado que o efeito de sucção provoca a migração de íons para o interior do substrato. Se a concentração de íons for elevada e houver espaço disponível haverá a precipitação dos hidratos e, depois de

algum tempo, esses precipitados intracapilares poderão exercer a ação de ancoragem matriz-substrato.

Zhang e Gjørv[54] investigaram a penetração de partículas de cimento e sílica nos poros de agregados reciclados. Cimento e sílica foram misturados com álcool durante 2 ou 3 min, e então misturados com agregado cerâmico reciclado por 10 min. Os agregados foram secos, cortados transversalmente e impregnados com epóxi. Utilizando técnicas de microscopia eletrônica de varredura e análises de raios X, os autores verificaram que as partículas recobriram os poros abertos da superfície do substrato. As partículas de sílica cuja granulometria é menor que o cimento propiciou maior recobrimento da superfície. No entanto, não houve a penetração de partículas no interior dos poros.

Grandet[6], pioneiro no estudo de aderência argamassa-bloco cerâmico, demonstrou que uma parcela importante dos poros não participa da aderência do tipo mecânica por possuírem dimensão inferior ao das partículas presentes na mistura.

Carasek[14] com auxílio de microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS) observou:

> "nas imagens da superfície do substrato, após a fratura na zona de contato, a existência de uma camada de pasta aglomerante remanescente, de espessura entre 50 e 200 μm. Nas regiões onde esta pasta era encontrada em maior quantidade foi observada a presença de três tipos de produtos de hidratação, que pela composição química e morfologia foram identificados como sendo provavelmente gel de C-S-H, hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio (calcita). Esses produtos parecem estar apenas depositados na superfície do bloco, **não mostrando evidências de que penetrem no interior dos poros do substrato.** Por outro lado, em regiões da superfície fraturada com menos pasta aglomerante, foram observadas estruturas em forma de hastes pontiagudas que **parecem nascer no interior dos poros do substrato evidenciando a penetração**. Essas estruturas ricas em cálcio e enxofre foram identificadas como cristais de etringita (p. 204-205, grifo nosso)."

A autora atribuiu à elevada concentração de cálcio, enxofre, alumínio e ferro no interior dos substratos cerâmicos a profundidades entre 100 e 1600 μm e, em decorrência disto a precipitação de cristais de etringita, como mecanismo principal da aderência substrato-argamassa. Esta concentração de espécies químicas no interior do substrato pode ser oriunda da água absorvida pelos poros após filtragem – mecanismo que será discutido posteriormente.

Carvalho Jr[15] empregando fluorescência de raios X e MEV-EDS mediu a profundidade de penetração da pasta no interior dos blocos cerâmicos por meio da concentração de cálcio,

após a abrasão sucessiva da superfície. Os resultados mostraram a presença do cálcio nos primeiros 500 µm do contato argamassa-bloco cerâmico, com redução da concentração após 6 µm de profundidade. Com o uso do MEV-EDS, ora foi observado maior quantidade deste elemento em pontos mais distantes da interface ora nesta região.

Embora haja indícios de penetração de matriz cimentícia nos poros do substrato, ainda não há uma comprovação da ocorrência desta precipitação no interior dos poros apenas a constatação de que espécies químicas típicas do cimento migram para a base. As imagens encontradas na literatura[15;55] são da superfície do substrato após a retirada da matriz, como exemplificam as Figuras 1.6 e 1.7.

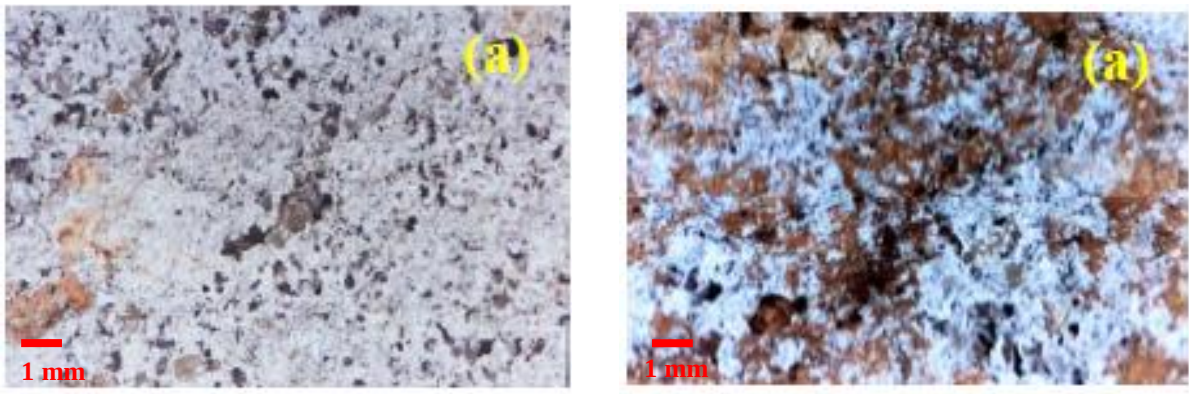


Figura 1.6 – Micrografias ópticas da superfície do bloco cerâmico após a retirada da argamassa. Nota-se uma grande quantidade de poros com diâmetro superior a 1 mm não preenchidos com argamassa. Fonte: Sugo[55].

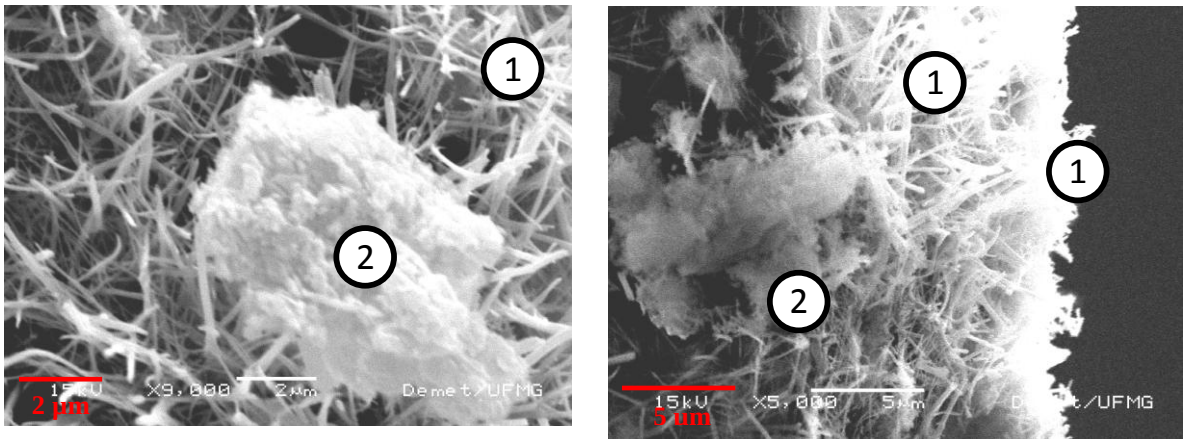


Figura 1.7 – Micrografias da superfície do bloco cerâmico após a retirada da argamassa. Em ambas as figuras observa-se a presença de etringita (1) em maior proporção e, calcita (2). Fonte: Carvalho Jr[15].

A contribuição dos produtos hidratados que penetram no substrato para a resistência de aderência também irá depender do volume de material nos poros e da resistência mecânica desses produtos. Por exemplo, supondo que a porosidade superficial da base seja igual à porosidade interna do material – condição extremamente favorável – e que todos os poros

sejam preenchidos por produtos hidratados, a aderência poderia ser atribuída somente à ancoragem mecânica, mesmo sabendo que a porosidade interna de substratos geralmente não ultrapassa 40%? Se admitirmos que a contribuição da penetração de partículas nos poros para a aderência é pequena, é necessário buscar outras explicações a respeito do papel dos poros para a aderência.

1.2 CONTATO SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA

O contato entre superfícies determina a intensidade das ligações na interface: na medida em que a distância entre elas aumenta, a intensidade das ligações cai rapidamente, isto é, quando as moléculas estão próximas as forças intermoleculares são elevadas, mas por menor que seja a separação essa força é reduzida significativamente ($F \approx 1/r^6$)[10]. Esse pequeno intervalo de ação, além de tornar a execução de medidas extremamente difícil, faz com que qualquer defeito interfacial reduza significativamente a aderência[9].

Se não houver contato a nível molecular não há aderência[1]– tal condição gerou na área de argamassas o conceito de extensão de aderência que, na verdade, reflete a quantidade de defeitos, fissuras e, bolhas de ar na interface. A redução da aderência em função da taxa de defeitos na interface argamassa-substrato foi observada por Carasek[14]; Sugo[55]; Carasek *et al*.[56]; Pretto[50]; Sotlz[57]; Antunes[58] para argamassas e substratos com diferentes composições.

Antunes[58] analisando a interface substrato-argamassa quantificou por meio de microscopia óptica a taxa de macrodefeitos (defeitos na escala micro e nano foram ignorados) na interface e, depois correlacionou com ensaios de resistência de aderência à tração. A autora verificou uma tendência de redução da aderência em função da taxa de macrodefeitos na interface, ou seja, quanto maior a quantidade de defeitos na interface menor a resistência de aderência, vide Figura 1.8.

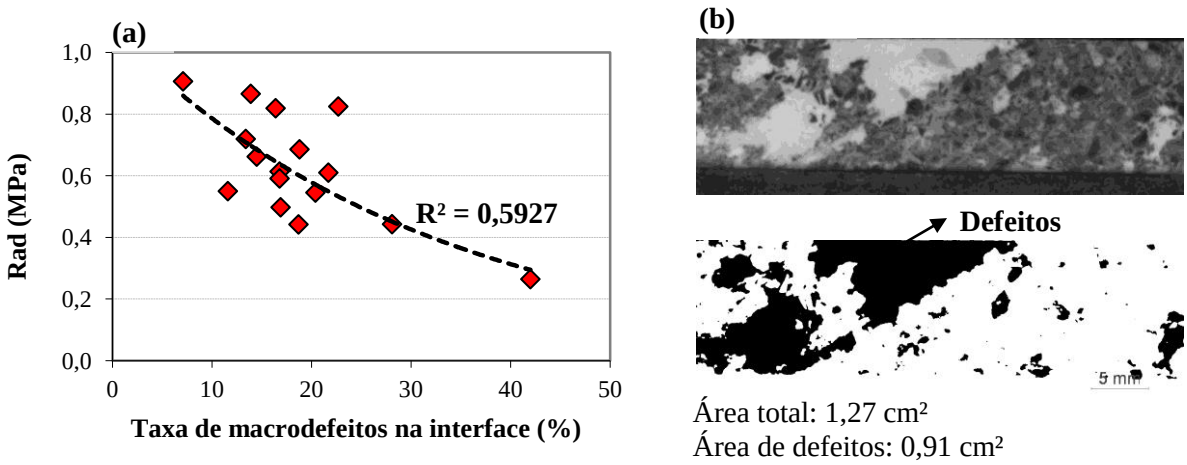
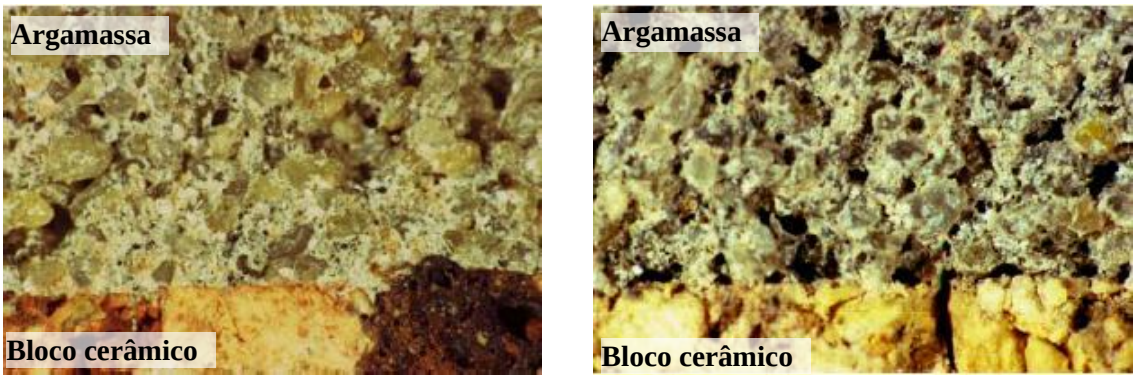


Figura 1.8 – (a) Resistência de aderência em função da taxa de macrodefeitos na interface substrato cimentício-argamassa, considerando diferentes tipos de matrizes e altura de lançamento e (b) um exemplo de imagens obtidas para avaliação da taxa de macrodefeitos na interface. Fonte: Antunes[58].

Nessa mesma linha, Sugo[55] analisou o grau de contato entre a argamassa, com e sem o uso de aditivo incorporador, e bloco cerâmico por ensaios de microscopia óptica e resistência de aderência (Figura 1.9). O autor verificou uma redução de 68% de resistência de aderência para as argamassas com maior concentração de incorporador de ar; a forma de ruptura predominante ocorria na interface argamassa/bloco cerâmico ao contrário da argamassa sem aditivo que rompeu por coesão; a queda da aderência foi justificada pela maior quantidade de defeitos na interface pela utilização do incorporador de ar na argamassa, como mostrado na Figura 1.9b.



(a) Argamassa sem incorporador de ar (b) Argamassa com incorporador de ar

Figura 1.9 – Micrografia da interface argamassa/substrato cerâmico: (a) argamassa sem aditivo incorporador de ar; e, (b) com incorporador de ar (0,41 $mL_{AIA}/kg_{cimento}/kg_{água}$). Fonte: Sugo[55].

Sotlz[57] comparou argamassas com diferentes teores de aditivo incorporador de ar (0%; 0,2% e 0,5% em relação à massa de cimento) e verificou que a resistência de aderência diminuía com o aumento do teor de incorporador de ar, com decréscimos de 14 a 48% para um mesmo tipo de substrato.

Pesquisas levantam a hipótese de que o uso de incorporador de ar em matrizes cimentícias reduz a aderência, pois as bolhas de ar tendem migrar para a interface aumentando a taxa de defeitos ou reduzindo o contato[14,47,55]. No entanto, ainda não há estudos que comprovem a migração das bolhas para a interface.

A presença de contaminação na superfície (água, óleos, poeiras[9,21]) reduz a aderência, pois impede o contato molecular com a matriz. Por exemplo, a aderência entre superfícies é superior quando o contato inicial é realizado em ambiente de vácuo comparado ao ar[9].

Carvalho Jr.[15] mediu o efeito da aplicação de três tipos de contaminantes (pulverulência; saibro e óleo) na superfície de substratos cerâmicos e cimentícios antes da aplicação da argamassa para a aderência. O autor verificou que todas as sujidades reduziram significativamente o valor médio da resistência de aderência à tração; na base impregnada com óleo o valor não ultrapassou 0,02 MPa. Esta observação é coerente com a teoria de aderência química, pois a contaminação das superfícies impede o contato intermolecular base-argamassa, causando um ligeiro afastamento entre as superfícies, o que provoca uma diminuição significativa da aderência. O efeito foi mais pronunciado nas bases com óleo porque a água não adere a superfícies apolares, tais como óleos, graxas e gorduras.

A topografia da superfície do substrato poderá influenciar no contato substrato-adesivo podendo impedir o total recobrimento da mesma minimizando a área de contato e consequentemente a aderência (Figura 1.10). Os modelos de contato mecânico existentes assumem que a área de contato real é sempre menor que a nominal[59], exceto quando o adesivo recobrir toda a topografia do substrato.

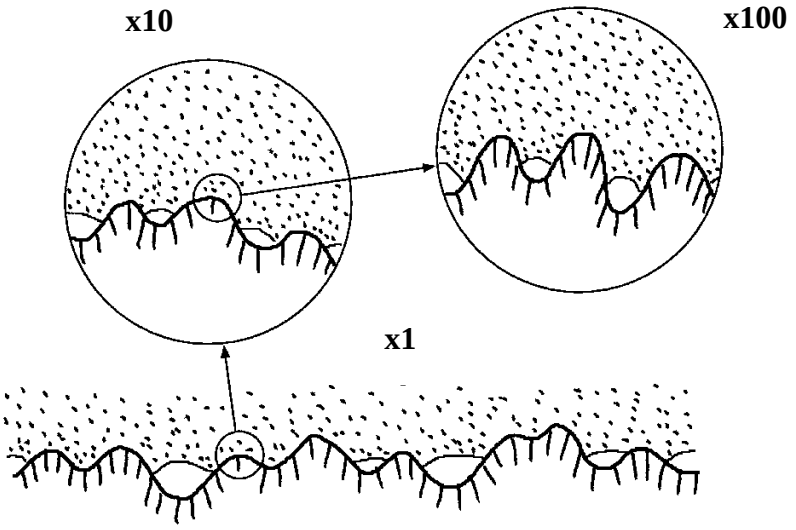


Figura 1.10 – Contato substrato-adesivo. A natureza multiescala da topografia da superfície do substrato dificulta o contato molecular com o adesivo. Nota-se que na medida em que a área de contato é ampliada menor a área de contato real, isto é, quando a magnificação é aumentada observa-se que na realidade somente o contato parcial ocorre. Fonte: Persson[59].

O aumento do contato molecular entre partículas e/ou superfícies também pode ser obtido por meio da compactação e melhora do empacotamento, pois em ambos os casos há uma redução dos vazios intersticiais. Na compactação dos materiais granulares, com o acréscimo da força aplicada, ocorre uma redução da porosidade porque as partículas são forçadas umas contra as outras. A aproximação das partículas passa por três estágios: (1) reorganização dos grânulos – nesta etapa há um aumento do empacotamento; (2) redução dos vazios entre os grãos, seja por deformação ou ruptura; e (3) ausência da porosidade intergranular – ocorre o contato molecular nos pontos de contato[9]. Por exemplo, o brometo de potássio quando compactado entra em contato molecular formando um material sólido transparente utilizado para a realização de ensaios de espectroscopia de infravermelho.

Rosseto[60] obteve resistências mecânicas elevadas com a compactação do pó de cimento Portland com água (numa relação água/sólidos igual a 0,15) e de misturas de argamassas. Neste último caso, a resistência à compressão variou de 12 a 88,7 MPa em função da relação cimento/areia (10 – 30%); água/sólidos (4,5 – 8,5%) e da pressão aplicada (30 – 70 MPa).

Para que haja total recobrimento da superfície deve haver compatibilidade entre a dimensão das partículas e as características reológicas da matriz com a topografia do substrato e energia de aplicação. Alguns relatos sobre perda de aderência associada à rugosidade do substrato e a uma reologia inadequada da matriz são verificados na literatura[47,50,55,56]. A Figura 1.11 mostra a presença de defeitos na matriz e na interface agregado e argamassa em concretos e, as Figuras 1.12 (a) e (b) mostram exemplos típicos destes defeitos na interface argamassa-substrato e na interface chapisco-argamassa.

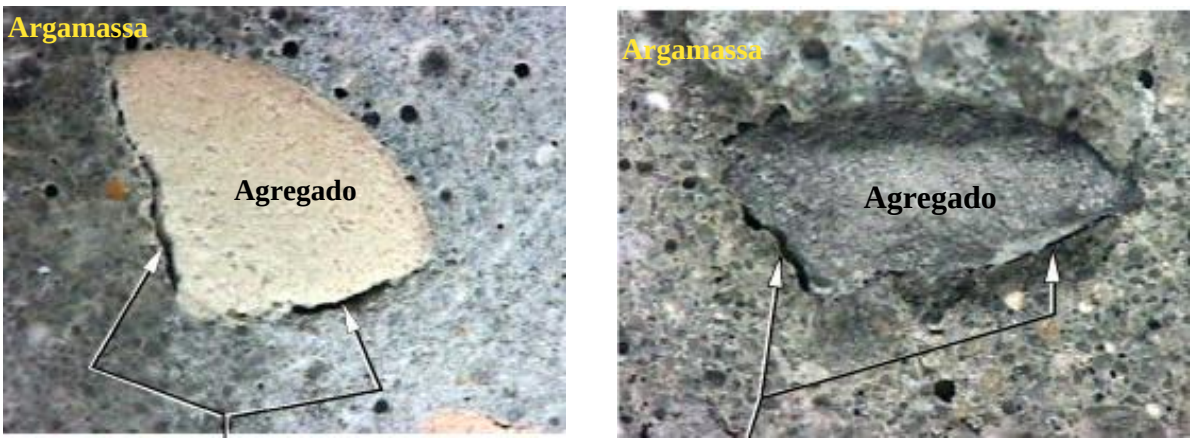
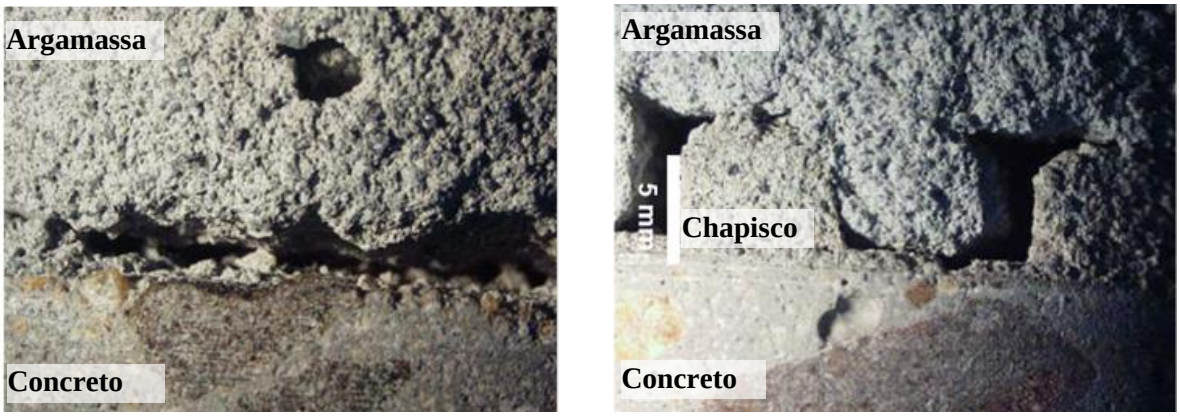


Figura 1.11 – Defeitos interfaciais em concretos confeccionados com diferentes agregados pela falta de contato entre a argamassa e o agregado graúdo. Fonte: Rocco; Elices[61]. Além da redução volumétrica da matriz cimentícia, a retração também pode ocasionar fissuras impedindo o contato molecular.

Observa-se na Figura 1.12b que mesmo um chapisco que, utilizado como alternativa para ampliar a área superficial do substrato, também pode diminuir a aderência se o contato entre as superfícies for ineficiente.



(a) Interface substrato-argamassa (b) Interface substrato-chapisco-argamassa

Figura 1.12 – Defeitos na interface oriundos da combinação inadequada entre a reologia da matriz e a rugosidade do substrato (a) Interface substrato-argamassa; (b) Interface substrato-chapisco-argamassa. Fonte: Pretto[50].

1.2.1 MOLHAMENTO – SUPERFÍCIES IDEAIS

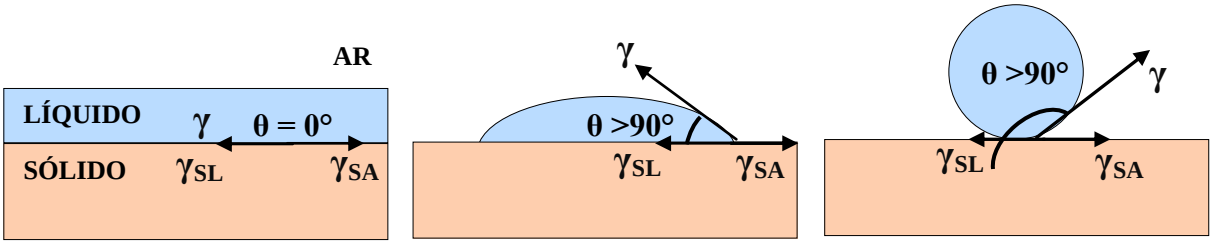
O contato molecular é obtido através do molhamento do sólido pelo líquido, ou seja, ainda no estado fluido o adesivo deve molhar e espalhar pela superfície do substrato formando uma interface sem defeitos após a consolidação.

O processo de molhamento envolve o equilíbrio entre as fases quando estas são colocados em contato e a cinética entre as tensões interfaciais para criação de uma nova área interfacial. O mesmo pode ser estimado pela relação entre o ângulo de contato e as tensões superficiais das fases sólida, líquida e vapor – equação de Young-Dupré (Equação 1.1):

$$\gamma_{SA} = \gamma_{SL} + \gamma_{LA} \cos\theta \qquad \text{(Equação 1.1)}$$

em que γ_{SA} é a tensão interfacial sólido/ar; γ_{SL} é a tensão interfacial sólido/líquido e γ_{LA} é a tensão interfacial líquido/ar. Para líquidos o ângulo de contato pode ser determinado experimentalmente por goniômetro ou indiretamente pelo método de Wilhelmy. Não existe dados disponíveis para suspensão

Se $\theta = 0°$, o líquido molha completamente o sólido, a superfície é denominada super-hidrofílica (Figura 1.13a). Para um ângulo de contato $\theta < 90°$, a superfície é denominada hidrofílica e apresenta molhabilidade parcial (Figura 1.13b). Quando o ângulo de contato aumenta $90° < \theta < 120°$, a energia da superfície diminui, o líquido não molha a superfície, tornando-a hidrofóbica (Figura 1.13 c).



$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV}$ **(a) Molhamento total**

$\gamma_{SV} < \gamma_{SL} + \gamma_{LV}$ **(b) Molhamento parcial**

$\gamma_{SV} > \gamma_{SL} + \gamma_{LV}$ **(c) Não-molhante ou Secagem**

Figura 1.13 – Condições de molhamento previstas pela Equação de Young (a) superfície super-hidrofílica – molhamento total do substrato pelo líquido; (b) superfície hidrofílica – molhamento parcial e (c) superfície hidrofóbica – o líquido não molha o substrato.

O molhamento também pode ser descrito pela minimização da energia livre ou pela maximização do trabalho de adesão. A energia interfacial do sistema deve diminuir durante o processo em que uma unidade de área da interface sólido/ar é substituída por outra do tipo sólido/líquido. Em outras palavras, a força de adesão sólido-líquido deve ser maior que a de coesão do líquido para que haja o completo molhamento. De tal modo que a energia livre de superfície para o completo molhamento seja dada pelo coeficiente de espalhamento de equilíbrio (S_{eq}) indicado na Equação 1.2:

$$S_{eq} = \gamma_{SA} - \gamma_{SL} - \gamma_{LA} \qquad \text{(Equação 1.2)}$$

Quando $S_{eq} > 0$, a variação da energia livre do sistema é negativa e o sólido será molhado completamente pelo líquido. Por outro lado, quando $S_{eq} > 0$, o líquido molhará parcialmente o sólido assumindo formas para as quais a energia livre do sistema seja mínima. O molhamento será favorecido em sólidos com alta energia e líquidos de baixa energia livre de superfície (baixa viscosidade).

De modo análogo, para superfícies não molhantes pode se definir um parâmetro de secagem[g] (D) que é igual a:

$$D = \gamma_{SA} - \gamma_{SL} - \gamma_{LA} \qquad \text{(Equação 1.3)}$$

Se $D > 0$ haverá a formação de um filme de ar entre o sólido e o líquido impedindo o contato de ambos. Isso irá ocorrer, por exemplo, se uma gota de água é depositada na superfície do sólido cuja temperatura é superior a temperatura de resfriamento do líquido. Este caso extremo de completa secagem é denominado *efeito de Leidenfrost*.

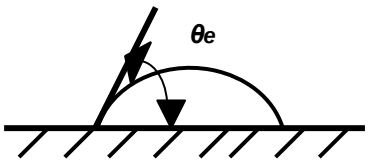
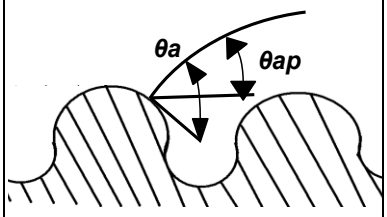
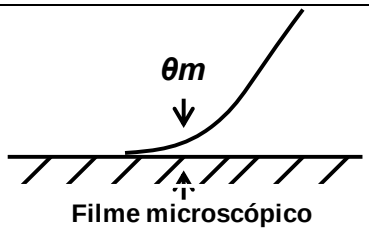
g Neste caso, não se refere à evaporação do líquido embora possa ocorrer em função do tempo de contato.

Efeito semelhante ocorre nas superfícies hidrofóbicas, o aumento do ângulo de contato provoca a repelência da água. Ângulos de contato superiores a 120° caracterizam as superfícies super-hidrofóbica que tem sido de grande aplicação prática por conferir propriedades autolimpantes e anticontaminantes nas superfícies. A alteração das mesmas por tratamentos com plasma, silanização e o desenvolvimento de nanoestruturas geométricas da superfície tem sido estudada para obtenção de propriedades de molhamento específicas.

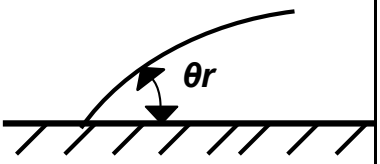
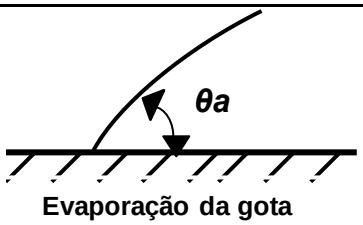
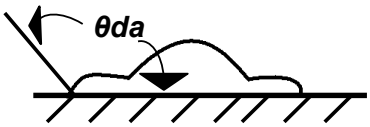
1.2.2 MOLHAMENTO – SUPERFÍCIES NÃO IDEAIS

O ângulo de contato pode ser modificado pelas características superficiais do sólido, como rugosidade e a presença de poros capilares, pela heterogeneidade química, temperatura e tempo de contato sólido-fluido, levando a valores que diferem significativamente do valor de equilíbrio obtido pela Equação de Young-Dupré (Equação 1.1). A Tabela 1.2 apresenta vários ângulos de contato descritos na literatura com as condições que os afastam do comportamento ideal.

Tabela 1.2 – Definições dos ângulos de contato. Adaptado de Bernadin *et al*.[62]

	Ângulo de contato	***Representação esquemática***	***Definição***
Estático	Equilíbrio (θ_e)		Definido pela Equação de Young-Dupré: $\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV}\cos\theta$ aplica-se a uma superfície sólida idealmente plana, homogênea, com sistema isento de contaminação.
	Aparente macroscópico (θ_{ap} ou θ^*)		Ângulo de contato formado pela extrapolação da interface macroscópica líquido-vapor em relação à superfície sólida. Influenciado pela rugosidade da superfície, o seu valor depende da posição da linha de contato onde as três interfaces se interceptam.
	Microscópico (θ_m)		Ângulo de contato de equilíbrio real que existe no filme precursor microscópico nas proximidades (1 μm) da linha de contato aparente.

Continuação Tabela 1.2 – Definições dos ângulos de contato. Adaptado de Bernadin *et al*.[62]

	Ângulo de contato	*Representação esquemática*	*Definição*
Estático	Recuo (θ_r)		Ângulo de contato obtido quando o líquido se retrai e, em seguida, retorna a sua posição inicial. Exemplo: movimentação da linha de contato ocasionada pela evaporação.
	Avanço (θ_a)		Ângulo de contato obtido quando o líquido avança e depois repousa sobre uma superfície inicialmente seca e limpa.
Dinâmico	Dinâmico (θ_d)		Ângulo de contato de não equilíbrio resultante da dinâmica de espalhamento do líquido na superfície sólida. O movimento do líquido é oriundo de tensões superficiais em desequilíbrio ou forças externas.

Um dos critérios fundamentais para a determinação do ângulo de contato é a definição do tempo de leitura após o contato líquido-sólido. Como mostrado na Tabela 1.2, numa situação estática assume-se uma posição de equilíbrio gota-sólido para um tempo pré-estabelecido. A posição da gota sobre a superfície, no entanto, pode variar ao longo do tempo, devido às diferenças de temperatura e das tensões superficiais do líquido – situação dinâmica. Mesmo as irregularidades da superfície não consideradas na literatura podem alterar esta posição, como por exemplo, os efeitos de capilaridade que podem absorver a gota rapidamente. Tais irregularidades interferem na magnitude da energia de superfície e, consequentemente na capacidade de molhamento líquido-sólido. Dois modelos são utilizados para descrever a influência da rugosidade e da porosidade da superfície no ângulo de contato: modelo de Wenzel e o modelo de Cassie-Baxter, respectivamente.

1.2.2.1 Superfícies rugosas

Uma gota colocada sobre uma superfície rugosa irá espalhar na superfície até que ela encontre uma configuração de equilíbrio caracterizada por um ângulo de contato aparente (θ^*), como mostra a Figura 1.14. Segundo Wenzel, na medida em que o líquido avança sobre a superfície sólida rugosa, a interface líquido/ar é substituída por uma interface sólido/líquido de mesma área de superfície. A rugosidade irá aumentar a energia interfacial sólido-líquido e

sólido-ar num fator de rugosidade (r). Assumindo a condição de energia mínima, o ângulo de contato aparente (θ^*) é dado pela Equação 1.4:

$$\cos\theta^* = r\cos\theta \qquad \text{(Equação 1.4)}$$

em que r equivale à razão entre a área da superfície real e a área da superfície projetada no plano e θ o ângulo de contato obtido pela Equação 1.1.

A Equação 1.4 pressupõe que a rugosidade aumenta a molhabilidade: se $r > 1$ um sólido hidrófilo se torna mais hidrófilo, pois $\theta^* < \theta$; e um sólido hidrófobo apresenta maior hidrofobicidade, pois $\theta^* > \theta$. De acordo com Quèré[63], embora estas tendências geralmente sejam observadas, a Equação 1.4 não pode ser adotada como quantitativa, uma vez que não há nenhuma restrição para o fator de rugosidade que pode ser arbitrariamente grande indicando o completo molhamento ($S_{eq} > 0$) ou a secagem completa ($D > 0$). Além disso, quando o líquido se espalha sobre a superfície nem sempre a irregularidade será preenchida pela gota, irá depender da relação volumétrica gota/irregularidade e da viscosidade do mesmo.

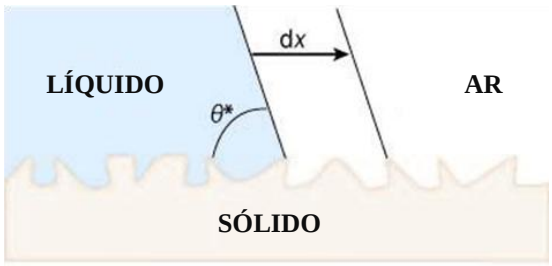


Figura 1.14 – Modelo de Wenzel – O ângulo de contato aparente (θ^*) pode ser obtido pela variação de energia de superfície devido a um pequeno deslocamento da linha de contato na medida em que o líquido se espalha nas irregularidades da superfície. Fonte: Quèré[63].

1.2.2.2 Superfícies porosas

A partir do estudo de Wenzel sobre a influência da rugosidade de uma superfície no ângulo de contato, Cassie e Baxter[64] estenderam a análise a superfícies porosas. Partiram do princípio que uma gota não molha toda a extensão de contato de uma superfície rugosa, assim parte da interface sólido-líquido é composta por uma interface líquido-ar.

Os autores consideraram que a energia gasta (E_D) para formar uma unidade de área geométrica da interface é dada pela Equação 1.5:

$$E_D = f_1(\gamma_{SL} - \gamma_{SA}) + f_2\gamma_{LA} \qquad \text{(Equação 1.5)}$$

em que f_1 é a área total da interface sólido-líquido e f_2 é a área da interface líquido-ar. Combinando a Equação 1.5 com a Equação de Young-Dupré (Equação 1.1) tem-se que o

ângulo de contato aparente (θ_D) é igual a:

$$\cos\theta_D = f_1 \cos\theta_A - f_2 \quad \text{(Equação 1.6)}$$

Quando a superfície é rugosa, mas não porosa f_2 é igual a zero e a equação 1.6 reduz-se a equação de Wenzel para ângulo de contato de uma superfície rugosa com fator de rugosidade f_1 .

O aumento da interface líquido-ar é a principal causa dos defeitos interfaciais da fase sólida após a consolidação do líquido. O fluido poderá penetrar nos poros ou ficar sobre essas irregularidades alterando a área de contato efetivo como exemplificado nas Figuras 1.9; 1.11 e 1.12 e, consequentemente reduzindo a aderência.

1.2.2.2.1 Capilaridade

Quando um tubo cilíndrico é colocado em contato com o líquido haverá a formação de um menisco devido à diferença de pressão entre a fase líquida e o ar presente nos poros, definida pela Equação de Young-Laplace (Equação 1.7):

$$\Delta p = \frac{2\gamma_L \cos\theta}{r} \quad \text{(Equação 1.7)}$$

sendo: $\Delta p = p_0 - p_L$, em que p_0 é a pressão atmosférica e p_L a pressão do líquido; r o raio do poro capilar e θ o ângulo de contato formado entre a parede do poro/líquido.

A Equação de Young-Laplace mostra que o líquido irá penetrar no poro se θ <90°, ou seja, se a energia de superfície do sólido for menor molhado do que seco. Uma película de água de espessura molecular avança pela parede do capilar eliminando a interface líquido-ar. Se θ > 90°, a absorção não é favorável e o líquido é expelido do tubo. A equação também mostra que na medida em que o raio do poro diminui maior a força capilar.

Não prevê, no entanto, a influência da viscosidade do líquido na velocidade de escoamento. Tais considerações foram inseridas por Poiseuille considerando o fluxo em capilares horizontais em contato com líquido em uma extremidade e com o ar na outra pela Equação 1.8[h]:

$$Q = \frac{r^4 \pi \Delta p}{8 l \eta} \quad \text{(Equação 1.8)}$$

sendo: Q a taxa de fluxo; l é comprimento do tubo e η a viscosidade do líquido.

[h] No caso de capilares verticais deve-se considerar o peso do líquido que se opõe à sucção capilar.

A combinação da equação de Poiseuille com a de Young-Laplace é utilizada para descrever a altura de ascensão capilar de um líquido no interior de tubo cilíndrico a temperatura constante num dado tempo pela Equação de Washburn (Equação 1.9):

$$l^2 = \frac{r\gamma_L \cos\theta t}{2\eta} \qquad \text{(Equação 1.9)}$$

em que l é a altura de ascensão capilar no tempo t.

Se considerarmos um substrato poroso representado por capilares paralelos com raios diferentes, perpendicular à superfície de um líquido, o líquido será absorvido com uma força elevada pelos capilares finos, porém em maior velocidade e quantidade pelos capilares maiores. Logo, a capacidade de absorção de um poro é proporcional ao seu diâmetro.

A Equação de Washburn também mostra que a penetração aumenta quando: (a) a viscosidade do líquido diminui; (b) o ângulo de contato aumenta; e (c) a tensão superficial do líquido aumenta. Um fluido muito viscoso será repelido e as irregularidades serão preenchidas pelo ar. Por outro lado, se apresentar baixa viscosidade irá recobrir toda a superfície (rugosidade e poros) aumentando a área de contato efetiva e, assim a aderência. Em alguns casos, como matrizes cimentícias, a viscosidade será alterada com o tempo, devido às reações de hidratação. As condições (b) e (c) são contraditórias, pois para que o ângulo de contato aumente deve haver uma redução da tensão superficial do líquido. Como mencionado anteriormente, o valor do ângulo de contato não é constante, depende do tempo, da temperatura e da presença ou ausência de contaminantes nas superfícies.

1.2.2.2.2 Fluxo capilar entre substratos porosos e matrizes particuladas

O efeito da sucção do substrato tem sido condicionado à interação entre os poros do substrato e da matriz. Baseando-se no modelo hidráulico de Carman-Kozeny, alguns autores[65,66] propuseram que o fluxo de água entre substrato poroso e a matriz particulada ocorre em função da diferença de pressão capilar até o equilíbrio dos poros.

No modelo proposto o sistema de poros do substrato é tido como um conjunto de tubos cilíndricos, paralelos e independentes, abertos, ortogonais à superfície da matriz, com raios constantes e inicialmente vazios. A matriz, ainda fluida, também é exemplificada por um sistema de poros, cujo raio dos tubos diminui à medida que se desenvolve as reações de hidratação. Enquanto os raios médios dos capilares da matriz são inferiores aos do substrato, a sucção ocorre no sentido matriz-substrato.

Inicialmente a pressão capilar da matriz é muito baixa em relação à exercida pelo substrato, por isso, tem sido comparada com a absorção de água livre, estimada pelos ensaios de absorção de água inicial (AIA) e absortividade ao longo do tempo. Durante o fluxo inicial, as partículas finas (cimento; cal; fileres) movem-se em direção à superfície do substrato. Após a perda de água inicial, as partículas se aproximam e o ângulo entre elas diminui aumentando a pressão capilar. O fluxo é invertido quando o raio médio dos capilares da argamassa torna-se inferior aos da base[67]. Não existe medida experimental para confirmar a hipótese de equilíbrio de poros e, certamente esta suposição não será verdadeira quando o substrato saturar antes do equilíbrio ou se houver obstrução do poro por partículas sólidas.

Na área de argamassas tem sido feita uma distinção do tamanho dos poros do substrato que contribuem para a sucção – denominando os poros ativos. Segundo Gallegos[68] **poros ativos** são aqueles que possuem diâmetros compreendidos entre 0.1 µm e 5 µm. Apesar da elevada força capilar os poros inferiores a 0,1µm absorvem quantidades insignificantes de água e, os superiores a 5 µm não possuem força capilar suficiente para vencer os poros existentes na matriz cimentícia. Todos os poros, no entanto, irão contribuir para a retirada de água da matriz se estes não forem obstruídos por partículas sólidas ou quando o substrato saturar antes do equilíbrio.

1.3 CONCLUSÕES PARCIAIS

As forças intermoleculares estabelecidas na interface substrato-matriz cimentícia são responsáveis pela aderência entre as superfícies. A intensidade dessas ligações está diretamente relacionada ao contato substrato-matriz, sendo este influenciado pelas características superficiais do substrato, topografia (rugosidade e porosidade) e presença de contaminantes, pelas características reológicas e geométricas da matriz cimentícia, pela energia de aplicação da matriz sobre o substrato e pelas condições ambientais. As ligações primárias podem ocorrer se forem utilizados polímeros e/ou agregados reativos no sistema.

Além dessas interações, há também uma parcela de aderência mecânica, se o substrato apresentar porosidade aberta ou rugosidade que permitam a ancoragem da matriz. A penetração de partículas nos poros do substrato depende da relação entre o diâmetro do poro e das partículas presentes na matriz, considerando as alterações destas após a mistura e cinética de hidratação do ligante. Ocorrerá o entupimento ou a deposição de partículas nos poros, se estes não forem suficientemente maiores que as partículas – levando a um processo de

filtração da matriz. Se houver a penetração da matriz e precipitação de hidratos nos poros dos substratos, quanto isto influencia a aderência?

A sucção pelo substrato pode apresentar efeitos benéficos na formação da aderência. Além da redução água/sólidos na interface pode haver uma aproximação das partículas devido à ação das forças capilares produzindo uma interface menos porosa e sem a orientação dos cristais de hidróxido de cálcio. No entanto, se a sucção for excessiva, pode faltar água ao sistema para hidratação dos ligantes.

Para haver uma boa aderência a matriz deve recobrir toda a superfície do substrato, devendo para isso apresentar características reológicas, empacotamento e distribuição das partículas da matriz adequadas às características superficiais do substrato (rugosidade e porosidade).

Embora haja inúmeros trabalhos que abordam a aderência substrato-matriz cimentícia, esta ainda não é totalmente compreendida pela quantidade de fenômenos envolvidos e escassez de técnicas de caracterização de superfície. Será possível alterar a interface de modo controlado para melhorar as propriedades dos compósitos cimentícios?

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1.KINLOCH, A. J. The science of adhesion. *J Mater Sci* **15,** 2141–2166 (1980).

2.VOSS, W. C. Permeability of brick masonry walls - an hypothesis. *ASTM* **Proc. 33,** 670–691 (1933).

3.PALMER, L. A.; PARSONS, D. A. A study of the properties of mortars and bricks and their relation to bond. *Bureau of Standarts Journal of Research* **12,** 609–644 (1934).

4. FARRAN, J. Contribution minéraloqique à l'étude de l'adherence entre les constituants hydratés des ciments et les matériaux enrobés. (1956). Revue Des Matériaux de Construction, n° 490-491, Toulouse: Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie des Liants Hydrauliques.

5. MASO, J. C. La nature minéralogique des agrégats facteur essentiel de la résistance des bétons à la rupture et à l'action du gel. (1961). *Revue Des Matériaux de Construction*, n° 647-648, Toulouse, France: Centre d'Etudes et de Recherches de l'Industrie des Liants Hydrauliques.

6. GRANDET, J. Contribution à l'étude de la liaison entre la pâte de ciment Portland et les terres cuites. (1971). *Thèse (Doctorat)*, Toulouse, France: Université Toulouse III - Paul Sabatier.

7. MONTEIRO, P.; MASO, J.; OLLIVIER, J. The aggregate-mortar interface. *Cement and Concrete Research* **15**, 953–958 (1985).

8. WU, S. *Polymer interface and adhesion*. M. Dekker: New York, 1982.

9. KENDALL, K. *Molecular adhesion and its applications : the sticky universe*. Kluwer Academic/Plenum: New York; London, 2001.1.

10. ISRAELACHVILI, J. N. *Intermolecular and surface forces*. Academic Press, 2011. at http://site.ebrary.com/id/10429775.

11. GUTOWSKI, W. S. A. Thermodynamic Model of the Adhesive Bond. *The Journal of Adhesion* **22,** 183–196 (1987).

12. SCHULTZ, J.; NARDIN, M. Theories and Mechanisms of Adhesion. *Handbook of Adhesive Technology, Revised and Expanded* (2003).

13. MCBAIN, J. W.; HOPKINS, D. G. On Adhesives and Adhesive Action. *J. Phys. Chem.* **29**, 188–204 (1925)

14. CARASEK, H. Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação. (1996). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

15. CARVALHO JR, A. N. Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico. (2005). *Tese (Doutorado)*, Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais.

16. MASSON, J. F.; LACASSE, M. A. A review of adhesion mechanisms at the crack sealant/ asphalt concrete interface. (2010). Page 1 NRC Publications Archive (NPArC).

17. BALDAN, A. Adhesion phenomena in bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* **38**, 95–116 (2012).

18. MIYAMOTO, Y. *Functionally graded materials : design, processing, and applications*. Kluwer Academic Publishers: Boston, 1999.

19. GUTOWSKI, W. The relationship between the strength of an adhesive bond and the thermodynamic properties of its components. *International Journal of Adhesion and Adhesives* **7**, 189–198 (1987).

20. EBNESAJJAD, S. *Adhesives technology handbook*. William Andrew Pub.: 2008.

21. REINHART, F. W. Nature of adhesion. *J. Chem. Educ.* **31**, 128 (1954).

22. TASONG, W. A.; LYNSDALE, C. J.; CRIPPS, J. C. Aggregate-cement paste interface. *Cement and Concrete Research* **29**, 1019–1025 (1999).

23. MONTEIRO, P.; MEHTA, P. Interaction between carbonate rock and cement paste. *Cement and Concrete Research* **16**, 127–134 (1986).

24. ZIMBELMANN, R. A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research* **15**, 801–808 (1985).

25. WEN-YU, Z.; QING-JIE, Z.; JIAN-GUO, G. Model of coherent interface formation in cement-based composites containing polyblend of polyvinyl alcohol and methylcellulose. J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit. 17, 58–61 (2002).

26. SU, Z.; BIJEN, J.; LARBI, J. The influence of polymer modification on the adhesion of cement pastes to aggregates. *Cement and Concrete Research* **21**, 169–178 (1991).

27. OLLITRAULT-FICHET, R. Microstructural aspects in a polymer-modified cement. *Cement and Concrete Research* **28**, 1687–1693 (1998).

28. KIM, J. Effects of Polyvinyl Alcohol on Aggregate-Paste Bond Strength and the Interfacial Transition Zone. *Advanced Cement Based Materials* **8,** 66–76 (1998).

29. MORIN, V.; MOEVUS, M.; DUBOIS-BRUGGER, I.; GARTNER, E. Effect of polymer modification of the paste–aggregate interface on the mechanical properties of concretes. *Cement and Concrete Research* (2011). doi:10.1016/j.cemconres.2011.01.006

30. SAKAI, E. Composite mechanism of polymer modified cement. *Cement and Concrete Research* **25**, 127–135 (1995).

31. NAKAYAMA, M.; BEAUDOIN, J. Bond strength development between latex-modified cement paste and steel. *Cement and Concrete Research* **17**, 562–572 (1987).

32. MANSUR, A., SANTOS, D. & MANSUR, H. A microstructural approach to adherence mechanism of poly(vinyl alcohol) modified cement systems to ceramic tiles. *Cement and Concrete Research* **37**, 270–282 (2007).

33. PLUEDDEMANN, E. P. *Silane coupling agents*. Plenum Press: New York, 1991.

34. XU, Y.; CHUNG, D. D. Carbon fiber reinforced cement improved by using silane-treated carbon fibers. *Cement and Concrete Research* **29**, 773–776 (1999).

35. JESIONOWSKI, T.; KRYSZTAFKIEWICZ, A. Influence of silane coupling agents on surface properties of precipitated silicas. *Applied Surface Science* **172**, 18–32 (2001).

36. XU, Y.; CHUNG, D. D. Carbon fiber reinforced cement improved by using silane-treated carbon fibers. *Cement and Concrete Research* **29,** 773–776 (1999).

37. BENZERZOUR, M.; SEBAIBI, N.; ABRIAK, N. E.; BINETRUY, C. Waste fibre–cement matrix bond characteristics improved by using silane-treated fibres. *Construction and Building Materials* **37**, 1–6 (2012).

38. GUPTA, A. K.; MANI, P.; KRISHNAMOORTHY, S. Interfacial adhesion in polyester resin concrete. *International Journal of Adhesion and Adhesives* **3**, 149–154 (1983).

39. SOOD, R. K..; KRISHNAMOORTHY, S.; KHANDELWAL, B. L. The effect of silane coupling agent and microfiller on the strength of phenol-formaldehyde resin concrete. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete* **6**, 93–98 (1984).

40. TSUJINO, M.; NOGUCHI, T.; TAMURA, M.; KANEMATSU, M.; MARUYAMA, I. Application of Conventionally Recycled Coarse Aggregate to Concrete Structure by Surface Modification Treatment. *Journal of Advanced Concrete Technology* **5**, 13–25 (2007).

41. XIONG, G.; LUO, B.; WU, X.; LI, G.; CHEN, L. Influence of silane coupling agent on quality of interfacial transition zone between concrete substrate and repair materials. *Cement and Concrete Composites* **28**, 97–101 (2006)..

42. MANSUR, A. A. P.; NASCIMENTO, O. L. DO.; VASCONCELOS, W. L.; MANSUR, H. S. Chemical functionalization of ceramic tile surfaces by silane coupling agents: polymer modified mortar adhesion mechanism implications. *Materials Research* **11**, 293–302 (2008)

43. COMYN, J. *Handbook of Adhesives and Sealants*. Philippe Cognard, **Volume 2,** 1–50 (Elsevier Science Ltd, 2006).

44. RECUM, A. F. V.; SHANNON, C. E.; CANNON, C. E. Surface Roughness, Porosity, and Texture as Modifiers of Cellular Adhesion. *Tissue Engineering* **2**, 241–253 (1996).

45. SANTOS, P. M. D.; JÚLIO, E. N. B. S. A state-of-art review on roughness quantification methods for concrete surfaces. *Construction and Building Materials* **38,** 912–923 (2013).

46. LEACH, R. *The measurement of surface texture using stylus instruments*. (National Physical laboratory, 2001).

47. COURARD, L.; NELIS, M. Surface analysis of mineral substrates for repair works: roughness evaluation by profilometry and surfometry analysis. *Magazine of Concrete Research* **55**, 355–366 (2003).

48. MYSHKIN, N. K..; GRIGORIEV, A. Y.; CHIZHIK, S. A.; CHOI, K. Y.; PETROKOVETS, M. I. Surface roughness and texture analysis in microscale. *Wear* **254**, 1001–1009 (2003).

49. GARBACZ, A.; COURARD, L.; KOSTANA, K. Characterization of concrete surface roughness and its relation to adhesion in repair systems. *Materials Characterization* **56**, 281–289 (2006).

50. PRETTO, M. E. J. Influência da rugosidade gerada pelo tratamento superficial do substrato de concreto na aderência do revestimento de argamassa. (2007). *Dissertação (Mestrado)*, Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

51. MOURA, C. B. Aderência de revestimentos externos de argamassa em substratos de concreto: influência das condições de temperatura e ventilação na cura do chapisco. (2007). *Dissertação (Mestrado)*, Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

52. PACKHAM, D. E. The Mechanical Theory of Adhesion. *Handbook of Adhesive Technology, Revised and Expanded* (2003).

53. YANG, C. Role of surface roughness in tribology from atomic to macroscopic scale. (2008). Forschungszentrum, Zentralbibliothek, Jülich, 2008.

54. ZHANG, M.-H.; GJØRV, O. E. Penetration of cement paste into lightweight aggregate. *Cement and Concrete Research* **22**, 47–55 (1992).

55. SUGO, H. O. Strength and microstructural characteristics of brick/mortar bond. (2000). *Thesis (Doctor)*, Australia: University of Newcastle.

56. CARASEK, H.; CASCUDO, O.; OLIVEIRA, N. M. Avaliação de diferentes técnicas de aplicação de argamassa de revestimento sobre chapisco colante. Anais VIII SBTA. *Anais...* p.14, 2009. Curitiba: ANTAC.

57. STOLZ, C. M. Influência da interação entre os parâmetros reológicos de argamassas e a área potencial de contato de substratos na aderência de argamassas de revestimento. (2011). *Dissertação (Mestrado)*, Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

58. ANTUNES, R. P. Influência da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimentos de argamassa. (2005). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

59. PERSSON, B. N. Contact mechanics for randomly rough surfaces. *Surface Science Reports* **61,** 201–227 (2006).

60. ROSSETTO, H. L. Contribuições para a ciência e engenharia de materiais cimentícios: processamento, durabilidade e resistência mecânica. (2007). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Universidade de São Paulo.

61. ROCCO, C. G.;ELICES, M. Effect of aggregate shape on the mechanical properties of a simple concrete. *Engineering Fracture Mechanics* **76,** 286–298 (2009).

62. BERNARDIN, J. D.; MUDAWAR, I.; WALSH, C. B.; FRANSES, E. I. Contact angle temperature dependence for water droplets on practical aluminum surfaces. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **40,** 1017–1033 (1997).

63. QUÉRÉ, D. Wetting and Roughness. *Materials Research* **38,** 71–99 (2008).

64. CASSIE, A. B. D.;BAXTER, S. Wettability of porous surfaces. *Transactions of the Faraday Society* **40,** 546 (1944).

65. DÉTRICHÉ, C. H.; GALLIAS, J. L.; GRANDET, J.; MASO, J. C. Mouvements d'eau, hydratation et comportement mécanique des mortiers d'enduit. *Matériaux et Constructions* **17,** 297–302 (1984).

66. DÉTRICHÉ, C. H.; GRANDET, J.; MASO, J. C. Dessiccation des mortiers d'enduit. *Matériaux et Constructions* **16,** 251–258 (1983).

67. GROOT, C. J.; LARBI, J. A. The influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. *HERON* **44**, (1999)

68. GALLEGOS, H. Adhesión entre el mortero y las unidades de albañilería. ANAIS I SBTA, **Anais...** p.117-133, 1995. Goiânia: ANTAC.

2

ANÁLISE DO POTENCIAL

DE PENETRAÇÃO DE PARTÍCULAS EM SUBSTRATOS

"Dois corpos distintos não podem ocupar, ao mesmo tempo, o mesmo lugar no espaço".
(Isaac Newton – Princípio da Impenetrabilidade da Matéria)

INTRODUÇÃO

Quando uma suspensão entra em contato com uma superfície porosa, parte da fase líquida, que inclui eventuais íons dissolvidos das partículas, pode penetrar no interior dos poros da base se as forças capilares forem positivas. No caso de suspensões cimentícias, existem evidências qualitativas da presença de compostos hidratados e espécies químicas típicas do cimento (SO_4^{-2}, Ca^{2+}, K^+, $H_2SiO_4^{2-}$,...) nas superfícies dos poros[1–4]. Essas espécies químicas podem ser resultado da precipitação dos íons dissolvidos na água do poro ou até mesmo da penetração de partículas. Tais evidências têm sido a principal constatação de que a precipitação de hidratos dentro dos poros da base constitui-se no mecanismo fundamental da aderência pasta-base.

No entanto, dada a dificuldade experimental, até o momento, não existe uma quantificação do material que penetra nos poros, tampouco uma comprovação ou negação direta que esses produtos hidratados os colmatem. Além disso, para que haja contribuição para aderência, o material nos poros deve apresentar propriedades mecânicas adequadas.

Sendo assim, a contribuição dos produtos depositados nos poros para a aderência, medida por tração direta, depende da quantidade, isto é, da fração de área que eles cobrem e da sua resistência mecânica que nos ligantes é controlada principalmente pela porosidade, sendo essa uma função da relação água/ligante que governa o excesso de água.

A precipitação de compostos hidratados depende da concentração de íons na solução. Se não houver a penetração de partículas nos poros do substrato, a matriz será filtrada. Desse modo, a concentração de íons da água absorvida pelos poros seria inferior à da matriz aplicada (a/c variando de 1,14 a 9,26, dependendo do tipo de cimento)[5]. A baixa relação a/c levaria à formação de produtos hidratados com elevada porosidade e, consequentemente, com baixa resistência. Além disso, a porosidade típica de materiais cerâmicos está na faixa de 20-30%, e de concretos, de 10-15%. Mesmo considerando que todos os poros sejam totalmente colmatados, a contribuição para a resistência certamente seria pequena.

Assim, a única hipótese que permitiria um ganho de resistência significativo seria a penetração de partículas de ligante dentro dos poros, pois diminuiria a porosidade e defeitos aumentando a área de contato. A penetração pode ocorrer se não houver restrição geométrica, isto é, se o diâmetro da partícula ou dos aglomerados de partículas for menor que o do poro e se existirem forças capazes de mover a partícula na direção do mesmo. Entre essas forças destacamos a energia de aplicação da suspensão; a força da gravidade; o arraste hidrodinâmico por movimentação da água; atração ou repulsão eletrostática das partículas pela superfície do meio poroso. Não se trata, pois de um fenômeno homogêneo.

As forças, os mecanismos de transporte e a retenção de partículas em suspensão através de meios porosos dependem do tamanho das partículas, da distribuição de poros e da taxa de fluxo. O efeito da força da gravidade depende da posição relativa entre a base e a suspensão, ou entre os poros e as partículas. As forças capilares dependem da geometria dos poros e da molhabilidade, sendo essa característica dependente do ângulo de contato, que pode ser uma função do tempo.

A restrição geométrica tem sido amplamente abordada pela área de processos e mecanismos de filtração. Alguns modelos matemáticos foram formulados para estimar a quantidade de partículas que podem passar por uma abertura e, com isso, prever a eficiência do processo de filtração[6–14]. O modelo de restrição geométrica também tem outra aplicação prática, pois permite entender o efeito da rugosidade superficial nos processos de aderência e formação da zona de transição. Adicionalmente, o modelo pode fornecer diretrizes para otimizar a porosidade do substrato de forma a propiciar ganho de aderência.

Roussel e outros[6] mostraram experimentalmente que o entupimento dos orifícios em peneiras é uma questão de probabilidade e está relacionado ao tamanho da partícula, à concentração de sólidos no sistema, a qual controla a probabilidade de que mais de uma partícula possa entrar simultaneamente numa abertura e da distribuição do seu tamanho. Os

autores verificaram que, na medida em que se aumenta a relação entre o diâmetro do furo e o da partícula, maior é a quantidade de partículas retidas na peneira; isso ocorre mesmo em sistemas com concentrações muito baixas (10%). Além disso, observaram que mesmo partículas dispersas muito menores que as aberturas podem ser retidas, quando várias partículas chegam ao mesmo tempo em um mesmo orifício.

A obstrução de poros por partículas tem sido registrada como uma das principais dificuldades de avaliação da capacidade de retenção de água das argamassas[15] e da quantificação do transporte de água entre matrizes cimentícias e substratos[16–20]. Contudo, ainda não existe aplicação destes conceitos na área de contato de suspensões cimentícias com bases porosas.

Assim, este capítulo tem como objetivo **estimar o potencial de penetração das partículas presentes numa matriz de ligantes típicos de argamassas e de concretos aplicados em substratos com diferentes distribuições de poros, comuns ao mercado nacional**. Desse modo, será possível verificar se a quantidade de material que penetra nos poros constitui-se no principal mecanismo de aderência matriz-substrato.

2.1 METODOLOGIA

Para verificar o potencial de penetração de partículas presentes em matrizes cimentícias em substratos porosos foi elaborado um modelo matemático simplificado com base no principio de restrição geométrica e na teoria das probabilidades.

A validação deste modelo foi feita submetendo-se partículas em suspensão a um processo de filtração em meio poroso com área constante. As partículas em suspensão são típicas de argamassas e concretos e como meio poroso foram utilizadas membranas de nylon com abertura de 100 µm; 41 µm; e 10 µm. A quantificação das partículas que passam nos poros foi feita pela determinação da massa e imagens da membrana após o procedimento de filtração.

Após a validação, o modelo foi aplicado a matrizes cimentícias e substratos porosos, determinando-se a quantidade de partículas nos poros e a porcentagem de poros preenchidos. Foram verificadas matrizes constituídas por partículas finas de cimento, cal, filer calcário e sílica ativa, e de uma argamassa constituída por cimento, cal e areia, numa concentração de sólidos típica em argamassas, aplicadas em três substratos: uma superfície cimentícia – SCIM-A e dois cerâmicos – SCER-B e SCER-C, com porosidade e distribuição de tamanhos de poros distintos, disponíveis no mercado nacional.

2.2 FORMULAÇÃO DO MODELO – PARÂMETROS E EQUAÇÕES

O modelo elaborado para estimar o potencial de penetração das partículas presentes numa matriz, nos poros do substrato, considera que a(s) partícula(s) que tenha(m) área de projeção no plano menor ou igual à área de projeção do poro poderá(ão) penetrá-lo. Num mesmo poro podem penetrar partículas de um único tamanho (Figuras 2.1a e 2.1b) ou de tamanhos diferentes (Figura 2.1c).

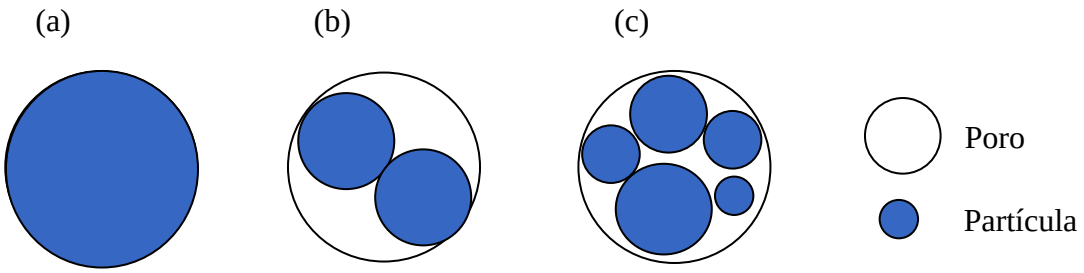


Figura 2.1 – Partículas com área de projeção igual ou inferior à área de projeção poro podem penetrá-lo. Assim, num mesmo poro pode haver penetração de uma (a) e/ou mais partículas (b e c), podendo estas ser de mesmo tamanho (b) ou diferente (c). Esta hipótese despreza o efeito da forma e a profundidade do poro.

A concentração de partículas em suspensão é uma variável crítica para a penetração nos poros. Quanto maior a concentração de partículas menor é a distância entre elas, o que tende a intensificar a aglomeração tornando a distribuição granulométrica efetiva de partículas mais grosseira[6,21]. No caso do cimento, além desse efeito ser intensificado com o avanço da hidratação, as partículas alteram sua forma e dimensão devido ao fenômeno de dissolução-precipitação. Estudos em soluções altamente diluídas mostram que após o contato com a água as partículas de cimento, nos primeiros minutos não ocorrem redução ou aumento significativo das partículas[22–25].

Segundo Juilland *et al.*[25] quando um grão de alita (C_3S) é colocado em contato com a água, nos momentos iniciais ocorre a precipitação de C-S-H primário nas regiões de elevada energia superficial, porém sem a formação de um filme contínuo (Figura 2.2b). Nas regiões de baixa energia de superfície, o grão permanece parcialmente hidroxilado apresentando pontos preferenciais de lixiviação, denominados “pites” (2.2b). O final do período de indução e inicio da aceleração é marcado pelo crescimento de C-S-H e CH na superfície de todo grão (Figura 2.2c). Micrografias da superfície da alita após 2 min de contato com água deionizada mostraram que não houve a formação de hidratos e apenas alguns pontos lixiviação; não houve uma alteração significativa do volume do grão. Após 30 min de hidratação, houve maior incidência dos pites. Tais efeitos, não foram verificados para alita em água saturada de cal.

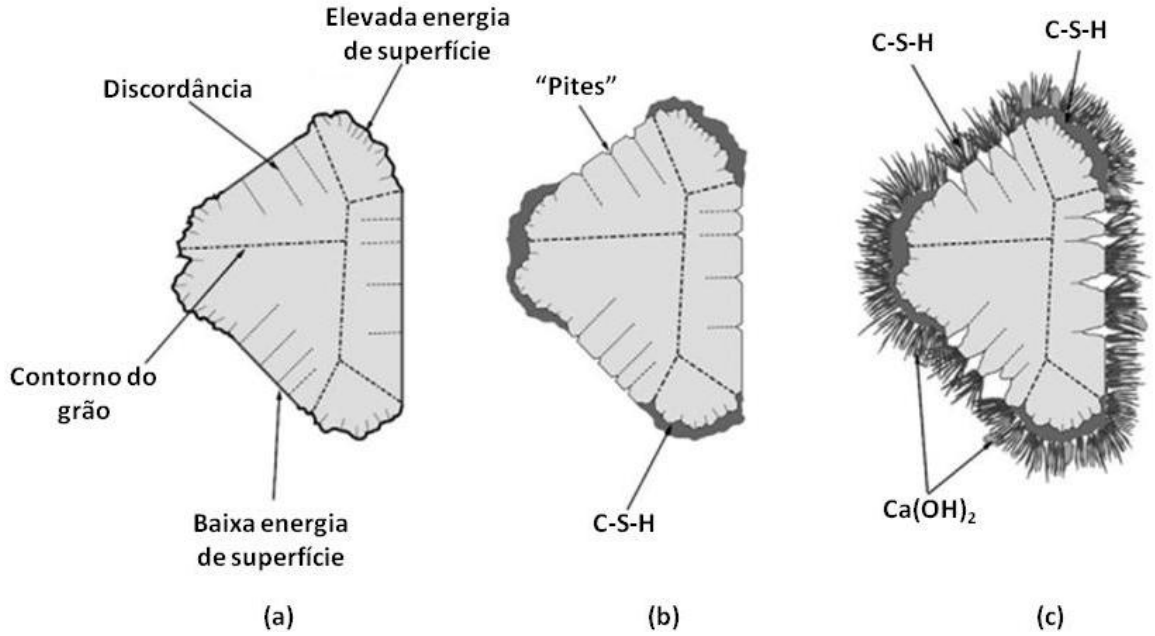


Figura 2.2 – Representação esquemática da hidratação da alita em idades iniciais. (a) Seção transversal do grão de alita, destacando as regiões de baixa e elevada energia de superfície; (b) Formação de hidratos primários nas regiões de elevada energia superficial e pontos de lixiviação ("pites") nos pontos de discordância do grão; (c) Precipitação de C-S-H e Ca $(OH)_2$ em toda superfície do grão marcando o final do período de indução e início da aceleração. Fonte: Juilland *et al*.[26].

Silva e Monteiro[22,23], por meio de microscopia de raios X moles, verificaram a expansão de partículas de C_3S e C_3A pela precipitação de compostos hidratados na superfície dos grãos, após 14 min (C_3A) e 33 min (C_3S) de contato com soluções saturadas de hidróxido de cálcio e gipsita (Figura 2.3).

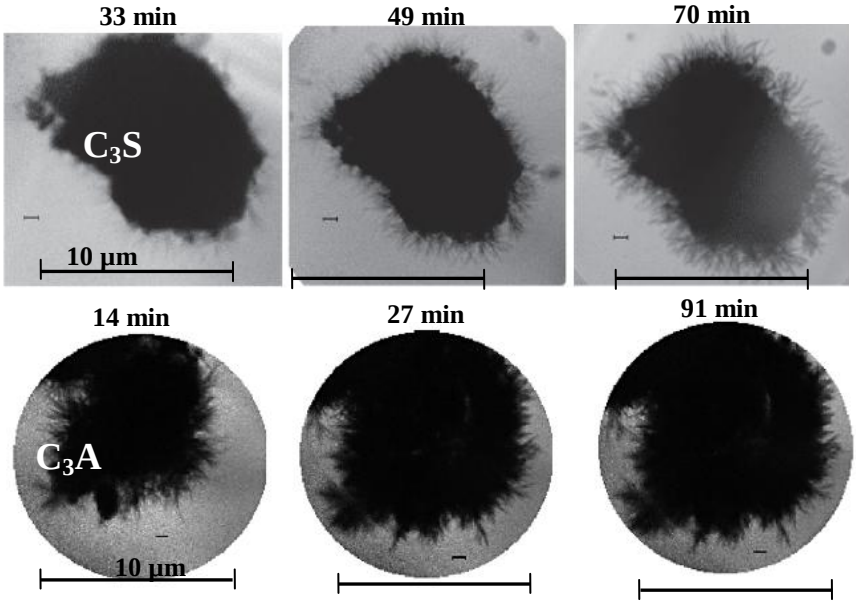


Figura 2.3 – Imagens de microscopia de raios X moles de partículas de C_3S e C_3A hidratando em solução saturada de hidróxido de cálcio e gipsita em diferentes tempos de hidratação. Fonte: Silva e Monteiro[22,23].

A alteração do diâmetro de partículas de cimento e de cal em função do tempo também foi verificada por ensaios de granulometria a laser, como mostram as Figuras 2.4a e 2.4.b, respectivamente[24,27].

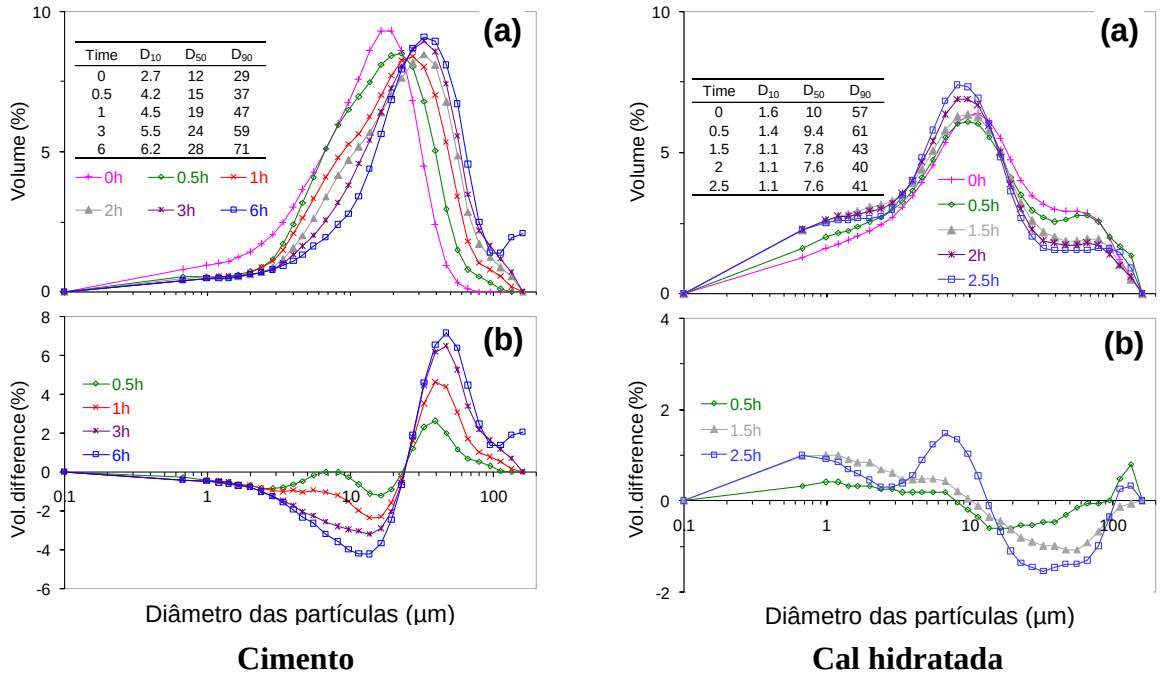


Figura 2.4 – Distribuição granulométrica de partículas de cimento e cal determinadas por granulometria a laser em função do tempo (a); Razão entre os volumes após 0.5h; 1h; 3h; e, 6h em função do cimento anidro (b). Fonte: Cardoso[24,27].

A Figura 2.4a mostra um aumento de 14% do volume de partículas de cimento com diâmetro médio (D50) após 30 min em contato com a água, acrescido em 28% após 6 h, o que pode ser oriundo da aglomeração de partículas e/ou precipitação dos hidratos. A redução do diâmetro das partículas inferiores a 12 µm pode ser explicada pela dissolução.

A cal hidratada não apresentou mudanças significativas na distribuição granulométrica no período de 90 min. Observa-se na Figura 2.4b um ligeiro incremento das partículas com diâmetro inferior a 20 µm e uma diminuição das partículas superiores a esse diâmetro provocados pela dissolução e dispersão.

Embora os resultados obtidos por esses autores sejam para soluções altamente diluídas, acredita-se que em soluções concentradas como pastas e argamassas, o acréscimo do diâmetro tende a ser maior devido à menor distância entre as partículas, favorecendo a precipitação dos hidratados e formação de aglomerados.

Assim, para a elaboração do modelo não foram considerados alterações volumétricas das partículas devido aos efeitos de hidratação e de aglomeração. Tais fatores foram

desprezados uma vez que o modelo proposto apresenta o potencial máximo de penetração de partículas e na prática superestima a capacidade real de penetração. Adicionalmente, foram feitas as seguintes considerações, a saber:

- A velocidade das partículas no fluido foi considerada constante e independente do tamanho da partícula, de modo que todas as partículas têm a mesma probabilidade de chegar ao poro;
- As forças hidrodinâmicas, eletrostáticas e os efeitos inerciais foram desprezados. Embora, possa haver forças capazes de mover as partículas em direção aos poros, como por exemplo, os fluxos de água ocasionados pela absorção capilar.
- A energia de superfície e a rugosidade do substrato foram negligenciadas;
- A profundidade do poro e a conexão entre eles não foram consideradas;
- Os poros são cilíndricos e as partículas esféricas.

2.2.1 EQUAÇÕES DO MODELO SIMPLIFICADO

O modelo proposto considera as seguintes condições:

(a) Para que haja penetração de partículas nos poros:

$$A_{po} \geq nA_{pa},$$

em que, A_{po}é a área do poro, A_{pa} é a área da partícula e n é a relação entre o diâmetro (no caso de seção quadrada corresponde o lado) do poro e o diâmetro da partícula. Se n = 1, penetram no poro toda(s) partícula(s) cuja área de projeção no plano seja menor ou igual a área de projeção do poro. A literatura cita que n varia de 4 a 20.

(b) Se $A_{po} < nA_{pa}$, não ocorre penetração de partículas nos poros do substrato.

Assim, se $A_{po} \geq nA_{pa}$, a porcentagem de partículas que pode penetrar nos poros (P^*) é calculada em função da fração de partículas (fa_i), da fração de poros (fo_i) de um dado diâmetro e da porosidade do substrato (p), como mostra a Equação 2.1:

$$P^* = \sum_i (fa_i \times fo_i \times p), \qquad \text{(Equação 2.1)}$$

em que fa_i é obtida da seguinte forma:

$$fa_i = \frac{Na_i}{N_t},$$

na qual Na_i é o número de partículas de um dado diâmetro e N_t é o número total de partículas necessário para recobrir a superfície do substrato.

A fração de poros de cada diâmetro (fo_i) e a porosidade total do substrato (p) podem ser obtidas pelo ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio.

O número total de partículas é calculado com a seguinte expressão:

$$N_t = \sum_i \frac{6A_s \alpha e}{\pi da_i^3}$$

em que A_s é a área do substrato a ser revestida; α é a concentração de partículas da matriz; e é a espessura da matriz e da_i é o diâmetro de cada partícula. E, o número de partículas de um dado diâmetro (Na_i) é calculado multiplicando o número total de partículas (N_t) pela frequência de partículas daquele diâmetro (fa_i), conforme a Equação 2.2:

$$Na_i = N_t \times fa_i. \quad \text{(Equação 2.2)}$$

A frequência das partículas em cada diâmetro foi obtida por granulometria a laser.

Tem-se, ainda, que o volume de partículas nos poros que pode penetrar nos poros depende do volume de poros disponíveis e de partículas com área de projeção menor ou inferior à área de cada poro. Por exemplo, se o volume de partículas for superior ao volume de poros, o volume de partículas que poderá penetrá-lo será igual ao volume do poro. Desse modo, o volume de poros (Vo_i) e o volume das partículas que podem penetrar no poro (V_i^*) são calculados pelas Equações 2.3 e 2.4, respectivamente:

$$Vo_i = A_s \times e_s \times fo_i \quad \text{(Equação 2.3)}$$

$$V_i^* = Na_i \times Va_i \times P^* \quad \text{(Equação 2.4)}$$

em que e_s é a espessura do substrato e Va_i é o volume de cada partícula. As partículas da matriz foram tomadas como esferas perfeitas e não reativas, assim o volume de dada partícula (Va_i) é dado por:

$$Va_i = \frac{\pi da_i^3}{6}.$$

Com base nas Equações 2.3 e 2.4, observa-se que:

- Se $Vo_i < V_i^*$, o volume de partículas que penetra nos poros ($\overline{V}_i$) é igual à Vo_i.
- Se $Vo_i \geq V_i^*$, o volume de partículas que poderá penetrar nos poros ($\overline{V}_i$) é igual à V_i^*.

Portanto, o potencial máximo de penetração de partículas em substratos porosos ($P_{máx}$) é o somatório dos volumes que penetram em cada diâmetro ($\overline{V}_i$) dividido pelo volume total de partículas (V_t) necessários para recobrir o substrato, como mostra a Equação 2.5:

$$P_{máx} = \frac{\sum_i \overline{V}_i}{V_t} \times 100. \quad \text{(Equação 2.5)}$$

A porcentagem de poros preenchidos pelas partículas ($\overline{P}$) é calculada dividindo-se o volume de partículas ($\overline{V}_i$) que penetram pelo volume total de poros do substrato (Vo_t), conforme Equação 2.6:

$$\overline{P} = \frac{\sum_i \overline{V}_i}{Vo_t} \times 100. \quad \text{(Equação 2.6)}$$

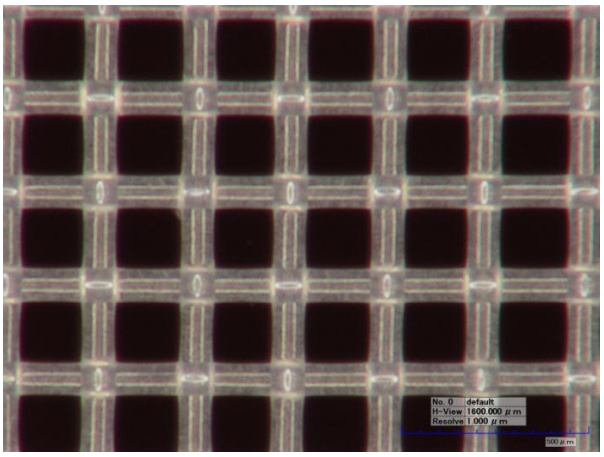
2.3 VALIDAÇÃO DO MODELO

A validação do modelo foi realizada utilizando matrizes de cimento e argamassa com concentração de partículas de 1%, aplicadas sobre membranas porosas, com aberturas de lado iguais a 100 µm; 41 µm; e, 10 µm. O efeito da concentração de partículas no potencial de penetração foi avaliado para argamassa em teores de 1%; 25% e 50% de sólidos.

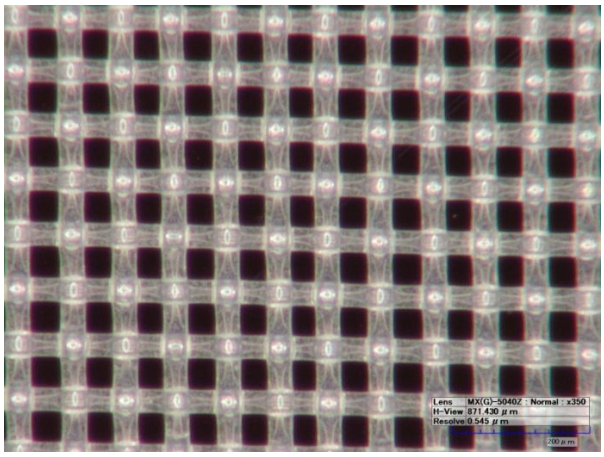
A análise foi feita por meio da determinação da massa de material que passa através da membrana e os resultados experimentais comparados com os obtidos pelo modelo.

2.3.1 SUBSTRATOS

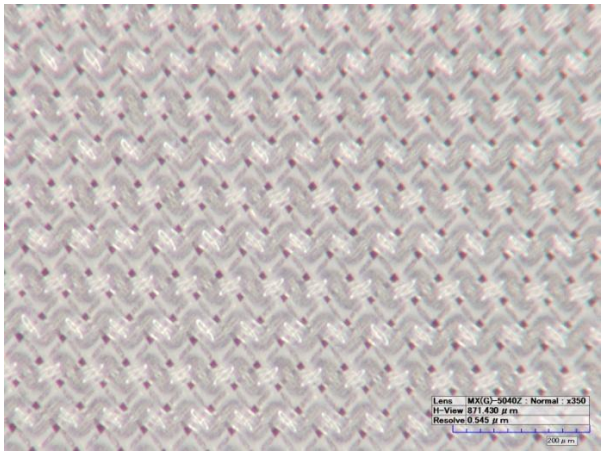
Foram utilizadas três membranas de nylon com diferentes aberturas: 100 µm; 41 µm; e, 10 µm. As Figuras 2.5 (a-c) apresentam imagens das superfícies obtidas com microscópio óptico digital (*Hirox KH-7700*) – ampliação 400 x.



(a) Abertura da malha: l = 100 µm



(b) Abertura da malha: l = 41 µm



Abertura da malha: l = 10 µm

Figura 2.5 – Aspecto superficial das membranas de nylon utilizadas para filtração das matrizes com lado igual a (a) 100 µm; (b) 41 µm, e; (c) 10 µm. Imagens obtidas com microscópio óptico digital (*Hirox KH 7700*) – ampliação 400x.

2.3.2 MATRIZES – CARACTERIZAÇÃO E MISTURA

Foram analisados dois tipos de matrizes, constituídas por cimento e argamassa industrializada. As distribuições granulométricas das partículas são apresentadas na Figura 2.6 e a densidade das partículas[a] foi obtida por ensaios de picnometria a gás Hélio, sendo equivalente a 2,89 g/cm³; e, 2,83g/cm³ para o cimento e a argamassa, respectivamente.

[a] Antes da realização do ensaio de picnometria a gás Hélio, as partículas foram secas em estufa a 60°C até constância de massa.

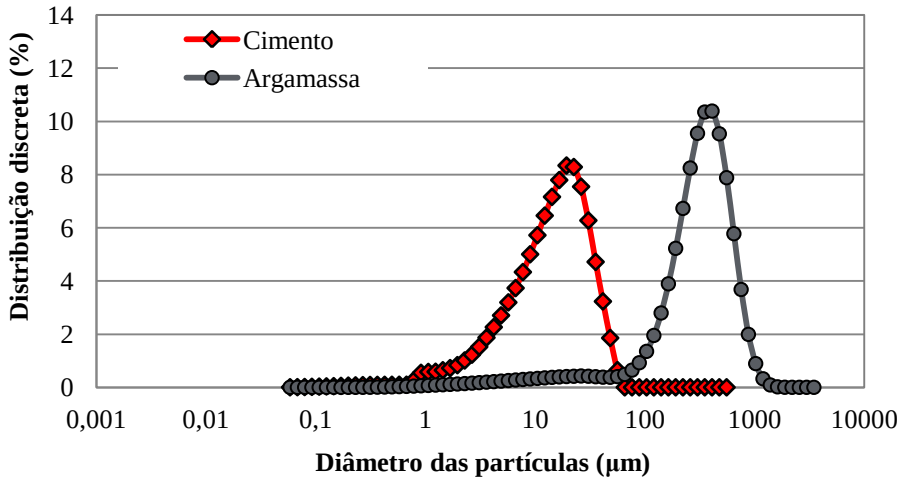


Figura 2.6 – Distribuição discreta das partículas de cimento e sílica ativa utilizadas na confecção das matrizes.

A mistura foi feita manualmente durante 30 s, adicionando-se o pó à água numa concentração de sólidos igual a 1%. O efeito da concentração de sólidos foi avaliado para argamassa com teores de 1%; 25% e 50%.

2.3.3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A quantidade de partículas das matrizes que passam pelas aberturas das membranas foi determinada por um processo de filtração simples por um tempo pré-estabelecido de dez minutos. O dispositivo utilizado para a filtração é apresentado na Figura 2.6 (a). Na parte inferior da membrana, foi colocado um disco de algodão para reter as partículas passantes pela membrana Figura 2.7 (b).

Após a filtração, as membranas e os discos de algodão foram secos em estufa a 60°C até constância de massa. A porcentagem de partículas passantes pela membrana foi calculada pela Equação 2.7:

$$Partículas\ passantes\ (\%) = \left(\frac{Mpp}{Mp}\right) x\ 100 \qquad \text{(Equação 2.7)}$$

em que M_{pp} é a massa de partículas passantes, determinada subtraindo-se a massa do disco de algodão após a filtração pela massa do disco seco ($M_{pp} = M_{dfo} - M_{do}$) e M_p é a massa de partículas presentes na matriz. Foram realizadas oito repetições para cada tipo de membrana e matriz analisada.

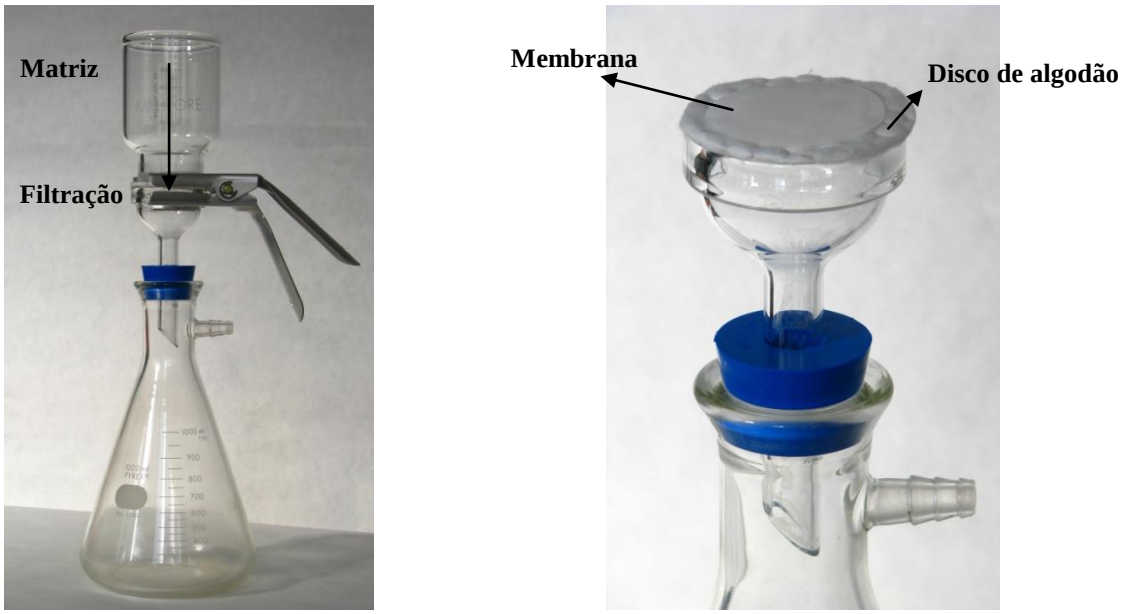


Figura 2.7 – Dispositivo utilizado para a filtração das matrizes (a) e detalhe da posição da membrana e disco de algodão para coleta das partículas (b). Fotos: Mário Takeashi.

A superfície das membranas após a filtração das partículas foi analisada qualitativamente por microscopia óptica digital (equipamento *Hirox KH 7700*), com ampliação de 300x.

2.3.4 PARÂMETROS DE ENTRADA DO MODELO

Adotando-se n =1 para a condição de penetração de partículas em poros: $A_{po} \geq nA_{pa}$, a porcentagem de partículas que pode penetrar nos poros foi calculada pela Equação 2.1, como mostrado no item 2.2.1. Essa porcentagem é função da fração das partículas (fa_i), da fração de poros (fo_i) e da porosidade do substrato.

A fração de partículas de cada diâmetro (fa_i) foi determinada pela relação entre o volume de partículas de cada diâmetro e o volume de partículas lançadas, sendo este obtido pela massa e densidade das matrizes. O volume de partículas de um dado diâmetro foi calculado multiplicando-se o volume total de partículas pela frequência de partículas desse diâmetro que foi determinada por granulometria a laser.

As membranas possuem aberturas com um único tamanho, assim a fração de poros do substrato (fo_i) equivale a 1. A porosidade do substrato restringe o volume de poros a ser preenchido pelas partículas e como nos sistemas analisados não há restrição desse volume a porosidade é igual a 1.

Nos casos estudados, todas as partículas com dimensão menor ou igual à abertura da membrana irão penetrá-la, logo $P_{máx} = P^* \times 100$.

2.3.5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2.8 apresenta a porcentagem de penetração das partículas de cimento e de argamassa em função da abertura das membranas. Observa-se que a matriz cimentícia, devido à menor granulometria do cimento em relação à argamassa, apresenta uma porcentagem material passante mais elevada e essa quantidade aumenta com o aumento da abertura da malha.

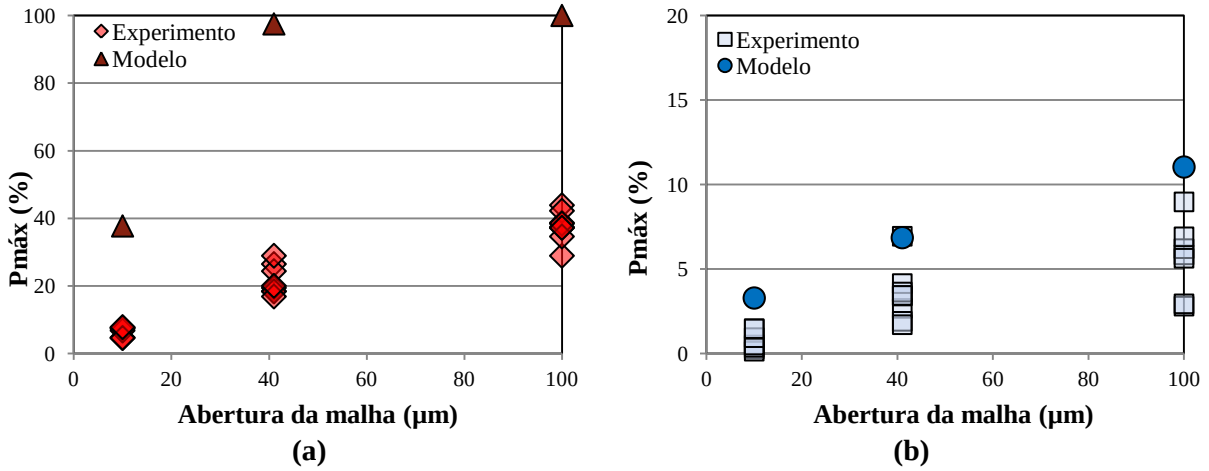


Figura 2.8 – Porcentagem de penetração de partículas do (a) cimento e da (b) argamassa em função da dimensão da malha das membranas estudadas. Dados experimentais e do modelo α = 1%.

Os resultados experimentais diferem do modelo: a porcentagem de material que passa pelos poros é inferior ao do modelo. Por exemplo, todas as partículas de cimento passariam pela membrana de 100 µm enquanto no sistema real a porcentagem de material passante é em média 38%. Isso já era esperado, pois o modelo considera a melhor das hipóteses de penetração, isto é, que existam forças capazes de mover as partículas em direção aos poros; despreza os efeitos de aglomeração e colisão das partículas; e a chegada de mais partículas simultaneamente no mesmo poro, o que não ocorre nos sistemas reais.

No que se refere à concentração de partículas, tal como esperado, na medida em que se aumenta a concentração menor a quantidade de material passante (Figura 2.9). Com o aumento da concentração de partículas, os fenômenos de aglomeração serão mais intensos, aumentando o diâmetro efetivo das mesmas e, consequentemente obstruindo os poros.

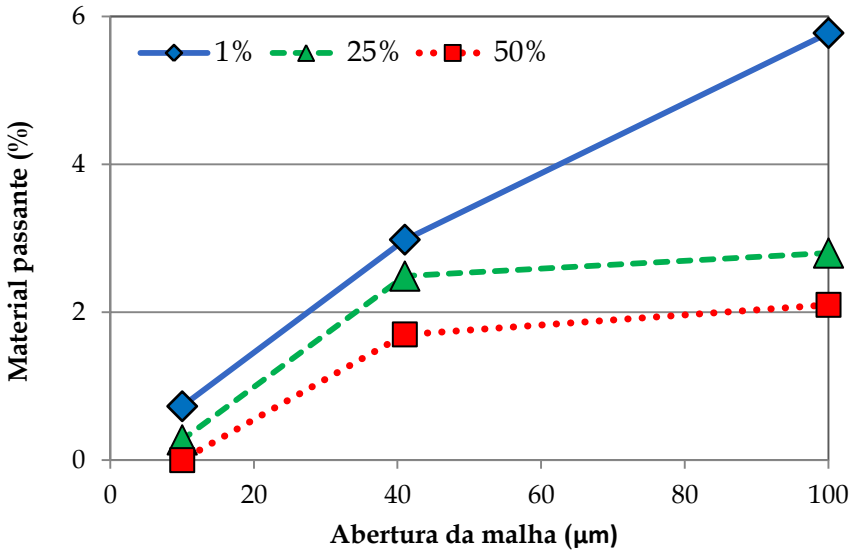
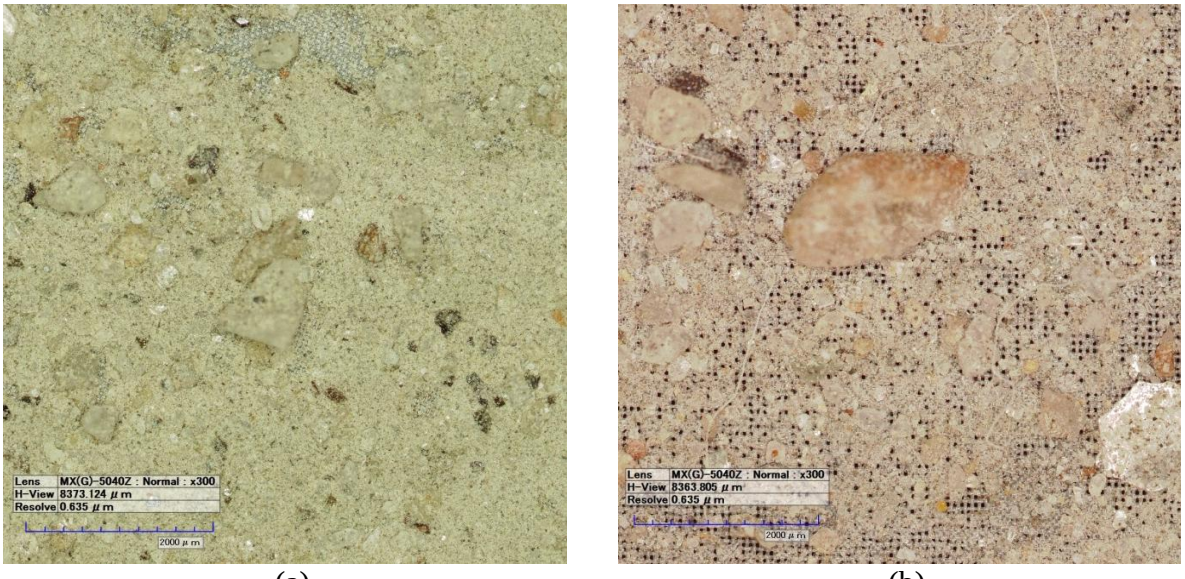


Figura 2.9 – Argamassa com diferentes concentrações de partículas: material passante pelos poros da membrana.

Nas Figuras 2.10 e 2.11 são apresentadas as superfícies das membranas após o processo de filtração. A deposição das partículas ocorre de forma aleatória, com pontos de maior concentração de partículas e outros com menores. Na Figura 2.11, destaca-se o efeito da obstrução dos orifícios da membrana pela aglomeração das partículas de cimento, ficando estas aderidas à superfície da membrana.



(a) (b)

Figura 2.10 – Superfície das membranas após filtração da argamassa (a) de 10 µm e (b) 41 µm (Ampliação 300x).

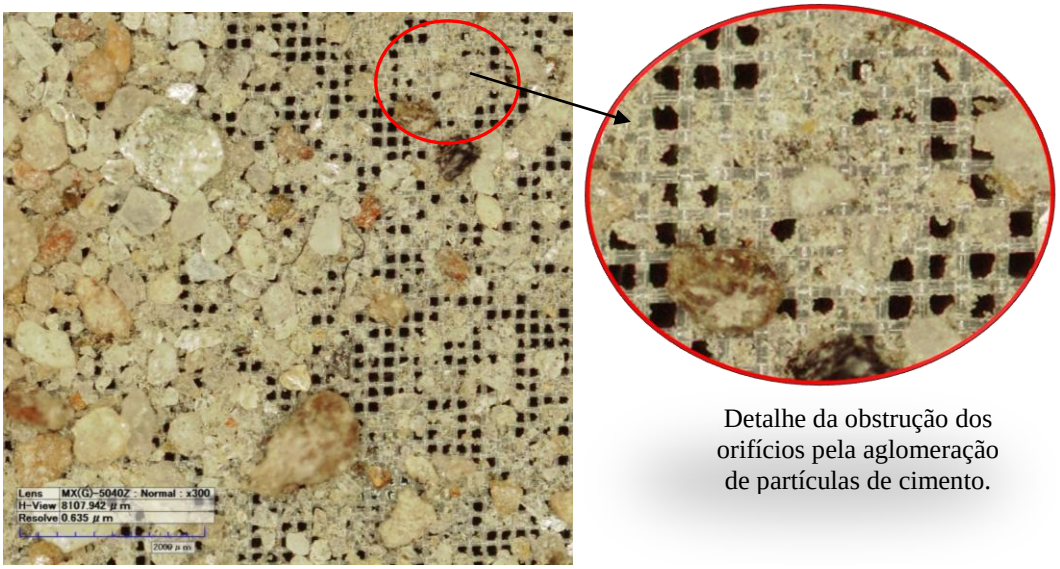


Figura 2.11 – Superfície da membrana de 100 μm após filtração da argamassa. Observa-se a obstrução de parte dos orifícios pela aglomeração das partículas de cimento presentes na mistura. (Ampliação 300x).

2.4 APLICAÇÃO DO MODELO – ESTUDO DE CASO

O potencial de penetração de partículas em meios porosos foi avaliado para partículas típicas de argamassas e concretos em substratos com diferentes distribuições de poros, todos disponíveis no mercado nacional. Foram feitas as análises da influência da distribuição granulométrica das partículas; da distribuição do tamanho de poros e da relação entre o diâmetro do poro e o da partícula.

Para tanto, no estudo de caso, considerou-se distribuições de tamanho de partículas de ligantes (cimento e cal); de adições minerais e pozolânicas (filer calcário e sílica ativa), e de uma argamassa cimento, cal e areia e de três substratos, sendo um cimentício – SCIM-A e dois cerâmicos – SCER-B e S-CERC, com distribuição de tamanhos de poros distintos.

A distribuição granulométrica das partículas foi obtida por granulometria a laser em equipamento *Malvern Mss Mastersizer* utilizando álcool isopropílico como meio dispersante e a distribuição do tamanho de poros dos substratos medida por porosimetria de intrusão de mercúrio (porosímetro *Micromeritics – Autopore III 9420*) assumindo-se como condições de ensaio: a tensão superficial do mercúrio igual a 0,485 N/m; a densidade de 13,53 g/cm³, e; o ângulo de contato mercúrio/sólido 130°. Ambos os resultados estão apresentados, respectivamente, nas Figuras 2.12 e 2.13.

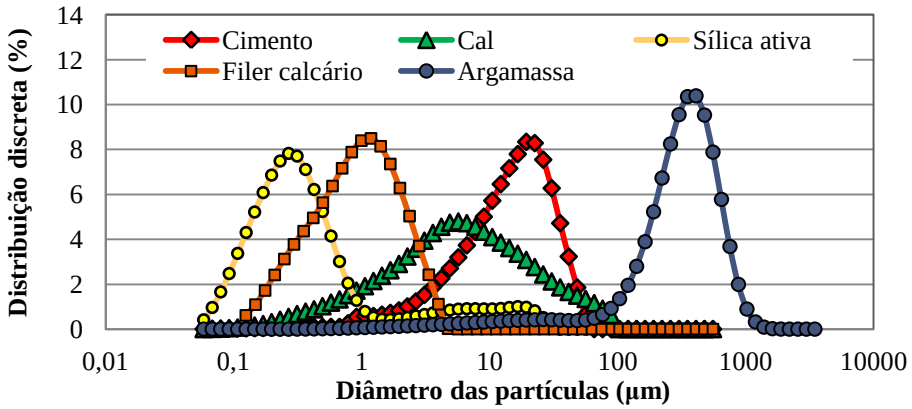


Figura 2.12 – Distribuição discreta das partículas no estado anidro.

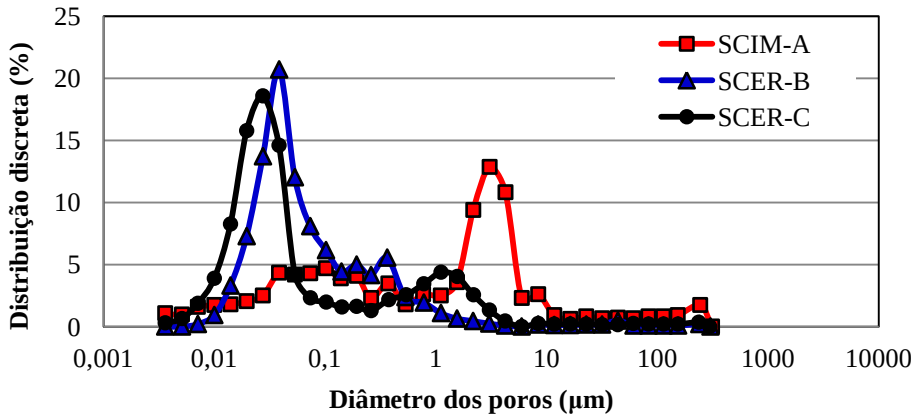


Figura 2.13 – Distribuição discreta de poros dos substratos analisados.

Mesmo sabendo que as partículas reativas ampliam sua forma e dimensão, as análises foram realizadas com distribuição granulométrica das partículas no estado anidro admitindo-se que estas eram esferas perfeitas e não reativas.

A porosidade dos substratos analisados também foi obtida pelo ensaio de porosimetria de intrusão de mercúrio, sendo igual a 34,4%; 41,6; e 36,1% para os substratos SCIM-A, SCER-B e SCER-C, respectivamente.

Para recobrir um substrato com lado igual a 1000 µm e espessura de 100 µm (valores arbitrários), o número de partículas foi calculado considerando-se uma espessura de 50 µm (segundo alguns autores[28,29] essa é a espessura máxima da zona de transição em concretos), e a concentração de partículas de 57%, conforme os resultados obtidos por Cardoso em estudo abrangente de formulações de argamassas[30].

2.4.1 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2.1 apresenta o potencial máximo de penetração de partículas com diferentes distribuições granulométricas presentes numa dada matriz em substratos com porosidade e distribuição de poros distintos.

Observa-se na Tabela 2.1 que o maior potencial de penetração ocorre em substratos cimentícios, pois este apresenta uma faixa de distribuição de poros com diâmetro entre 1 µm e 10 µm superior em relação aos cerâmicos. As partículas de sílica ativa e filer calcário apresentam maior potencial de penetração em relação às outras partículas analisadas, pois possuem uma distribuição granulométrica mais fina.

Tabela 2.1 – Potencial máximo de penetração de partículas presentes numa matriz ($P_{máx}$) e a porcentagem de poros preenchidos por partículas nos poros ($\overline{P}$) de diferentes substratos adotando os seguintes parâmetros α = 57%; e = 50 µm; A_s = 1000000 µm²; e_s = 100 µm.

Substrato	***Matriz***	V_t ***(cm³)***	Vo_t ***(cm³)***	$\overline{V}_i$ ***(cm³)***	$P_{máx}$ ***(%)***	$\overline{P}$ ***(%)***	ρ ***(g/cm³)***	M_t ***(g)***
SCIM-A p = 34,4%	Argamassa	$1,86x10^{-3}$	$3,44x10^{-5}$	$1,84x10^{-7}$	0,01	0,54	2,83	$5,21x10^{-7}$
	Cimento	$2,85x10^{-3}$	$3,44x10^{-5}$	$2,47x10^{-7}$	0,01	0,72	2,89	$3,81x10^{-7}$
	Cal	$2,85x10^{-3}$	$3,44x10^{-5}$	$1,69x10^{-6}$	0,06	4,90	2,26	$3,81x10^{-6}$
	Filer calcário	$2,85x10^{-3}$	$3,44x10^{-5}$	$1,46x10^{-5}$	0,51	42,52	2,62	$3,83x10^{-5}$
	Sílica ativa	$2,85x10^{-3}$	$3,44x10^{-5}$	$2,15x10^{-5}$	0,75	62,44	2,20	$4,72x10^{-5}$
SCER-B p = 41,6%	Argamassa	$1,86x10^{-3}$	$4,16x10^{-5}$	$2,05x10^{-8}$	0,00	0,05	2,83	$5,21x10^{-8}$
	Cimento	$2,85x10^{-3}$	$4,16x10^{-5}$	$8,76x10^{-8}$	0,00	0,21	2,89	$2,53x10^{-7}$
	Cal	$2,85x10^{-3}$	$4,16x10^{-5}$	$4,88x10^{-7}$	0,02	1,17	2,26	$1,10x10^{-6}$
	Filer calcário	$2,85x10^{-3}$	$4,16x10^{-5}$	$4,51x10^{-6}$	0,16	10,86	2,62	$1,18x10^{-5}$
	Sílica ativa	$2,85x10^{-3}$	$4,16x10^{-5}$	$9,66x10^{-6}$	0,34	23,23	2,20	$2,12x10^{-5}$
SCER-C p = 36,1%	Argamassa	$1,86x10^{-3}$	$3,61x10^{-5}$	$5,18x10^{-8}$	0,00	0,14	2,83	$1,47x10^{-7}$
	Cimento	$2,85x10^{-3}$	$3,61x10^{-5}$	$9,27x10^{-8}$	0,00	0,26	2,89	$2,68x10^{-7}$
	Cal	$2,85x10^{-3}$	$3,61x10^{-5}$	$6,44x10^{-7}$	0,02	1,79	2,26	$1,46x10^{-6}$
	Filer calcário	$2,85x10^{-3}$	$3,61x10^{-5}$	$5,76x10^{-6}$	0,20	15,97	2,62	$1,51x10^{-5}$
	Sílica ativa	$2,85x10^{-3}$	$3,61x10^{-5}$	$8,79x10^{-6}$	0,31	24,37	2,20	$1,93x10^{-5}$

No que se refere às partículas, tal como esperado, na medida em que se reduz o diâmetro, maior é o potencial de penetração independente do tipo de substrato. O potencial de penetração das matrizes de argamassa e cimento é equivalente, isso porque a fração fina da argamassa é constituída essencialmente por cimento. Nota-se que não há penetração destas partículas nos poros do substrato cerâmico, ou seja, as partículas presentes apresentam diâmetro superior aos poros do substrato.

Matrizes de cal altamente diluídas têm sido utilizadas na restauração de patrimônios históricos com o objetivo de reduzir a porosidade das argamassas pela penetração das

partículas nos poros e, posteriormente a precipitação de carbonato de cálcio. Os resultados do modelo mostram pequena capacidade de penetração da cal nos poros do substrato, tal como sugerem alguns pesquisadores[31,32] que relatam que a principal dificuldade na consolidação tem sido a baixa capacidade de penetração da cal, cerca de 1 mm. Vale ressaltar que a baixa concentração de cal presente nestas suspensões também dificulta a consolidação.

Nos casos analisados, o volume de partículas nos poros foi limitado pelo volume de poros disponíveis com área de projeção superior ou igual ao das partículas. Por exemplo, a matriz de sílica ativa preenche 62,44%; 23,23% e 24,37% dos poros do SCIM-A, SCER-B e SCER-C, respectivamente. Esses valores representam poros com diâmetro superior a 0,1 µm; não há penetração em poros com diâmetro inferior a 0,1 µm, visto que não há partículas com diâmetro inferior a 0,1 µm, tal como mostra a Figura 2.14.

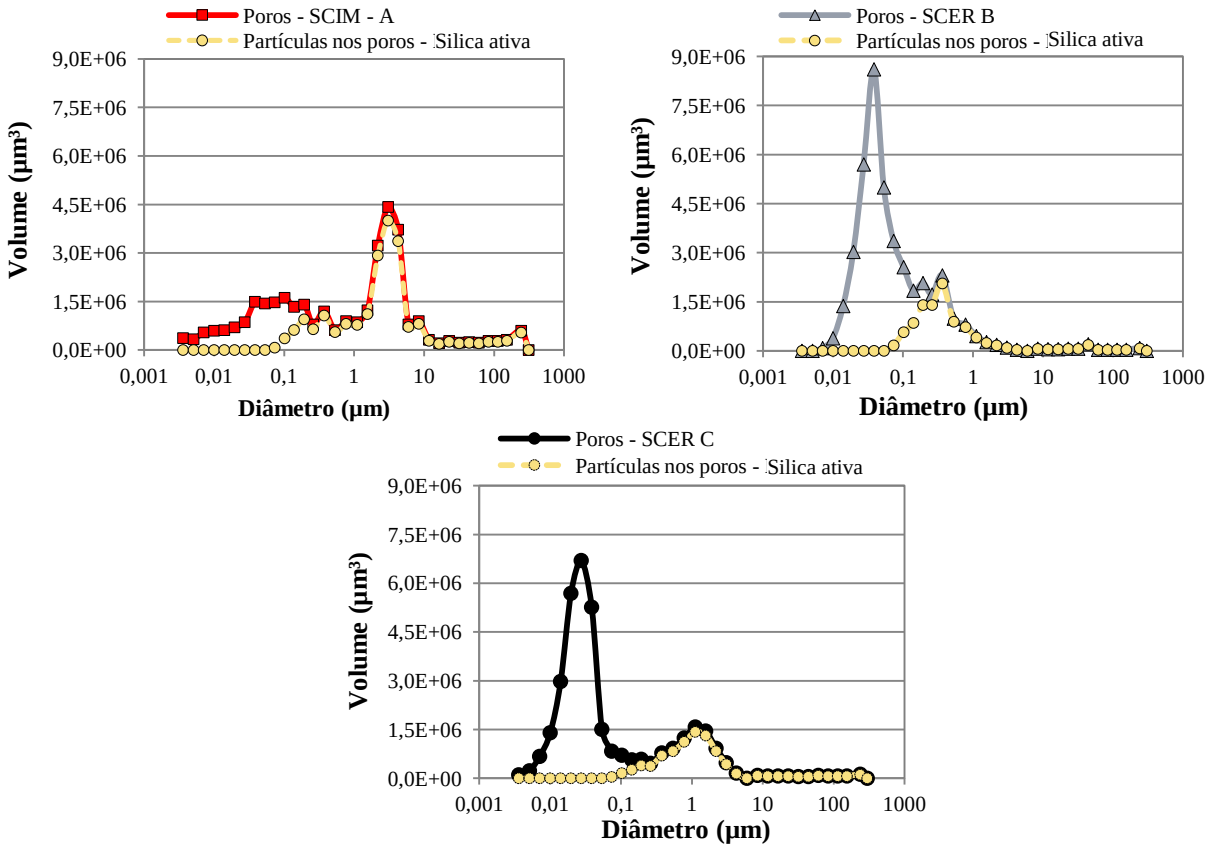


Figura 2.14 – Volume de poros do substrato e volume partículas de sílica ativa nos poros do substrato: (a) cimentício (SCIM-A); (b) cerâmico (SCER-B), e; (c) cerâmico (SCER-C).

A contribuição das partículas para a resistência de aderência irá depender da quantidade de material nos poros e da sua resistência mecânica. Neste sentido, foi calculada a massa das partículas (M_t) que penetram nos poros utilizando a densidade (ρ) e o volume de partículas nos poros ($\overline{V}_i$). A densidade foi obtida por ensaios de picnometria a gás Hélio. Nos resultados

apresentados na Tabela 2.1, verifica-se em todos os casos analisados que a massa de partículas dentro dos poros é desprezível, o que leva acreditar que a aderência não pode ser atribuída somente à ancoragem mecânica das partículas nos poros.

Além disso, segundo a teoria da filtração, o fator que determina a penetração de partículas em meios porosos é a relação entre o diâmetro da abertura (d_{of}) e o da partícula (da_i); tal como dito anteriormente, a migração de partículas em meios porosos só irá ocorrer se o diâmetro dos poros for inferior ao diâmetro da abertura. Se o diâmetro da partícula for igual ou superior haverá obstrução e acúmulo de partículas na superfície.

Sakthivadiveld verificou experimentalmente que a penetração de partículas plásticas imersas em óleo mineral em orifícios não ocorre mesmo se estas possuírem uma relação $\frac{d_{of}}{da_i} < 10$, a matriz é filtrada; para $10 < \frac{d_{of}}{da_i} < 20$ ocorre a deposição das partículas na superfície e, uma redução da permeabilidade de filtração, e; para $\frac{d_{of}}{da_i} > 20$ somente 2-5% dos orifícios são preenchidos pelas partículas[33].

O potencial de penetração das partículas presentes nas matrizes estudadas foi calculado para o substrato cimentício considerando as seguintes relações entre o diâmetro do poro (d_o) e o das partículas (d_a): 1; 4; 10; 20; 30; 40; 50 e 100. Os resultados são mostrados na Figura 2.15.

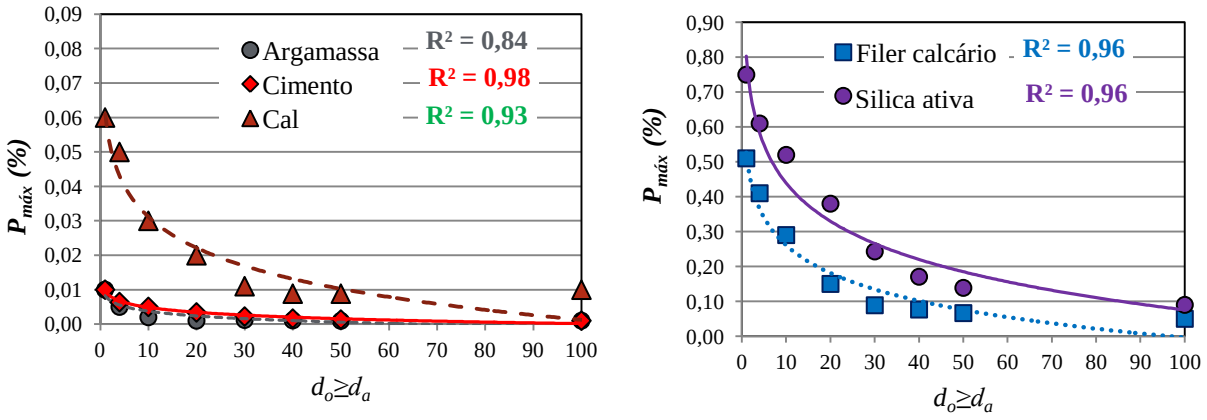


Figura 2.15 – Potencial de penetração de partículas em função da relação entre o diâmetro dos poros do substrato cimentício e o diâmetro das partículas presentes nas matrizes estudadas (a) argamassa, cimento e cal; (b) filer calcário e sílica ativa.

Observa-se na Figura 2.15 que o potencial de penetração das partículas reduz com o aumento da relação entre os diâmetros do poro e das partículas numa correlação logarítmica entre os dois parâmetros. Para uma relação de 10, o potencial de penetração das matrizes de argamassa, cimento e cal é reduzido em 50% (Figura 2.15a), e em 40% e 30 % para as

matrizes de filer calcário e sílica ativa, respectivamente (Figura 2.15b). Os resultados indicam que as matrizes estudadas seriam filtradas pelos substratos e as partículas retidas na superfície. Assim, a contribuição da parcela mecânica pela penetração de ligantes nos poros para aderência pode ser desprezada, pois passa a depender da relação água/sólidos que é bastante elevada nos poros.

2.5 CONCLUSÕES PARCIAIS

A penetração de partículas em meios porosos depende da relação entre a geometria partícula-poro, dos efeitos de aglomeração e colisão das partículas. O modelo elaborado considerou a melhor das hipóteses de penetração desprezando todos esses efeitos e admitindo que existam forças capazes de mover as partículas em direção aos poros, o que não ocorre nos sistemas reais. Assim, os resultados experimentais foram inferiores ao obtido pelo modelo.

O modelo foi aplicado a matrizes constituídas por cimento, cal, finos e argamassa nos poros de substratos com distribuição de poros similares aos encontrados no mercado nacional para verificar o potencial de penetração das partículas nos poros. Esse valor não atingiu 1% em relação ao volume de partículas totais presentes na matriz, mesmo para a matriz constituída da partícula mais fina (sílica ativa) em substrato com maior dimensão (cimentício). Nos sistemas estudados, o volume de partículas nos poros é limitado pelo volume de poros do substrato. Constatou-se que a utilização de partículas finas pode auxiliar na redução da porosidade do substrato pelo preenchimento dos poros e irregularidades superficiais e, com isso aumentar o contato efetivo substrato-matriz.

Os resultados obtidos indicam que a aderência não pode ser atribuída somente à ancoragem mecânica, pois a quantidade de material nos poros é pequena, mesmo se todos os poros fossem preenchidos por partículas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CARVALHO JR, A. N. **Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico**. 331 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

2. DÉTRICHÉ, C. H.; GALLIAS, J. L.; GRANDET, J.; MASO, J. C. Mouvements d'eau, hydratation et comportement mécanique des mortiers d'enduit. **Matériaux et Constructions**, v. 17, n. 100, p. 297–302, 1984).

3. DUPIN, I.; DETRICHE, C. H.; MASO, J. C. Accrochage direct d'un enduit sur un isolant par une liaison de type mécanique dans le cadre d'un procédé d'isolation par l'extérieur. **Materials and Structures**, v. 21, n. 5, p. 370–378, 1988.

4. CARASEK, H. **Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação**. 285 f. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.

5. COSTA, E. B. C.; JOHN, V. M. Aderência substrato-matriz cimentícia: Estado da arte. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS, 17 a 20 de maio, Belo Horizonte - MG. **Anais...** Belo Horizonte - MG: ANTAC, 17 a 20 de maio, 2011.

6. ROUSSEL, N.; NGUYEN, T.; COUSSOT, P. General Probabilistic Approach to the Filtration Process. **Physical Review Letters**, v. 98, n. 11, 2007. Disponível em: <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.98.114502>.

7. SHARMA, M. M.; YORTSOS, Y. C. Fines migration in porous media. **AIChE Journal**, v. 33, n. 10, p. 1654–1662, 1987. Acesso em: 7/6/2011.

8. KAISER, C. A Directed Percolation Model for Clogging in a Porous Medium with Small Inhomogeneities. **Transport in Porous Media**, v. 26, n. n. 2, p. 133–146, 1997.

9. KAMPEL, G. **Mathematical modeling of fines migration and clogging in porous media**. Tese (Doutorado) – Georgia Institute of Technology, 2007.

10. BORISOVA, E.; ADLER, P. Deposition in porous media and clogging on the field scale. *Phys. Rev. E* **71,** (2005).

11. MAYS, D. C. Contrasting Clogging in Granular Media Filters, Soils, and Dead-End Membranes. **Journal of Environmental Engineering**, v. 136, n. 5, p. 475, 2010. Acesso em: 13/6/2011.

12. IMDAKM, A.; SAHIMI, M. Transport of large particles in flow through porous media. **Physical Review A**, v. 36, n. 11, p. 5304–5309, 1987. Acesso em: 7/6/2011.

13. CHEVOIR, F.; GAULARD, F.; ROUSSEL, N. Flow and jamming of granular mixtures through obstacles. **Europhysics Letters (EPL)**, v. 79, n. 1, p. 14001, 2007. Acesso em: 15/6/2011.

14. REGE, S. D.; FOGLER, H. S. Network model for straining dominated particle entrapment in porous media. **Chemical Engineering Science**, v. 42, n. 7, p. 1553–1564, 1987.

15. HENDRICKX, R.; ROELS, S.; VAN BALEN, K. Measuring the water capacity and transfer properties of fresh mortar. *Cement and Concrete Research* **40,** 1650–1655 (2010).

16. DERLUYN, H.; JANSSEN, H.; CARMELIET, J. Influence of the nature of interfaces on the capillary transport in layered materials. *Construction and Building Materials* **25,** 3685–3693 (2011).

17. DERLUYN, H.; MOONEN, P.; CARMELIET, J. *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2008* **2,** 865–872 (Rode, Carsten, 2008).

18. PEL, L.; KOPINGA, K.; BROCKEN, H. J. P. Moisture transport in porous building materials. *HERON* **Vol. 41, No. 2,** 95–105 (1996).

19. PEL, L.; HUININK, H. in *Magnetic Resonance Microscopy* (Codd, S. L. & Seymour, J. D.) 451–464 (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA). at <http://doi.wiley.com/10.1002/9783527626052.ch28>

20. ZHANG, P.; WITTMANN, F. H.; ZHAO, T.; LEHMANN, E.; JIN, Z. Visualization and quantification of water movement in porous cement-based materials by real time thermal

neutron radiography: Theoretical analysis and experimental study. *Science China Technological Sciences* **53,** 1198–1207 (2010).

21. RIPPERGER, S. Crossflow microfiltration – state of the art. *Separation and Purification Technology* **26,** 19–31 (2002).

22. SILVA, D. A.; MONTEIRO, P. J. M. The influence of polymers on the hydration of Portland cement phases analyzed by soft X-ray transmission microscopy. *Cement and Concrete Research* **36,** 1501–1507 (2006).

23. SILVA, D. A.; MONTEIRO, P. J. M. Analysis of C3A hydration using soft X-rays transmission microscopy: Effect of EVA copolymer. *Cement and Concrete Research* **35,** 2026–2032 (2005).

24. CARDOSO, F. A. Distribuição granulométrica de partículas de cimento ao longo do tempo. (2010).

25. JUILLAND, P.; GALLUCCI, E.; FLATT, R.; SCRIVENER, K. Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration. *Cement and Concrete Research* **40,** 831–844 (2010).

26. MAKAR, J. M.; BEAUDOIN, J. J.; SATO, T.; ALIZADEH, R.; RAKI, L. Discussion of 'Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration'. *Cement and Concrete Research* (2011). doi:10.1016/j.cemconres.2011.01.020.

27. CARDOSO, F. A.; FERNANDES, H. C.; PILEGGI, R. G.; CINCOTTO, M. A.; JOHN, V. M. Carbide lime and industrial hydrated lime characterization. *Powder Technology* **195,** 143–149 (2009).

28. SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESEN, P. The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete. **Interface Science**, v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004.

29. STROEVEN, P.; HU, J. ITZ's structural evolution during hydration in model concrete. **Magazine of Concrete Research**, v. 61, n. 5, p. 371–377, 2009.

30. CARDOSO, F. A. **Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico**. 138 f. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

31. BAGLIONI, P.; GIORGI, R. Soft and hard nanomaterials for restoration and conservation of cultural heritage. **Soft Matter**, v. 2, n. 4, p. 293, 2006.

32. DANIELE, V.; TAGLIERI, G.; QUARESIMA, R. The nanolimes in Cultural Heritage conservation: Characterisation and analysis of the carbonatation process. **Journal of Cultural Heritage**, v. 9, n. 3, p. 294–301, 2008.

33. MC-DOWELL-BOYER, L. M.; HUNT, J. R.; SITAR, N. Particle Transport Through Porous Media. **Water Resources Research**, v. 22, n. n. 13, p. 1901–1921, 1986.

3

EFEITO DA ABSORÇÃO DO SUBSTRATO

NA ADERÊNCIA

A absorção do substrato necessariamente aumenta a aderência?

INTRODUÇÃO

O fluxo de água da matriz para o substrato ou vice versa (fluxo reverso)[1] é um dos parâmetros associados ao desenvolvimento da aderência. Antes da consolidação da argamassa a sucção do substrato pode propiciar a redução da porosidade na interface: pela diminuição da relação água/sólidos e pela aproximação das partículas, e até alterar os compostos hidratados nessa região – menor quantidade de hidróxido de cálcio[2–4]. No entanto, a redução de poros só irá ocorrer se a água succionada pelo substrato não for reposta pelas camadas mais afastadas, o que não ocorre em argamassas convencionais de cimento, cal e areia[5]. É certo que a perda de água causa uma redução volumétrica na argamassa e uma redução média no teor de água.

A absorção capilar do substrato está associada ao ângulo de contato formado entre o menisco formado pelo líquido na parede do poro (θ). A absorção irá ocorrer se $\theta < 90°$, o menisco formado apresenta curvatura côncava – esse menisco elimina a interface líquido/ar que se move, favorecendo a penetração do líquido. Se $\theta > 90°$, o líquido é expelido do capilar, originando uma depressão na superfície líquida. Quanto maior o ângulo maior a repelência à água, pois há um aumento da interface sólido-ar[6,7].

Vários estudos tentam estabelecer uma correlação entre aderência e os resultados de absorção inicial de água (AIA), medido durante 1 minuto, e ao longo do tempo, denominada absortividade. Alguns autores apontam a existência de um teor ótimo de absorção inicial para a obtenção da máxima aderência[8–10]. Segundo este modelo, uma baixa perda de água da matriz para o substrato proporcionaria um acúmulo de água na superfície de contato,

resultando numa interface mais porosa, reduzindo consequentemente a aderência. E, uma perda excessiva poderia causar defeitos e microfissuras na interface[11,12], gerados por contração volumétrica, além de condições desfavoráveis de hidratação da matriz na interface isto é, maior heterogeneidade.

Pode-se também especular que a água succionada durante a aplicação da argamassa venha a modificar a reologia da matriz na interface, restringindo o espalhamento da matriz[13,14] sobre o substrato e, podendo, portanto gerar defeitos devido à ausência de contato matriz-substrato.

Pesquisas utilizando técnicas de transmissão de nêutrons[1], ressonância nuclear magnética (NMR)[5,15–17], absorção de raios X[18–22] e até mesmo ensaios de perda de água da matriz cimentícia[23,24] têm mostrado que o fluxo de água da matriz para o substrato é bem menor que a absorção de água livre, ou seja, do substrato exposto à água. Resultados experimentais de Groot[1], obtidos com a técnica de transmissão de nêutrons, mostram que, em contato com uma argamassa, a base retira entre 5 a 12% da água, que é absorvida quando é colocada em contato com água livre (ensaio de absorção de água) no mesmo período de tempo. Esta conclusão é confirmada por Derluyin *et al.*[19] que combinaram ensaios de absorção de raios X com modelagem numérica usando o modelo de Janssen *et al.*[25]. Para estes autores essa diferença pode ser ocasionada pela redução do contato argamassa-substrato devido à topografia da superfície e pela pressão capilar do substrato ser inferior à da argamassa. Outro mecanismo amplamente demonstrado é que o movimento da suspensão de finos em água sobre uma base porosa é um processo de filtração, onde ocorre inevitavelmente o entupimento dos poros pelas partículas presentes na argamassa[26–31].

Todos estes resultados mostram que o transporte de água das argamassas para as bases porosas convencionais ocorre, mas em menor escala que a sugerida pelos ensaios de absorção inicial de água. Mais do que isto, ainda não existem dados definitivos que comprovem o grau de influência da absorção do substrato para a aderência. Observa-se que ainda não foi feita uma análise isolada desta influência: matrizes com formulações distintas aplicadas em substratos com distribuição de tamanho de poros, rugosidade e naturezas diferentes.

Sendo assim, o objetivo desse capítulo **é avaliar o efeito da absorção de um substrato cimentício, com porosidade e rugosidade controladas, porém com níveis de absorção diferentes na aderência substrato matriz-cimentícia.** Os níveis de absorção foram obtidos por tratamentos superficiais e pela aplicação de hidrofugante que atua na modificação da energia de superfície impedindo a absorção de água.

3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS

A influência da absorção da base na aderência de argamassas foi estudada em substratos cimentícios com mesma rugosidade e porosidade e diferentes níveis de absorção resultado da aplicação ou não de hidrofugante à base de silano. Para manter as mesmas características superficiais do substrato e remover contaminações superficiais oriundas da moldagem, a superfície destes foi lixada sob condições controladas.

Foram estudados três níveis de absorção obtidos mediante tratamento superficial do substrato, a saber: **BN** – sem tratamento superficial (referência); **BH** – aplicação de hidrofugante; e, **BHL** – aplicação de hidrofugante e um novo desgaste superficial. A aplicação do hidrofugante não forma um filme contínuo, mas altera a composição química das superfícies, o que também pode afetar a aderência. A remoção da camada superficial por lixamento reduz este efeito, que ficará limitado principalmente à superfície interna dos poros.

O controle da absorção dos substratos foi feito mediante ensaios de absortividade ao longo do tempo e medições do ângulo de contato aparente. As alterações do comportamento reológico da argamassa e a quantificação do fluxo de água da matriz após o contato com o substrato foram realizadas pelos ensaios de *squeeze-flow* e de perda de água. O ensaio de *squeeze flow* foi realizado substituindo-se a placa inferior pelo substrato conforme procedimento elaborado por Barbosa[13] e a perda de água pelo método proposto por Póvoas[32]. Ambos os ensaios foram executados nos intervalos de tempo de 5 min e 10 min após o contato argamassa-substrato.

O desempenho mecânico da interface substrato-argamassa foi avaliado pelo ensaio de resistência de aderência à tração após 28 dias de moldagem da camada de revestimento. Para reduzir a variabilidade intrínseca deste ensaio, o método foi adaptado para execução em laboratório eliminando-se a etapa de corte do revestimento e os efeitos da excentricidade e controlando-se a taxa de carregamento. Além disso, determinou-se o teor de umidade do conjunto argamassa-substrato após a realização do ensaio.

A microestrutura da interface foi caracterizada por análise de imagens utilizando o sistema de videomicroscopia digital (*Hirox KH 7700*) e, os compostos hidratados na interface quantificados por termogravimetria.

Os ensaios foram executados aleatoriamente para garantir a independência das observações e os resultados obtidos analisados com base em critérios estatísticos: medidas de tendência central, desvio-padrão e análise de variâncias (ANOVA). O modelo matemático da ANOVA pressupõe que a variância seja a um nível de probabilidade de 5%.

Após a conclusão de que existe diferença significativa entre os tratamentos, por meio do teste F, a magnitude destas diferenças foi avaliada utilizando teste de comparações múltiplas – teste de Duncan. Esse teste permite comparar grupos entre si, com base na diferença mínima significativa (dms). A estatística do teste é dada pela Equação 3.1:

$$dms = q_i\sqrt{\frac{s_e^2}{n}}\left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} + \cdots + \frac{1}{r_n}\right). \quad \text{(Equação 3.1)}$$

em que q_i é valor tabelado por Duncan obtido em função da distância entre as médias comparadas (i = p+ n; p = número de médias localizadas entre o número de tratamentos que estão sendo comparados (n), relacionadas em ordem crescente; s_e é o número de graus de liberdade do resíduo; e, r é o número de observações por tratamento[33].

Os cálculos da ANOVA e teste de Duncan foram realizados com auxílio do programa Statistica 9.0 da Statsoft®.

3.1.1 MATERIAIS UTILIZADOS

3.1.1.1 Argamassa

Para a confecção dos substratos e revestimento foi empregada uma mesma argamassa industrializada (*Revest 2 – Concreto*), disponível no mercado nacional, de massa específica 2.78g/cm³, determinada por picnometria a gás Hélio. A análise granulométrica foi realizada em duas etapas, a saber: a primeira, por peneiramento mecânico das partículas compreendidas entre 4.0 mm e 90 µm (fração agregado). A segunda, com granulômetro a laser, equipamento *Malvern Mss Mastersizer*, com água deionizada como meio dispersante, para a distribuição das partículas inferiores a 90 µm (finos). A Figura 3.1 apresenta a distribuição discreta do tamanho de partículas da argamassa e os dados granulométricos percentuais.

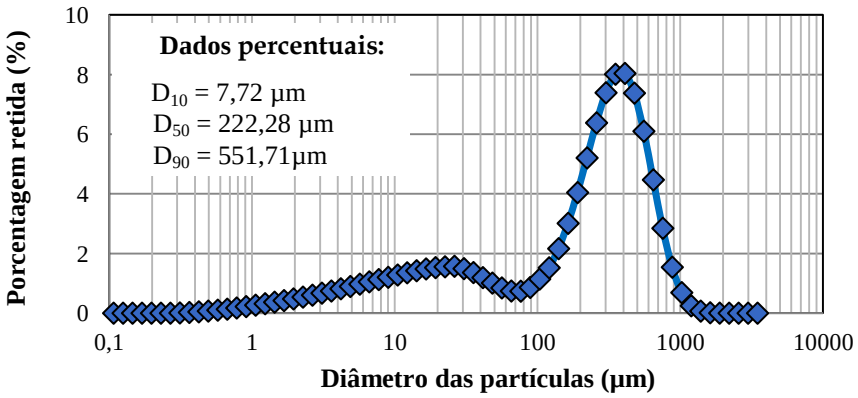


Figura 3.1 – Distribuição granulométrica da argamassa industrializada utilizada juntamente com os dados percentuais.

A fração fina dessa argamassa, partículas com diâmetro inferior a 90 µm, é igual a 29,7%. As características físicas das frações constituintes da argamassa estão listadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Características físicas das frações da argamassa utilizada no estado anidro.

Propriedade	***Método de ensaio***	***Argamassa***	
		Agregado	***Finos***
Densidade de massa	Picnometria a gás Hélio	2,79 g/cm³	2,88 g/cm³
Área específica BET	ASTM D 3663/2003	0,90 m²/g	1,28 m²/g

Na Tabela 3.2 são apresentados os resultados da análise química por fluorescência de raios X da fração fina da argamassa utilizada, expressos em óxidos percentuais, observa-se que a fração fina da argamassa é composta principalmente por cálcio e sílica (63,1%), com teor de óxido de alumínio de 2.68%.

Tabela 3.2 – Análise química por fluorescência de raios X da fração fina da argamassa utilizada.

Material	***Valor percentual (%)***							
	CaO	***SIO_2***	***SO_3***	***Al_2O_3***	***Fe_2O_3***	***K_2O***	***MgO***	***PF***
Finos argamassa (<90 µm)	36,6	26,5	0,91	2,68	2,40	1,04	5,17	22,7

3.1.1.2 Hidrofugante

A capacidade de absorção do substrato foi modificada pelo acréscimo do ângulo de contato na superfície. Para tanto foi utilizado um hidrofugante à base de uma emulsão de octiltrietoxisilano solúvel em água, disponível no mercado nacional para impermeabilização de materiais porosos, tais como blocos cerâmicos e de concreto, rochas e argamassas.

O hidrofugante foi caracterizado mediante ensaios de pH – equipamento *Analyser PH300M*; densidade; e, espectroscopia no infravermelho (FIT-R) utilizando-se o equipamento *Nicolet 6700* – FT-IR em que o hidrofugante foi aplicado sobre pastilha de brometo de potássio (KBR). O pH do hidrofugante é de 4,93 e a densidade de 1,02 g/cm³.

Na Figura 3.2 é apresentado o espectro no infravermelho do octiltrietoxisilano e na Figura 3.3 a sua fórmula estrutural. No espectro, observam-se as seguintes bandas de comprimento de onda[34], a saber:

- 2964-2956 cm^{-1} – Deformação axial assimétrica de CH_2 e CH_3;
- 2932-2924 cm^{-1} – Deformação axial simétrica de CH_2;
- 1472-1376 cm^{-1} – Estiramento dos grupos CH_2 e CH_3;
- 1300-900 cm^{-1} – Deformação axial de C – O;
- 1280-814 cm^{-1} – Bandas intensas atribuídas a Si – O;
- 580-800 cm^{-1} – Vibrações axiais de C – C.

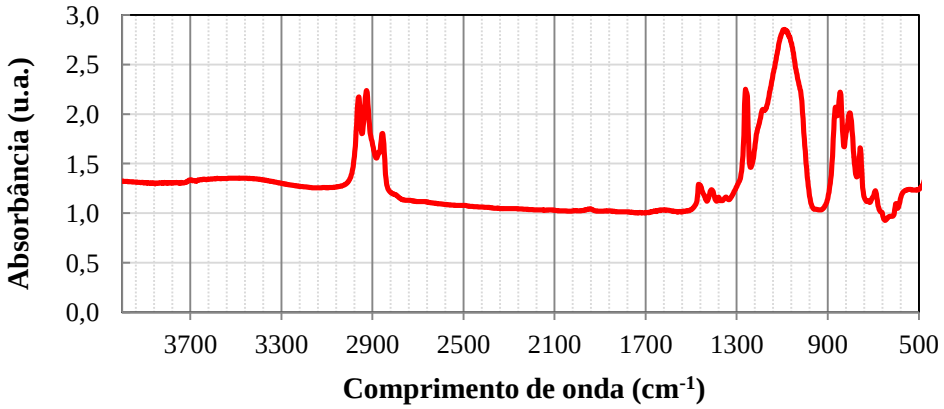


Figura 3.2 – Espectro no infravermelho do octiltrietoxisilano.

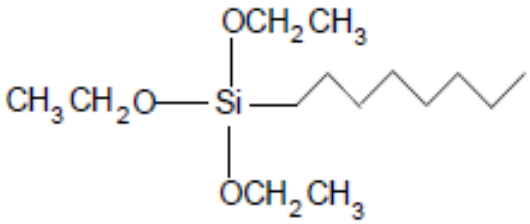


Figura 3.3 – Fórmula estrutural do octiltrietoxisilano.

3.1.2 PRODUÇÃO DOS SUBSTRATOS

Os substratos foram confeccionados com a argamassa descrita no item 3.1.1.1, com teor de água de 16,25% em relação à massa de sólidos, misturas realizadas em reômetro rotacional com velocidade igual a 500 rpm durante cinco minutos. Decorridos 30 s, a água era adicionada ao pó com auxílio de funil de vazão média de 45 g/s.

Para facilitar a visualização da interface substrato-matriz durante a realização de ensaios de microscopia, adicionou-se pigmento em pó à base de óxido de ferro (vermelho) durante a moldagem, num teor igual a 0.75% em relação à massa de sólidos.

Foram moldados corpos-de-prova cilíndricos para ensaios de *squeeze-flow*, de perda de água da matriz para o substrato e de resistência de aderência à tração, cujas dimensões e procedimentos são descritos a seguir:

- **Substratos para ensaios de *squeeze-flow*** – corpos-de-prova cilíndricos com diâmetro de 50 mm e altura de 25 mm, preenchidos em camada única, aplicação de vinte e cinco golpes; com nivelamento superficial executado no sentido centro-extremidade.

- **Substratos para ensaios de resistência de aderência à tração e transporte de massa** – corpos-de-prova cilíndricos com diâmetro de 100 mm e altura de 20 mm, preenchidos em camada única, aplicação de quinze golpes; com nivelamento superficial executado no sentido centro-extremidade.

Após 24 h, os moldes eram retirados e os corpos-de-prova condicionados em embalagem plástica com umidade relativa igual a 100% e temperatura ambiente de (23 ± 2)°C durante 28 dias – data em que foram realizados os ensaios para avaliação do desempenho mecânico e o preparo superficial dos substratos para os ensaios de squeeze-flow e resistência de aderência à tração.

3.1.2.1 Preparo superficial dos substratos

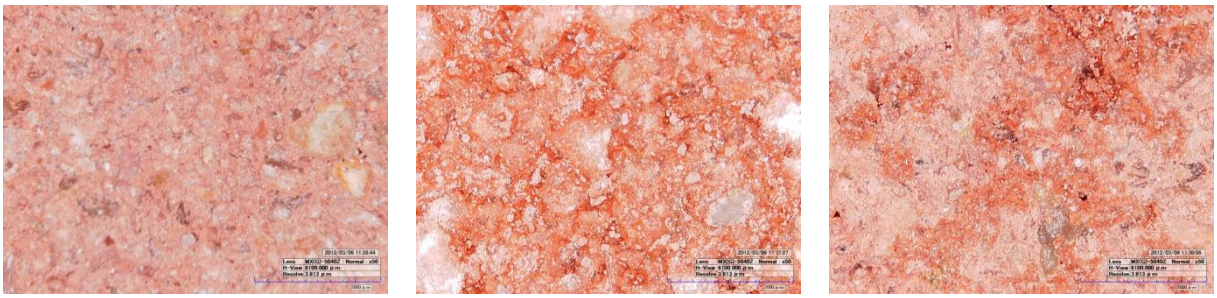
Para evitar defeitos de nivelamento superficial, a superfície dos substratos foi lixada com auxílio da politriz (*STRUERS Rotopol*-15) numa velocidade de 100 rpm. Tal procedimento foi realizado em duas etapas: primeira com lixa n°120 e a segunda com lixa n°240, ambos executados com água, mantendo constante a espessura final do substrato em 15 mm. A lixa n° 120 foi adotada para eliminar os defeitos macroscópicos do nivelamento durante o procedimento de moldagem e a lixa de n° 240 para eliminar os riscos causados pela lixa de maior abrasividade.

Os substratos foram secos em estufa com circulação de ar a 50°C até constância de massa[a]. Posteriormente, foram preparadas conforme o tipo de tratamento superficial, a saber:

- **Base natural (BN)** – somente com limpeza superficial com jato de ar;
- **Base hidrofugada (BH)** – limpeza superficial mais aplicação de hidrofugante em emulsão a base de silicone, diluído em água, num teor de 10% em relação à massa de água. A aplicação foi feita em três demãos com auxílio do pincel, a secagem superficial foi feita ao ar;
- **Base hidrofugada e lixada (BHL)** – decorridos 30 min da aplicação do hidrofugante, a superfície foi novamente lixada com auxílio da politriz empregando-se somente a lixa n° 240. Essa nova abrasão foi utilizada para conferir aos substratos características de absorção intermediária com a remoção de parte do hidrofugante. Para os substratos com este tratamento, a espessura final foi mantida em 14 mm.

A Figura 3.4 mostra o aspecto superficial dos substratos preparados após os respectivos tratamentos superficiais. Nota-se que a base hidrofugada apresenta uma coloração vermelha mais intensa em relação à base natural; a base hidrofugada e lixada apresenta pontos de coloração mais intensos e mais claros, indicando respectivamente a presença ou não de hidrofugante.

[a] Esse procedimento foi efetuado sempre que os substratos entraram em contato com a água, como no preparo das bases hidrofugadas e lixadas; e, após os ensaios de absorção ao longo do tempo e porosidade por Arquimedes.



(a) BN **(b) BH** **(c) BH+L**

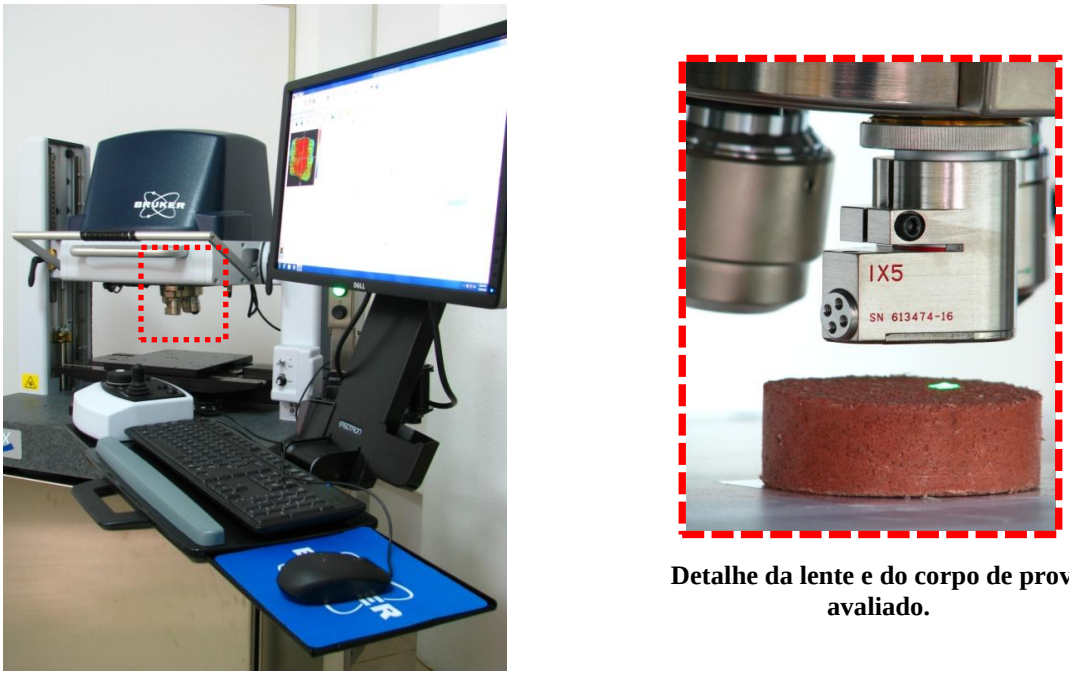
Figura 3.4 – Aspecto superficial dos substratos analisados: (a) natural; (b) hidrofugada; e (c) hidrofugada+lixada. Imagens obtidas com microscópio óptico digital (HIROX) – ampliação 50x. Para facilitar a visualização para a confecção dos substratos a argamassa foi pigmentada com óxido de ferro.

Após o tratamento superficial, os substratos foram armazenados, em embalagem selada a vácuo, até a realização dos ensaios de caracterização.

3.1.3 CARACTERIZAÇÃODOS SUBSTRATOS

3.1.3.1 Topografia da superfície

Após a aplicação dos tratamentos superficiais, a topografia dos substratos foi medida pela técnica de interferometria a laser, utilizando um perfilômetro óptico, marca *Bruker, modelo NP-Flex* (Figura 3.5).



Detalhe da lente e do corpo de prova avaliado.

Figura 3.5 – Perfilômetro óptico utilizado para caracterização da topografia dos substratos após a aplicação dos tratamentos superficiais. Fotos: Mário Takeashi.

O principio da técnica baseia-se na aplicação de um feixe de laser, o qual é dividido por um divisor, um feixe é direcionado para a amostra e outro para o espelho de referência interno. Os dois feixes se recombinam e a luz recombinada é enviada ao detector. O detector mede a intensidade de luz no momento em que a objetiva interferométrica é colocada na direção vertical (eixo z) e encontra o máximo de interferência. Cada pixel do sensor mede a intensidade da luz e a franja de interferência é utilizada para calcular a posição da superfície (Figura 3.6). Na medida em que a lente objetiva é movida, se a distância entre amostra e o divisor do feixe for igual à distância entre o espelho de referência e o divisor uma mudança de intensidade da luz será observada em cada pixel devido à interferência. Se a objetiva movida para baixo, os pontos mais altos da superfície fará com que a interferência primeiro. Esta informação é utilizada para construir um mapa da superfície tridimensional[35].

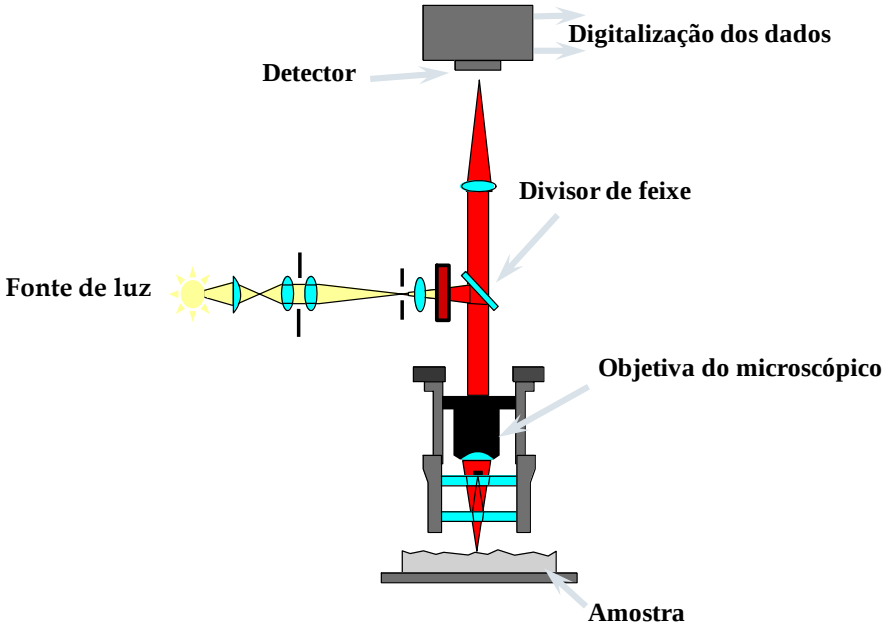
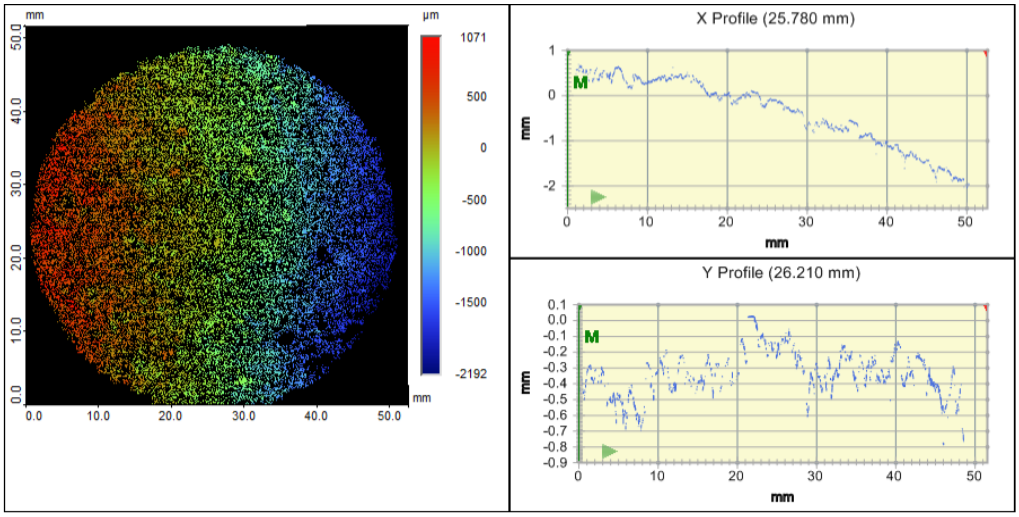


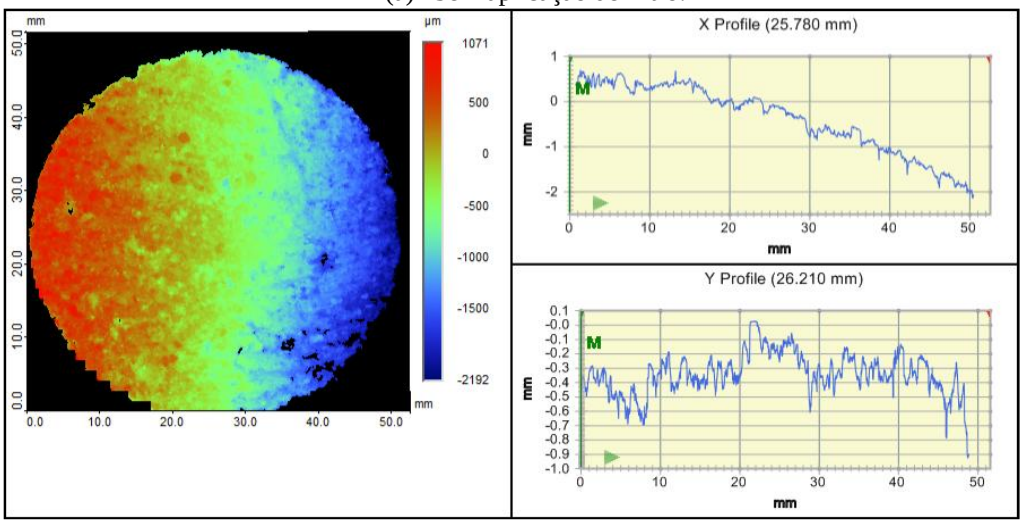
Figura 3.6 – Representação esquemática do principio da interferometria a laser. Cortesia: *Bruker*.

Para a caracterização dos substratos foram adotados os seguintes parâmetros: lente objetiva 5x – Michelson e multiplicador 0,55x, com passo x = 2,331mm e y = 1,748 mm; luz monocromática verde; velocidade de varredura igual a 7x; limite de ruído (pixels válidos) de 2%; distância em z igual a 1400 µm. Para cada tratamento superficial foram medidos cinco corpos de prova com diâmetro de 50 mm e o tempo gasto para execução de cada medida foi de 9,6 h.

Após aquisição dos dados da topografia da superfície, os perfis foram submetidos a um filtro para interpolação dos dados e eliminação dos pontos não válidos, utilizando os pontos ao redor da área medida (Figura 3.7).



(a) Sem aplicação de filtro.



(b) Após aplicação do filtro.

Figura 3.7 – Exemplo da topografia da superfície do substrato cimentício com diâmetro de 50 mm (a) antes e (b) após a interpolação dos pontos. A escala de cores mostra os picos, os pontos mais altos, em vermelho e os vales, pontos mais baixos, em azul. Observa-se no perfil 2D que não alteração da topografia com a interpolação dos dados.

Os parâmetros de rugosidade avaliados para caracterização numérica da superfície foram: S_a, média aritmética das alturas da superfície a partir de um plano médio; S_q, desvio padrão da distribuição das alturas de picos e vales da superfície definidos pelas Equações 3.2 e 3.3, respectivamente; e o fator de rugosidade (r) proposto por Wenzel que equivale à razão entre a área da superfície real e a área da superfície projetada no plano.

$$S_a = \frac{1}{MN}\sum_{j=1}^{N}\sum_{i=1}^{M}\left|\eta\,(X_i Y_j\right|. \qquad \text{(Equação 3.2)}$$

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{MN}\sum_{j=1}^{N}\sum_{i=1}^{M}\eta^2(X_i Y_j}\,. \qquad \text{(Equação 3.3)}$$

em que M e N equivale ao número de pontos em X e Y; η é o conjunto de dados da superfície; neste estudo estabelecido após tratamento dos dados.

A Tabela 3.3 apresenta os parâmetros de rugosidade avaliados em função do tratamento do substrato. Os resultados mostram há uma variabilidade dos parâmetros dentro do próprio grupo, mas não há variação dos mesmos em função do tratamento aplicado, isto é os substratos apresentam o mesmo nível de topografia superficial.

Tabela 3.3 – Caracterização da topografia da superfície – parâmetros de rugosidade avaliados em função do tratamento do substrato.

Tratamento	**S_a (µm)**		**S_q (µm)**		**r**	
	Média	***CV (%)***	***Média***	***CV (%)***	***Média***	***CV (%)***
Base Natural BN	53,10	18	127,33	16	2,27	7
Base hidrofugada BH	61,62	10	142,93	9	2,08	5
Base hidrofugada e lixada BHL	57,46	3	136,88	7	2,11	5

O fator de rugosidade (r) se mostra interessante no caso da aderência, pois é um indicativo do quanto a área de contato interfacial pode ser aumentada se houver o preenchimento total das irregularidades pela matriz. Nos sustratos estudados, o fator de rugosidade (r) é o que apresenta menor variabilidade e área superficial dos substratos é de aproximadamente 2,15 vezes superior em relação à superfície plana.

Ao medir a topografia da superfície, é preciso ter cuidado com a interpretação dos resultados, duas superfícies com o parâmetro de rugosidade de mesmo valor pode ter as irregularidades superficiais distribuídas de modo diferente[35,36].

3.1.3.2 Distribuição do diâmetro de poros

A distribuição do diâmetro de poros foi determinada aos 56 dias, em porosímetro *Micromeritics* – Autopore III 9420, adotando como condição de ensaio tensão superficial do mercúrio igual a 0,485 N/m, densidade de 13,53 g/cm³ e ângulo de contato mercúrio/sólido 130°. Amostras com dimensões de 10 mm x 5 mm foram extraídas da parte superior do corpo-de-prova, como ilustra a Figura 3.8 com auxílio da serra de alta precisão *Minitom Struers*. O corte foi executado com água para evitar a ocorrência de fissuras.

As amostras foram secas em estufa com circulação mecânica a 50°C até constância de massa. Para retirada da água livre ainda remanescente nas amostras, essas foram congeladas em freezer com temperatura inferior a -30°C e, liofilizadas por 18 horas. Após a liofilização,

as amostras foram acondicionadas em tubos de filmes fotográficos e armazenadas em dessecador a vácuo com pressão de 400 mmHg até o momento de realização dos ensaio.

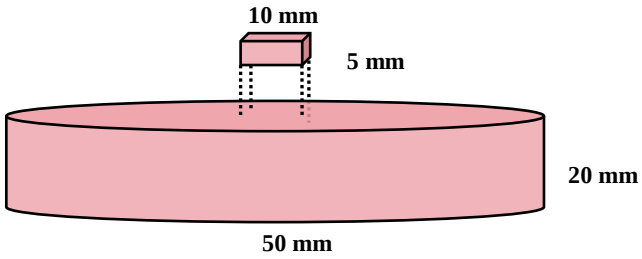
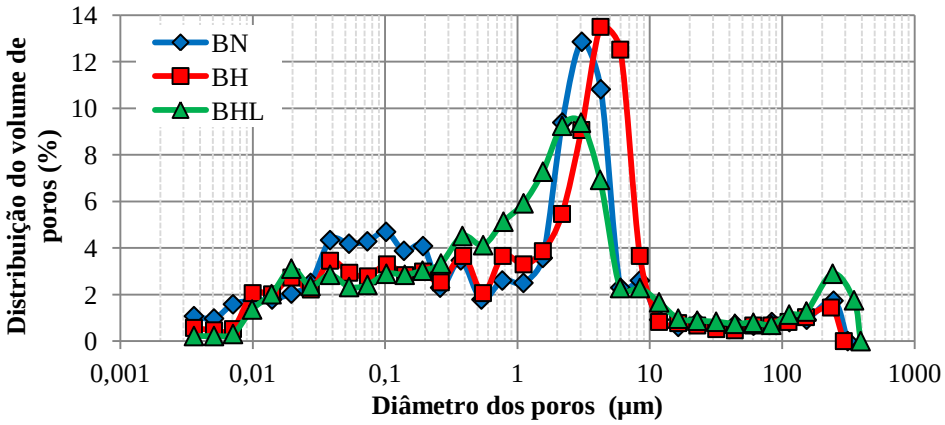


Figura 3.8 – Detalhe da preparação das amostras extraídas para ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio.

A Figura 3.9 apresenta a distribuição do diâmetro dos poros do substrato. A distribuição do volume de poros foi calculada dividindo-se o volume de mercúrio intrudido em cada diâmetro dividido pelo volume total de mercúrio intrudido.



Características	*BN*	*BH*	*BHL*
Diâmetro médio (µm)	1,55	1,55	1,55
Volume total (mL)	0,19	0,19	0,23
Porosidade (%)	34,4	34,4	37,9

Figura 3.9 – Distribuição do diâmetro dos poros dos substratos utilizados após desgaste da superfície obtida por porosimetria por intrusão de mercúrio.

Observa-se uma pequena alteração da distribuição de poros e da porosidade dos substratos analisados: a base hidrofugada e lixada (BHL) apresentou porosidade 10% superior à base natural (BN) e a hidrofugada (BH) que obtiveram mesmo valor de porosidade. Isso pode ter sido ocasionado pelo lixamento do substrato após a aplicação do hidrofugante. A distribuição de tamanho de poros foi similar com maior proporção de poros situados entre 2 µm e 10 µm, para as bases naturais e hidrofugadas; e, para as bases hidrofugadas e lixadas situados entre 0,8 µm e 4 µm.

3.1.3.3 Porosidade aparente – Método Arquimedes

A porosidade dos substratos foi determinada pelo princípio de Arquimedes (porosidade aparente). Os corpos-de-prova foram saturados a vácuo por duas horas a fim de permitir maior penetração de água nos corpos-de-prova. Após esta etapa, as amostras permaneceram imersas em água deionizada por 24 horas até a realização do ensaio.

Foram ensaiados quarenta e cinco corpos-de-prova para cada tipo de tratamento, cujos resultados são apresentados na Tabela 3.4. Não houve diferença significativa da porosidade com o tratamento aplicado; as bases hidrofugadas e lixadas apresentaram maior dispersão em relação à natural e hidrofugada, porém o coeficiente de variação foi inferior a 10%.

Tabela 3.4 – Porosidade dos corpos-de-prova em função do tratamento superficial.

Tratamento superficial	*n° de corpos-de-prova*	*Média (%)*	*CV (%)*
Base natural (BN)	45	18,8	3
Base hidrofugada (BH)		19,9	8
Base hidrofugada e lixada (BHL)		19,4	9

A porosidade obtida pelo ensaio de Arquimedes difere-se da porosimetria de intrusão de mercúrio, sendo geralmente inferior. Isso por ter ocorrido porque a pressão aplicada ou o tempo submetido ao vácuo não foram suficientes para permitir a penetração de água nos poros menores. Assim, para efeito de cálculos será considerado o valor de porosidade obtido pela porosimetria de intrusão de mercúrio.

3.1.3.4 Ângulo de contato aparente

A determinação do ângulo de contato foi realizada com goniômetro Krüss – DSA 100, utilizando-se água deionizada com tensão superficial 0,0072 N/m. Uma gota com volume igual a 0,008 mL era depositada na superfície do substrato e, monitorada por um período de 10 min ou até a absorção total da gota, com leituras a cada 30 s. Nas bases naturais (BN), a leitura do ângulo de contato era extremamente difícil devido à absorção da gota nos primeiros 30 s do contato gota-substrato; desse modo, as leituras eram feitas a cada segundo. Os dados foram obtidos automaticamente pelo software do equipamento (DSA1). Para cada tratamento aplicado foram ensaiados seis corpos-de-prova, sendo realizadas dez leituras a cada segundo distribuídas de forma aleatória em cada substrato analisado.

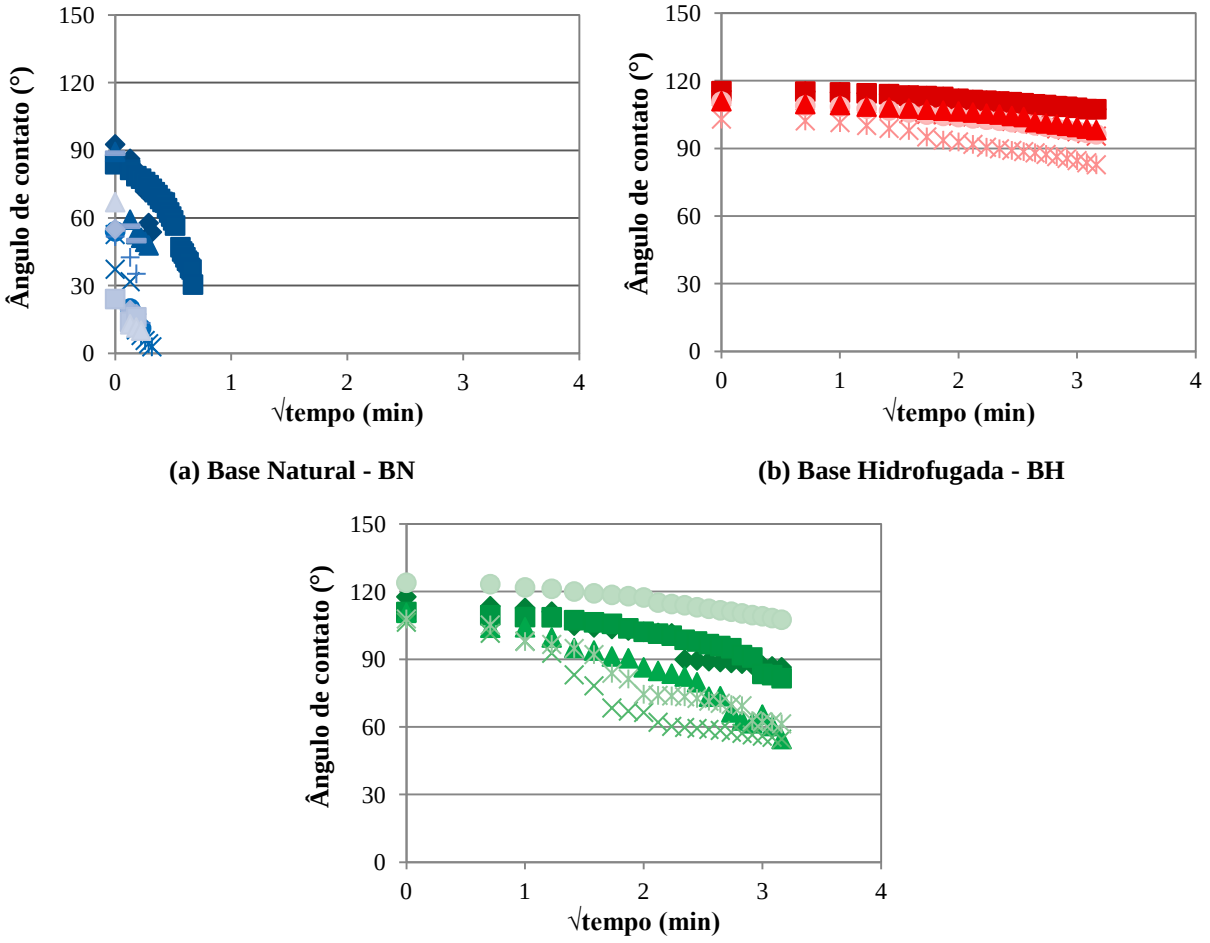
A análise estatística (ANOVA) indicou que tanto o tipo de tratamento como o tempo interferem significativamente no valor do ângulo de contato, como mostra a Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato e do tempo no valor ângulo de contato.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
(A) Tratamento superficial	122630	1	122630	183,39	3,85	**Significativo**
(B) Tempo	110986	20	5549	8,30	1,58	**Significativo**
Erro (AB)	1389490	2078	669	-		
Total	1623106	2099	-	-		

Legenda: SQ – soma dos quadrados; GL – graus de liberdade; MQ – média dos quadrados; F – parâmetro de Fisher para o teste de significância dos efeitos.

A Figura 3.10 apresenta o ângulo de contato dos corpos-de-prova avaliados em função do tempo e do tratamento realizado.



(a) Base Natural - BN

(b) Base Hidrofugada - BH

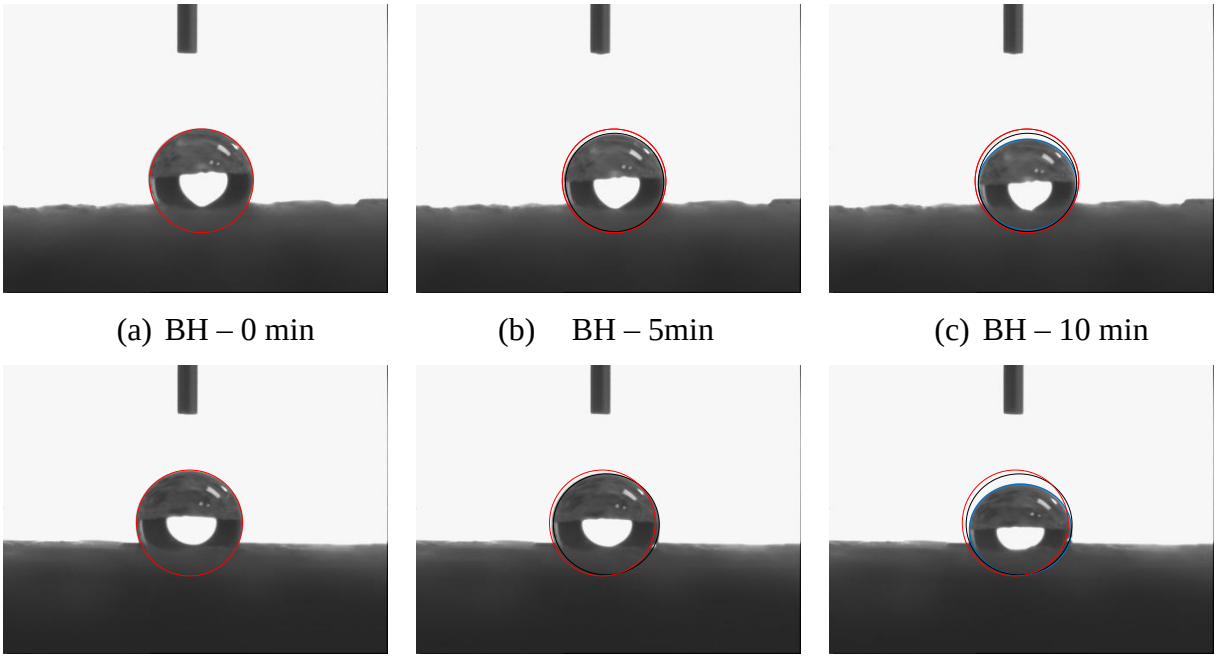
(c) Base Hidrofugada e lixada - BHL

Figura 3.10 – Ângulo de contato da gota de água deionizada em bases com diferentes tratamentos superficiais: (a) natural; (b) hidrofugada; e (c) hidrofugada+lixada em função do tempo.

As bases naturais apresentaram ângulo de contato inicial médio de 40°, chegando a zero antes do primeiro minuto de contato. Nota-se na Figura 3.10a, algumas leituras próximas a 90° que podem ser explicadas pela possível contaminação da superfície[37] ou por uma estrutura fechada dos poros impedindo a absorção capilar[38].

Nas hidrofugadas e hidrofugadas e lixadas os valores iniciais do ângulo de contato foram superiores a 90° caracterizando as superfícies como hidrofóbica. Tal como esperado, a aplicação do hidrofugante alterou a energia de superfície do substrato aumentando o ângulo de contato da superfície e, com isso impedindo a absorção capilar.

As bases hidrofugadas e lixadas (BHL) mostraram uma redução do ângulo de contato mais acentuada em função do tempo e maior variabilidade dos resultados. A Figura 3.11 apresenta as modificações da gota de água na superfície do substrato hidrofugada e hidrofugada+lixada ao longo do tempo. Essa variação ocorre porque a gota tende a se acomodar ou reduzir de volume na superfície devido às características superficiais do substrato: rugosidade e absorção, além da evaporação. Na base hidrofugada e lixada, o efeito é mais acentuado devido ao próprio tratamento superficial.



(a) BH – 0 min (b) BH – 5min (c) BH – 10 min

(d) BHL - 0 min (e) BHL - 5min (f) BHL - 10 min

Figura 3.11 – Histerese do ângulo de contato das bases hidrofugadas e lixadas e das hidrofugadas e em função do tempo.

Courard[39] mediu o ângulo de contato de líquidos diferentes em vários tipos de substrato: rocha calcária polida; pasta de cimento; pasta de cimento+hidrofugante; nos tempos de 20 s e 120 s após o contato gota-substrato. O autor obteve resultados similares que apontaram que o tempo, o tipo de substrato e o líquido utilizado interferem no valor do ângulo de contato.

3.1.3.5 Absorção ao longo do tempo

A eficiência dos tratamentos aplicados na superfície do substrato foi avaliada por meio do ensaio de absorção de água livre ao longo do tempo. A face do substrato a ser revestida foi colocada em contato com uma lâmina de água constante igual a 5 mm; e, para impedir a penetração de água pela lateral do corpo-de-prova aplicou-se um selante à base de silicone nessa região.

O controle de massa foi feito nos seguintes intervalos de tempos: 1; 2; 3; 4; 5; 10; 15; e, 30 min – em todos os substratos moldados. Com os resultados foi traçado um perfil da evolução de absorção de água em função da raiz quadrada do tempo (Figura 3.12) e calculado o coeficiente de absorção, obtido pela inclinação da reta, e os resultados relacionados com a resistência de aderência à tração.

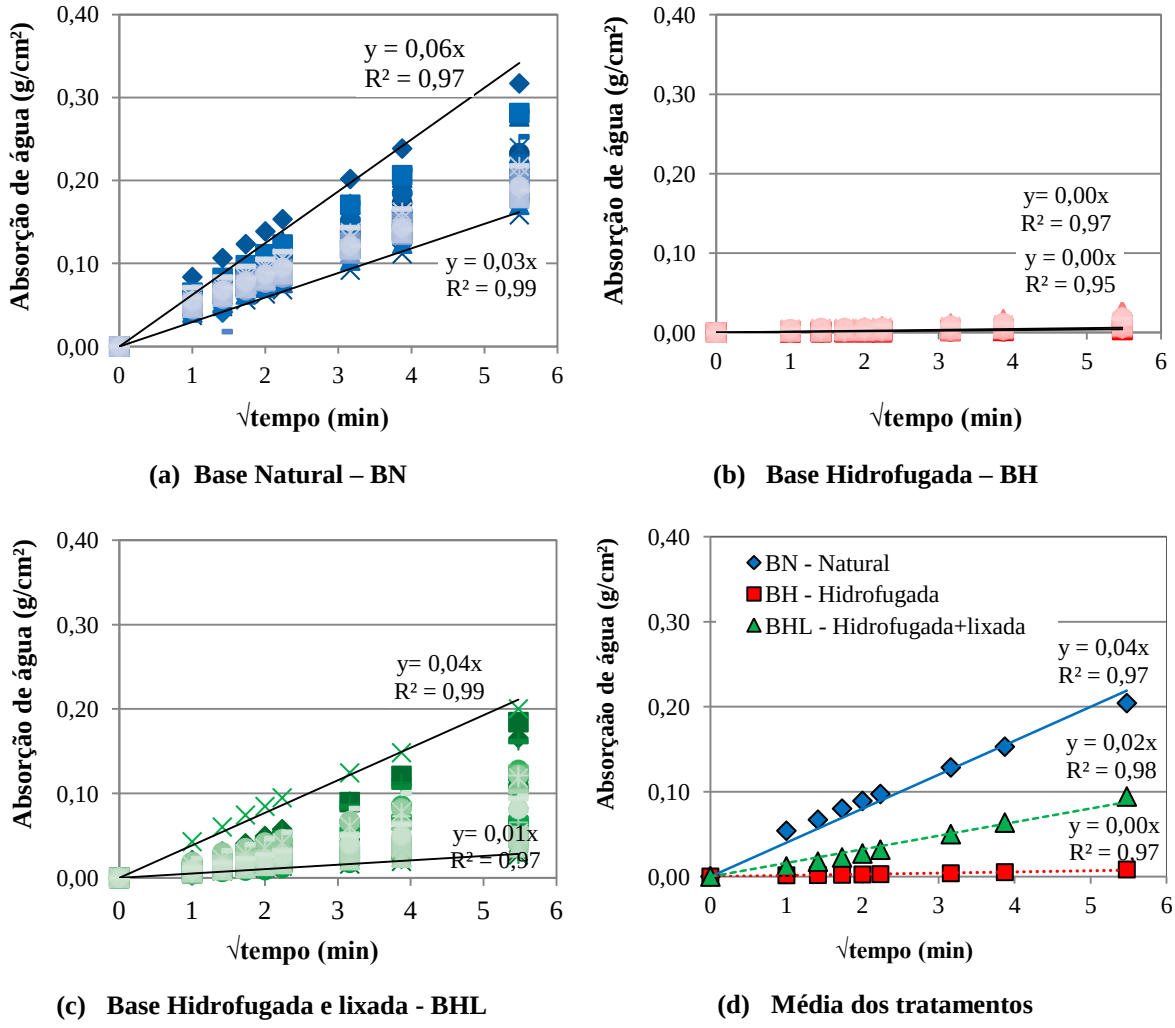


Figura 3.12 – Cinética de absorção dos substratos com diferentes tratamentos superficiais (a) natural; (b) hidrofugado; (c) hidrofugado+lixado; (d) média dos tratamentos.

A Figura 3.12 mostra o comportamento diferenciado dos tratamentos aplicados. As bases naturais apresentam absorção superior às que receberam tratamento superficial com hidrofugante em todos os intervalos de tempo; as bases hidrofugadas e lixadas apresentaram um comportamento intermediário, uma vez que parte do hidrofugante é removida durante o lixamento, observa-se que alguns corpos-de-prova apresentaram mesma capacidade de absorção que as bases naturais. A variabilidade dos resultados dos substratos naturais é oriunda do processo de fabricação, apesar de mesma porosidade, a distribuição de poros não é controlada. A remoção de parte do hidrofugante explica a variabilidade nas bases hidrofugadas e lixadas.

A utilização do hidrofugante proporcionou uma redução da absorção da água, pois o aumento do ângulo de contato impediu a penetração de água nos poros. Essa redução é estatisticamente significativa a um nível de 95%, como mostra os resultados da ANOVA apresentados na Tabela 3.6. Tal como esperado, verificou-se pelo teste de Duncan que os três tratamentos superficiais propiciam capacidade de absorção de água distinta aos substratos.

Tabela 3.6 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial na cinética de absorção do substrato.

Fonte de variação	***SQ***	***GL***	***MQ***	F_{cal}	F_{tab}	***Resultado***
Entre grupos (tratamento)	0,027	2	0,013	974,62	3,07	**Significativo**
Dentre grupos (resíduo)	0,006	131	0,000	-		
Total	0,033	133	0,013	-		

3.1.3.6 Permeabilidade

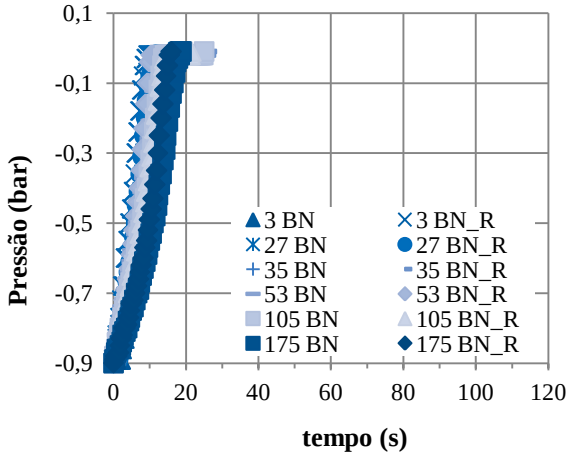
A permeabilidade ao ar foi avaliada pela técnica de *vaccum-decay* com metodologia proposta por Sentone[40]. O ensaio consiste em medir a variação de pressão entre o meio externo (substrato) e o interior da câmara de vácuo em função do tempo.

Para a realização dos ensaios os corpos-de-prova foram secos em estufa a 50°C e aplicado silicone na lateral para evitar a percolação de ar em todas as direções. Além disso, foi utilizada uma borracha flexível moldada de PVC líquido no contato substrato-equipamento para evitar perda de pressão na interface devido às irregularidades superficiais.

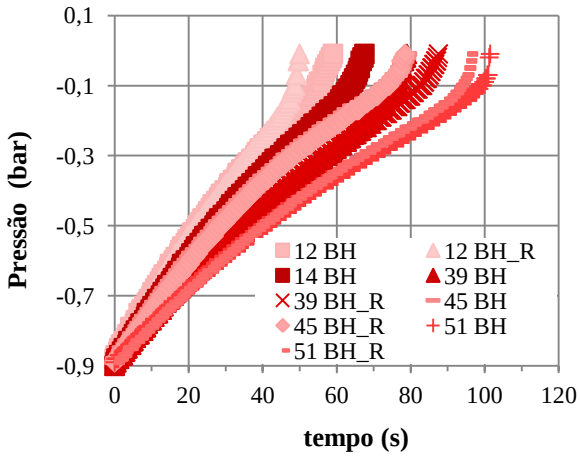
Foram feitas duas repetições de ensaio para cada corpo-de-prova analisado. A pressão de equilíbrio entre o meio externo e a câmara interna foi de – 0,89 bar em todos os corpos-de-prova ensaiados. Os coeficientes de permeabilidade k1 na Tabela 3.7 e as curvas de recuperação de pressão dos substratos com diferentes tratamentos superficiais são apresentadas na Figura 3.13.

Tabela 3.7 – Valores médios de k_1 e coeficiente de variação em função do tratamento superficial do substrato.

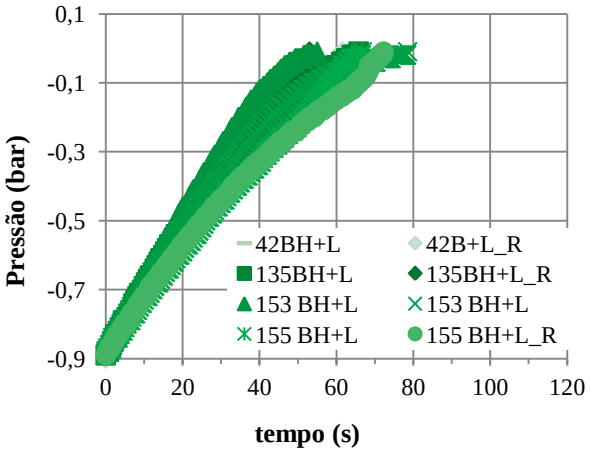
Tratamento superficial	*n° de corpos-de-prova*	*k_1*	*CV(%)*
Base natural (BN)	6	1,28E-13	22
Base hidrofugada (BH)		1,92E-14	33
Base hidrofugada e lixada (BHL)		3,19E-14	51



(a) Base Natural – BN



(b) Base Hidrofugada – BH



(c) Base Hidrofugada e lixada - BHL

Figura 3.13 – Curvas de recuperação de pressão de substratos com diferentes tratamentos superficiais (a) natural; (b) hidrofugado; (c) hidrofugado+lixado.

As bases naturais apresentaram maior permeabilidade em relação aos hidrofugados e hidrofugados e lixados, pois a pressão é recuperada num intervalo de tempo menor. A permeabilidade das bases aumentou na seguinte sequência: natural > hidrofugada+lixada > hidrofugadas. Assim como nos ensaios de absorção capilar, a remoção de parte do hidrofugante nas bases hidrofugadas e lixadas propiciou maior variabilidade dos valores de k1.

O hidrofugante aplicado na superfície alterou a permeabilidade ao ar do substrato. Tal comportamento não era esperado, pois com base na literatura[41], quando aplicados tratamentos superficiais com silanos e siloxanos, as moléculas de hidrocarboneto aderem-se nas paredes dos poros, como mostra a Figura 3.14a, impedindo a penetração de água nos poros pela modificação da energia superficial, mas permitindo o transporte de fluidos gasosos pelos gases. Acredita-se que esta obstrução foi ocasionada pela formação de uma película em alguns pontos da superfície impedindo tanto o ingresso de água como o a difusão de gases (Figura 3.14b). Esse comportamento também foi verificado por Sentone[15]ao analisar a permeabilidade frente à aplicação desse mesmo hidrofugante, porém em concentração mais elevada na superfície de argamassas.

É, portanto necessário registrar que a aplicação do silano não formou um filme contínuo em toda a superfície, mas altera a composição química das superfícies, o que também pode afetar a aderência. Nas bases hidrofugadas, a remoção da camada superficial por lixamento reduz este efeito, que ficará limitado principalmente à superfície interna dos poros.

Figura 3.14 – Mecanismo de atuação de tratamentos superficiais (a) modificador da tensão superficial dos poros; (b) formação de película em alguns pontos do substrato. Adaptado de Kus[41].

3.1.4 PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA MATRIZ CIMENTÍCIA

Como mencionado anteriormente, a matriz cimentícia foi confeccionada com a mesma argamassa e procedimento de mistura que os substratos, cujas propriedades físicas e químicas foram apresentadas no item 3.1.1.1 e a mistura no item 3.1.2.

As propriedades da matriz no estado fresco foram avaliadas por meio da densidade e o teor de ar incorporado, conforme os procedimentos estabelecidos pela ABNT NBR 13278:2005, e o desempenho mecânico mediante ensaios de módulo de elasticidade dinâmico e resistência à tração por compressão diametral aos 28 dias. Ambos os ensaios foram realizados nos mesmos corpos-de-prova, moldados com diâmetro de 50 mm e altura de 20 mm, preenchidos em camada única e aplicação de quinze golpes.

O módulo de elasticidade foi avaliado medindo-se o intervalo de tempo para propagação de ondas longitudinais ao longo da espessura do corpo-de-prova (25 mm). Para tanto, foi

utilizado o aparelho de ultrassom (*PUNDIT – CNS electronics*), com transdutores piezoelétricos de face plana com freqüência de 200 KHz e superfície geométrica de 3,14 cm². A calibração do equipamento foi realizada com referência igual a 25,7 µs e para melhorar o contato amostra-transdutor utilizou-se gel medicinal na interface amostra-transdutor.

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral foi realizado em máquina de ensaios universal (*INSTRON* – 5569) dotada de célula de carga de 50 kN, taxa de carregamento de 0.01 MPa/s.

Os resultados médios do módulo de elasticidade dinâmico e resistência à tração por compressão diametral são apresentados na Tabela 3.8 juntamente com o teor de ar e densidade de massa no estado fresco.

Tabela 3.8 – Caracterização da argamassa no estado fresco e endurecido.

	Propriedades	***n***	***Resultados médios***	***CV (%)***
Estado fresco	***Densidade de massa***	10	1,75 g/cm³	1
	Teor de ar	10	22,6%	3
Estado endurecido	***Resistência à tração por compressão diametral***	9	0,76 MPa	15
	Módulo de elasticidade	9	8,71 GPa	7

3.1.5 MÉTODOS – ANÁLISE DO CONTATO SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA

3.1.5.1 Reologia da matriz sobre o substrato – *Squeeze flow*

Para avaliar o efeito da sucção do substrato na capacidade de espalhamento da argamassa foram realizados ensaios de *squeeze-flow* ou escoamento por compressão axial. O ensaio consiste em medir o esforço necessário para comprimir um corpo-de-prova cilíndrico de uma suspensão entre duas placas paralelas. Nesse trabalho, os ensaios de *squeeze-flow* foram realizados substituindo a placa inferior pelo substrato cimentício em acordo com a metodologia proposta por Barbosa[13] ao analisar o contato de diferentes tipos de pastas aplicadas em substratos porosos.

A condição de contorno adotada foi *squeeze-flow* sem confinamento do fluxo radial, no qual a amostra comprimida é inferior ao diâmetro da placa superior e do substrato, o que irá permitir a avaliação do espalhamento da argamassa sobre uma dada superfície.

Após a mistura da argamassa, essa foi aplicada sobre o substrato com auxílio de um molde cilíndrico de PVC posicionado no centro do substrato. O molde foi preenchido em camada única sem aplicação de golpes e nivelado com espátula para obtenção de uma

superfície regular. O nivelamento da superfície é condição essencial para a realização do ensaio, pois a superfície da placa superior deve tocar perfeitamente o material.

Os ensaios foram realizados cinco e dez minutos após o contato da argamassa com o substrato. O conjunto substrato/argamassa foi colocado na prensa, enquanto os demais corpos-de-prova foram cobertos para evitar a saída de água para o meio. A placa superior foi fixada a uma distância de 10 mm equivalente à altura do anel.

O carregamento foi aplicado por uma prensa universal da marca *Instron*, modelo 3345, com célula de carga igual a 5 kN, taxa de deformação de 0,1 mm/s. O ensaio era finalizado quando a carga aplicada atingia a carga de 1 kN, obtendo-se como resposta experimental resultados de carga x deslocamento. O deslocamento da placa superior é uma medida indireta do espalhamento da argamassa.

Para cada tratamento superficial foram feitas três repetições e paralelamente aos ensaios de *squeeze-flow* foi realizado o ensaio de perda de água da argamassa para o substrato, cuja metodologia está descrita no próximo item.

3.1.5.2 Transporte de massa entre a matriz e o substrato

A absorção de água da argamassa pelo substrato foi medida conforme procedimento elaborado por Póvoas[32]. O ensaio consiste em determinar a massa do substrato antes e após a aplicação da argamassa num intervalo de tempo pré-estabelecido.

Nesse trabalho, as leituras foram realizadas nos intervalos de 5 min e 10 min, sendo avaliados cinco corpos-de-prova em cada tempo e tratamento aplicado no substrato. Foram também ensaiadas as bases utilizadas para os ensaios de *squeeze-flow*. O teor de água da argamassa absorvido pelo substrato foi calculado pela Equação 3.2:

$$Teor\ de\ água\ absorvido\ (\%) = 100\ x\ (\frac{M_{cj}-M_{so}}{M_s-M_{sf}}). \qquad \text{(Equação 3.2)}$$

em que M_{so} é a massa do substrato seco; M_{cj} a massa do conjunto (argamassa+substrato) imediatamente após aplicação da argamassa no substrato; M_s a massa do substrato após remoção da argamassa no tempo pré-estabelecido; e, M_{sf} a massa do substrato seco após remoção da argamassa.

A massa das partículas aderidas ao substrato após a remoção da argamassa (M_p) foi calculada subtraindo-se a massa do substrato seco após remoção da argamassa pela massa do

substrato seco ($M_p = M_{sf} - M_{so}$). Para a obtenção da massa seca dos substratos, esses foram secos em estufa a 50°C até constância de massa.

3.1.5.3 Desempenho mecânico da interface matriz-substrato

O desempenho mecânico da interface argamassa-substrato foi avaliado mediante ensaios de resistência de aderência à tração, vinte e oito dias após a aplicação da argamassa sobre o substrato.

A argamassa foi misturada e aplicada em camada única, sem aplicação de golpes e rasada com sentido centro-extremidade. A espessura da argamassa foi fixada em 10 mm, controlada com auxílio de um molde de PVC fixado no substrato. Após a moldagem, esses conjuntos foram submetidos à cura úmida por 26 dias; e, para eliminar a umidade superficial antes da colagem das pastilhas, foram mantidos em estufa por 24h em temperatura de 50°C.

Na tentativa de minimizar a variabilidade inerente a esse ensaio[42,43] alguns cuidados foram considerados, a saber:

(a) Os corpos-de-prova foram moldados com diâmetro de 50 mm para eliminar a etapa de corte; e, para a realização do ensaio era necessário colar uma placa metálica na parte inferior e uma pastilha na parte superior do corpo-de-prova.

(b) Para garantir o alinhamento da pastilha e da placa metálica no corpo-de-prova foi elaborado um dispositivo para a colagem da pastilha (Figura 3.15) com massa de poliéster após uma limpeza superficial para a retirada das partículas soltas. A cola foi curada por 24h.

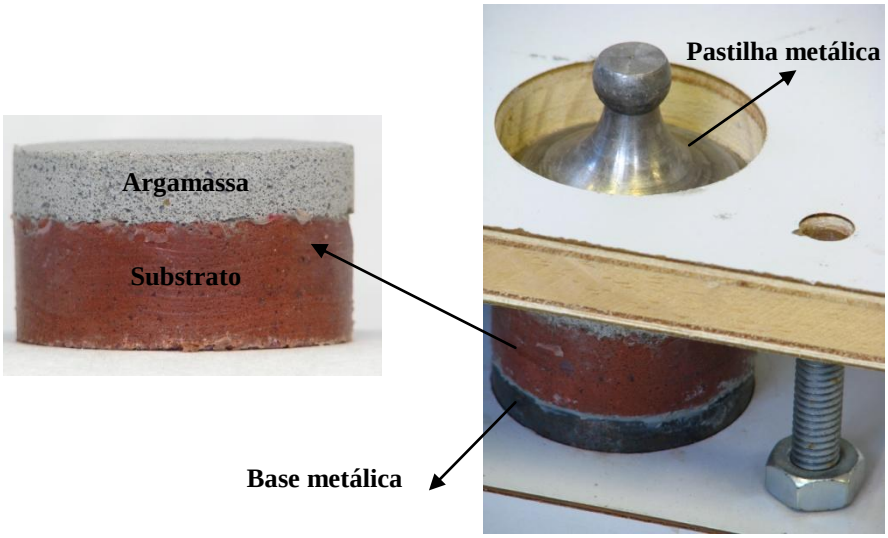
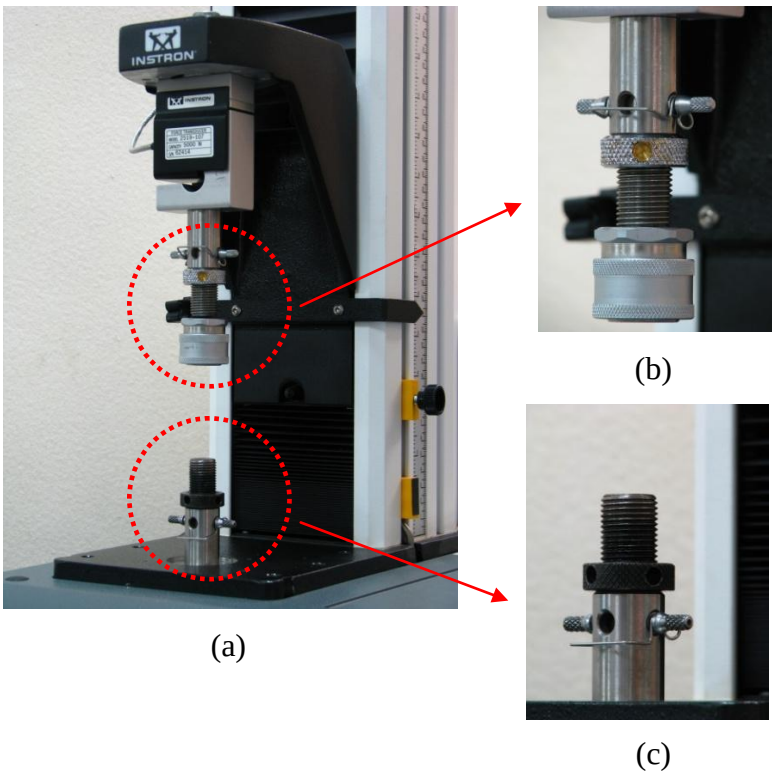


Figura 3.15 – Dispositivo utilizado para manter a ortogonalidade da pastilha durante a colagem no corpo-de-prova. Fotos: Mário Takeashi.

(c) Os ensaios foram realizados em máquina universal INSTRON 3345, com célula de carga de 5000 N, taxa de deformação de 0,2 mm/s. A Figura 3.15 apresenta o dispositivo de

adaptação da máquina universal que permite o alinhamento dos corpos-de-prova minimizando os esforços não normais.

(d) Os ensaios foram realizados em laboratório com umidade e temperatura controladas; foi determinada a umidade de cada corpo-de-prova ensaiado, visto que o teor de umidade do revestimento pode interferir nos valores de aderência reduzindo-o[43]. Foram ensaiados trinta corpos de prova para cada tratamento superficial do substrato.



(a) (b) (c)

Figura 3.16 – Adaptação da máquina universal de ensaios para ensaio de resistência de aderência à tração: (a) visão geral; (b) sistema de acoplamento célula de carga-pastilha; (c) acoplamento pastilha-base prensa. Fotos: Mário Takeashi.

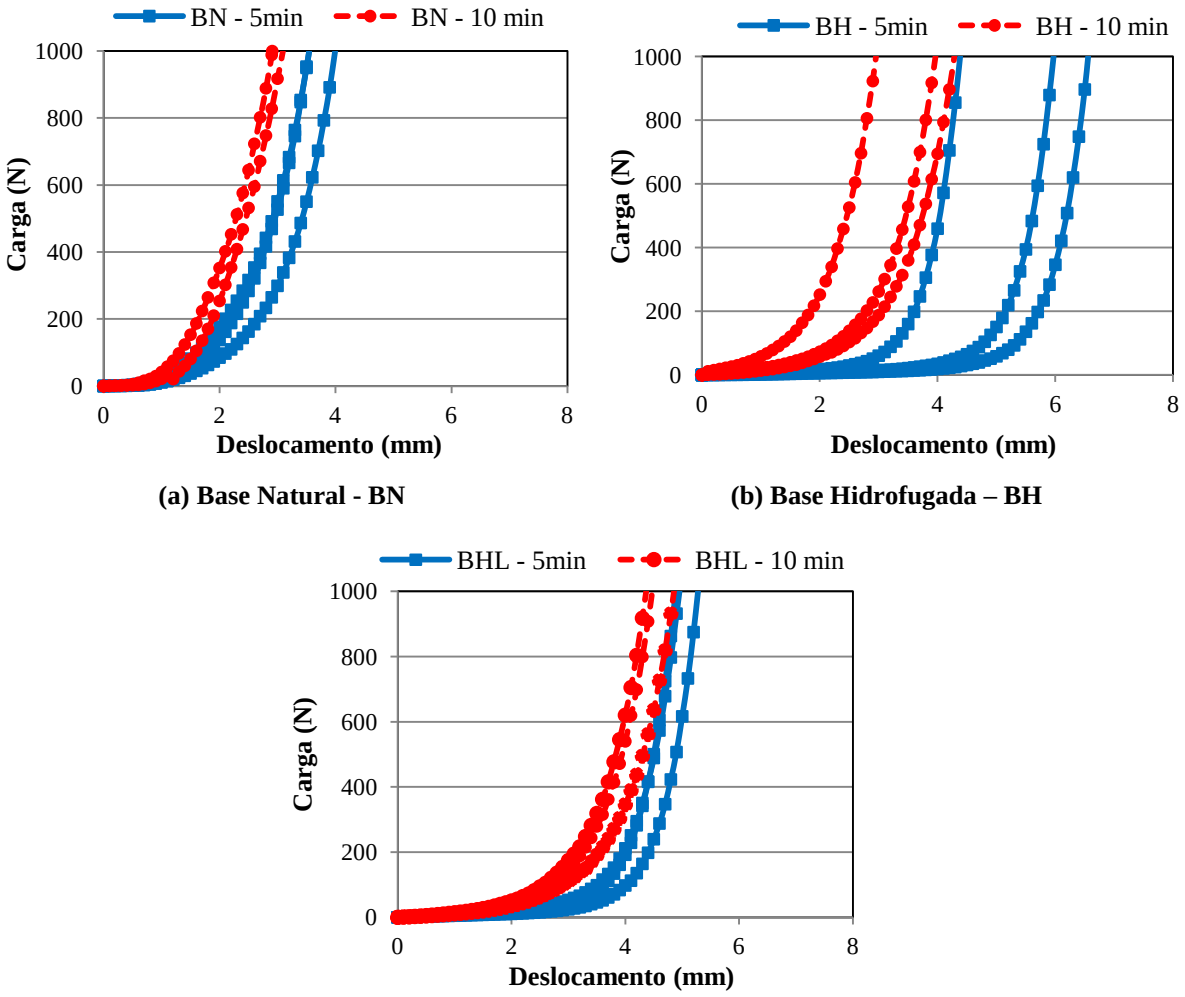
3.1.5.4 Análise da interface substrato-argamassa

Os defeitos na interface argamassa-substrato (BN e BH) foram avaliados qualitativamente utilizando sistema de microscopia óptica digital (equipamento *Hirox KH 7700*). As imagens foram obtidas com ampliação de 250x das seções transversais da interface argamassa-substrato após 28 dias da aplicação da argamassa. O corte das seções foi realizado com auxílio da serra de alta precisão *Minitom Struers* executado com água. Após o corte, as amostras foram lavadas para remoção de partículas aderidas e, posteriormente secas em estufa a 50 °C.

3.2 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

3.2.1 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DA MATRIZ SOBRE O SUBSTRATO

A Figura 3.17 mostra os resultados do comportamento reológico da argamassa por *squeeze-flow* em função do tratamento superficial e do tempo de contato substrato-argamassa



(a) Base Natural - BN

(b) Base Hidrofugada – BH

(c) Base Hidrofugada e lixada – BHL

Figura 3.17 – Influência da capacidade de sucção do substrato no comportamento reológico da argamassa: (a) base natural; (b) base hidrofugada e, (c) base hidrofugada e lixada.

O comportamento reológico da argamassa foi alterado pela absorção do substrato: observa-se que o deslocamento aumenta na seguinte sequência: bases hidrofugadas > bases hidrofugadas + lixadas > bases naturais. O tempo de contato substrato-matriz cimentícia também reduziu a capacidade de espalhamento da argamassa: 34% para bases naturais, 33% para bases hidrofugadas e 9% para bases hidrofugadas e lixadas.

Nota-se que ambas as variáveis modificaram o comportamento reológico da argamassa. Esta alteração é explicada pela perda de água da argamassa para o substrato, tal como mostra os resultados do ensaio de perda de água da argamassa para o substrato na Figura 3.18.

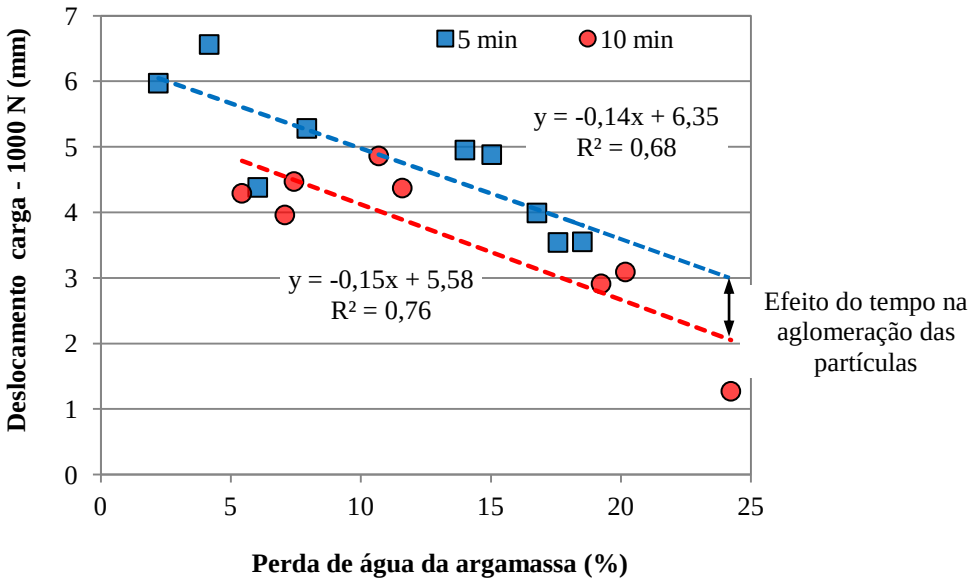


Figura 3.18 – Influência da perda de água da argamassa pelo substrato após 5 e 10 minutos na capacidade de espalhamento da argamassa.

O espalhamento da argamassa sobre o substrato é uma função linear do teor de água absorvido pelo substrato. Há uma tendência decrescente, em que o deslocamento diminui conforme o teor de água absorvido aumenta. No gráfico, estão apresentados os deslocamentos para a carga de 1000 N; contudo, essa tendência também foi observada para deslocamentos de uma carga de 500 N.

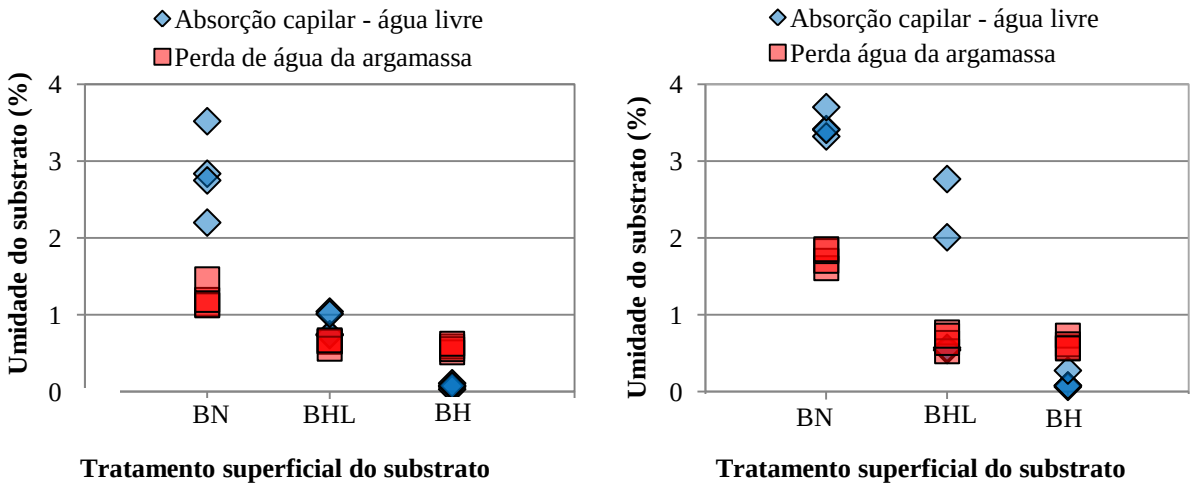
Isso ocorre porque na medida em que a argamassa perde água para a base e/ou o ambiente, as partículas se aproximam aumentando a pressão capilar. As partículas perdem a mobilidade, provocando o enrijecimento da argamassa e impedindo o fluxo da argamassa sobre o substrato. A restrição da mobilidade da argamassa pode aumentar a taxa de defeitos na interface argamassa-substrato e, consequentemente diminuir a aderência.

A influência da absorção do substrato no comportamento reológico de matrizes cimentícias também foi medida por Barbosa[13] e Hendrickx[14]. Barbosa[13] avaliou o comportamento de pasta cimentícia aplicada em substratos com porosidade de 28% e 40% após 5 e 10 minutos do contato matriz-substrato. A autora verificou que ambos os substratos apresentaram o mesmo comportamento após 5 min de contato e, aos 10 min era necessária uma carga mais elevada para a obtenção de mesmo deslocamento para substrato com maior porosidade; o que foi justificado pela maior perda de água da matriz para o substrato.

Hendrickx[14] substituindo uma das placas paralelas do reômetro rotacional por blocos cerâmicos verificou que o teor de água da argamassa diminui consideravelmente quando uma superfície lisa é substituída por um bloco absorvente, podendo esse efeito ser variável em função do coeficiente de absorção e do teor de umidade do bloco.

3.2.2 TRANSPORTE DE MASSA ARGAMASSA-SUBSTRATO

A quantidade de água absorvida da argamassa pelo substrato difere da absorção por capilaridade – que é água livre, ou seja, há uma redução da quantidade de água que migra para o substrato, tal como mostra a Figura 3.19.



(a) 5 min (b) 10 min

Figura 3.19 – Teor de umidade do substrato após ensaios de absorção de água livre e perda de água da argamassa em função dos tratamentos superficiais nos tempos de (a) 5 min e (10 min).

Observa-se que o teor de umidade do substrato após o contato da argamassa é inferior ao valor obtido quando este foi colocado em contato com água nos ensaios de absorção de água para os tempos de 5 min e 10 min, exceto para as bases hidrofugadas (BH). Nestas bases, o teor de água extraído da argamassa foi superior ao de água livre, isso porque parte da água ficou aderida nas partículas remanescentes na superfície do substrato.

Nas bases sem tratamento (BN), a redução do teor de umidade do substrato foi de 44% aos 5 min e de 50% após 10 min. Alguns fatores podem explicar a redução da quantidade de água absorvida pelo substrato quando este é colocado em contato com a argamassa, são eles: a alteração do ângulo de contato da superfície; a obstrução dos poros pelas partículas; e/ou, a saturação do substrato antes da consolidação da matriz.

A água presente nas matrizes cimentícias possui tensão superficial e viscosidade diferente da água livre, uma vez que contêm íons dissolvidos oriundos dos ligantes e aditivos. Isso pode modificar o ângulo de contato líquido-sólido e, consequentemente, a absorção do substrato.

Medidas comparativas[b] do ângulo de contato de dois líquidos (água deionizada e água saturada em íons de cimento) em uma superfície vítrea mostraram que a água saturada em íons proporciona um aumento de 6,2° no valor ângulo de contato. Desconsiderando a viscosidade do líquido e a energia de superfície do substrato, pela equação de Washburn[c], esse incremento no ângulo de contato resulta numa redução de 6,5% e 6,7% da capacidade de absorção do substrato após 5 min e 10 min, respectivamente.

As partículas presentes na argamassa podem obstruir os poros do substrato impedindo o fluxo de água matriz-substrato. Aplicando o modelo elaborado[d] para estimar a quantidade de partículas da argamassa que poderiam penetrar no poro do substrato verificou-se que somente 0,01% das partículas presentes na argamassa poderiam penetrar nos poros do substrato; os efeitos da energia de superfície não foram considerados. Desse modo, quando a matriz foi colocada em contato com o substrato, as partículas foram arrastadas em direção à superfície; e, devido à restrição geométrica depositaram se nessa superfície. O acúmulo de partículas e o avanço da hidratação reduziram o fluxo de água da argamassa para o substrato.

O fluxo de água também será reduzido se houver saturação do substrato antes da consolidação da matriz, seja pelo seu umedecimento prévio ou se o volume de água disponível na matriz for superior ao volume de poros do substrato.

Desprezando os efeitos de obstrução dos poros por partículas ou modificação do ângulo de contato, o volume de poros disponíveis foi calculado multiplicando-se o volume do substrato (ø = 5 cm; h = 1,5 cm) pela sua porosidade (34,4%), valor obtido pelo ensaio de porosimetria de intrusão de mercúrio. O volume de água disponível equivale ao volume da camada de argamassa (ø = 5 cm; h = 1 cm) pelo teor de água disponível para absorção (16,25%).

Com base nos resultados, verificou-se que não houve saturação dos poros do substrato sem tratamento (BN), pois o volume de poros do substrato é superior ao volume de água disponível na argamassa, como mostra a Figura 3.20. Como pode ser visto o substrato pode absorver toda a água presente na argamassa, porém pelas medidas do ensaio de perda de água da argamassa, o valor absorvido corresponde a 11,7% e 15,5% da quantidade total de água da argamassa aos 5 min e 10 min, respectivamente.

[b] Foram feitas doze leituras de ângulo de contato com cada um dos líquidos, obtendo-se os valores médios de 49,5° e 55,7° para água deionizada e água saturada com íons de cimento, respectivamente. Foi utilizada uma superfície vítrea e as leituras executadas 30s após o contato líquido-sólido.

[c] A altura de ascensão capilar pode ser descrita em função do tempo pela Equação de Washburn: $h_c^2 = \frac{r\gamma_L cos\theta}{2\eta} x\ t.$ [39]

[d] Vide capítulo 2.

Admitindo-se que a fração fina dessa argamassa seja cimento e, esse equivale a 9,78% do volume de sólidos da argamassa conforme dados da curva granulométrica (Figura 3.1), a relação água/cimento inicial era de 1,66. Após 5 min e 10 min do contato argamassa-substrato, com a absorção do substrato essa relação cairia para 1,24 e 0,94.

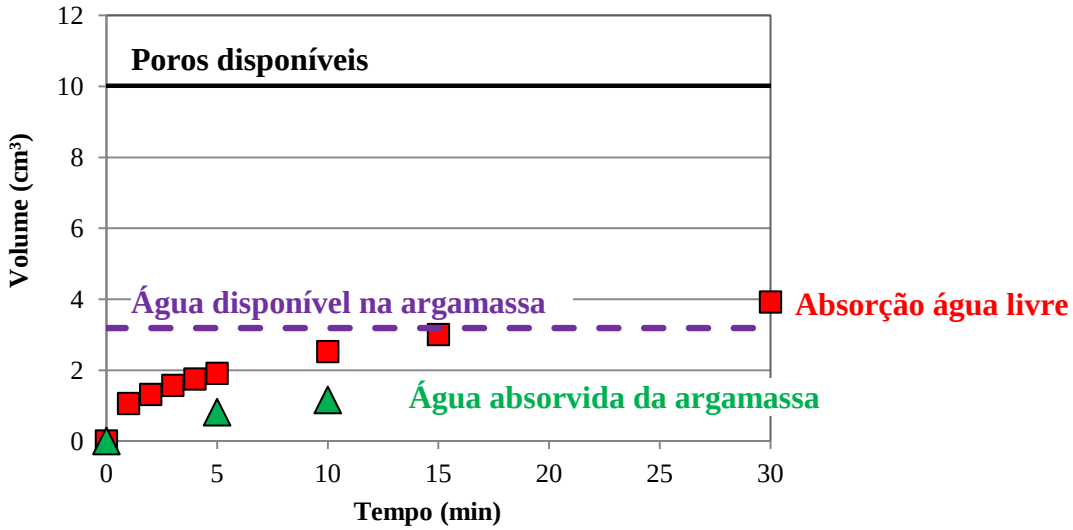


Figura 3.20 – Volume de água disponível para absorção da base natural (BN) em função do tempo para a argamassa utilizada.

O transporte de água da argamassa irá depender da capacidade de absorção do substrato e do ambiente (evaporação), podendo ocorrer de forma diferente nas camadas da argamassa. Paes[23] monitorando o fluxo de água argamassa-substrato verificou que a camada próxima à interface argamassa/substrato perde mais água do que a superfície.

Brocken *et al.*[5] por meio de modelos de difusividade e ensaios com ressonância nuclear magnética (RNM) verificaram que argamassas com espessura de até 8 mm, toda a quantidade de água pode migrar para o substrato, sendo a maior parte da água extraída nos primeiros 90 s do contato.

Negligenciando-se os efeitos da evaporação e assumindo-se que toda água da argamassa estaria disponível para saturação do bloco, calculou-se qual a espessura da argamassa seria necessária para a saturação do subtrato pela Equação 3.3.

$$e_s = \frac{e_a x A_a}{p}, \qquad \text{(Equação 3.3)}$$

em que e_s a espessura do substrato; e_a a espessura da argamassa; A_a o teor de água da argamassa; e, p porosidade do substrato.

Considerando a espessura do substrato igual a 15 mm e o teor de água da argamassa de 16,25%, para haver a saturação da base seria necessária uma espessura de 30 mm da argamassa – tal como mostra a Figura 3.21. No caso analisado, mesmo se toda a água presente da argamassa migrasse para os poros do substrato estes não seriam saturados. Vale ressaltar que com o acréscimo do tempo, há uma redução da água disponível seja pela evaporação ou pela hidratação do cimento, o que provocaria um acréscimo da espessura da argamassa para saturação do bloco.

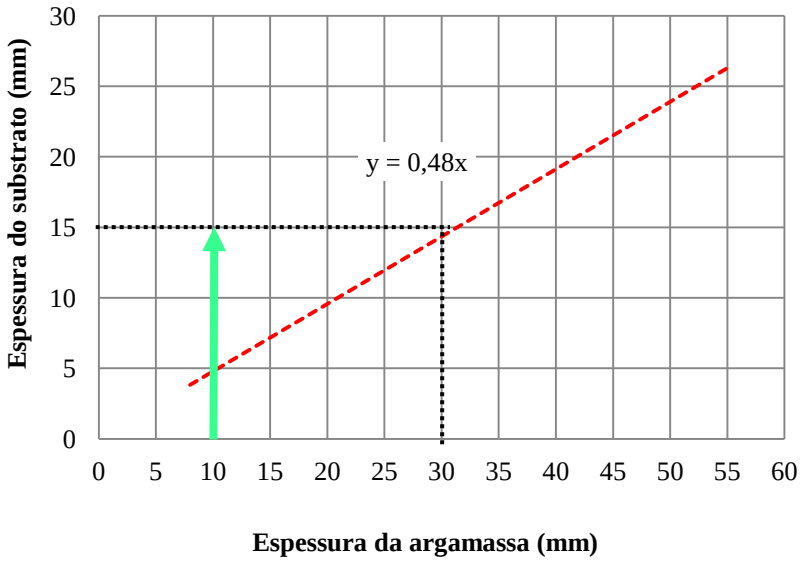


Figura 3.21 – Espessura de saturação da base de argamassa sem tratamento superficial (BN) em função da espessura da argamassa aplicada, assumindo que toda a água da argamassa migra (o que é impossível). **Em verde:** No experimento mesmo se toda a agua presente da argamassa migrasse, os poros da base não seriam saturados.

Com base nos resultados obtidos pode-se verificar que a redução do fluxo de água da argamassa para o substrato em relação à água livre ocorre pela obstrução dos poros pelas partículas e pelo incremento do ângulo de contato da água da argamassa.

A influência do tratamento superficial na quantidade de partículas presentes no substrato foi avaliada determinando-se a massa de partículas remanescentes no substrato após a execução do ensaio de perda de água da argamassa, nos tempos de 5 min e 10 min. Os substratos hidrofugados e hidrofugados e lixados apresentaram maior massa residual do que os sem tratamento, como mostram as Figuras 3.22 e 3.23.

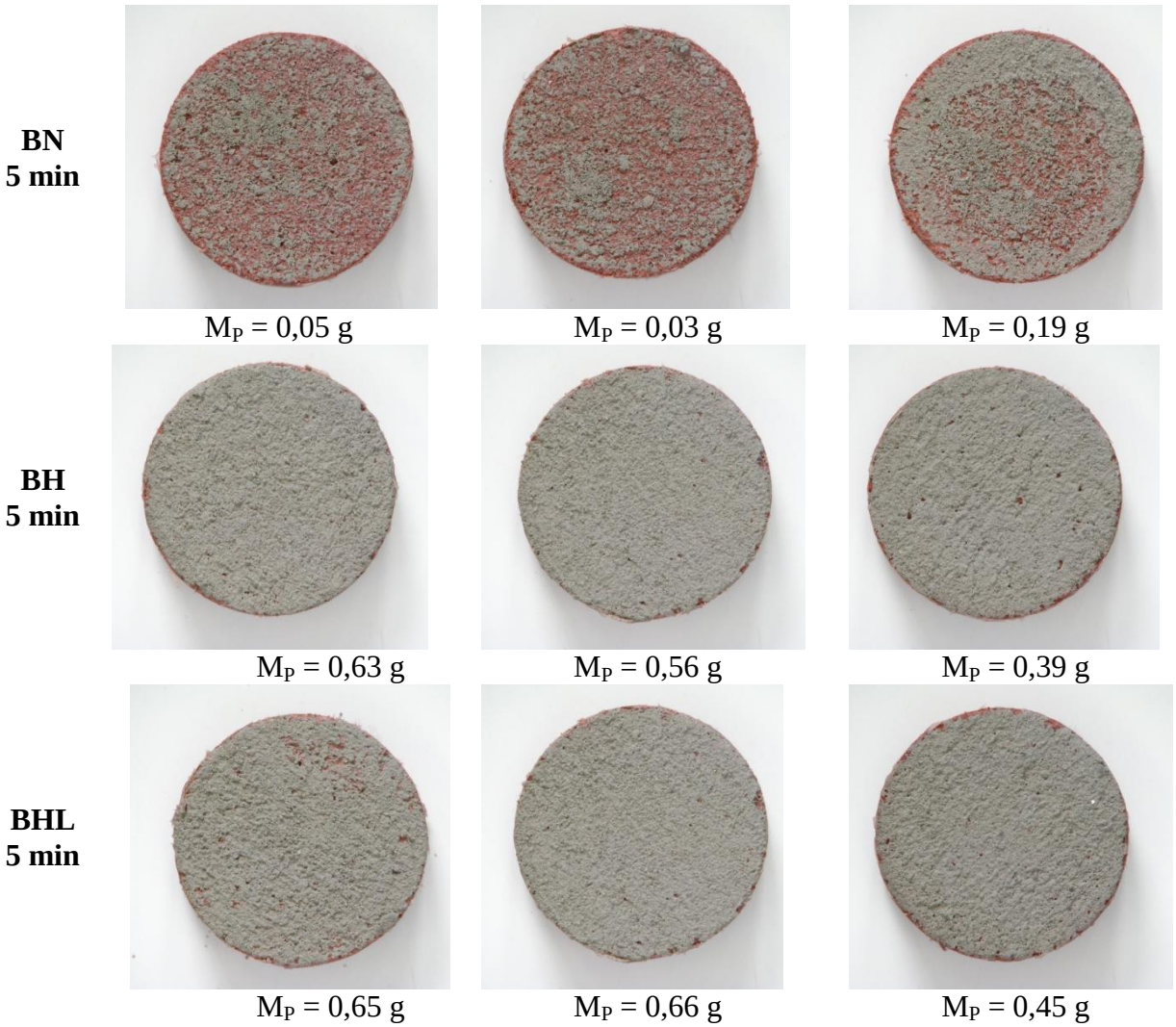


Figura 3.22 – Aspecto superficial do substrato após remoção da argamassa depois de 5 min de contato, e; a massa de partículas (Mp) remanescente à superfície e poros. Fotos: Mário Takeashi.

A quantidade de partículas depositadas na superfície do substrato irá influenciar a aderência, uma vez que essa é função da taxa de defeitos na interface substrato-matriz cimentícia. Considerando que somente as partículas finas migram para a superfície do substrato, no caso da argamassa utilizada o cimento, calculou-se o número de camadas de partículas depositadas na superfície dos substratos com diferentes tratamentos. Os resultados são apresentados na Tabela 3.9. Em relação ao tempo de contato argamassa-substrato, este não alterou a quantidade de partículas depositadas na superfície do substrato.

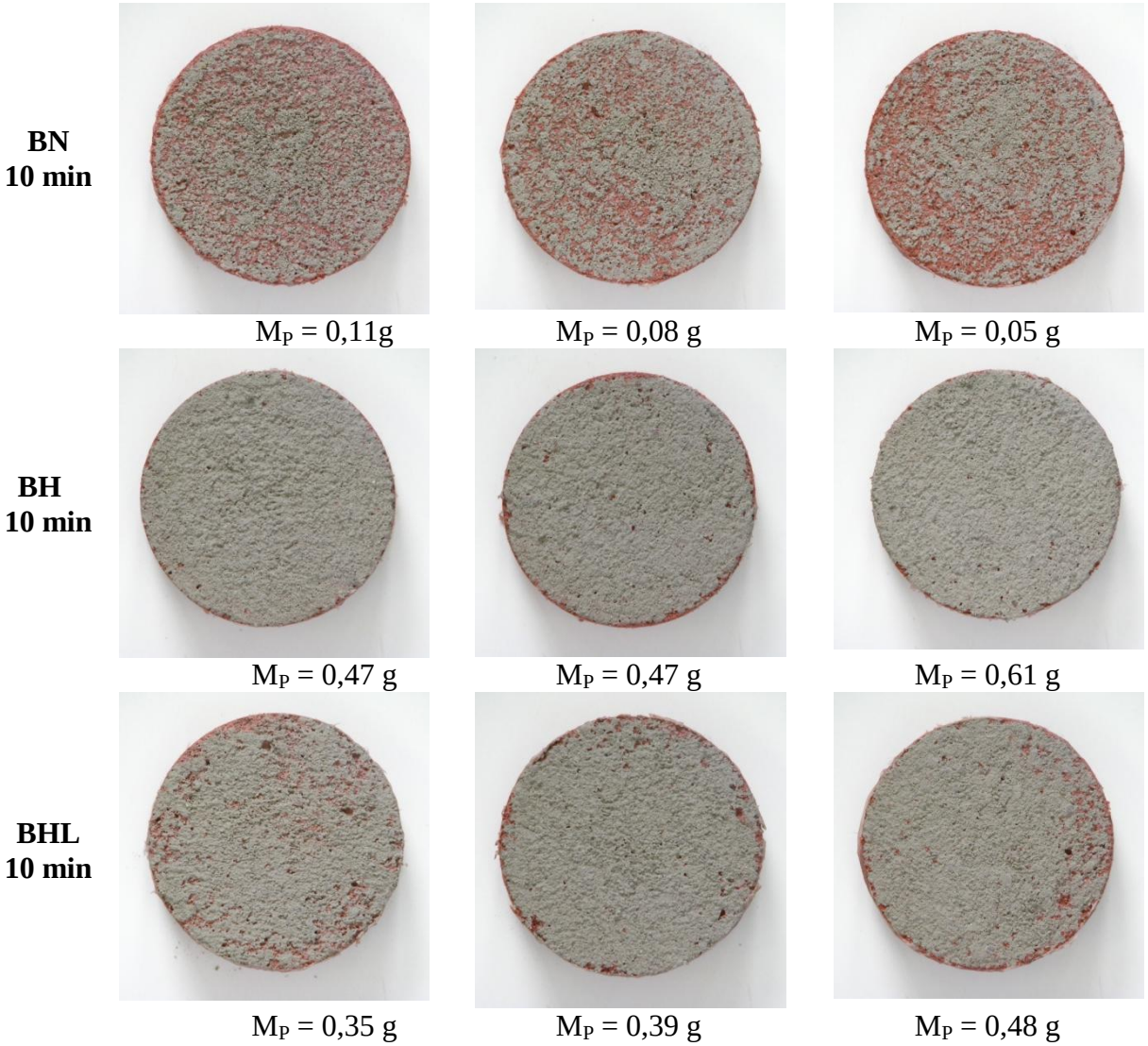


Figura 3.23 – Aspecto superficial do substrato após remoção da argamassa depois de 10 min de contato, e; a massa de partículas (M_p) remanescente à superfície e poros. Fotos: Mário Takeashi.

Tabela 3.9 – Quantificação das partículas remanescentes na superfície de diferentes substratos após 5 min e 10 min de contato.

Partículas remanescentes na superfície do substrato (valores médios)	***5 min***			***10 min***		
	BN	***BH***	***BHL***	***BN***	***BH***	***BHL***
Massa (g)	0,08	0,56	0,51	0,07	0,55	0,44
Volume (cm^3)	0,03	0,18	0,17	0,02	0,18	0,15
Espessura média da camada (cm)	0,001	0,009	0,009	0,001	0,009	0,007
Número de camadas	0,9	6,7	6,1	0,8	6,6	5,3

Diâmetro médio do cimento = 13,96 μm
Densidade do cimento = 3,04 g/cm^3

Observa-se que o tratamento superficial do substrato alterou significativamente a quantidade de partículas depositadas na superfície. As bases hidrofugadas (BH) e hidrofugadas e lixadas (BHL) propiciaram um aumento de sete vezes no volume de partículas em relação à base natural (BN). Considerando-se o diâmetro médio das partículas do cimento

igual a 13,96 µm, verificou-se que esse acréscimo permitiu a sobreposição de camadas, indicando um melhor empacotamento das partículas na superfície dos substratos BH e BHL. Isso pode ter ocorrido porque o tratamento superficial aplicado (hidrofugante) repele a água. Logo, o que fica aderido à superfície do substrato são as partículas aumentando o contato interfacial e, possivelmente a resistência de aderência como será analisado no próximo item. Por sua vez, o substrato hidrofílico ávido por água dificultou o contato da superfície com as partículas, além restringir a mobilidade das partículas como mostraram os resultados obtidos com ensaios de *squeeze-flow*.

3.2.3 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

Como mostrado anteriormente, algumas pesquisas indicam que a aderência está diretamente relacionada à capacidade de absorção do substrato, apontando a existência de um teor ótimo de absorção para a obtenção de máxima aderência[8–10]. Nos sistemas estudados não houve correlação entre a capacidade de absorção do substrato e a resistência de aderência, somente 19% de variação da resistência de aderência é explicada pela absorção do substrato.

As Figuras 3.24 e 3.25 mostram a resistência de aderência à tração em função do índice de absorção inicial (AIA) e do coeficiente de absorção capilar, respectivamente. Os resultados obtidos corroboram com outras pesquisas que também não obtiveram correlação entre a aderência e a absorção capilar[24,44,45].

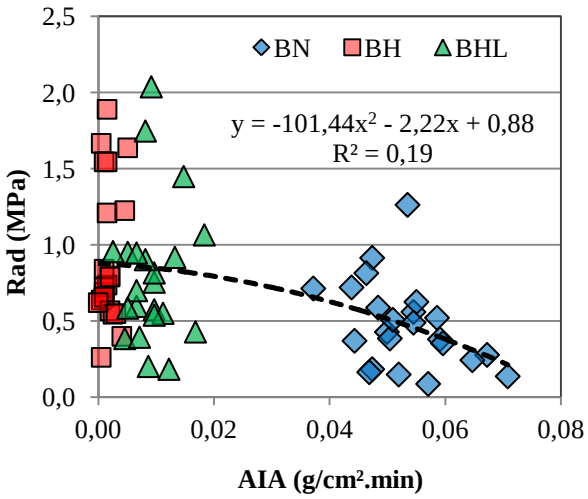


Figura 3.24 – Resistência de aderência à tração em função da taxa de absorção de água inicial (AIA).

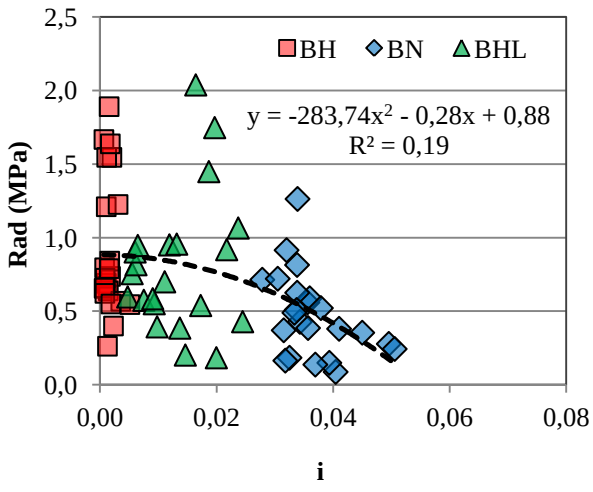


Figura 3.25 – Resistência de aderência à tração em função do coeficiente de absorção capilar (i).

Os resultados obtidos contrariam a hipótese de que a absorção necessariamente aumenta a resistência de aderência[8–10]. No entanto, o tipo de tratamento superficial aplicado na

superfície do substrato alterou significativamente nos valores de resistência de aderência à tração, como mostram os resultados da análise de variância apresentados na Tabela 3.10 e a Figura 3.26.

Tabela 3.10 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração aos 28 dias.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Entre grupos (tratamento)	3,34	2	1,67	9,79	3,13	**Significativo**
Dentre grupos (resíduo)	11,43	67	0,17	-		
Total	14,77	69		-		

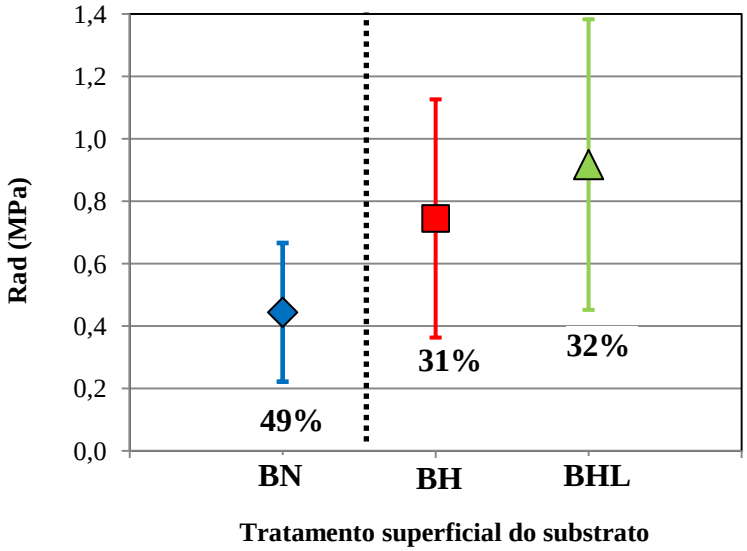


Figura 3.26 – Efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração 28 dias após aplicação da argamassa sobre o substrato.

Verificou-se que mesmo quando o hidrofugante é removido da superfície por lixamento, mas permanece nos poros reduzindo a absorção (BHL), a aderência aumenta. A base natural (BN) apresentou resistência de aderência, 2,19 e 1,90 vezes menor em relação à hidrofugada (BH) e hidrofugada+lixada (BHL), respectivamente.

Os coeficientes de variação foram elevados: 31-49%. Sendo assim, para comprovar o efeito do tratamento superficial com silano na aderência foi feita uma repetição independente comparando bases naturais e hidrofugadas. Foram utilizados os mesmos materiais, condições de moldagem e parâmetros de ensaio. Os ensaios foram realizados 310 dias após a moldagem e os resultados estão apresentados na Figura 3.27.

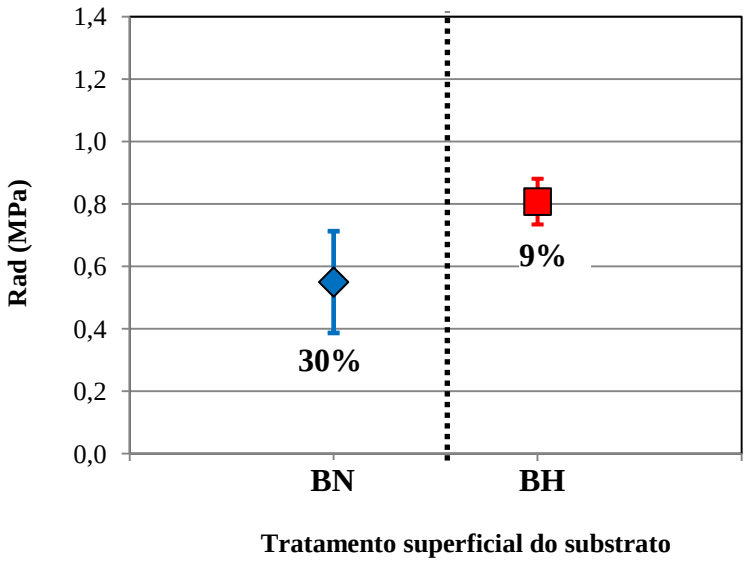


Figura 3.27 – Efeito do tratamento superficial do substrato na resistência de aderência à tração 310 dias após aplicação da argamassa sobre os substratos.

Os resultados confirmaram que as bases hidrofugadas possuem maior resistência de aderência em relação à natural, 47% superior. Os coeficientes de variação reduziram, mas nota-se que nas duas repetições a variabilidade foi mais elevada para as bases naturais, parte desta pode ser atribuída à própria absorção.

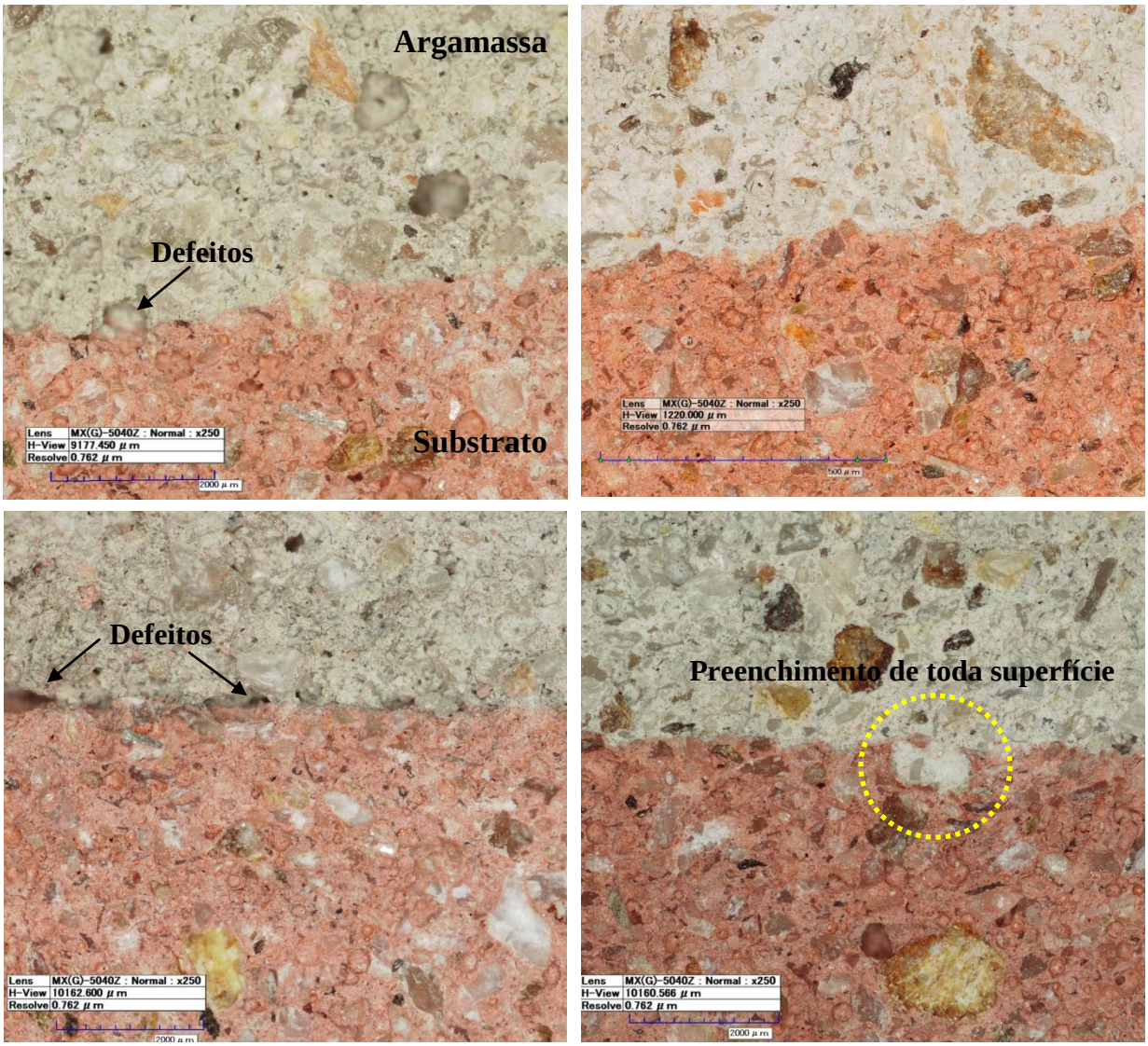
O acréscimo da resistência de aderência pode ser explicado pelo aumento do contato da matriz-substrato. Tal como mostrado em 3.3.2, houve maior deposição de partículas na superfície do substrato com o uso do hidrofugante e esse comportamento também foi observado após 28 dias por meio de análise de imagens da interface argamassa-substrato e imagens obtidas do substrato e da argamassa após a execução dos ensaios de resistência de aderência à tração, aos 310 dias.

As Figuras 3.28 (a) e (b) mostram imagens representativas da interface argamassa-substrato sem tratamento (BN) e com aplicação de hidrofugante (BH), respectivamente. Nas interfaces com substrato sem tratamento observou-se maior incidência de defeitos, vazios oriundos da falta de contato argamassa-substrato, enquanto que nas bases hidrofugadas a superfície do substrato é toda recoberta pela argamassa.

Na Figura 3.29 estão apresentadas algumas imagens das superfícies do substrato e da argamassa após o ensaio de arrancamento comprovando o aumento do contato efetivo das bases hidrofugadas em relação às sem tratamento. Imagens de todos os corpos de prova são mostradas no Apêndice A.

A existência de defeitos (microfissuras, vazios) num material cimentício favorece em nível microscópico, mesmo antes da aplicação de qualquer carregamento, a concentração de

tensões. Ao aplicar uma força, as partículas deste começam a se distanciar e a presença de defeitos gera um ponto de instabilidade, há uma perda progressiva de coesão entre a matriz e os agregados. Se a força é pequena, o contato não rompe completamente, mas alcança uma nova área de contato com uma seção menor. Com o acréscimo da solicitação, o material começa a fissurar e essas novas fissuras propagam-se até se unirem aos defeitos na interface. A continuidade dos defeitos provoca a ruptura do material, que geralmente ocorre na interface. Assim, a resistência do material vai diminuindo na medida em que os defeitos aumentam concentrando as tensões de tração e reduzindo a área resistente[46,47].



(a) BN – Base natural **(b) BH – Base hidrofugada**

Figura 3.28 – Microscopia óptica da interface substrato-argamassa (seção transversal) após 28 dias do contato da argamassa com substrato (a) natural e (b) hidrofugado. Imagens Hirox - ampliação 250X; resolução 0,76 µm.

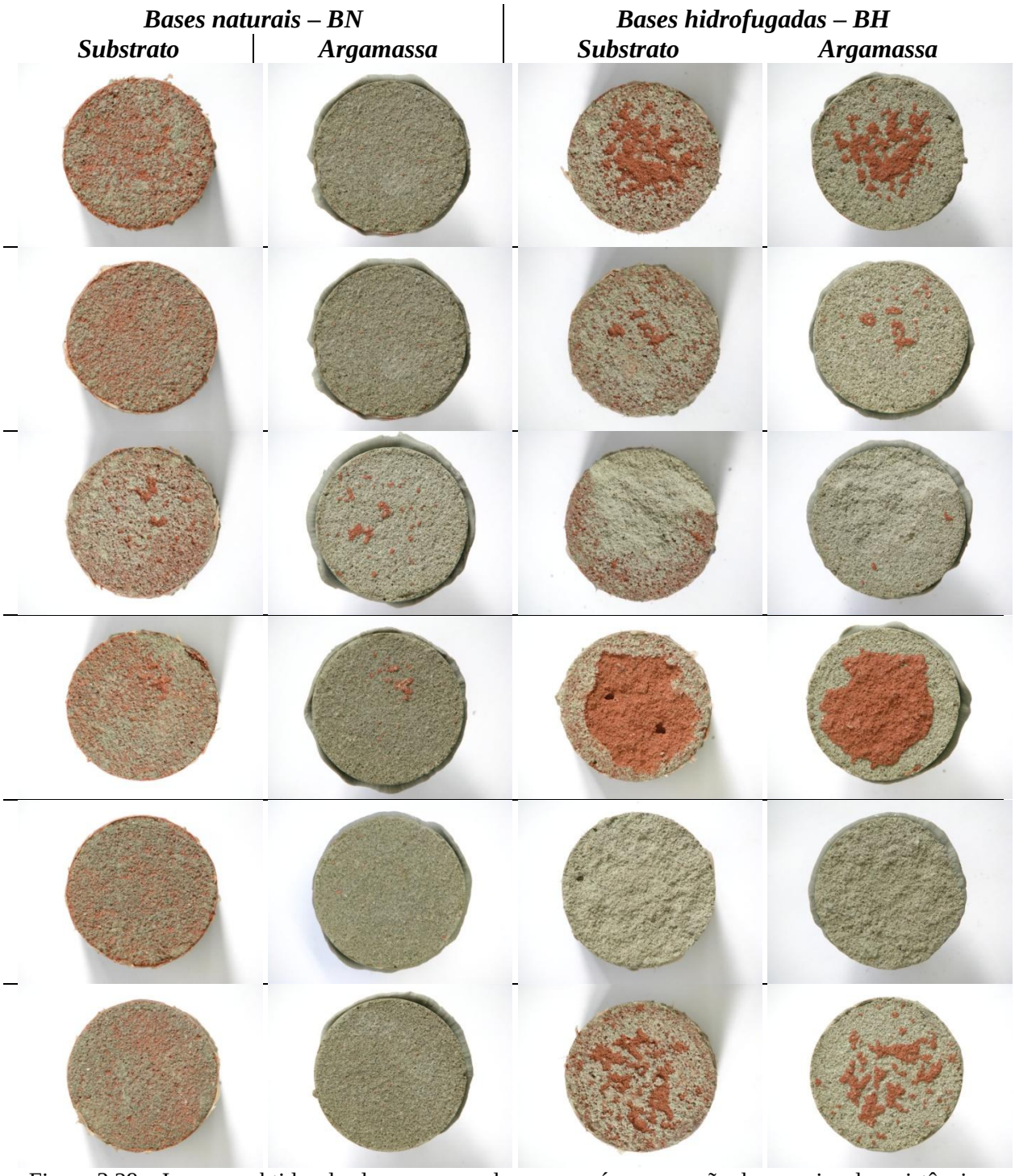


Figura 3.29 – Imagens obtidas de alguns corpos de prova após a execução dos ensaios de resistência de aderência à tração, aos 310 dias; em vernelho: substrato e cinza: argamassa. Observa-se que houve um aumento do contato efetivo da argamassa com a base quando a mesma era hidrofugada. Fotos: Mário Takeashi.

Vale ressaltar que foi utilizado um hidrofugante constituído por um silano solúvel em água. Se fosse à base de óleo a aderência seria prejudicada, pois não haveria contato molecular entre o substrato e argamassa. Casos relatados de baixa aderência com superfícies contaminadas com óleo e/ou gordura (desmoldante) podem ser verificados em Carasek;

Cascudo; Jucá[48]; Carvalho Jr.[49]. Analisando a aderência de argamassa com de substratos cerâmicos impregnados com óleo antes da aplicação da argamassa, Carvalho Jr.[49] verificou que o valor da aderência não ultrapassava de 0,02 MPa.

Além do aumento da área de contato matriz-substrato, o hidrofugante utilizado (octiltrietoxisilano) também pode ter reagido com a matriz melhorando a aderência por meio de ligações químicas primárias.

3.2.3.1 Influência do hidrofugante no desempenho da matriz cimentícia

O uso de silanos pode conferir ligações químicas entre duas fases melhorando a aderência da interface e aumentando as propriedades mecânicas desses materiais[50]. Algumas pesquisas apontam aumento de aderência de sistemas fibras[51,52]; agregados (granito e concreto)[53–55]; azulejos[56] com matrizes cimentícias ao serem utilizados silanos, seja pela incorporação na matriz[52,54,57] ou por tratamento superficial[54,56] .

O efeito do hidrofugante no desempenho das matrizes cimentícias foi medido em termos do incremento da resistência mecânica e da modificação dos produtos hidratados. Para tanto, foram moldadas pastas de cimento com relação água/cimento igual a 0,5; substituindo-se a quantidade de água por hidrofugante em teores de 0%, 10% e 100%. O hidrofugante foi diluído em água num teor de 10% em relação à massa de água.

As pastas foram misturadas em misturador de alto cisalhamento (*IKA – RW 20DZM n*) durante 5 min. Nos dois primeiros minutos, o pó foi adicionado à água e a velocidade mantida em 900 rpm. Posteriormente, a velocidade de rotação foi aumentada para 1500 rpm. Foram moldados oito corpos-de-prova de diâmetro igual a 50 mm e espessura de 10 mm para avaliação do desempenho mecânico. Após 24 horas, os corpos de prova foram desmoldados e mantidos em cura úmida até a data de realização dos ensaios (28 dias).

O desempenho mecânico foi realizado por ensaios de resistência à tração por compressão diametral, utilizando máquina universal INSTRON 5569, célula de carga 50 KN, e velocidade de 0,01 MPa/s. Foram realizados ensaios de termogravimetria para verificar se houve alteração dos compostos hidratados da matriz pela adição de hidrofugante. Após a ruptura do corpo-de-prova, estes eram moídos em um almofariz para, em seguida, ser peneirado por peneiras de malhas de 150 μm e 75 μm - sendo ensaiada a amostra retida entre as duas malhas.

A quantificação dos compostos hidratados foi feita por ensaios de termogravimetria – equipamento termobalança *STA 409 PG – Netzsch*. As amostras foram analisadas em atmosfera de nitrogênio 5.0 analítico com taxa de aquecimento de 10°C/min entre 30°C e

1000°C, em cadinho de alumina, com volume de 3,4 mL, sem tampa. Para padronizar o ensaio, a massa foi mantida em 1 g, de modo a evitar distorções dos resultados. Após o peneiramento, as amostras foram congeladas a -35°C por 24 h para a paralisação da hidratação e, posteriormente liofilizadas por 18 h. A liofilização foi feita em equipamento Terroni Fauvel (LC1500) com temperatura inicial do condensador de -50°C e final de 35°C em vácuo de 1 μmHg. As amostras foram armazenadas em dessecador a vácuo a pressão de 400 mmHg até a realização dos ensaios.

Os resultados mostraram que a adição do hidrofugante em substituição à água de amassamento propiciou um aumento da resistência à tração das matrizes cimentícias (Figura 3.30). Observa-se um incremento de 25% e de 40% do valor da resistência para os teores de 10% e 100% de substituição, respectivamente.

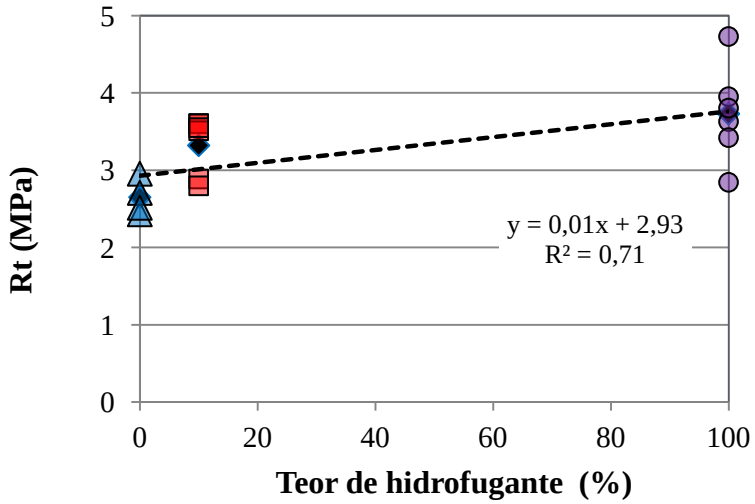


Figura 3.30 – Resistência à tração de pastas cimentícias em função do teor de hidrofugante (octiltrietoxisilano) presente na água de mistura.

Nas Figuras 3.31 (a) e (b) são apresentadas as curvas de perda de massa, TG e DTG, respectivamente, em função da temperatura das matrizes com diferentes teores de hidrofugante após 28 dias de hidratação.

Os perfis das três curvas são semelhantes: a ~130°C, a perda de massa corresponde à desidratação do C-S-H e etringita; a formação de brucita ocorre a ~380°C; a portlandita a ~500°C; e, a ~800°C a descarbonatação da calcita.

A quantidade de hidratos formados é estimada em função da perda de água combinada e a fração inerte a partir do CO_2 cujos resultados são apresentados na Tabela 3.11.

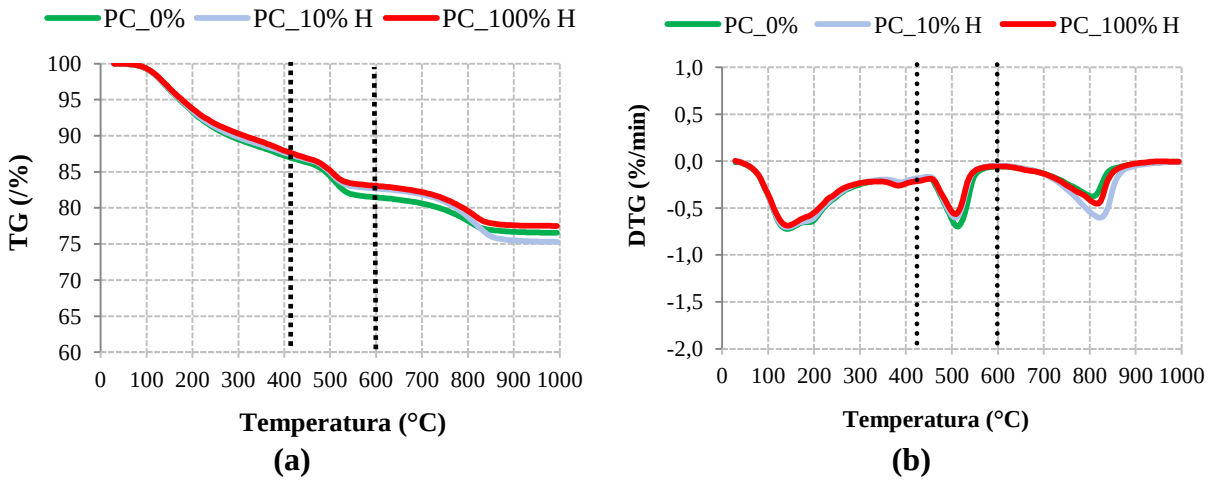


Figura 3.31 – Curvas de (a) TG e (b) DTG das pastas cimentícias com diferentes teores de hidrofugante após 28 dias de hidratação utilizando substratos com diferentes tratamentos superficiais.

Tabela 3.11 – Perda de massa corrigida para a base de não voláteis das matrizes cimentícias aos 28 com diferentes teores de hidrofugante.

Pastas	***Água quimicamente combinada (%)***	***Hidróxido de cálcio (%)***			***Carbonato de cálcio (%)***			***Massa residual (%)***
		H_2O	***$Ca(OH)_2$***	***CaO***	***CO_2***	***$CaCO_3$***	***CaO***	
PC_0%	17,88	6,32	25,99	19,67	6,28	14,26	7,99	100
PC_10%	16,95	4,95	20,36	15,41	7,05	15,99	8,96	100
PC_100%	17,08	4,63	19,04	14,41	7,29	16,55	9,27	100

A adição de hidrofugante na matriz cimentícia não alterou o teor de água quimicamente combinada na forma de C-S-H+aluminatos+brucita. Houve uma redução da quantidade de hidróxido de cálcio e um aumento do teor de carbonato de cálcio em função do acréscimo de hidrofugante. Tais resultados mostram que não houve uma reação pozolânica, pois o consumo do hidróxido de cálcio não propiciou o aumento da quantidade de água quimicamente combinada e o acréscimo do teor de carbonato foi inferior ao do hidróxido de cálcio consumido.

O hidrofugante utilizado contribuiu para o aumento da resistência de aderência dos sistemas analisados principalmente por ter propiciado maior deposição de partículas na superfície do substrato. Técnicas adicionais precisam ser investigadas a fim de explicar o efeito químico da presença de silano na interface e se tal efeito também é obtido em substratos com características topográficas diferentes e natureza distinta, como por exemplo, bloco cerâmico. Alguns testes preliminares são mostrados no Apêndice A.

3.3 CONCLUSÕES PARCIAIS

O uso de hidrofugante à base de octiltrietoxisilano como tratamento superficial do substrato foi eficaz na alteração da energia de superfície do substrato, conferindo-lhes características hidrofóbicas. O ângulo de contato aparente das mesmas foi superior a 90° e não houve variação significativa da absorção de água livre num período de 30 min, sendo a absorção nula.

Nos sistemas analisados, não foi constatada qualquer correlação entre absorção de água e resistência de aderência. Contrariando teorias amplamente aceitas, é possível até duplicar a aderência diminuindo (ou quase eliminando) a absorção de água com o uso de hidrofugante à base de silano, mantendo a mesma topografia da superfície. A hidrofugação da superfície impede a absorção de água para os poros impedindo o arraste das partículas, e consequentemente a ancoragem mecânica. Sendo assim, conclui-se que a aderência depende de fatores mais complexos que a simples absorção da base e a consequente formação de "raízes" de produtos hidratados nos poros das bases. Forças de superfícies certamente apresentam papel preponderante.

Um eventual efeito químico da presença do silano na interface precisa ser mais bem investigado. No entanto, como a superfície hidrofugada e lixada para remover a camada superficial com silano, apresentou comportamento similar, acredita-se que este efeito é menor. O ganho de aderência provavelmente é resultado do fato do hidrofugante repelir a água da interface o que leva o espaço a ser preenchido por finos, densificando a interface. Surpreendentemente, o efeito estendeu-se pelo equivalente a 6 camadas de partículas, uma espessura de cerca de 90 μm equivalente à da zona de transição em concretos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. GROOT, C. J. **Effects of water on mortar-brick bond**. 1993. 185 f. Thesis (Doctor) – Faculty of Civil Engineer University of Technology, Delft, 1993.

2. MONTEIRO, P. J. M. **Microstructure of Concrete and its Influence on the Mechanical Properties.** 1985. *Thesis (Doctor)* – University of California, Berkeley, 1985.

3. LARBI, J. A. Microstructure of the interfacial zone around aggregate particles in concrete. *HERON* **38,** 69 (1993).

4. GRANDET, J. **Contribution à l'étude de la liaison entre la pâte de ciment Portland et les terres cuites.** 1971. *Thèse (Doctorat)* – Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 1971.

5. BROCKEN, H. J. P., SPIEKMAN, M. E., PEL, L., KOPINGA, K. & LARBI, J. A. Water extraction out of mortar during brick laying: A NMR study. **Materials and Structures/Matériaux et Construction,** v.31, p. 49–57, 1998.

6. OR, D., and M. TULLER, 2004. Capillarity. In: D. Hillel (ed.). **Encyclopedia of Soils in the Environment**. Oxford: ELSEVIER, 2004. v.1, p. 155-163.

7. QUÉRÉ, D. Wetting and Roughness. *Materials Research* **38,** 71–99 (2008).

8. GOODWIN, J. F.; WEST, H. W. H. A review of the literature brick-mortar bond. *Prooceedings British Ceramic Society* **30, n° 23,** 23–35 (1982).

9. GROOT, C. J.; LARBI, J. A. The influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. *HERON* **44,** (1999).

10. JENNINGS, V. A.; WERNER, A. M.; PARK, C.; LANGE, D. A. Water transport phenomena between brick and mortar. *The Masonry Society Journal* **18,** 61–74 (2000).

11. DETRICHE, C.; MASO, J. Differential hydration in rendering mortars. *Cement and Concrete Research* **16,** 429–439 (1986).

12.DÉTRICHÉ, C. H.; GALLIAS, J. L.; GRANDET, J.; MASO, J. C. Mouvements d'eau, hydratation et comportement mécanique des mortiers d'enduit. *Matériaux et Constructions* **17,** 297–302 (1984).

13.BARBOSA, W. S. **Alteração do comportamento reológico da suspensão cimentícia aplicada a substratos porosos**. (2010). Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

14. HENDRICKX, R. **The adequate measurement of the workability of masonry mortar**. 2009. Thesis (Doctor) – Katholieke Universiteit Leuven, Belgium, 2009.

15. PEL, L.; KOPINGA, K.; BROCKEN, H. J. P. Moisture transport in porous building materials. *HERON* **Vol. 41, No. 2,** 95–105 (1996).

16. PEL, L.; HUININK, H. NRM Imaging of Moisture and Ion Transport in Building Materials. In: Codd; Seymour (ed). **Magnetic Resonance Microscopy**. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaAp, 2009. p. 451–464.

17. ZHANG, P.; WITTMANN, F. H.; ZHAO, T.; LEHMANN, E.; JIN, Z. Visualization and quantification of water movement in porous cement-based materials by real time thermal neutron radiography: Theoretical analysis and experimental study. *Science China Technological Sciences* **53,** 1198–1207 (2010).

18. ROELS, S.; CARMELIET, J. Analysis of moisture flow in porous materials using microfocus X-ray radiography. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **49,** 4762–4772 (2006).

19. DERLUYN, H.; JANSSEN, H.; CARMELIET, J. Influence of the nature of interfaces on the capillary transport in layered materials. *Construction and Building Materials* **25,** 3685–3693 (2011).

20. DERLUYN, H.; MOONEN, P.; CARMELIET, J. Moisture transfer across the interface between brick and mortar joint. In: *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2008* **2,** 865–872 (Rode, Carsten, 2008).

21. HENDRICKX, R.; VAN BALEN, K.; VAN GEMERT, D.; ROELS, S. Measuring and modelling water transport from mortar to brick. *1st WTA-International PhD symposium* **1,** 175–194 (2009).

22. JANSSEN, H.; DERLUYN, H.; CARMELIET, J. Moisture transfer through mortar joints: interface resistances or hygric property changes? *Proceedings of 12th Symposium for Building Physics* **12,** (2007).

23. PAES, I. N. L. **Avaliação do transporte de água em revestimentos de argamassa nos momentos iniciais pós-aplicação.** 2004. Tese (Doutorado) – Universidade de Brasília, Brasília, 2004

24. SCARTEZINI, L. M. B. **Influência do tipo e do preparo do substrato na aderência de revestimentos de argamassa: estudo da evolução ao longo do tempo, influência da cura e avaliação da perda de água da argamassa fresca**. 2002. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia Civil da Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2002.

25. JANSSEN, H.; BLOCKEN, B.; CARMELIET, J. Conservative modelling of the moisture and heat transfer in building components under atmospheric excitation. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **50,** 1128–1140 (2007).

26. MC-DOWELL-BOYER, L. M.; HUNT, J. R.; SITAR, N. Particle Transport Through Porous Media. *Water Resources Research* **22,** 1901–1921 (1986).

27. ROUSSEL, N.; NGUYEN, T.; COUSSOT, P. General Probabilistic Approach to the Filtration Process. *Phys. Rev. Lett.* **98,** (2007).

28. MAYS, D. C. Contrasting Clogging in Granular Media Filters, Soils, and Dead-End Membranes. *J. Envir. Engrg.* **136,** 475 (2010).

29. KACI, A.; OUARI, N.; RACINEUX, G.; CHAOUCHE, M. Flow and blockage of highly concentrated granular suspensions in non-Newtonian fluid. *European Journal of Mechanics - B/Fluids* **30,** 129–134 (2011).

30. CHEVOIR, F.; GAULARD, F.; ROUSSEL, N. Flow and jamming of granular mixtures through obstacles. *Europhys. Lett.* **79,** 14001 (2007).

31. HERZIG, J. P.; LECLERC, D. M.; GOFF, P. L. Flow of Suspensions through Porous Media—Application to Deep Filtration. *Industrial & Engineering Chemistry* **62,** 8–35 (1970).

32. PÓVOAS, Y. V. **Tempo em aberto da argamassa colante: método de medida e influência dos aditivos HEC e resina PVAc. 1999.** Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

33. PIMENTEL-GOMES, F. *Curso de Estatística experimental*. **15,** (FEALQ, 2009).

34. SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos*. LTC, 2006.

35. LEACH, R. *et al. Guide to the measurement of smooth surface topografy using coherence scanning interferometry*. National Physical Laboratory, 2008.

36. SANTOS, P. M. D.; JÚLIO, E. N. B. S. A state-of-art review on roughness quantification methods for concrete surfaces. *Construction and Building Materials* **38,** 912–923 (2013).

37. DE GENNES, P. Wetting: statics and dynamics. *Rev. Mod. Phys.* **57,** 827–863 (1985).

38. CASSIE, A. B. D.; BAXTER, S. Wettability of porous surfaces. *Transactions of the Faraday Society* **40,** 546 (1944).

39. COURARD, L. Evaluation of thermodynamic properties of concrete substrates and cement slurries modified with admixtures. *Materials and Structures* **35,** 149–155 (2002).

40. SENTONE, D. S. Desenvolvimento de método para medida de permeabilidade superficial de revestimento de argamassa. (2011). Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

41.KUS, H. Long-term performance of water repellants on rendered autoclaved aerated concrete. (2002).

42. GONÇALVES, S. R. C. Variabilidade e fatores de dispersão da resistência de aderência nos revestimentos de argamassa - Estudo de caso. (2004). Dissertação (Mestrado) – Universidade de Brasília, Brasília, 2004.

43. COSTA, E. B. C. Investigação do método de ensaio de determinação da resistência de aderência de revestimentos de argamassa. (2007). Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia Civil da Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2007.

44. YORKADALE, A. H. In: Borchelt, J. G. ***Masonry: Materials, Properties and Performance,*** Baltimore: ASTM, 1982, p. 91–98.

45. CARASEK, H. **Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação.** 1996. 285f. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.

46. KENDALL, K. **Molecular adhesion and its applications: the sticky universe.** England: Kluwer Academic/Plenum, 2001.

47. MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. Ibracon: São Paulo, 2008. 3 ed.

48. CARASEK, H.; CASCUDO, O.; JUCÁ, T. Estudo de caso de descolamento de revestimento de argamassa aplicado sobre estrutura de concreto. In: Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas VI, 2005, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis, 2005, p. 551–561.

49. CARVALHO JR, A. N. **Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico.** 2005. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

50. PLUEDDEMANN, E. P. *Silane coupling agents*. Plenum Press: New York, 1991.

51. BENZERZOUR, M.; SEBAIBI, N.; ABRIAK, N. E.; BINETRUY, C. Waste fibre–cement matrix bond characteristics improved by using silane-treated fibres. *Construction and Building Materials* **37**, 1–6 (2012).

52. XU, Y.; CHUNG, D. D. Carbon fiber reinforced cement improved by using silane-treated carbon fibers. *Cement and Concrete Research* **29,** 773–776 (1999).

53. XIONG, G.; LUO, B.; WU, X.; LI, G.; CHEN, L. Influence of silane coupling agent on quality of interfacial transition zone between concrete substrate and repair materials. *Cement and Concrete Composites* **28**, 97–101 (2006).

54. GUPTA, A. K.; MANI, P.; KRISHNAMOORTHY, S. Interfacial adhesion in polyester resin concrete. *International Journal of Adhesion and Adhesives* **3**, 149–154 (1983).

55. SOOD, R. K..; KRISHNAMOORTHY, S.; KHANDELWAL, B. L. The effect of silane coupling agent and microfiller on the strength of phenol-formaldehyde resin concrete. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete* **6**, 93–98 (1984).

56. MANSUR, A. A. P.; NASCIMENTO, O. L. DO.; VASCONCELOS, W. L.; MANSUR, H. S. Chemical functionalization of ceramic tile surfaces by silane coupling agents: polymer modified mortar adhesion mechanism implications. *Materials Research* **11**, 293–302 (2008).

57. ŠVEGL, F.; ŠUPUT-STRUPI, J.; ŠKRLEP, L.; KALCHER, K. The influence of aminosilanes on macroscopic properties of cement paste. *Cement and Concrete Research* **38,** 945–954 (2008).

4

INFLUÊNCIA DO TEOR DE LIGANTE

DA MATRIZ PARA ADERÊNCIA

É possível reduzir o teor de ligante da matriz sem afetar a aderência?

INTRODUÇÃO

A aderência é regida pelo contato entre superfícies: quanto maior a proximidade destas, mais intensas as forças intermoleculares responsáveis por tal propriedade. Nos sistemas cimentícios, a interface substrato-matriz cimentícia é o elo fraco por ser mais porosa que a própria matriz[1,2]. Tal interface pode ser otimizada pela redução do teor de água, pela compactação, pela adição de partículas finas ou pelo grau de hidratação.

Há um número significativo de pesquisas demonstrando que é possível reduzir a porosidade da interface e melhorar a resistência de concretos e argamassas por meio da adição ou substituição de parte do clínquer por materiais suplementares tais como: microssilica, escória de alto forno, cinza volante, cinza da casca de arroz, finos de quartzo e calcário. Partículas mais finas do que o cimento convencional, ativas ou não, podem reduzir a porosidade pelo efeito filer, atuando como pontos de nucleação ou pelas reações com ligante[3,4]. Materiais pozolânicos reagem com o hidróxido de cálcio formando silicato de cálcio hidratado e por apresentarem reações mais lentas podem reduzir a porosidade da interface[5].

No entanto, devido à limitação da disponibilidade de adições ativas, tal como cinzas volantes e escórias de alto-forno[6], teores mais elevados de finos podem ser necessários para a otimização dos sistemas cimentícios. Finos calcários tornam-se uma solução atraente. A principal contribuição da adição de calcário em matrizes cimentícias é a redução da porosidade do sistema pelo efeito físico. No entanto, também podem participar das reações de hidratação modificando os produtos hidratados ou como agente de nucleação acelerando as

reações. Em temperaturas normais (~25°C), o $CaCO_3$ pode reagir com sulfoaluminato formando monocarboaluminato, aumentando o volume de sólidos do sistema[7,8] e, consequentemente a resistência. A quantidade de $CaCO_3$ que reage é limitada pelo teor de sulfato e de alumina[9] e mesmo para adições de até 5% resultados de simulações termodinâmicas mostram que há uma parcela do mesmo que não reage[7]. Assim, para altos teores de adições de calcário, o efeito filer será predominante.

A substituição de 15% a 20% de ligante por fino calcário pode ter um impacto significativo na resistência à compressão[10–12], mesmo se for feita sem controlar a distribuição do tamanho da partícula resultante e a área de superfície. Camiletti *et al*. verificaram que a adição de partículas micro e nanométricas de $CaCO_3$ em teores de 5% a 15% em concretos proporcionou uma microestrutura mais densa devido ao aumento da relação água/ligante efetiva na interface uma vez que as partículas de $CaCO_3$ cobriram e preencheram os vazios entre os produtos de hidratação e as partículas maiores[13]. No entanto, nenhuma evidência do impacto de elevados teores de substituição para a formação da interface é registrada, incluindo o seu efeito na resistência de aderência entre a pasta de cimento e substrato (por exemplo, agregados, blocos cerâmicos).

A incorporação de finos (< 100 μm) nas matrizes aumenta as forças de coesão entre as partículas dificultando a dispersão do sistema. O uso de aditivos dispersantes torna-se uma alternativa para controlar a aglomeração dos finos seja pela repulsão eletrostática ou pela formação de uma barreira física. Matrizes dispersas podem favorecer o contato com o substrato[14], partículas individualizadas tendem a preencher as irregularidades da superfície.

Além dos benefícios ambientais, a substituição do teor de cimento por finos calcários pode propiciar maior contato efetivo com o substrato, pois além de preencherem os vazios deixados pelas partículas maiores tendem a se depositar na superfície do subtrato[15,16]. Para tanto, a distribuição granulométrica das partículas da matriz deve ser compatível com as características geométricas da topografia da superfície e a mesma também deve ter uma reologia adequada. Neste sentido, o objetivo deste capítulo é **verificar a influência do teor de ligante da matriz para a aderência considerando a distribuição granulométrica e a dispersão das partículas.**

4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS

A influência do teor de ligante na matriz para a aderência foi avaliada pela substituição de 30% e 60% do volume de cimento por fino calcário em argamassas aplicadas sobre blocos cerâmicos hidrofugados. Estes teores foram definidos após um estudo piloto[a] que analisou o uso de dois finos calcários como substitutos parciais em teores de 15%, 30%; 45% e 60%. Os resultados indicaram que substituição de teores até 30% a 45% do ligante pelos finos não reduzem a resistência de aderência, porém em taxas maiores a redução foi observada. A aglomeração das partículas pode ter influenciado nos resultados. Para verificar tal influência, foram estudadas argamassas sem e com o uso aditivo dispersante a base de éter policarboxilato.

As argamassas foram preparadas na proporção 25 partes de finos (ligante+calcário) e 75 partes de areia. Foram utilizados finos calcários com duas distribuições granulométricas diferentes: sendo um mais fino e outro com granulometria similar ao cimento. A distribuição granulométrica da areia e o teor de água foram mantidos constantes.

A mistura foi realizada em reômetro rotacional do tipo planetário em velocidade rotacional de 126,5 rpm por um período de 5 min. O torque final foi utilizado como um indicativo da dispersão do sistema: quanto menor o torque maior a dispersão das partículas[17]. Após a mistura, as argamassas foram submetidas a um ciclo de cisalhamento para verificação das características de fluxo: tensão de escoamento e viscosidade plástica.

As propriedades mecânicas das argamassas foram avaliadas por ensaios de módulo de elasticidade dinâmico e de resistência à tração por compressão diametral e o desempenho da interface substrato-argamassa pela resistência de aderência à tração após 14 dias de moldagem.

4.1.1 MATERIAIS UTILIZADOS

4.1.1.1 Particulados

As argamassas foram confeccionadas utilizando cimento Portland – CPV, composto por clinquer e gipsita (NBR 5733: 1991), dois tipos de finos calcários (F1 e F2 – Procarb 1 e Procarb 5) com distribuições granulométricas diferentes e uma areia artificial de origem granítica.

[a] Os resultados obtidos no estudo piloto estão apresentados APÊNDICE B – item B1.

A distribuição granulométrica da areia foi feita por peneiramento mecânico e a das partículas de cimento e dos finos calcários medida por difração a laser utilizando equipamento *Malvern MSS Mastersizer* com acessório *Hydro 2000 UM* para análises em via úmida. As partículas foram suspensas em água deionizada e dispersas em ondas ultrassônicas por 1 min em velocidade de rotação de 1800 rpm até obscurescência de 10%. Foram realizadas quatro leituras, sendo as mesmas executadas num conjunto de dez repetições consecutivas. A distribuição granulométrica dos materiais e as propriedades físicas são apresentadas na Figura 4.1 e na Tabela 4.1, respectivamente.

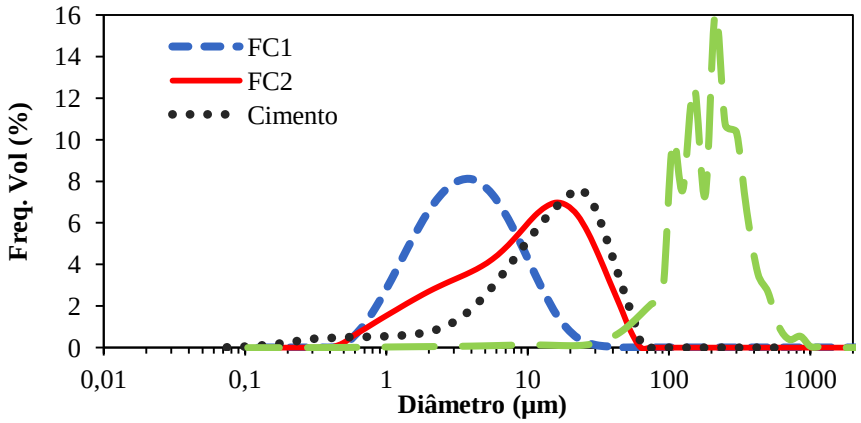


Figura 4.1 – Distribuição granulométrica das matérias-primas estudadas medidas por técnicas de difração a laser para o ligante e os finos calcários (*Malvern MSS Mastersizer*) e peneiramento mecânico a seco para a areia.

Tabela 4.1 – Características físicas das frações da argamassa utilizada no estado anidro.

Propriedade	***Cimento***	***Fino calcário***		***Areia***
		FC1	***FC2***	
Densidade (g/cm³)[1]	3,04	2,63	2,64	2,82
Área superficial específica BET (m²/g)[2]	1,87	2,97	1,46	-
Área superficial por difração a laser[3]	0,39	0,89	0,53	-
Fator de forma[4]	4,80	3,30	2,70	-
D10	2,87	1,39	1,89	102,27
D50	16,27	3,97	11,10	216,79
D90	39,25	10,94	32,52	406,94

[1] Densidade – determinada por picnometria de gás Hélio (*Quantatrome – MVP 5DC*) – média de três determinações .
[2] Área superficial específica (BET) – ASTM D 3663/03 – determinada por BET multiponto com adsorção de nitrogênio (*Micromeritics – ASAP*, 2010).
[3] Área superficial específica estimada por difração a laser (*Malvern Mastersizer MSS*).
[4] Relação entre a área superficial BET e a área superficial obtida por difração a laser.

Os finos calcários foram escolhidos em função da distribuição granulométrica do cimento: ambos apresentam partículas menores que o cimento. Porém, 90% das partículas de FC1 são menores que 11 µm enquanto as de FC2 equivalem a 33 µm, similar ao cimento (39 µm).

O fator de forma foi obtido pela relação entre a área superficial específica BET e a estimada pela difração a laser; neste último caso, assume-se que as partículas são esferas sólidas e perfeitamente lisas[18]. Os resultados mostram que todas as partículas tem fator de forma superior a 1, indicando que são porosas ou possuem textura rugosa. As partículas do FC2 são mais esféricas do que FC1.

A Tabela 4.2 apresenta a composição química do cimento e dos finos calcários obtida por análise semiquantitativa de fluorescência de raios X (FRX) [b] e análises químicas complementares.

Tabela 4.2 – Composição química do cimento e dos finos calcários utilizados.

Óxidos (%)	***Cimento***	***Fino calcário***	
		FC1	***FC2***
CaO	61,6	47,7	47,5
SiO_2	17,6	1,94	4,16
Al_2O_3	4,98	0,59	0,40
Fe_2O_3	2,62	< 0,10	< 0,10
MgO	1,99	5,99	5,64
Na_2O	0,33	0,00	0,00
K_2O	1,00	< 0,10	< 0,10
SO_3	3,69	< 0,10	< 0,10
Perda ao fogo[1]	4,87	43,1	41,2
CaO livre[2]	2,29	-	-
Resíduo insolúvel[3]	0,48	2,97	6,82
Anidrido carbônico (CO_2)[4]	2,67	41,6	39,4
Equivalente alcalino[5]	0,99	-	-

[1] Perda ao fogo – NBR – NM 18/04 – Cimento Portland – Análise química – Determinação da perda ao fogo;
[2] Óxido de cal livre – NBR – NM 13/04 – Cimento Portland – Análise química – Determinação de óxido de cálcio livre pelo etileno glicol;
[3] Resíduo Insolúvel – NBR – NM 15/04 – Cimento Portland – Análise química – Determinação do resíduo insolúvel;
[4] Anidrido carbônico – NBR – NM 20/04 – Cimento Portland e suas matérias-primas – Análise química – Determinação do dióxido de carbono por gasometria.
[5] Equivalente alcalino em Na_2O = % Na_2O + 0,658 x % K_2O.

A partir da relação entre as massas molares de carbonato de cálcio e anidrido carbônico e do teor do último[c], determinado pela análise química, verificou-se que o cimento utilizado possui 6,06% de carbonato de cálcio em sua composição. A análise química também revelou

[b] O ensaio foi realizado seguindo as diretrizes gerais da ISSO/FDIS 29581-2:2009(E) – *Cement – Test methods – Part 2: Chemical analysis by X-ray fluorescence* e o espectrômetro de fluorescência de raios-X (Panalytical – Minipal Cement), a partir de pastilhas fundidas, utilizando-se fundentes à base de mistura de tetraborato de lítio/metaborato de lítio marca MAXXIFLUX (66,67% de $Li_2B_4O_7$; 32,83% de $LiBO_2$ e 0,50% de LiBr), com proporção de 1,0: 6,75 (amostra:fundente) em g.

[c] % $CaCO_3 = \frac{M_{CaCO_3}}{M_{CO_2}} . CO_2$, sendo: M_{CaCO_3} = 100 e M_{CO_3} = 44.

que o FC1 possui menor quantidade de impurezas (SiO_2+Al_2O_3+F_2O_3) que o FC2 e ambos contêm carbonato de cálcio e magnésio na composição.

Foi utilizado um aditivo dispersante em pó a base de policarboxilato de éter (*Melflux® 2651 F – BASF).*

4.1.1.2 Substrato cerâmico

As argamassas foram aplicadas em blocos cerâmicos cuja distribuição do tamanho de poros e porosidade do substrato, obtidas por porosimetria de intrusão de mercúrio, estão apresentadas na Figura 4.2. Para a execução do ensaio, amostras foram cortadas com auxílio da serra de alta precisão (*Minitom Struers*) com água para evitar a ocorrência de fissuras. Após o corte, as amostras foram secas em estufa a 50°C até constância de massa. Em seguida, liofilizadas por 18h e acondicionadas em dessecador a vácuo até a realização dos ensaios.

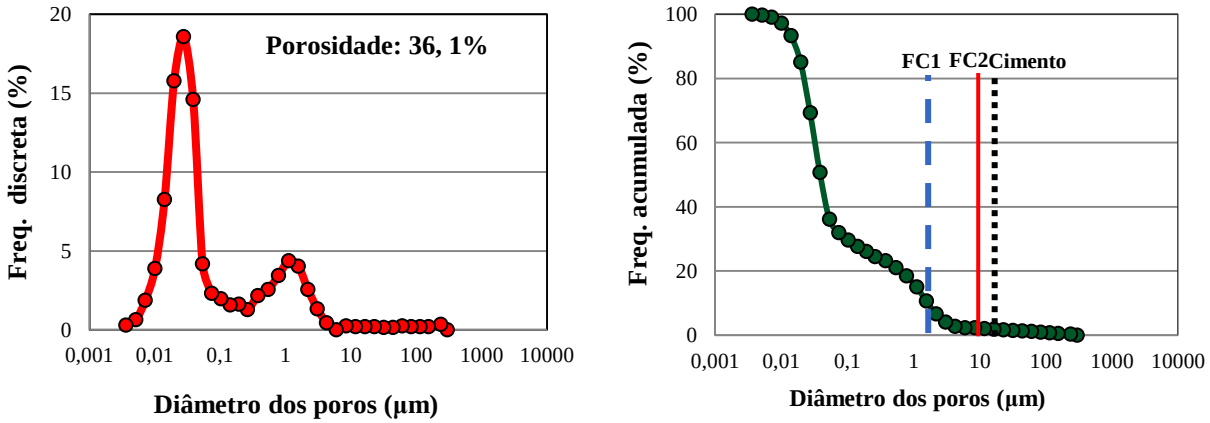


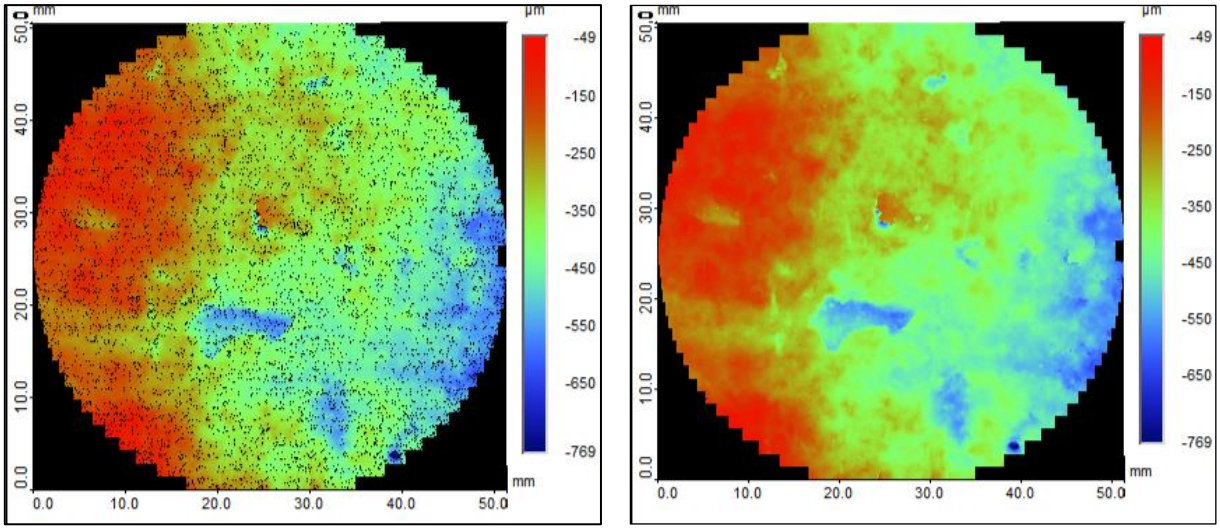
Figura 4.2 – Distribuição de poros do substrato cerâmico utilizado (a) discreta e (b) acumulada e o diâmetro médio das partículas constituintes das argamassas.

Observa-se que 97% dos poros do substrato são inferiores a 10 µm e o diâmetro médio das partículas de cimento (16,27 µm) e dos finos calcários (3,97 µm e 11,10 µm) são superiores ao dos poros. Assim, a probabilidade de penetração das partículas utilizadas nos poros do substrato é pequena, com maior potencial para o FC1 que apresenta granulometria mais fina, como mostrado na Figura 4.1 e na Tabela 4.1.

A topografia da superfície foi medida pela técnica de interferometria a laser, utilizando um perfilômetro óptico, marca *Bruker*, modelo *NP-Flex*, descrito no capítulo 3 (*ver item 3.1.4.1*). Foram adotados os seguintes parâmetros: Lente objetiva 5x – Michelson e multiplicador 0,55x, com passo x = 2,331 mm e y = 1,748 mm; velocidade de varredura: 7 x; Limite de ruído (pixels válidos): 2%; distância em z: 1000 µm. Foram analisados dez corpos de prova com diâmetro de 50 mm e o tempo gasto para execução de cada medida foi de

aproximadamente 6 h. Para aquisição de detalhes das irregularidades superficiais, também foram obtidos perfis topográficos em seções menores: x = 0,062 mm e y = 0,047 mm, com magnificação de 100x (lente objetiva de 50 x, multiplicador 2x).

Após aquisição dos dados da topografia da superfície, os perfis foram submetidos a um filtro para interpolação dos dados e eliminação dos pontos não válidos, utilizando os pontos ao redor da área medida (Figura 4.3).



(a) **(b)**

Figura 4.3 – Exemplo da topografia da superfície do bloco cerâmico com diâmetro de 50 mm (a) antes e (b) após a interpolação dos pontos. A escala de cores mostra os picos, os pontos mais altos, em vermelho e os vales, pontos mais baixos, em azul.

A análise da topografia da superfície foi feita pelo fator de rugosidade (r) proposto por Wenzel que equivale à razão entre a área da superfície real (A_r) e a área da superfície projetada no plano (A_p). Os resultados apresentados na Tabela 4.3 mostram que o fator de rugosidade não variou entre as dez amostras estudadas, o acréscimo de área superficial foi equivalente indicando que as amostras são homogêneas.

Tabela 4.3 – Fator de rugosidade dos blocos cerâmicos estudados.

n	***Parâmetros de rugosidade***		
	A_r (mm²)	***A_p (mm²)***	***r***
1	2112,91	2370,09	1,12
2	2112,91	2373,93	1,12
3	2113,01	2400,78	1,14
4	2113,01	2406,47	1,14
5	2112,95	2373,04	1,12
6	2113,00	2366,66	1,12
7	2111,86	2433,46	1,15
8	2105,48	2348,16	1,12
9	2112,64	2347,66	1,11
10	2112,85	2412,38	1,14

Para evitar a influência da sucção capilar do substrato, a superfície do mesmo foi hidrofugada utilizando hidrofugante à base uma emulsão de octiltrietoxisilano (*Dow Corning*), cuja caracterização foi apresentada no capítulo 3 – item 3.1.1.2. O hidrofugante foi diluído em água numa proporção 9:1 (água: hidrofugante) em relação à massa de água e aplicado na superfície do substrato cerâmico em três demãos com auxílio do pincel. A secagem foi feita ao ar por um período de 24 horas antes da aplicação da argamassa.

A eficiência do tratamento foi medida por absorção capilar e ângulo de contato comparando-se blocos cerâmicos com e sem aplicação de silano. Para facilitar a execução dos mesmos, os blocos cerâmicos foram cortados em dimensões de 10 x 10 cm; o corte foi executado a seco com serra diamantada. Após o corte, as laterais dos corpos-de-prova foram seladas com silicone para garantir o fluxo unidirecional da água. Os ensaios de absorção capilar foram realizados conforme a metodologia descrita por Reda Taha *et al.*[19] (ver item 3.1.5.1). A massa de água absorvida monitorada após 1; 5; 10; 30 e 60 min de imersão do bloco na água. Para cada situação foram avaliados seis corpos-de-prova cujos resultados são mostrados na Figura 4.4.

O ângulo de contato foi medido pelo método da gota séssil utilizando goniômetro - Krüss DAS 10. As medidas foram feitas após 1 min de deposição de uma gota de água deionizada em temperatura de 25°C e volume constante de 8 µL. Os resultados são apresentados na Tabela 4.4 e são a média de trinta leituras efetuadas para cada tratamento em três blocos distintos.

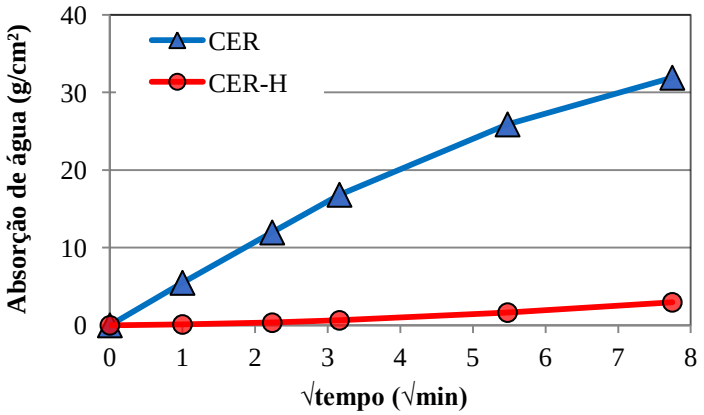


Figura 4.4 – Absorção capilar de água do bloco cerâmico com e sem a aplicação de silano.

Tabela 4.4 – Ângulo de contato medido em blocos cerâmicos com e sem o tratamento superficial com silano após 60 s de deposição da gota.

Bloco cerâmico	***n***	***Média***	***DP***	***CV (%)***
Sem tratamento superficial – CER	30	35,4°	7,3	20
Com tratamento superficial – CER-H	30	100,1°	9,5	10

Os resultados de absorção capilar e ângulo de contato indicam que o tratamento com silano tem um efeito significativo na absorção capilar dos blocos cerâmicos. O tratamento com silano reduziu em 91% a capacidade de absorção capilar do bloco cerâmico após 60 min do contato com água. Assim, o tratamento superficial com silano foi eficiente para controlar os efeitos da absorção capilar.

4.1.2 PRODUÇÃO DAS ARGAMASSAS

4.1.2.1 Proporção das argamassas

As argamassas foram preparadas na proporção 25 partes de finos (ligante+calcário) e 75 partes de areia. Foram estudadas seis composições, sendo destas: uma de referência constituída por cimento e areia; quatro, substituindo o cimento em teores de 30% e 60% pelos dois finos calcários individualmente e, para o teor de 60% foi feito uma blenda com os dois finos. O teor de água (deionizada) foi mantido constante e igual a 16,5% em relação ao volume total de sólidos. A Tabela 4.5 apresenta as proporções volumétricas das argamassas estudadas.

Tabela 4.5 – Proporção volumétrica das argamassas estudadas.

Argamassas	***Materiais***			
	Cimento	***Areia***	***Fino calcário***	
			FC1	***FC2***
REF	25	75	0	0
F1 – 30%	17,5	75	7,5	0
F1 – 60%	10	75	15	0
F2 – 30%	17,5	75	0	7,5
F2 – 60%	10	75	0	15
F12 – 60%	10	75	7,0	8,0

A proporção de dispersante foi adotada após estudo prévio[d] com a argamassa de referência para determinação do teor ideal de aditivo que garantisse a homogeneidade e a dispersão das partículas. Foram investigados os teores de 0%; 0,020%; 0,025%; 0,0275% e 0,035% em relação à massa total de sólidos e os resultados mostraram que a partir de 0,02%, a viscosidade do sistema diminuiu em relação à argamassa de referência e manteve-se constante nos teores mais elevados. No que se refere às propriedades mecânicas e a resistência de aderência à tração das argamassas de referência não houve alterações significativas entre os teores de 0,02% e 0,035%; as propriedades avaliadas mantiveram-se constante com o acréscimo do aditivo.

[d] Os resultados detalhados deste estudo estão apresentados no APÊNDICE B – item B2.

Sendo assim, o efeito do dispersante nas demais argamassas foi avaliado nos teores de 0% e 0,02% com relação à massa total de sólidos, exceto para a argamassa F260. Esta argamassa apresentou comportamento reológico diferenciado, como será discutido posteriormente, sendo assim não lhe foi adicionado dispersante.

4.1.2.2 Mistura e ciclos de cisalhamento

As misturas foram feitas em reômetro rotacional tipo planetário[e] com velocidade de rotação de 126,5 rpm por 5 min. Os materiais sólidos foram previamente homogeneizados e a água foi adicionada ao pó com vazão controlada de 128 g/s a partir de 30 s. O aditivo dispersante quando utilizado foi inserido junto aos sólidos antes da mistura.

Logo após o processo de mistura, a argamassa foi submetida a ciclo de cisalhamento no próprio reômetro rotacional para avaliar o comportamento reológico e a eficiência do processo de mistura[17]. O procedimento consiste em impor velocidades diferentes ao material (6,33 – 316,30 rpm) em patamares de 5 s, acelerando e desacelerando. O comportamento reológico das argamassas foi descrito pelo modelo de Bingham (Equação 4.1):

$$\tau = \tau_0 + \eta_{pl}.\dot{\gamma} \qquad \text{(Equação 4.1)}$$

em que τ é a tensão de cisalhamento; τ_0 a tensão de escoamento; η_{pl} a viscosidade plástica e $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento. Ao contrario dos fluidos Newtonianos, em que a tensão e a taxa de cisalhamento são proporcionais, uma tensão mínima (τ_0) é necessária para o material fluir. Acima desta, a tensão de cisalhamento vs. a taxa de cisalhamento possui uma inclinação constante denominada viscosidade plástica. A tensão de escoamento e a viscosidade plástica das argamassas estudadas foram obtidas pela curva torque vs. velocidade após o ciclo de desaceleração, como exemplifica a Figura 4.5.

Posteriormente ao ciclo de cisalhamento, determinou-se a densidade e o teor de ar incorporado das argamassas conforme os procedimentos estabelecidos pela ABNT NBR 13278:2005.

[e] Equipamento desenvolvido na POLI- USP. As configurações geométricas podem ser obtidas em Cardoso[20].

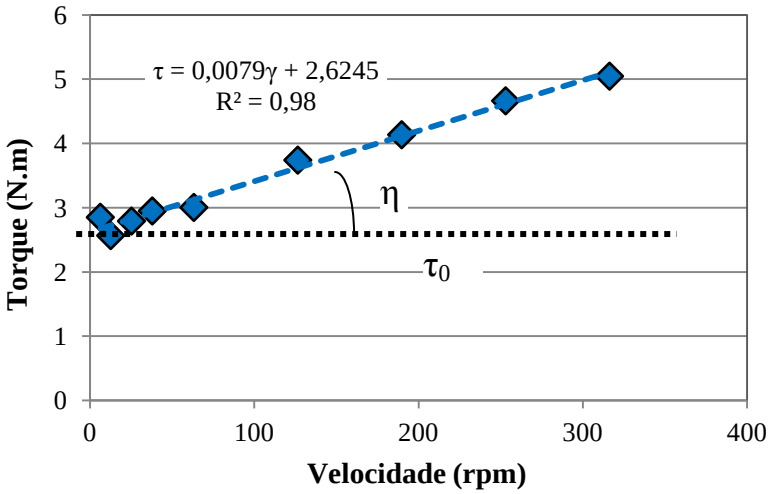


Figura 4.5 – Determinação da tensão de escoamento e viscosidade plástica das argamassas estudadas por meio da curva torque vs. velocidade obtida após o ciclo de cisalhamento imposto ao material (curva de desaceleração).

4.1.2.3 Moldagem e cura dos corpos de prova

Para avaliação do comportamento mecânico das argamassas foram moldados 8 corpos de prova cilíndricos com diâmetro igual a 50 mm e espessura de 25 mm. Os corpos de prova foram moldados em camada única, colocados em mesa vibratória de bancada (*MVL máquinas vibratórias – mod MJ2-008*), em frequência de 50 Hz durante 10 s. Em seguida, a superfície foi nivelada com espátula e os corpos de prova colocados em embalagem plástica com umidade relativa igual a 100% e temperatura ambiente de (23 ± 2)°C durante 13 dias. Para a realização dos ensaios, os mesmos foram colocados em estufa com circulação mecânica a 50°C por 24 h antes da realização dos ensaios.

Os ensaios de resistência de aderência à tração foram realizados nas argamassas aplicadas sobre os cerâmicos hidrofugados. Para eliminar a etapa de corte, os corpos de prova foram moldados com diâmetro de 50 mm e espessura de 20 mm obedecendo às mesmas condições de compactação e de cura descritas anteriormente (Figura 4.6). Após 13 dias, foram retirados das embalagens plásticas para preparação do ensaio. Para cada tipo de argamassa estudada foram moldados trinta corpos de prova.

Figura 4.6 – Detalhe da produção dos corpos de prova para a realização do ensaio de resistência de aderência à tração (a) a fim de eliminar a etapa de corte os corpos de prova foram moldados com auxílio de molde cilíndrico de PVC com diâmetro de 50 mm x 20 mm de espessura; (b) corpos de prova após moldagem da argamassa e retirada do molde cilíndrico e (c) condicionamento do conjunto substrato-argamassa em embalagens plásticas para garantir as mesmas condições de umidade e temperatura durante 13 dias. Fotos: Mário Takeashi.

4.1.3 ENSAIOS REALIZADOS

4.1.3.1 Desempenho mecânico das argamassas

O desempenho mecânico foi avaliado por ensaios de módulo de elasticidade dinâmico e resistência à tração por compressão diametral aos 14 dias.

O módulo de elasticidade foi feito medindo-se o intervalo de tempo para propagação de ondas longitudinais ao longo da espessura do corpo-de-prova (25 mm). Para tanto, foi utilizado o aparelho de ultrassom (*PUNDIT – CNS electronics*), com transdutores piezoelétricos de face plana com freqüência de 200 KHz e superfície geométrica de 3,14 cm². A calibração do equipamento foi realizada com referência igual a 25,7 µs e para melhorar o contato amostra-transdutor utilizou-se gel medicinal na interface amostra-transdutor.

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral foi executado em máquina de ensaios universal (*INSTRON* – 5569) dotada de célula de carga de 50 kN, taxa de carregamento de 0,01 MPa/s.

4.1.3.2 Avaliação da aderência substrato-argamassa

A resistência da interface argamassa-substrato foi avaliada pela resistência de aderência à tração, catorze dias após a aplicação da argamassa sobre o substrato. Antes da colagem das pastilhas foi feita uma limpeza na superfície da argamassa para a retirada de partículas soltas. Foi utilizada uma massa de poliéster e a mesma foi curada por 24 h. O equipamento utilizado bem como alguns detalhes do conjunto substrato-argamassa são mostrados na Figura 4.7.

Para análise dos resultados foi considerada somente a ruptura na interface substrato-argamassa.

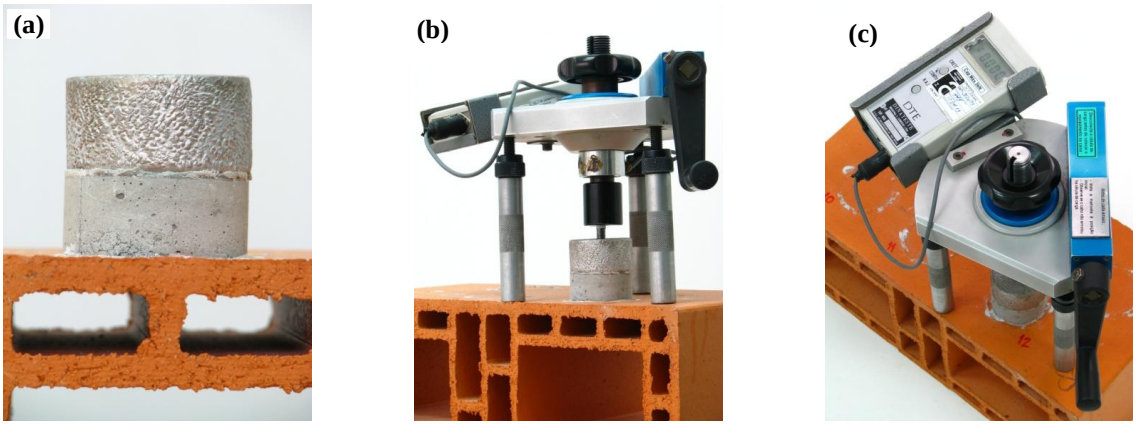


Figura 4.7 – Ensaio de resistência de aderência à tração (a) vista lateral do corpo de prova após a colagem da pastilha; (b) acoplamento pastilha-equipamento e (c) dinamômetro utilizado para execução do ensaio – *Dynatest DTE – 5000*. Fotos: Mário Takeashi.

4.1.3.3 Eficiência do uso de ligante

A eficiência do uso do ligante foi medida pelo indicador *IL* – índice de ligante, proposto por Damineli *et al*[21], que mede a quantidade necessária de ligante para obtenção de uma unidade de determinado parâmetro de desempenho (Equação 4.1):

$$IL = \frac{b}{p} \qquad \text{(Equação 4.2)}$$

em que b é o consumo total de ligante do material em kg/m³ e p é o requisito de desempenho.

Neste trabalho, será medido a quantidade de ligante necessária para a obtenção de 1 MPa de resistência à tração da argamassa e a resistência de aderência do sistema argamassa-substrato.

4.2 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.2.1 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DAS ARGAMASSAS

Nas Figuras 4.8 e 4.9 são apresentadas as curvas de mistura (torque vs. tempo) das argamassas estudadas sem e com o uso de aditivo dispersante, respectivamente. A água foi adicionada ao pó no instante inicial (t= 0 s) e o término após 10 s. No momento em que a água é inserida no sistema, observa-se que há uma elevação do nível de torque ocasionado pela aglomeração das partículas. Na medida em que o tempo de mistura aumenta o sistema estabiliza a níveis de torque constante indicando a homogeneidade e a fluidez do mesmo.

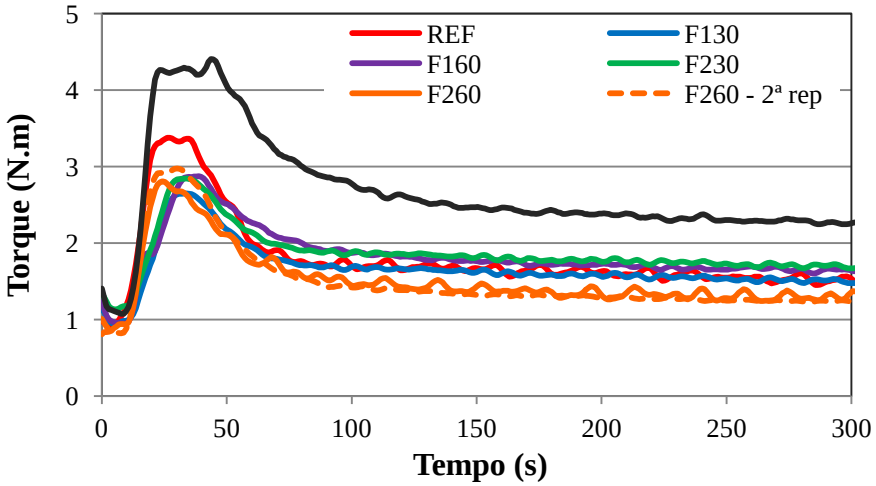


Figura 4.8 Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas sem o uso de dispersante.

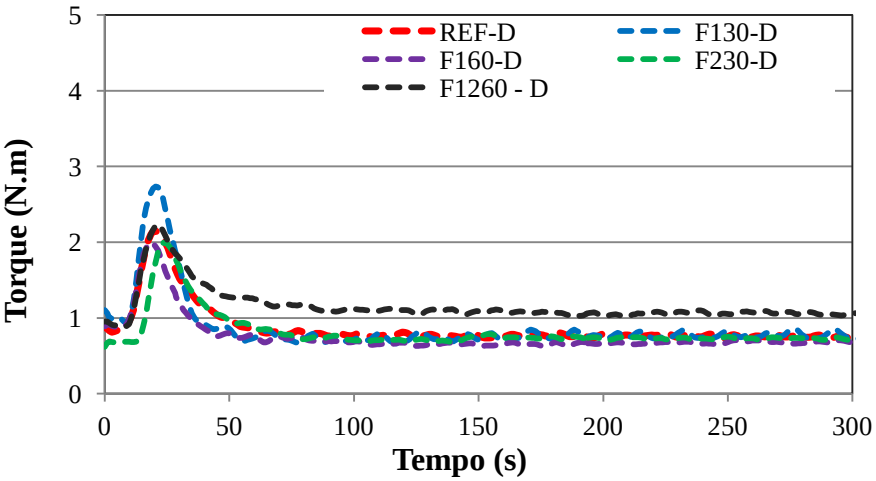


Figura 4.9 – Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas com 0,02% de aditivo dispersante.

A Tabela 4.6 apresenta as propriedades das argamassas no estado fresco bem como a caracterização reológica das mesmas.

Tabela 4.6 – Caracterização das argamassas no estado fresco.

Argamassas	***Propriedades avaliadas***									
	ρ_{fresca} ***(g/cm³)***		***Teor de ar (%)***		***Torque[1] (N.m)***		**η (N.m/rpm)**		**τ_0 (N.m)**	
Teor de dispersante (%)	***0,0***	***0,0***	***0,0***	***0,0***	***0,00***	***0,02***	***0,00***	***0,02***	***0,00***	***0,02***
REF	2,2	2,1	0,0	2,5	1,53	0,67	0,008	0,009	2,62	1,82
F130	2,2	2,1	0,9	2,2	1,51	0,62	0,010	0,009	2,55	1,81
F160	2,2	2,1	0,5	2,1	1,58	0,66	0,009	0,009	2,99	1,55
F230	2,2	2,1	1,0	5,0	1,71	0,67	0,008	0,010	2,37	1,60
F260	2,2	-	0,9	-	1,22	-	0,010	-	2,24	-
F260 – R	2,2	-	0	-	1,19	-	0,007	-	2,15	-
F1260	2,2	2,2	0	1,2	2,27	1,09	0,007	0,010	3,31	2,06

[1]Torque final obtido após a mistura.

Para um mesmo teor de aditivo, as argamassas estudadas apresentaram o mesmo nível de torque após a mistura e tensão de escoamento, exceto para a combinação entre os dois finos (F1260) sem e com dispersante que apresentou um nível de torque 48% e 62% superior à argamassa de referência com os mesmos teores de dispersante; e a argamassa com 60% de fino 2 (F260) que apresentou nível de torque inferior às demais sem o uso de dispersante. O fino calcário 2 (FC 2) possui maior esfericidade e menor área superficial em relação ao cimento e o fino calcário 1 (Tabela 4.1), características que combinado a um teor elevado propiciou melhor dispersão do sistema sem a introdução de aditivos químicos.

O uso de dispersante reduziu os níveis de torque e a tensão das argamassas e propiciou um ligeiro aumento no teor de argamassa. A viscosidade plástica manteve se constante independente do teor de aditivo.

4.2.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS ARGAMASSAS

As Figuras 4.10 e 4.11 mostram que o módulo de elasticidade e a resistência à tração das argamassas diminuem com o aumento do teor de fino calcário em substituição ao cimento e a adição do aditivo dispersante. Resultados similares são registrados na literatura para resistência à compressão de concretos com a substituição de cimento por filer calcário[10–12,22,23].

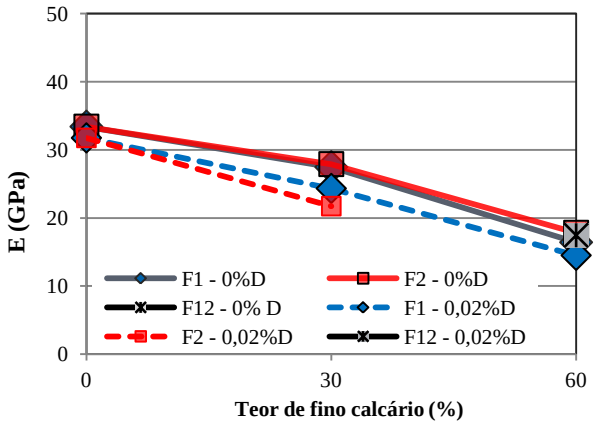


Figura 4.10 – Módulo de elasticidade dinâmico em função do teor de fino calcário e de dispersante das argamassas aos 14 dias.

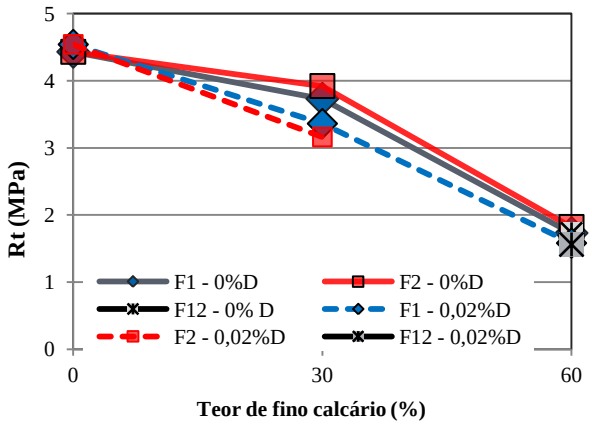


Figura 4.11 – Resistência à tração por compressão diametral em função do teor de fino calcário e de dispersante das argamassas aos 14 dias.

Para as argamassas sem dispersante, os dois finos apresentaram comportamento similar em relação às duas propriedades avaliadas. Porém, com a adição de dispersante, as argamassas com o fino calcário mais fino (FC1) apresentou desempenho mecânico superior as produzidas com FC2 para os dois teores estudados. Diferenças na distribuição granulométrica das partículas do ligante e dos finos e o empacotamento resultante destas podem explicar tais diferenças.

A tendência geral é que há uma redução das propriedades mecânicas quando o teor de água é mantido constante e há o aumento do teor de fino calcário e a adição de dispersante. O primeiro ocorre devido ao efeito de diluição uma vez que a adição de finos reduz o volume de produtos hidratados e aumenta a relação água/cimento simultaneamente como mostrado na Tabela 4.7. A redução das propriedades mecânicas com a adição de dispersante pode ser explicada pelo acréscimo do teor de ar , como mostrado na Tabela 4.6.

Tabela 4.7 – Caracterização das argamassas no estado endurecido.

Argamassas		***a/c***	***Propriedades avaliadas***					
			ρ_{end} (kg/m³)		***E (GPa)***		***Rt (MPa)***	
			Média	***CV (%)***	***Média***	***CV (%)***	***Média***	***CV (%)***
0,00% Dispersante	***REF***	0,7	2184,6 ± 11,5	0,5	33,4 ± 0,7	2,1	4,4 ± 0,4	8,4
	F130	0,9	2125,5 ± 9,6	0,5	27,4 ± 0,8	2,8	3,7 ± 0,4	11,7
	F160	1,7	2019,8 ± 21,5	1,1	16,4 ± 0,5	2,8	1,7 ± 0,2	10,2
	F230	0,9	2132,7 ± 17,6	0,8	27,9 ± 0,7	2,4	3,9 ± 0,6	14,0
	F260	1,7	2052,7 ± 12,7	0,6	17,8 ± 0,6	3,2	1,8 ± 0,1	7,3
	F260-R	1,7	2019,1 ± 9,3	0,5	16,7 ± 0,6	3,4	1,8 ± 0,1	5,8
	F1260	1,7	2049,7 ± 15,5	0,8	17,6 ± 0,4	2,2	1,7 ± 0,1	8,1
0,02% Dispersante	***REF***	0,7	2141,5 ± 11,5	0,5	31,7 ± 1,3	4,0	4,5 ± 0,5	10,1
	F130	0,9	2063,2 ± 16,7	0,8	24,3 ± 0,6	2,3	3,4 ± 0,3	8,7
	F160	1,7	1953,1 ± 6,2	0,3	14,4 ± 0,4	2,7	1,6 ± 0,1	7,6
	F230	0,9	1987,9 ± 14,9	0,8	21,7 ± 0,9	3,9	3,2 ± 0,3	8,2
	F1260	1,7	2008,5 ± 22,7	1,1	17,4 ± 0,4	2,0	1,6 ± 0,2	11,5

4.2.3 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

A Tabela 4.8 e as Figuras 4.12 e 4.13 apresentam os resultados de resistência de aderência aos 14 dias das argamassas, sem e com o uso de dispersante, aplicadas sobre blocos cerâmicos hidrofugados. Observa-se na Tabela 4.8 que o coeficiente de variação dos resultados situa-se entre 19% e 34%. Apesar de estes serem elevados, a repetibilidade do método de ensaio pode ser constatada pelos resultados das repetições feitas para a argamassa F260 sem dispersante. Não houve diferença entre as médias obtidas em duas repetições executadas de maneira independente com os mesmos materiais e procedimentos.

Tabela 4.8 – Valores médios e coeficientes de variação da resistência de aderência à tração aos 14 dias das argamassas estudadas aplicadas em blocos cerâmicos hidrofugados.

Argamassas	***Teor de dispersante (%)***			***Teor de dispersante (%)***		
	0,00			***0,02***		
	***n*[1]**	***Rad (MPa)***	***CV (%)***	***n***	***Rad (MPa)***	***CV (%)***
REF	28	0,33 ± 0,07	23	28	0,43 ± 0,11	26
F130	22	0,39 ± 0,10	25	22	0,42 ± 0,11	27
F160	20	0,21 ± 0,08	36	26	0,37 ± 0,07	19
F230	24	0,40 ± 0,10	26	30	0,53 ± 0,12	23
F260	21	0,22 ± 0,08	36	-	-	-
F260 – 2ª rep	22	0,22 ± 0,06	26	-	-	-
F1260	28	0,24 ± 0,08	34	26	0,27 ± 0,09	34

[1] *n* – número de corpos de prova ensaiados.

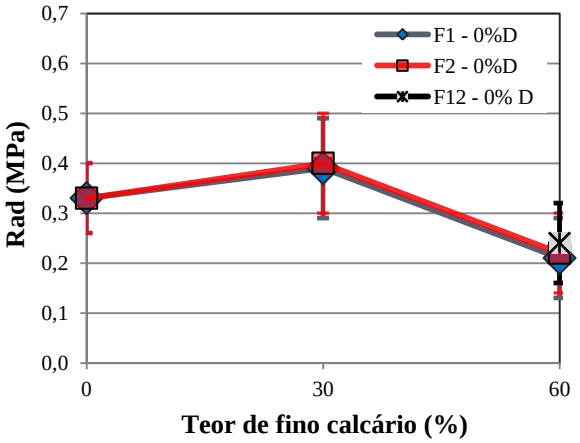


Figura 4.12 – Resistência de aderência à tração em função do teor de fino calcário das argamassas sem o uso de dispersante.

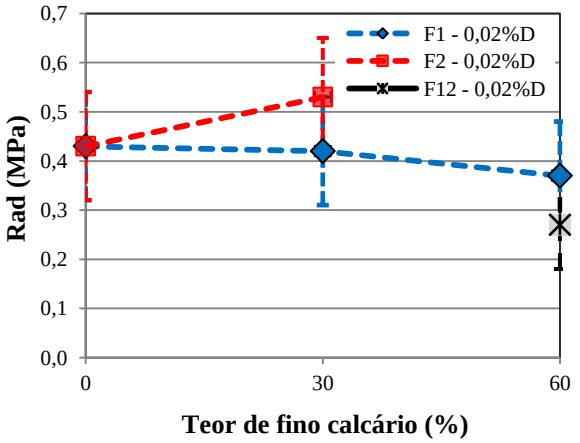


Figura 4.13 – Resistência de aderência à tração em função do teor de fino calcário das argamassas com o uso de dispersante.

Nas argamassas sem dispersante, a substituição de 30% do ligante por ambos finos calcários (FC1 e FC2) propiciou um aumento de 18% e 21% em relação à argamassa de referência, respectivamente; e para o teor de 60%, houve uma redução da aderência com o uso dos dois finos calcários quando utilizados individualmente (F160 e F260) ou combinados numa blenda (F1260) (Figura 4.12).

Tal como mostra a Figura 4.13, o uso de dispersante aumentou significativamente a resistência de aderência de todas as argamassas estudadas, exceto a argamassa F1260 com dispersante cujo acréscimo foi de 12,5% em relação à mesma sem dispersante. O torque final desta argamassa foi semelhante às sem dispersante indicando que quantidade de aditivo utilizada para garantir a dispersão da mesma não fora suficiente.

Antunes[24] também constatou a eficiência do uso de dispersante em argamassas para aumentar a resistência de aderência. As argamassas com dispersante apresentaram um acréscimo médio de 29% em relação às sem dispersante.

O aumento da resistência de aderência com o uso de dispersante na argamassa pode ser explicado pelo acréscimo da área de contato efetivo argamassa-substrato seja pela redução da viscosidade das mesmas favorecendo o espalhamento ou pela individualização das partículas que minimizará os defeitos ocasionados pelos aglomerados. Os resultados apresentados na Tabela 4.6 mostram que o uso do dispersante diminuiu a viscosidade de todas as argamassas estudadas (redução do nível de torque final) e, com isso aumentou a resistência de aderência.

O efeito da individualização das partículas pode ser verificado nas matrizes F160-D. O uso de dispersante associado ao elevado teor de fino calcário propiciou um ganho de resistência de aderência de 76% e de 12% em relação à mesma argamassa e a de referência, ambas sem dispersante, respectivamente. Tais resultados mostram o enorme potencial da utilização de partículas finas em teores elevados para obtenção de uma aderência satisfatória.

Embora a penetração de partículas nos poros não seja o mecanismo principal da aderência, o uso de partículas mais finas como, por exemplo, o FC1, tem maior probabilidade de preenchimento dos poros em relação às demais, como mostrado no capítulo 2, e isso tende a contribuir para a minimização dos defeitos e porosidade do sistema.

Considerando por exemplo o perfil topográfico do bloco cerâmico estudado, obtido por interferometria a laser numa magnificação de 100x, e o diâmetro das partículas (D10) de cimento e do fino calcário mais fino (FC1) foi simulado a deposição das mesmas sobre a superfície do substrato, considerando sistemas monodispersos e polidispersos (Figuras 4.14 a 4.16).

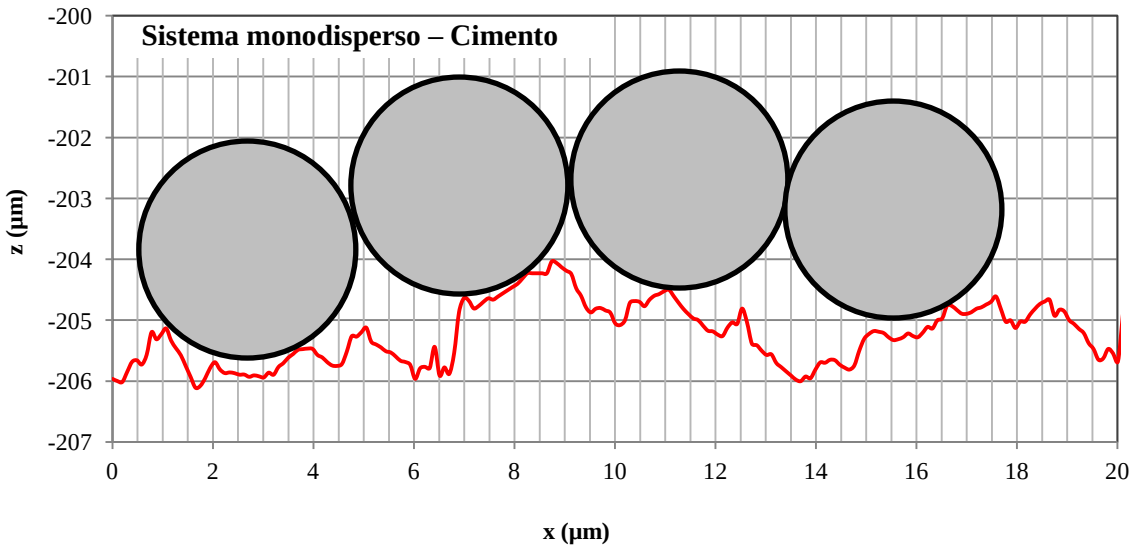


Figura 4.14 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz monodispersa constituída por cimento (D10 = 2,87 µm). As partículas de cimento não preenchem todas as irregularidades da superfície do substrato.

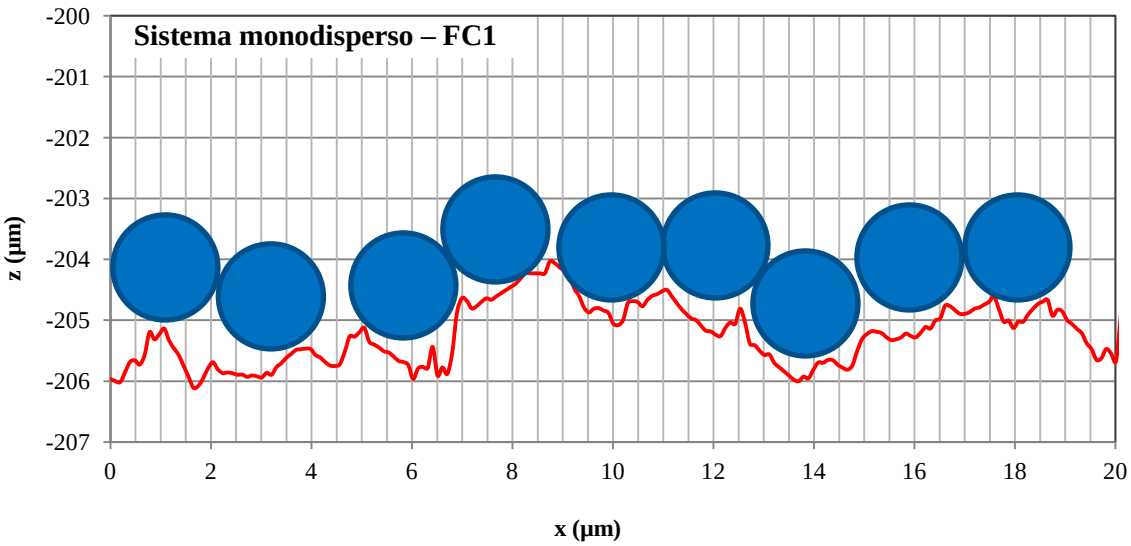


Figura 4.15 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz monodispersa constituída pelo fino calcário mais fino (D10 = 1,39 µm). Há um aumento da área de contato efetivo com o uso do fino calcário com menor granulometria, porém a topografia do substrato não é toda recoberta.

Na Figura 4.14, observa-se que a matriz monodispersa constituída por cimento não preenche toda a superfície do substrato, pois não há uma compatibilidade geométrica entre partícula-irregularidade do substrato.

Nos sistemas polidispersos, as partículas mais finas tendem a migrar para a superfície do substrato[16,25] aumentando contato efetivo matriz-substrato. Como mostrado na Figura 4.15, mesmo as partículas do fino calcário utilizado (FC1) não preenchem todas as irregularidades superficiais. Para o aumento do contato efetivo matriz-substrato seria necessário à adição de partículas ainda mais finas, nanométricas, ao sistema como mostra a Figura 4.17.

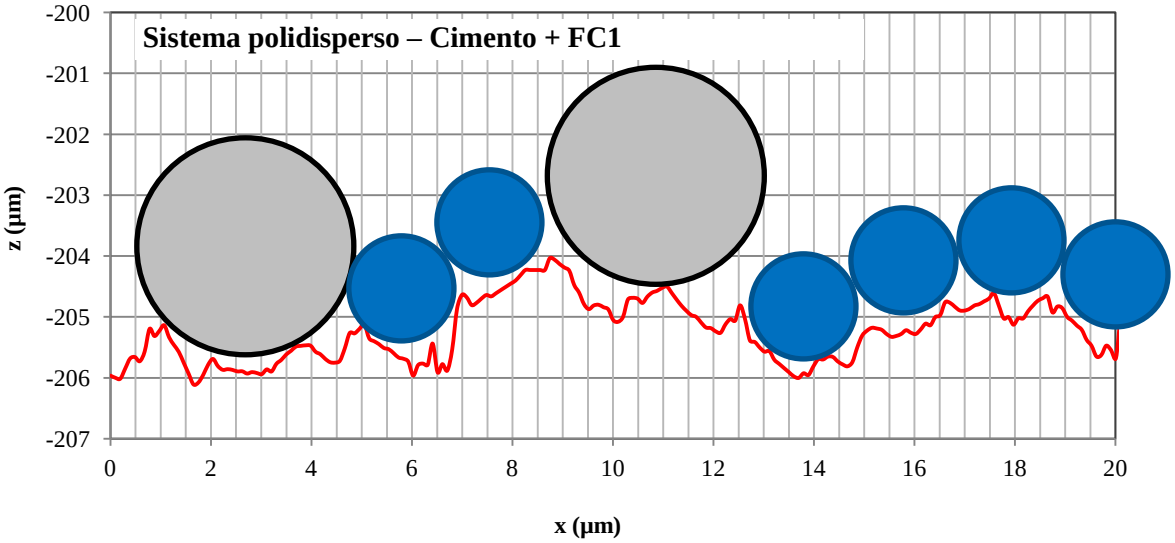


Figura 4.16 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz polidispersa constituída por cimento + fino calcário mais fino. O uso de sistema de partículas de tamanhos diferentes melhora o empacotamento na interface.

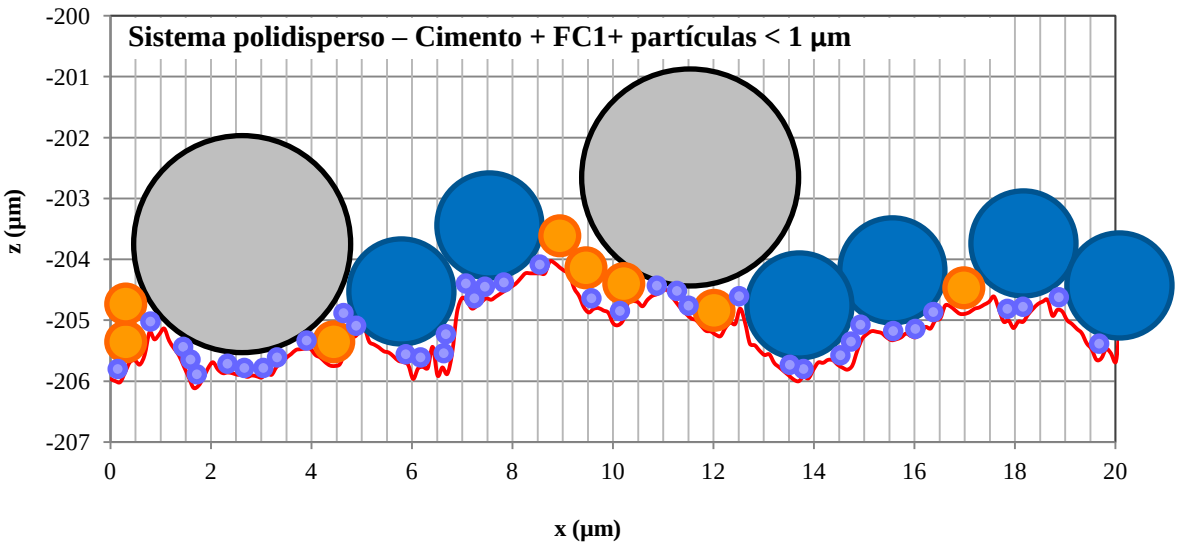


Figura 4.17 – Simulação do recobrimento da superfície do bloco cerâmico por matriz polidispersa constituída por cimento + fino calcário mais fino + partículas <1 µm. O recobrimento da superfície será total quando houver compatibilidade entre as características geométricas das partículas e das irregularidades superficiais. Uma alternativa para otimização da aderência seria o uso de partículas nanométricas.

A resistência de aderência é controlada pelas forças de van der Waals entre as superfícies em contato: partícula-substrato e partícula-partícula. Segundo Chaterjee[26] essas forças ocorrem quando os cristais estão suficientemente próximos, não sendo necessária a continuidade do arranjo atômico. Os resultados obtidos mostram que esta conclusão pode ser estendida para a presença de uma quantidade significativa de finos calcários quase inertes na interface. A contribuição dos finos calcários em teores elevados ocorre principalmente pelo efeito de filer, pois somente parte deste reage com o ligante produzindo carboaluminato. Resultados publicados mostram que mesmo para um teor de 4% de substituição do ligante por carbonato de cálcio pode permanecer sem reagir após 1000 dias de hidratação[8]; a quantidade reativa depende do teor de alumina e sulfato do ligante[9]. Nas argamassas estudadas, a capacidade de reação do carbonato diminuiu com a diluição do cimento.

A resistência de aderência na interface argamassa-substrato é cerca de 4 a 13 vezes inferior à resistência à tração das argamassas estudadas. Esta relação indica a magnitude em que a aderência pode ser melhorada.

Embora seja comum encontrar na literatura referências de correlações diretas entre a resistência de aderência à tração e as propriedades mecânicas das argamassas[27] não houve uma correlação entre a resistência de aderência à tração média dos sistemas e o módulo de elasticidade e a resistência à tração das argamassas estudadas, como mostram as Figuras 4.18 e 4.19, respectivamente. Este resultado está de acordo com Antunes[24].

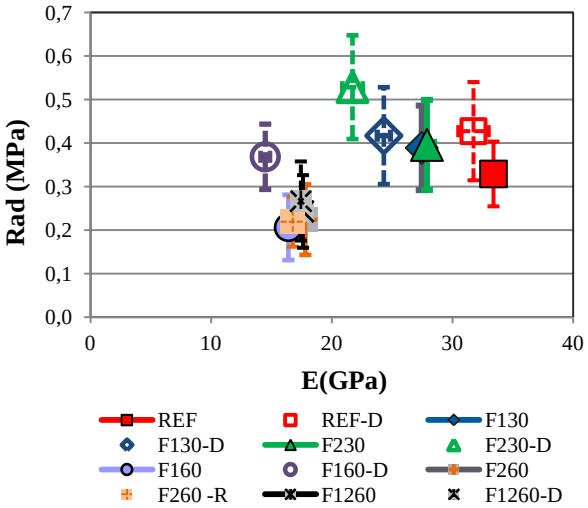


Figura 4.18 – Relação entre a resistência de aderência à tração e o módulo de elasticidade das argamassas.

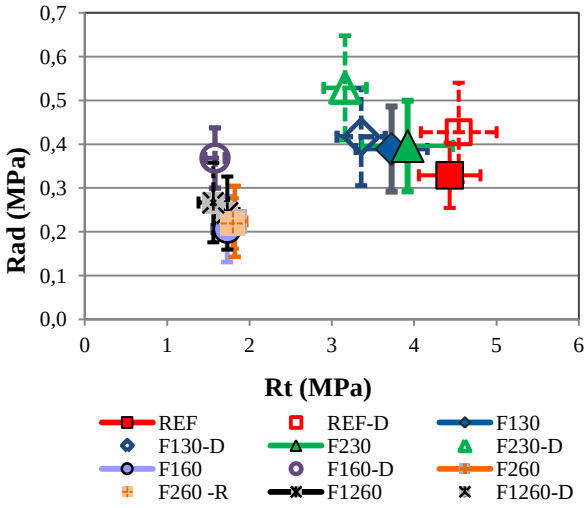


Figura 4.19 – Relação entre a resistência de aderência à tração e a resistência à tração das argamassas.

Os resultados indicam que a substituição do ligante por finos calcários e dispersante afetam a resistência da interface diferentemente das propriedades mecânicas. As últimas mostraram-se mais sensíveis à ligeira incorporação de ar das argamassas com dispersante e ao efeito de diluição proporcionado pelo acréscimo do teor de fino calcário.

4.2.4 EFICIÊNCIA DO USO DE LIGANTE

A eficiência do uso de ligante definida pelo índice de ligante (IL) para a obtenção de 1 MPa aos 14 dias de resistência à tração da argamassa e resistência de aderência do sistema é apresentada na Tabela 4.9 e nas Figuras 4.20 e 4.21.

Tabela 4.9 – Avaliação da eficiência do uso de ligante para as argamassas e sistemas estudadas quantificado pelo índice de ligante (IL).

Argamassas		***Consumo de ligante (kg/m³)***	***Rt (MPa)***	***IL_{Rt} (kg/m³.MPa)***	***Rad (MPa)***	***IL_{Rad} (kg/m³.MPa)***
0,0% dispersante	***REF***	665,24	4,43	150,14	0,33	2023,31
	F130	465,67	3,73	125,00	0,39	1197,64
	F160	266,09	1,73	154,02	0,21	1292,98
	F230	465,67	3,92	118,79	0,40	1176,91
	F260	266,09	1,82	146,10	0,22	1189,69
	F1260	266,09	1,73	153,81	0,24	1096,97
0,02% dispersante	***REF***	665,24	4,54	146,50	0,43	1557,28
	F130	465,67	3,36	138,75	0,42	1117,31
	F160	266,09	1,58	168,41	0,37	722,55
	F230	465,67	3,16	147,36	0,53	881,39
	F1260	266,09	1,56	170,57	0,27	997,76

Observa-se que a eficiência do uso ligante foi praticamente constante para 30% de substituição para ambos os finos calcários estudados para a resistência à tração das

argamassas (Figura 4.21). Para 60%, as argamassas FC160 e FC1260 sem e com dispersante a faixa de diminuição da eficiência do ligante variou de 3% a 14%.

A substituição do ligante pelos finos calcários reduz o índice de ligante para a resistência de aderência (Figura 4.21) indicando que a quantidade necessária para produzir 1 MPa de resistência de aderência é reduzida quando os finos estão presentes, mesmo se a resistência de aderência for inferior à da argamassa de referência. O uso de dispersante reduz a eficiência do ligante para a resistência à tração das argamassas e a aumenta em relação à resistência à tração argamassa-substrato.

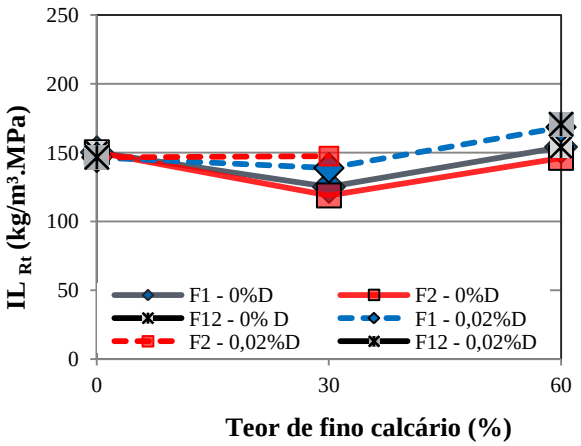


Figura 4.20 – Índice de ligante para resistência à tração das argamassas.

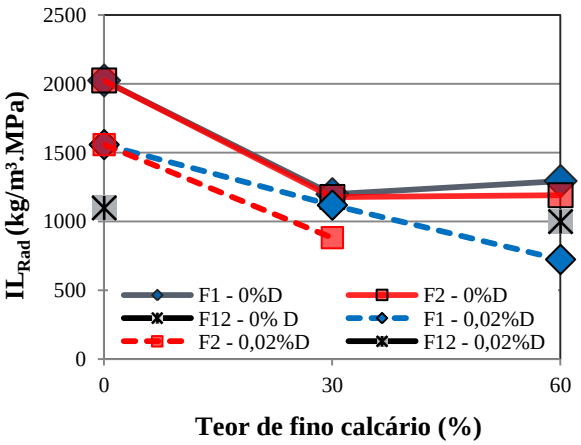


Figura 4.21 – Índice de ligante para a resistência de aderência à tração do sistema argamassa-substrato.

4.3 CONCLUSÕES PARCIAIS

A substituição do ligante em até 30% por fino calcário com distribuição granulométrica inferior ou similar a do ligante não interfere nos valores de aderência. Em teores mais elevados, uma redução é observada. Nestes teores, torna-se necessário o uso de dispersante e partículas mais finas. Por exemplo, a argamassa F160 com dispersante aumentou em 12% a resistência de aderência em relação à referência sem dispersante e em 76% quando comparado à mesma sem dispersante. Isso porque as partículas mais finas se dispersas aumentam a capacidade de recobrimento da superfície do substrato.

O uso de dispersante e a substituição do ligante por fino calcário afetam a aderência de forma diferente das propriedades mecânicas. Há uma redução das últimas pela substituição do ligante por fino calcário devido ao efeito de diluição e da adição dispersante pela incorporação de ar. A substituição de ligante por finos reduz o módulo de elasticidade do material, no caso de argamassas revestimentos o aumento da deformabilidade reduz o aparecimento de fissuras.

A aderência é determinada pelo contato entre as superfícies o que torna díficil correlacioná-la com uma propriedade isolada seja do substrato ou da própria matriz, embora estas possam influenciar o contato. Não foram obtidas correlações entre a resistência de aderência e as características reológicas das argamassas e as propriedades mecânicas da argamassa. A resistência de aderência foi cerca de 4 a 13 vezes inferior à resistência à tração das argamassas indicando a magnitude em esta propriedade pode ser melhorada.

Os resultados obtidos neste programa experimental mostraram que é possível aumentar a eficiência do uso de ligante através da otimização da granulometria da matriz, acréscimo de finos e dispersão dos mesmos, sem reduzir a aderência substrato-matriz cimentícia. Tais resultados também podem ser aplicados para melhorar a zona de transição de concretos e úteis para a mitigação de CO_2 na cadeia produtiva da indústria de cimento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MONTEIRO, P. J. M. **Microstructure of Concrete and its Influence on the Mechanical Properties.** 1985. *Thesis (Doctor)* – University of California, Berkeley, 1985).

2.OLLIVIER, J. P.; MASO, J. C.; BOURDETTE, B. Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials* **2,** 30–38 (1995).

3.MOOSBERG-BUSTNES, H.; LAGERBLAD, B.; FORSSBERG, E. The function of fillers in concrete. *Mat. Struct.* **37,** 74–81 (2004).

4.LAWRENCE, P.; CYR, M.; RINGOT, E. Mineral admixtures in mortars: Effect of inert materials on short-term hydration. *Cement and Concrete Research* **33,** 1939–1947 (2003).

5.MALHOTRA, V. M.; MEHTA, P. K. *Pozzolanic and cementitious materials*. Gordon and Breach, 1996.

6.DAMINELI, B. L.; JOHN, V. M. Developing Low CO_2 Concretes: Is Clinker Replacement Sufficient? The Need of Cement Use Efficiency Improvement. *Key Engineering Materials* **517,** 342–351 (2012).

7.MATSCHEI, T.; LOTHENBACH, B.; GLASSER, F. The role of calcium carbonate in cement hydration. *Cement and Concrete Research* **37,** 551–558 (2007).

8.LOTHENBACH, B.; LESAOUT, G.; GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. *Cement and Concrete Research* **38,** 848–860 (2008).

9.DAMIDOT, D.; LOTHENBACH, B.; HERFORT, D.; GLASSER, F. P. Thermodynamics and cement science. *Cement and Concrete Research* **41,** 679–695 (2011).

10.BENTZ, D. P.; IRASSAR, E. F.; BUCHER, B.; WEISS, W. J. Limestone fillers to conserve cement in low w/c concretes: an analysis based on Powers' model. *Concrete International* **31,** (2009).

11.NEHDI, M. Optimization of high strength limestone filler cement mortars. *Cement and Concrete Research* **26,** 883–893 (1996).

12.TSIVILIS, S.; BATIS, G.; CHANIOTAKIS, E.; GRIGORIADIS, G.; THEODOSSIS, D. Properties and behavior of limestone cement concrete and mortar. *Cement and Concrete Research* **30,** 1679–1683 (2000).

13.CAMILETTI, J.; SOLIMAN, A. M.; NEHDI, M. L. Effects of nano- and micro-limestone addition on early-age properties of ultra-high-performance concrete. *Mater Struct* 1–18 (2012). doi:10.1617/s11527-012-9940-0

14.ROY, D. M.; GRUTZECK, M. W.; SHI, D.; LUI, G. Cement paste aggregate interface microstructure. *National Academy of Sciences* 79 (1993).

15.HU, J.; STROEVEN, P. Properties of the Interfacial Transition Zone in Model Concrete. *Interface Science* **12,** 389–397 (2004).

16.SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESEN, P. The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete. *Interface Science* **12,** 411–421 (2004).

17.DE FRANÇA, M. S. Comportamento de mistura de sistemas cimentícios multifásicos reativos. (2013). Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

18.HUNGER, M.; BROUWERS, H. J. H. Flow analysis of water–powder mixtures: Application to specific surface area and shape factor. *Cement and Concrete Composites* **31,** 39–59 (2009).

19.REDA TAHA; M. M., EL-DIEB, A. S.; SHRIVE, N. G. Sorptivity: a reliable measurement for surface absorption of masonry brick units. *Mater. Struct.* **34,** 438–445 (2005).

20.CARDOSO, F. A. Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico. (2009). Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

21. DAMINELI, B. L.; KEMEID, F. M.; AGUIAR, P. S.; JOHN, V. M. Measuring the eco-efficiency of cement use. *Cement and Concrete Composites* **32,** 555–562 (2010).

22.BENTZ, D. Replacement of 'coarse' cement particles by inert fillers in low w/c ratio concretesII. Experimental validation. *Cement and Concrete Research* **35,** 185–188 (2005).

23.HAWKINS, P. *The use of limestone in Portland cement : a state-of-the-art review*. (Portland Cement Association, 1996).

24.ANTUNES, R. P. Influência da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimentos de argamassa. (2005). Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

25.HU, J.; STROEVEN, P. Properties of the Interfacial Transition Zone in Model Concrete. *Interface Science* **12,** 389–397 (2004).

26.CHATTERJI, S. Load-bearing structures and crystal intergrowth. *Nature* **252,** 383 (1974).

27.CARASEK, H. Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação. (1996). Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.

5

PROPOSTA DE MODELO DE FORMAÇÃO
DA INTERFACE SUBSTRATO-MATRIZ CIMENTÍCIA

A partir dos resultados experimentais e da revisão bibliográfica a seguir será proposto um modelo de formação da interface subtrato-matriz cimentícia capaz de auxiliar no planejamento da investigação no tema. Este deve ser considerado uma tentativa inicial a ser aprimorada, aprofundada ou refutada por futuras investigações.

A formação da interface substrato-matriz cimentícia é complexa. Envolve vários fenômenos físico-químicos que atuam simultaneamente, como forças de aglomeração e repulsão, cinética da hidratação da matriz, interações oriundas do contato matriz-substrato (molhamento; absorção; difusão) e o transporte de massa entre as fases e o ambiente.

O processo se inicia quando a matriz, ainda no estado plástico, entra em contato com o substrato. Para que a aderência ocorra, a matriz deve "molhar" o substrato; nos pontos onde houver contato entre a matriz e a superfície. Para tanto, é necessário que exista energia suficiente para (1) deformar a matriz – a quantidade de energia para isto depende também da reologia da matriz – de forma a recobrir o substrato, considerando detalhes da sua topografia que também influenciam a energia para o espalhamento; (2) eliminar o ar na interface e defeitos internos da matriz. Antunes[1] demonstrou que variações na energia de aplicação de argamassas de revestimento bem como no comportamento reológico influenciam a resistência de aderência. Observou que é possível dobrar a aderência enquanto se reduz a resistência mecânica da matriz pela metade. Dada a grande variabilidade da energia de aplicação manual, o uso de equipamento de projeção apresenta grande potencial no controle da aderência de argamassas, pois além de padronizar a energia, este método requer um comportamento reológico adequado para a sua aplicação.

Após o contato inicial, as partículas finas imersas no fluido podem migrar em direção ao substrato depositando-se na superfície. As forças responsáveis por esta migração incluem a gravidade, as forças eletrostáticas, o arrasto hidrodinâmico provocado pela absorção de água nos substratos devido às forças capilares e a adsorção de partículas de dimensão coloidal.

Devido à aleatoriedade do empacotamento das partículas na superfície do substrato[2–4], a interface é heterogênea. A quantidade de defeitos na interface também depende do grau de compatibilidade entre a distribuição das características geométricas (tamanho; forma) das partículas (ou aglomerados de partículas) da matriz com a topografia do substrato. Variações dimensionais relativas – como a retração por secagem – também podem influenciar nos defeitos da interface.

Se a superfície do substrato for não absorvente ou pouco absorvente, haverá um acúmulo de água nesta região[a], o qual tende a aumentar entre as partículas e a base e também a distância de separação interparticular (IPS). Como fartamente demonstrado para o caso particular da zona de transição de concretos[5–14], este fenômeno resultará numa interface mais porosa (Figura 5.1a). Uma microestrutura mais porosa que reduz resistência de aderência também foi observada em argamassas[15,16,17] aplicadas sob bases não absorventes.

Com maior afastamento das partículas haverá mais espaço disponível para o crescimento de cristais produzidos pelo processo de hidratação das partículas reativas que progressivamente diminui a porosidade desta interface. No caso de subtrato não absorvente, ocorre uma maior concentração de hidróxido de cálcio bem cristalino, onde os cristais apresentam uma orientação preferencial, com o eixo-c perpendicular à superfície do substrato[5–14]. A formação de hidróxido de cálcio e de etringita na interface está relacionada à maior mobilidade dos íons cálcio, alumínio e sulfato[3].

Várias pesquisas[6,18,19] apontam que existem estratégias de mistura e de compactação da matriz capazes de reduzir a camada de água aderida ao substrato diminuindo a porosidade e a espessura da interface.

Nos substratos absorventes, o desenvolvimento da aderência matriz/substrato está associado ao mecanismo de transporte de fluidos da matriz para o substrato ou vice-versa[20–22]: seja por difusão, em que a umidade é transferida em decorrência de gradientes de pressão, ou por absorção, cujo transporte ocorre devido à sucção exercida pelos poros do substrato[20–25]. O transporte de água da matriz para a base provoca a redução da quantidade de água e a aproximação das partículas na interface reduzindo a porosidade. No entanto, a magnitude desta contribuição na aderência não está comprovada.

Adicionalmente, o movimento da água para dentro dos poros devido às forças capilares, eventualmente favorecido por outras forças como a gravidade, podem ser suficientes para mover algumas partículas mais finas para a interface. Assim, a concentração de sólidos

[a] Em concretos, esse filme de água na superfície do substrato é denominado efeito parede, resultante do excesso da quantidade de água necessária para preencher o espaço entre as partículas finas e os agregados.

aumentaria diminuindo a relação água/sólidos. A porosidade e a espessura desta região seriam reduzidas propiciando menos espaço disponível para precipitação dos cristais[26;27] e, consequentemente uma densificação da interface (Figura 5.1b). A magnitude da contribuição destes efeitos na aderência ainda não foi avaliada. Antes que as reações de hidratação precipitem novas fases, provavelmente, não haverá um contato direto das partículas com a superfície devido à formação de uma película de água[b].

No entanto, embora existam trabalhos que abordam a influência do teor de água na interface, até o momento, não há comprovação direta dos ganhos que o substrato absorvente traz para a aderência, nem tampouco medida da redução da porosidade em diferentes cenários.

Um fator que tem sido negligenciado é a probabilidade de que as partículas causem o entupimento dos poros, reduzindo a absorção de água e seus efeitos. Na prática, isso ocorre (vide capítulos 2 e 3, Figuras 2.8; 2.9 e 3.19) e a matriz, então, é filtrada pelo substrato e as partículas ficam retidas na superfície. Nestes casos, a contribuição da parcela mecânica pela penetração de ligantes nos poros para a aderência passa a depender da relação água/sólidos que será bastante elevada.

É fato que a água que migra da matriz para o substrato é rica em espécies químicas solubilizadas do cimento (SO_4^{-2}, Ca^{2+}, K^+, $H_2SiO_4^{2-}$,...). A constatação destas espécies químicas no interior dos poros e na superfície dos poros tem sido evidenciada[30–32,15]. Considerando a concentração de sólidos na água do poro (relação água/cimento) e o volume de poros não se espera que esta precipitação no interior dos poros forme uma quantidade de produtos hidratados capazes de contribuir significativamente com a ancoragem da matriz ao substrato.

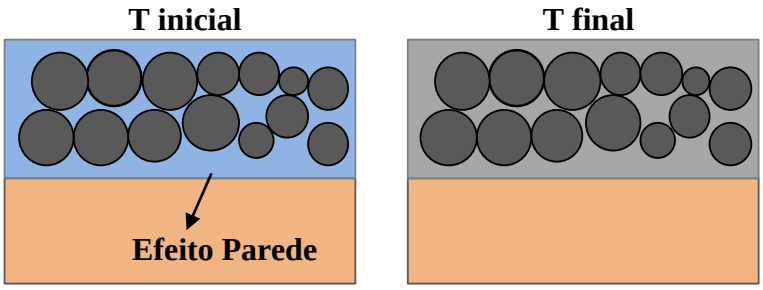
A comparação de resultados de aderência de substratos de mesma topografia, hidrofugados, não hidrofugados e hidrofugados e lixados, apresentados no capítulo 3, também demonstra que o papel da penetração de partículas e das espécies químicas oriundas do cimento dentro de poros, formando "raízes" capazes de propiciar ancoragem mecânica da pasta de cimento é, na melhor das hipóteses, pequeno.

Existe ainda uma terceira forma de aproximar as partículas do substrato criando condições para uma densificação da interface que implica na mudança da energia de superfície do substrato. Quando a superfície do substrato for hidrofóbica, a água será repelida e tende a haver a aproximação das partículas da interface, aumentando o contato. Este

[b] A espessura desta película de água pode variar de 0,5 nm[28] a 1,0 nm[29].

fenômeno provavelmente leva a ganhos de aderência (Figura 5.1c), como demonstrado no capítulo 3.

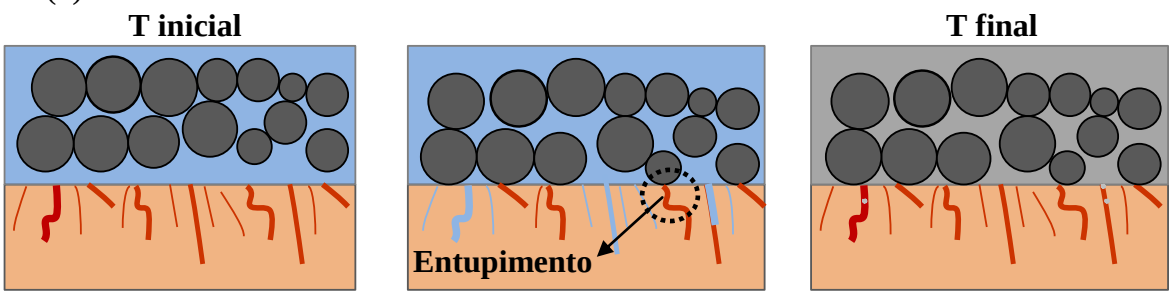
(a) Substrato não absorvente – sem aplicação de hidrofugante



A água de amassamento em excesso se acumula na superfície do substrato não absorvente.

Após o consumo da água, seja por evaporação ou pelas reações de hidratação, se o volume for mantido constante o espaço será ocupado resultando numa interface porosa.

(b) Substrato absorvente

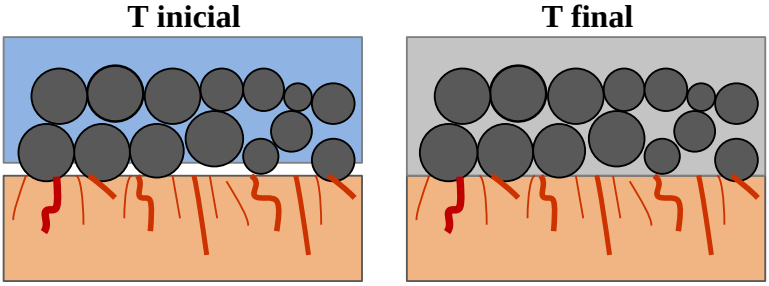


Com o contato da matriz, parte da água de amassamento poderá ser absorvida pelo substrato.

As partículas presentes na matriz podem obstruir os poros diminuindo a migração de água para o substrato.

Se as forças capilares forem suficientes para mover as partículas em direção à interface e aproximá-las, a porosidade será menor nessa região .

(c) Substrato não absorvente com aplicação de hidrofugante (silano)



A aplicação do silano repele a água de amassamento da interface, aproximando as partículas da mesma.

Com a aproximação das partículas na interface, há um incremento da área de contato matriz-substrato, logo da aderência.

Figura 5.1 – Representação esquemática da influência da capacidade de absorção do substrato na formação da interface substrato-matriz cimentícia desconsiderando a perda de água por evaporação (a) substrato não absorvente sem aplicação de hidrofugante; (b) substrato absorvente; (c) substrato não absorvente com aplicação de silano.

Hidrofugantes modificam a energia de superfície do substrato, é muito provável que o aumento do contato partículas-substrato devido dos mesmos dependa da combinação de produtos utilizados. Por exemplo, hidrofugantes à base de óleo prejudicam a aderência, pois impedem o contato entre o substrato e a matriz cimentícia. Casos relatados de baixa aderência de superfícies contaminadas com óleo e/ou gordura (desmoldante), produtos que formam filmes poliméricos, foram verificados em Carasek; Cascudo; Jucá[33]; Carvalho Jr.[30]. No caso de substratos cerâmicos impregnados com óleo previamente a aplicação da argamassa, Carvalho Jr.[30] verificou que o valor da aderência não ultrapassava de 0,02 MPa, uma ordem de grandeza abaixo do padrão normativo. Neste caso é provável que a interface mais fraca seja a entre o óleo, o substrato ou a matriz. Já no caso dos hidrofugantes a base de silanos que não levam a formação de filmes ou levem a formação de filmes fortemente ligados à base deverá ser observado o inverso.

A composição e a espessura da matriz[21,34] também irão influenciar no fluxo de água para o substrato. O aumento da capacidade de retenção de água da matriz pode ser conseguido com a utilização de aditivos cujas características impedem a perda de água, como é o caso dos derivados da celulose que resultam em um aumento da viscosidade da fase líquida (água+aditivo). Em consequência, o aditivo reduz a penetração da água da matriz para o substrato por meio das forças capilares. Outra forma de incrementar a capacidade de retenção de água é aumentando o teor de finos, pois a área a ser molhada é maior, surgindo tensões superficiais que tendem a manter a água adsorvida nas partículas.

De acordo com Scrivener *et al.*[3], a porosidade e espessura da interface irá depender do tamanho mínimo das partículas presentes na matriz. Os autores verificaram em concretos com baixa relação a/c (a/c = 0,40) que a espessura da zona de transição é cerca de 40 μm (Figura 5.2). Os primeiros 15 μm são constituídos pelos grãos menores que se depositam próximo à interface; esta espessura coincide com o diâmetro médio da menor partícula presente na matriz. De 15 a 30 μm, há uma região com deficiência de partículas pequenas, mas que com o avanço da hidratação são preenchidos por produtos hidratados. Após 30 μm, as partículas se distribuem aleatoriamente.

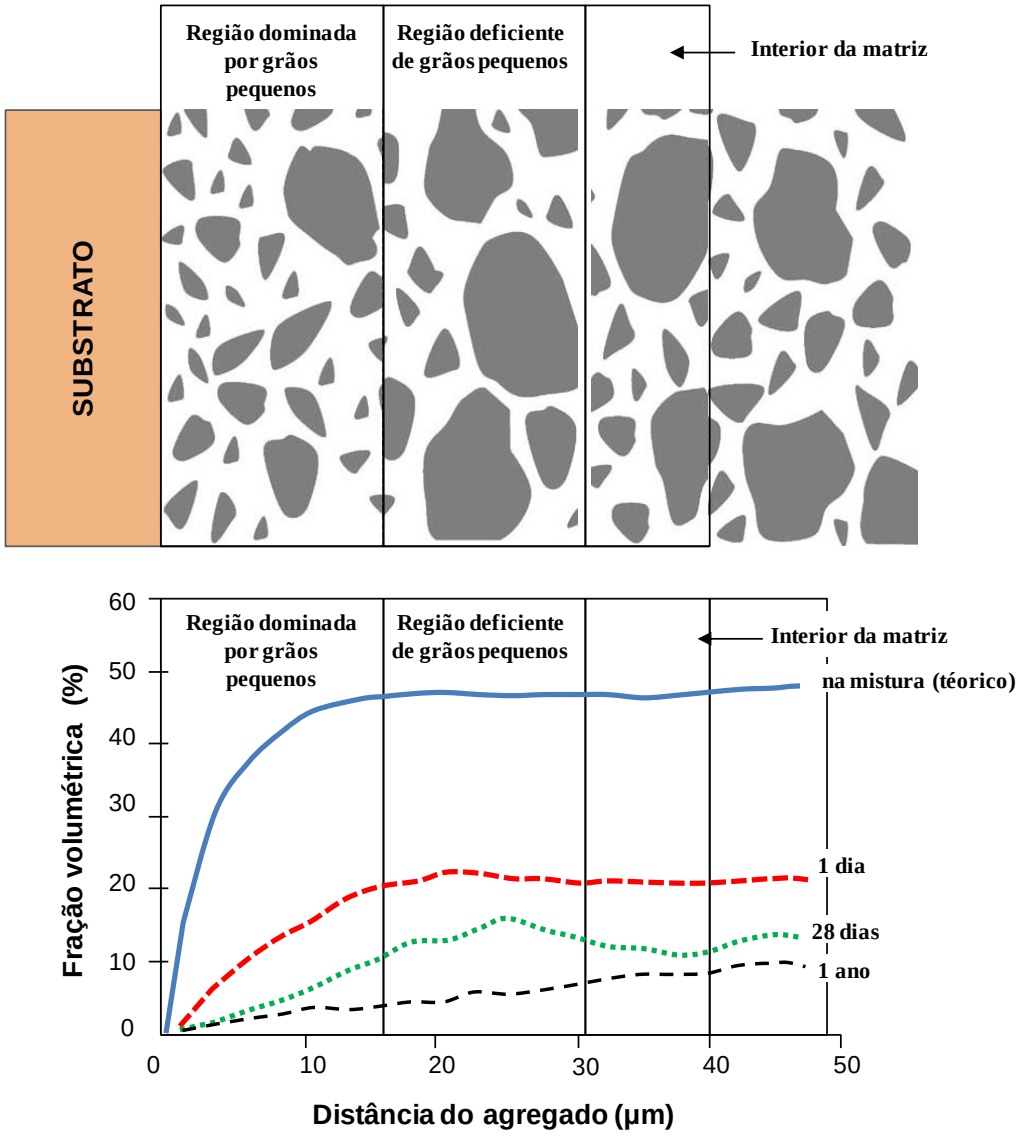
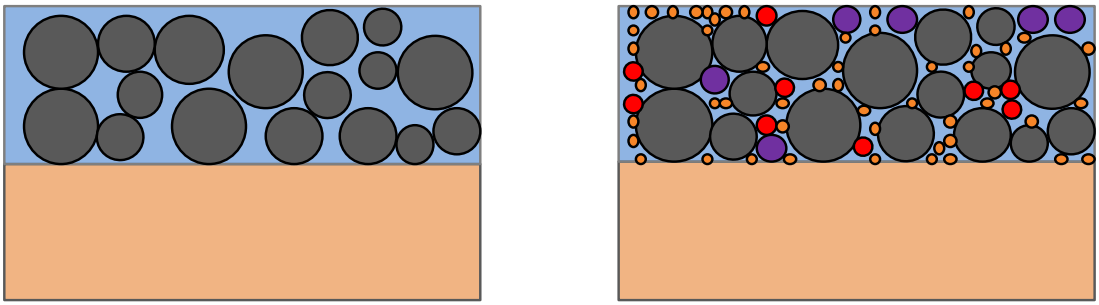


Figura 5.2 – Representação esquemática da distribuição das partículas de cimento na zona de transição e distribuição obtida a partir de análise de imagens da distribuição das partículas de cimento em concretos de relação a/c = 0,40 em várias idades. Com o avanço da hidratação, o efeito da granulometria das partículas pode ser minimizado. Fonte: Scrivener *et al.*[3].

Segundo Chaterji[35] para o desenvolvimento da resistência em sistemas cimentícios não há necessidade da continuidade dos cristais, basta que estes estejam suficientemente próximos para a formação de uma interface densa. Assim, a adição de partículas finas na matriz poderá reduzir a extensão e a porosidade da interface, seja pelo efeito físico e/ou químico que estas exercem**,** particularmente quando existir um volume de produtos hidratados capazes de criar durante a precipitação contato molecular entre as partículas vizinhas. Por apresentarem uma área específica elevada, além de preencher os vazios entre as partículas (Figura 5.3) e de migrarem para a interface, preenchendo mais facilmente as irregularidades do substrato, atuam como ponto de nucleação das partículas de cimento, acelerando as reações de

hidratação. Se pozolânicas, consomem o hidróxido de cálcio na interface para a produção de silicato de cálcio hidratado[12, 24,25].



(a) Matriz sem finos (b) Matriz com adição de finos

Figura 5.3 – Representação esquemática da influência da adição de partículas finas na matriz cimentícia (a) matriz sem finos; (b) matriz com finos. As partículas finas irão preencher os vazios deixados pelas maiores reduzindo a porosidade tanto da matriz quanto da interface.

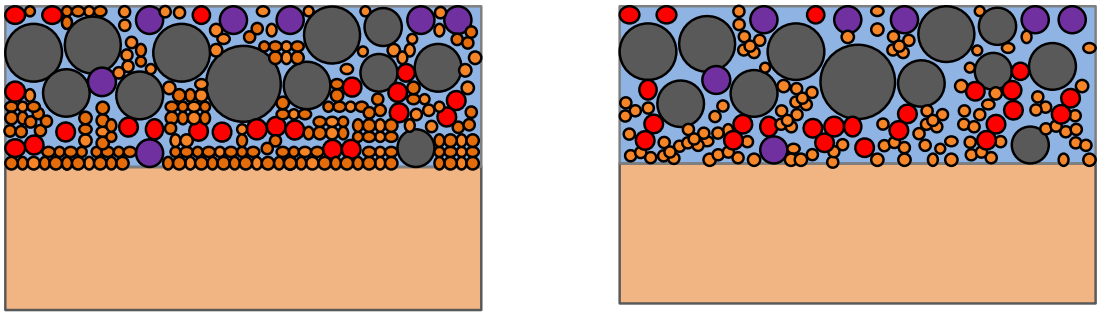
Silva[36] verificou que a utilização da sílica da casca de arroz, num teor 5% em chapiscos e pastas, melhora consideravelmente a aderência. Nos estudos microestruturais, a autora observou que devido ao efeito físico-químico da sílica da cinza da casca de arroz, a microestrutura é mais densa, de baixa porosidade e com a presença de produtos hidratados poucos cristalinos na interface chapisco-concreto. Estudos mostram que a adição de escória de alto forno reduz o teor de cálcio na interface[12, 26].

As partículas finas também estão sendo utilizadas como tratamento superficial de agregados antes da mistura a fim melhorar a microestrutura da interface. A ideia é que os finos se depositem na superfície do agregado reduzindo a película de água sobre o substrato. Ping e Beaudoin[37] verificaram por ensaios de condutividade elétrica e MEV que a aplicação prévia de uma camada de microssílica no substrato aumentou a densidade da interface.

Sabe-se, todavia, que a incorporação de partículas finas (<1 μm) na matriz pode ocasionar maior incidência de defeitos e heterogeneidade na microestrutura da interface. Por apresentarem maior relação área superficial/volume, as forças de atração entre elas são mais intensas, levando-as à aglomeração. Esta tendência pode ser minimizada ou até mesmo eliminada pelo aumento da energia de mistura e/ou incorporação de aditivos dispersantes[2] que modificam a carga da superfície da partícula de cimento, conferindo-lhes carga de mesmo sinal dando maior mobilidade ao sistema[38].

Os resultados obtidos no capítulo 4 comprovam a eficiência do uso de dispersante em argamassas para aumentar a aderência. As argamassas com dispersante apresentaram um aumento médio de 29% da resistência de aderência em relação às mesmas sem dispersante,

mantida relação água/sólidos. Quando o dispersante foi associado à adição de um teor elevado de finos (60%) o acréscimo da resistência de aderência foi de 76%. Tais resultados confirmam a eficiência do uso de dispersante em argamassas para aumentar a aderência. Isso porque as matrizes dispersas contribuem para o empacotamento na interface, pois os sistemas aglomerados, por apresentarem um aumento da granulometria, tendem a deixar vazios aumentando a porosidade e a espessura dessa região. A Figura 5.4 ilustra os efeitos da dispersão e da aglomeração de partículas no empacotamento da interface.



(a) Matriz dispersa (b) Matriz aglomerada

Figura 5.4 Representação esquemática do empacotamento das partículas na superfície do substrato (a) matriz dispersa e (b) matriz aglomerada.

Com o avanço da hidratação dos materiais reativos há uma redução da quantidade de vazios, pois há um aumento de volume da matriz, na medida em que os grãos de cimento se hidratam, reduzindo o espaço interparticular e o da interface. O silicato de cálcio hidratado pouco cristalino e uma segunda geração de cristais de etringita e hidróxido de cálcio começam a preencher os espaços (vazios) oriundos da formação dos grandes cristais[39].

Em uma matriz porosa, particularmente em camadas de pequena espessura, fenômenos como a carbonatação do hidróxido de cálcio pode reduzir ainda mais a porosidade. O carbonato de cálcio[c] possui um volume 10% superior ao hidróxido de cálcio. As adições reativas como a cristobalita e a sílica ativa, que possuem atividade pozolânica, ou pouco reativas como filer calcário finamente moídas além de migrarem para superfície do substrato desenvolvem suas reações mais lentamente[39] contribuindo para a redução da porosidade total do sistema.

A aderência é um fenômeno de contato entre a matriz e o substrato. Para que haja o controle de tal propriedade é indispensável que haja (a) compatibilidade geométrica entre a topografia da superfície e a dimensão das partículas da matriz; (b) combinação adequada entre a reologia da matriz e a energia de aplicação da mesma de forma a garantir o molhamento e

[c] O volume de 100 g de $CaCO_3$ corresponde a 49,86 cm³ enquanto o de $CaOH_2$ equivale a 45,24 cm³.

espalhamento da matriz sobre o substrato; e (c) quantidade de materiais reativos suficientes para que o volume de produtos hidratados formados garanta contato molecular partícula-substrato e partícula-partícula na interface.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANTUNES, R. P. Influência da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimentos de argamassa. (2005). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

2. ROY, D. M., GRUTZECK, M. W., SHI, D. & LUI, G. Cement paste aggregate interface microstructure. *National Academy of Sciences* 79 (1993).

3. SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESEN, P. The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete. *Interface Science* **12**, 411–421 (2004).

4. HU, J.; STROEVEN, P. Properties of the Interfacial Transition Zone in Model Concrete. *Interface Science* **12**, 389–397 (2004).

5. BARNES, B. D.; DIAMOND, S.; DOLCH, W. L. The contact zone between Portland cement paste and glass ‘aggregate’ surfaces. Cement and Concrete Research 8, 233–243 (1978).

6. ZIMBELMANN, R. A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research* **15**, 801–808 (1985).

7. MONTEIRO, P.; MASO, J.; OLLIVIER, J. The aggregate-mortar interface. *Cement and Concrete Research* **15**, 953–958 (1985).

8. YUAN, C. Z.; ODLER, I. The interfacial zone between marble and tricalcium silicate paste. *Cement and Concrete Research* **17**, 784–792 (1987)

9. DETWILER, R. J.; MONTEIRO, P. J. M.; WENK, H. R.; ZHONG, Z. Texture of calcium hydroxide near the cement paste-aggregate interface. *Cement and Concrete Research* **18**, 823–829 (1988).

10. PAULON, W. Estudos da microestrutura da zona de transição entre a pasta de cimento e o agregado. (1991). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

11. LARBI, J. A. Microstructure of the interfacial zone around aggregate particles in concrete. *HERON* **38,** 69 (1993).

12. NILSEN, A. U.; SANDBERG, P.; FOLLIARD, K. Influence of mineral admixtures on the transition zone in concrete. *Interfaces in Cementitious Composites* 65–69 (1993)

13. MONTEIRO, P. J. M. Microstructure of Concrete and its Influence on the Mechanical Properties. (1985). *Thesis (Doctor)*, Berkeley: University of California..

14. MINDESS, S. Tests to determine the mechanical properties of the interfacial zone. *Interfacial Transition Zone in Concrete* 47–63 (1996).

15. CARASEK, H. Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato porosos: Avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação. (1996). *Tese (Doutorado)*, São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

16. CANDIA, M. C.; FRANCO, L. S. *Contribuição ao estudo das técnicas de preparo da base no desempenho de revestimentos de argamassa*. *Boletim Técnico* 13, Universidade de São Paulo: São Paulo, 1998.

17. SCARTEZINI, L. M. B. Influência do tipo e do preparo do substrato na aderência de revestimentos de argamassa: estudo da evolução ao longo do tempo, influência da cura e avaliação da perda de água da argamassa fresca. (2002*). Dissertação (Mestrado),* Goiânia: Universidade Federal de Goiás.

18. POPE, A. W.; JENNINGS, H. M. The influence of mixing on the microstructure of the cement paste/aggregate interfacial zone and on the strength of mortar. *J Mater Sci* **27,** 6452–6462 (1992).

19. TAMIMI, A. The effects of a new mixing technique on the properties of the cement paste-aggregate interface. *Cement and Concrete Research* **24,** 1299–1304 (1994).

20. GROOT, C. J. Effects of water on mortar-brick bond. (1993). *Thesis (Doctor),* Rotterdam: Delft University of Technology - Faculty of Civil Engineer.

21. PAES, I. N. L. Avaliação do transporte de água em revestimentos de argamassa nos momentos iniciais pós-aplicação. (2004). *Tese (Doutorado),* Brasília: Universidade de Brasília.

22. GROOT, C. J.; LARBI, J. A. The influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. *HERON* **44,** (1999).

23. GUMMERSON, R.; HALL, C.; HOFF, W. Water movement in porous building materials—II. Hydraulic suction and sorptivity of brick and other masonry materials. *Building and Environment* **15**, 101–108 (1980).

24. HALL, C. Water movement in porous building materials—I. Unsaturated flow theory and its applications. *Building and Environment* **12**, 117–125 (1977).

25. COLLIER, N. C. et al. Theoretical development and validation of a Sharp Front model of the dewatering of a slurry by an absorbent substrate. *Journal of Physics D: Applied Physics* **40**, 4049–4054 (2007).

26. SUGO, H. O. Strength and microstructural characteristics of brick/mortar bond. (2000). *Thesis (Doctor),* Australia: University of Newcastle.

27. DETRICHE, C.; MASO, J. Differential hydration in rendering mortars. *Cement and Concrete Research* **16**, 429–439 (1986).

28. MOORE, N. W.; TJIPTOWIDJOJO, K.; SCHUNK, R. Comments on Hydrophilicity and the Viscosity of Interfacial Water. *Langmuir* **27,** 3211–3212 (2011).

29. GOERTZ, M. P., HOUSTON, J. E. & ZHU, X. Y. Hydrophilicity and the viscosity of interfacial water. *Langmuir* **23,** 5494–5497 (2007).

30. CARVALHO JR, A. N. **Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico.** 2005. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

31. DÉTRICHÉ, C. H.; GALLIAS, J. L.; GRANDET, J.; MASO, J. C. Mouvements d'eau, hydratation et comportement mécanique des mortiers d'enduit. **Matériaux et Constructions**, v. 17, n. 100, p. 297–302, 1984).

32. DUPIN, I.; DETRICHE, C. H.; MASO, J. C. Accrochage direct d'un enduit sur un isolant par une liaison de type mécanique dans le cadre d'un procédé d'isolation par l'extérieur. **Materials and Structures**, v. 21, n. 5, p. 370–378, 1988.

33. CARASEK, H.; CASCUDO, O.; JUCÁ, T. Estudo de caso de descolamento de revestimento de argamassa aplicado sobre estrutura de concreto. In: Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas VI, 2005, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis, 2005, p. 551–561.

34. BROCKEN, H. J. P.; SPIEKMAN, M. E.; PEL, L., KOPINGA, K.; LARBI, J. A. Water extraction out of mortar during brick laying: A NMR study. *Materials and Structures/Matériaux et Construction* **31,** 49–57 (1998).

35. CHATTERJI, S. Load-bearing structures and crystal intergrowth. *Nature* **252,** 383,1974.

36. SILVA, V. S. Aderência de chapiscos em concretos estruturais – melhoria da microestrutura da zona de interface pela adição da cinza da casca de arroz. (2004). *Tese (Doutorado)*, São Carlos: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

37. PING, X.; BEAUDOIN, J. J. Modification of transition zone microstructure --silica fume coating of aggregate surfaces. *Cement and Concrete Research* **22,** 597–604 (1992).

38. UCHIKAWA, H. The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture. *Cement and Concrete Research* **27,** 37–50 (1997).

39. MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. Ibracon: São Paulo, 2008. 3 ed.

CONCLUSÃO

Esta tese teve como objetivo identificar e analisar parâmetros que influenciam a aderência de matrizes cimentícias, apontando soluções técnicas para a melhoria de tal propriedade. A investigação foi feita através de um modelo matemático simplificado e desenvolvimento de técnicas de caracterização dos substratos e das matrizes e ensaios de resistência de aderência ä tração.

Aplicando-se um modelo de restrição geométrica, verificou-se que a porcentagem de partículas, típicas de concretos e argamassas, que penetram nos poros de substratos, comuns ao mercado nacional, não atinge 1% do volume total de partículas lançadas na melhor das hipóteses de penetração. Mesmo se a argamassa fosse formulada com finos suficientes para preencher todos os poros por partículas e produtos hidratados a contribuição desta ancoragem mecânica na aderência seria parcial, pois a mesma é limitada pela porosidade do substrato, que segundo a literatura varia de 10-40%. Além disso, o uso de silano como tratamento superficial do substrato, sem e com a remoção de parte deste com o lixamento, provou que pode haver aderência da mesma ordem grandeza das bases absorventes. Assim, é necessário reconhecer a ocorrência da aderência química, produzida pelo simples **contato** da suspensão de partículas e, a nível molecular dos produtos hidratados com a superfície.

A contribuição da penetração de partículas para a aderência só será efetiva se houver compatibilidade geométrica entre a partícula e a topografia do substrato, e a matriz apresentar características reológicas adequadas para recobrir toda a superfície aumentando, assim a área de contato entre ambos. Resultados comprovam que a substituição de 60% de ligante por finos calcários combinado ao uso de dispersante pode aumentar a aderência em 76%. Em teores de até 30%, a aderência não foi afetada mesmo para calcário com granulometria similar a do ligante. Essa conclusão é de interesse prático, pois é possível reduzir a quantidade de ligante da matriz sem afetar a sua resistência de aderência, tornando-se uma estratégia para mitigação de CO_2 da indústria cimentícia.

A aplicação de octiltrietoxisilano como tratamento superficial de substratos cimentícios constitui-se numa alternativa para aumento de aderência de matrizes cimentícias que precisa ser mais bem investigada. Comparando bases cimentícias com mesmas características topográficas, porém com níveis de absorção diferentes obteve-se um aumento de 50% da aderência com o tratamento. Esse ganho pode ser explicado pelo acréscimo do contato matriz-substrato observado pelo espalhamento da matriz no substrato (medido pelo squeeze-flow sobre a base) e por análise de imagens. Na medida em que a argamassa perde água para a base e/ou o ambiente, as partículas se aproximam aumentando a pressão capilar. As partículas perdem a mobilidade, provocando o enrijecimento da argamassa e impedindo o fluxo da argamassa sobre o substrato. A restrição da mobilidade da argamassa pode aumentar a taxa de defeitos na interface argamassa-substrato e, consequentemente diminuir a aderência. Além disso, uma das hipóteses é que o silano repele a água aproximando as partículas da superfície ("adsorção"); ademais, é possível que haja uma afinidade química entre o silano e a matriz cimentícia ou com o próprio substrato.

Outro ponto importante é que não foram obtidas correlações entre as propriedades mecânicas da argamassa e a resistência de aderência à tração do sistema substrato-matriz; a resistência de aderência foi cerca de 4 a 13 vezes inferior à resistência à tração das argamassas. Isso indica a magnitude que esta propriedade pode ser melhorada.

SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS

✓ Uso de silano como tratamento superficial de diferentes substratos, incluindo agregados reciclados;

✓ Desenvolvimento de um método eficiente para medição da rugosidade das superfícies.

✓ Implementação de técnicas de formulação de matrizes cimentícias considerando a topografia da superfície visando ä otimização do contato.

✓ Avaliação da migração de finos e forças capilares na formação da interface por análises de tomografia computadorizada e RNM.

✓ Desenvolvimento de métodos de ensaios não destrutivos para avaliação de defeitos interfaciais;

ARTIGOS PUBLICADOS

Alguns dos resultados desta tese já foram publicados e encontram-se listados a seguir:

(1) COSTA, E. B. C.; JOHN, V. M. **Aderência substrato-matriz cimentícia - Estado da arte**. In: IX Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, 2011, Belo Horizonte. IX SBTA, 2011.

(2) COSTA, E. B. C.; KUROKAWA, F. A.; JOHN, V. M. Modelagem simplificada para estimativa do potencial de penetração de partículas em substratos porosos. **Ambiente Construído**, v. 13, n.1, p. 25-34, 2013.

(3) COSTA, E. B. C.; JOHN, V. M. **Efeito da absorção do substrato na aderência**. In: X Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, 2013, Fortaleza. X SBTA, 2013.

APÊNDICE A

EFEITO DA ABSORÇÃO DO SUBSTRATO NA ADERÊNCIA

1.1 TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE

Tabela 1 – Valores individuais dos parâmetros de rugosidade (Sa); (Sq) e (r) em função do tipo de tratamento superficial do substrato.

Tratamento	S_a (µm)		S_q (µm)		A_r (mm²)	A_p (mm²)	*r*	
	i	*média*	*i*	*média*			*i*	*média*
Base natural BN	42,76	53,10 ± 9,64	110,25	127,33 ± 20,56	1934,05	4236,57	2,19	2,27 ± 0,16
	57,10		134,24		2051,07	4268,56	2,08	
	42,69		101,56		2028,16	4471,19	2,20	
	61,99		149,85		1975,58	4649,62	2,35	
	60,95		140,76		1916,76	4799,92	2,50	
Base hidrofugada BH	60,44	61,62 ± 6,38	143,42	142,93 ± 13,01	1974,78	3801,93	1,93	2,08 ± 0,12
	52,12		121,35		1932,76	4159,15	2,15	
	63,91		149,27		2036,03	4451,65	2,19	
	69,74		155,90		1934,97	4128,92	2,13	
	61,86		144,72		1998,23	3959,23	1,98	
Base hidrofugada e lixada BHL	56,88	57,46 ± 2,13	140,90	136,88 ± 10,55	1992,18	4276,31	2,15	2,11 ± 0,11
	55,93		128,19		1931,29	4230,26	2,19	
	60,83		141,32		1959,35	3768,35	1,92	
	55,55		124,07		1960,09	4286,39	2,19	
	58,13		149,91		2074,15	4409,31	2,13	

Tabela 2

Tabela 3 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade definido por Wenzel (r). O modelo foi significativo, não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	69,49	1	69,49	3975,74	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	0,10	2	0,05	2,92	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	0,21	12	0,02	-		
Total	69,80	15	-	-		

Legenda:

SQ= soma dos quadrados; GL= grau de liberdade;

MQ= média dos quadrados; F= parâmetro de Fisher para o teste de significância dos efeitos;

Tabela 4 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade Sa. Não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	49408,24	1	49408,24	1072,14	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	181,39	2	90,69	1,97	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	553,01	12	46,08	-		
Total	50142,64	15	-	-		

Tabela 5 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade Sq. Não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	276266,9	1	276266,9	1178,11	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	618,7	2	309,4	1,32	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	2814,0	12	234,5	-		
Total	279699,7	15	-	-		

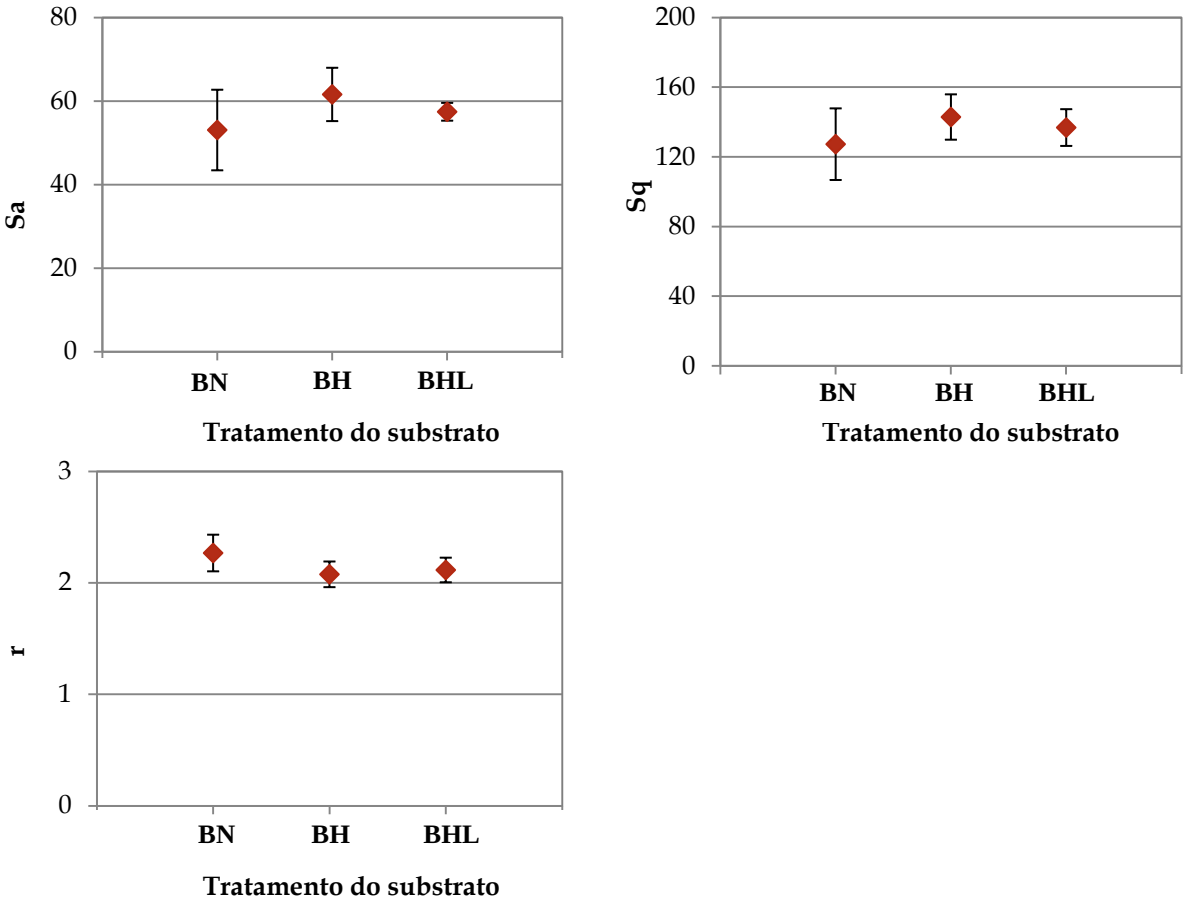


Figura 1 – Parâmetros de rugosidade (a) Sa; (b) Sq e (c) r em função do tratamento superficial do substrato.

1.2 POROSIDADE ABERTA

Tabela 6 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato na porosidade do substrato.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Entre grupos (tratamento)	6,69	2	3,34	1,68	3,07	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	261,28	131	1,99	-		
Total	267,97	133	-	-		

Legenda:
SQ= soma dos quadrados; GL= grau de liberdade;
MQ= média dos quadrados; F= parâmetro de Fisher para o teste de significância dos efeitos;

Não há diferenças significativas entre os tratamentos aplicados no que se refere à porosidade.

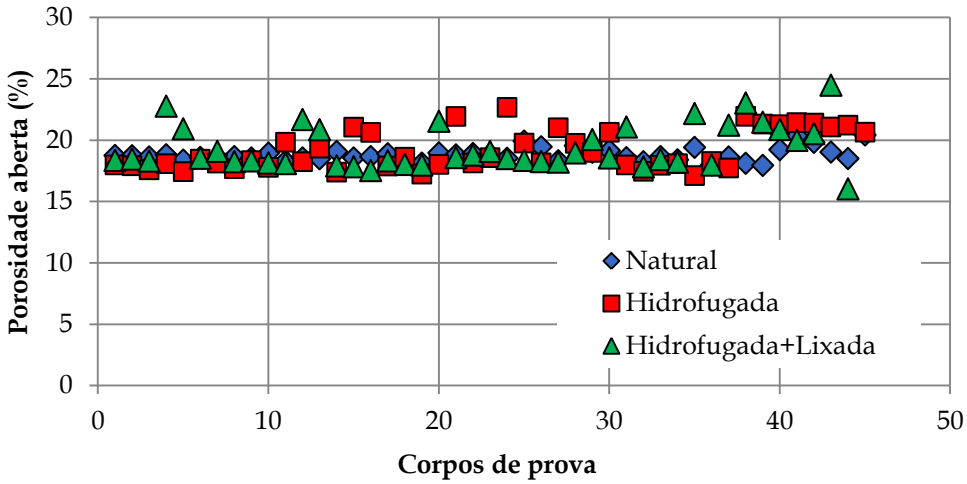


Figura 2 – Porosidade aparente de todos os corpos de prova estudados determinada pelo principio de Arquimedes.

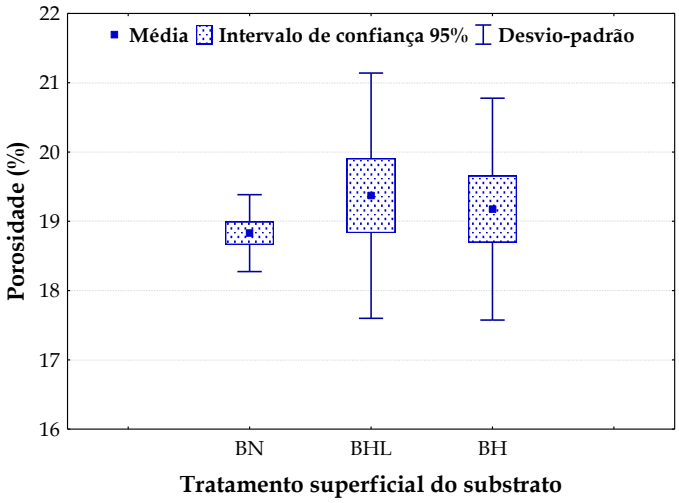
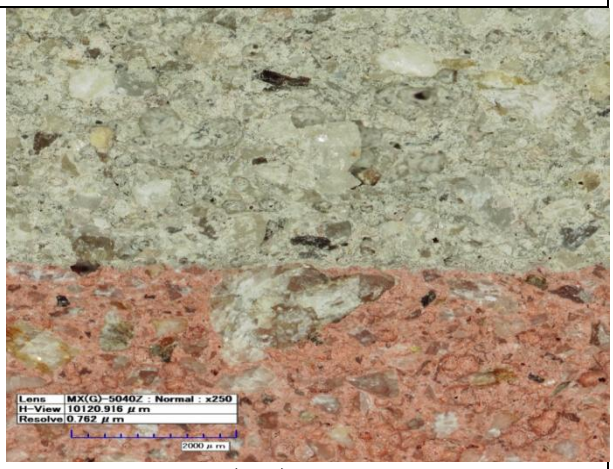
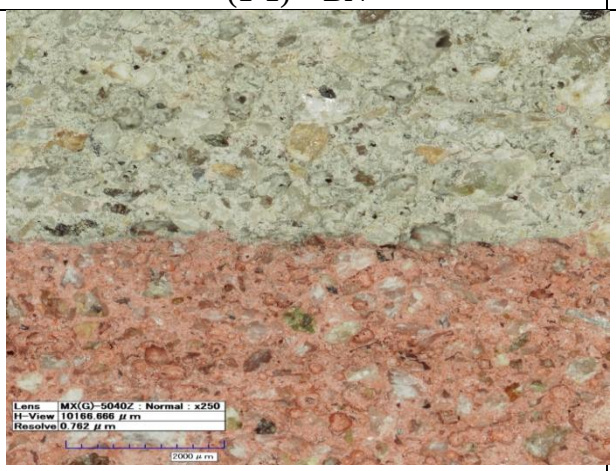
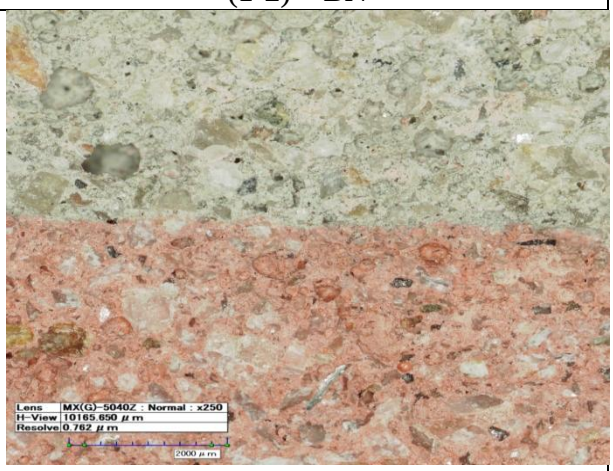
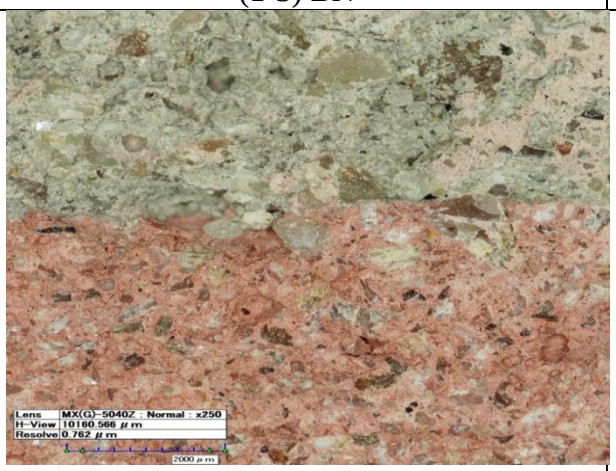
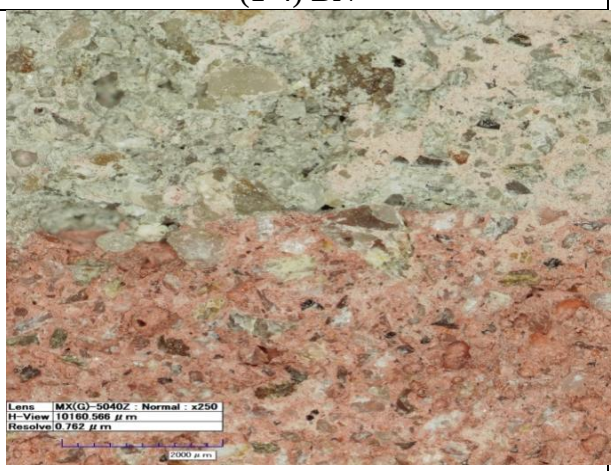
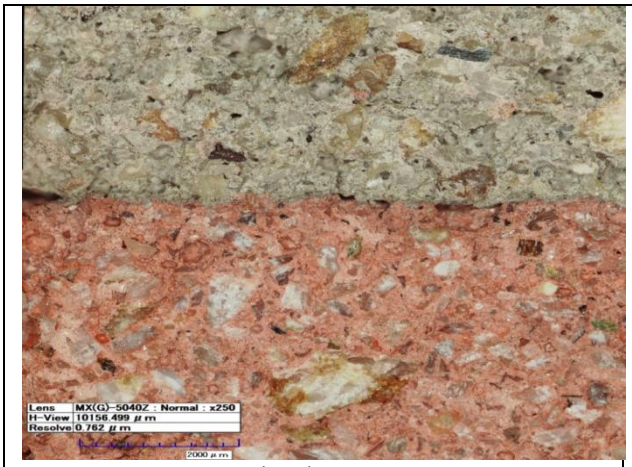


Figura 3 – Porosidade aparente em função do tratamento superficial do substrato. Não há variação entre as médias dos tratamentos estudados.

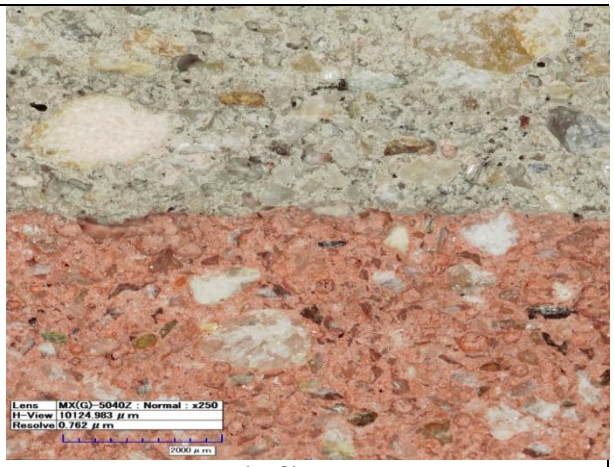
1.3 ANÁLISE DA INTERFACE SUBSTRATO-ARGAMASSA

As interfaces argamassa-substrato sem e com aplicação de silano (BN e BH) foram avaliadas qualitativamente por meio de microscopia óptica digital (Hirox KH-7700, ampliação x 250), nas seções tranversais após 28 dias da aplicação da argamassa.

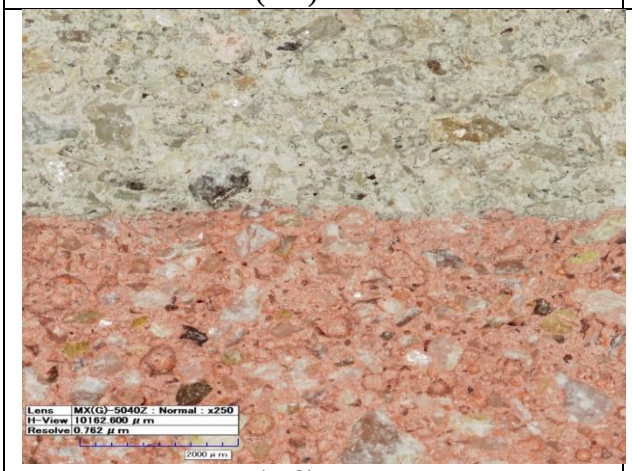
Bases Naturais - BN	
	
(1-1) BN	(1-2) BN
	
(1-3) BN	(1-4) BN
	
(1-5) BN	(1-6) BN



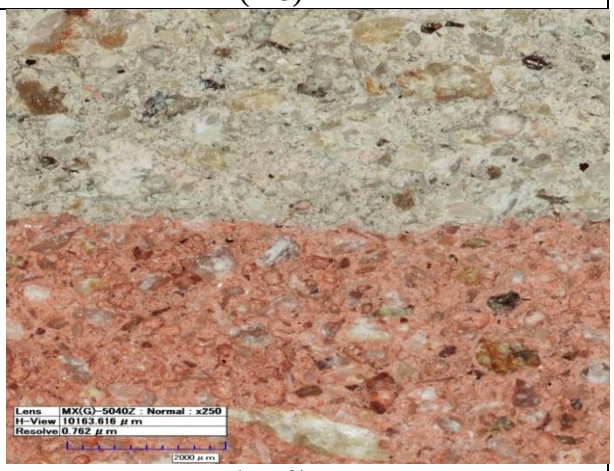
(1-7) BN



(1-8) BN



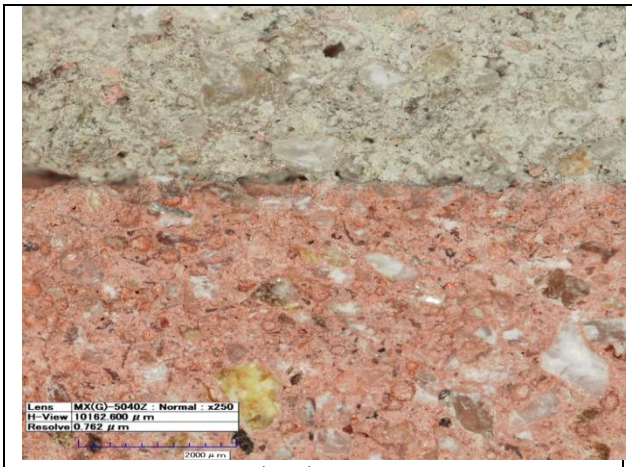
(1-9) BN



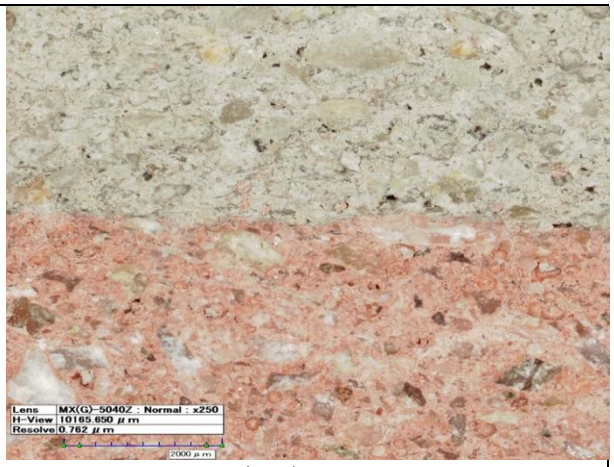
(1-10) BN

(1-11) BN

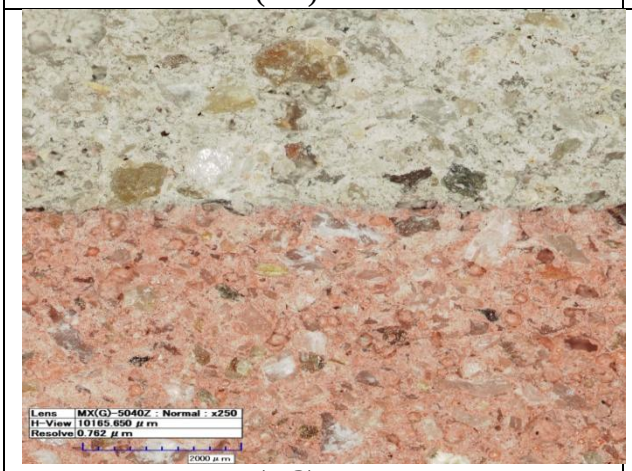
(1-12) BN



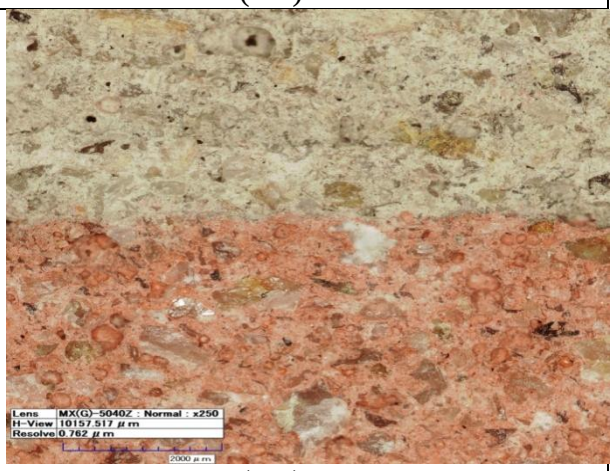
(2-1) BN



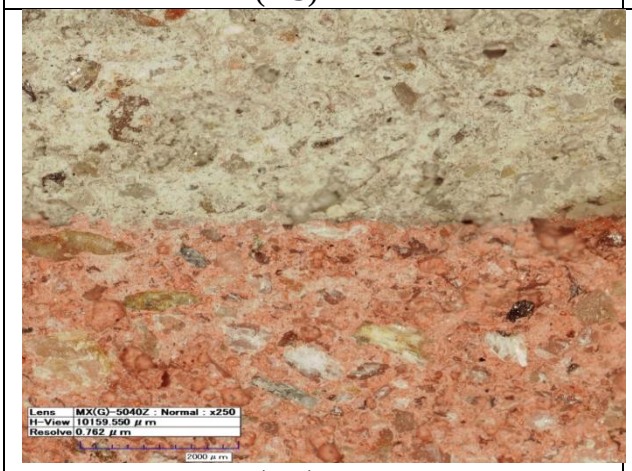
(2-2) BN



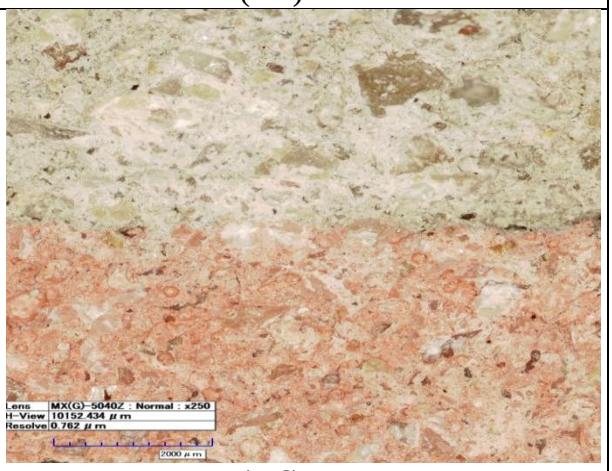
(2-3) BN



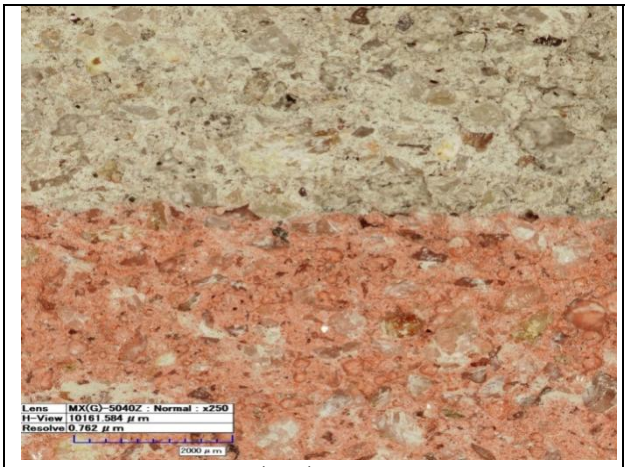
(2-4) BN



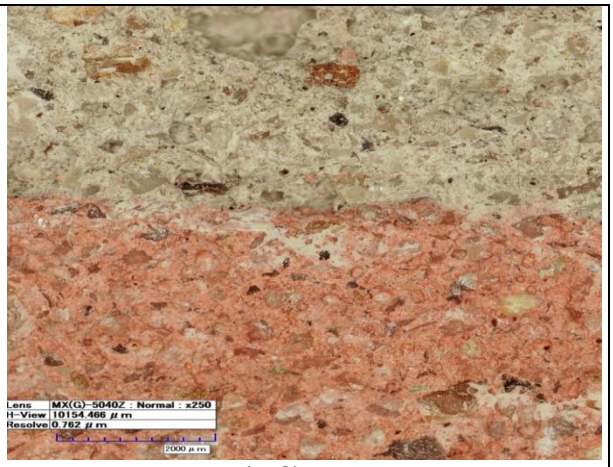
(2-5) BN



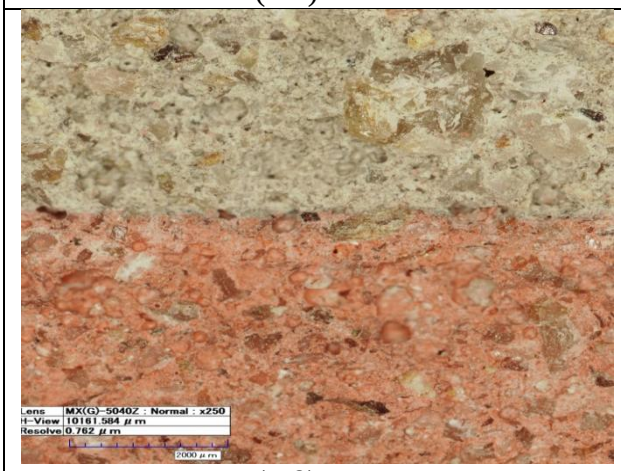
(2-6) BN



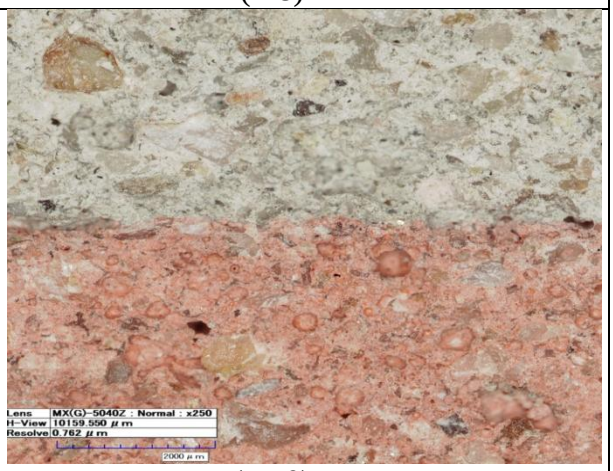
(2-7) BN



(2-8) BN

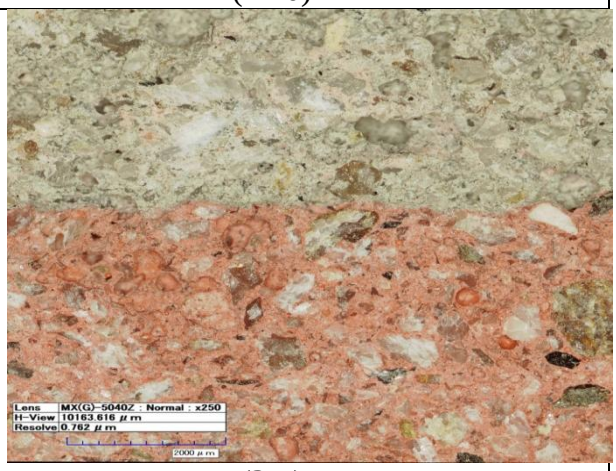


(2-9) BN

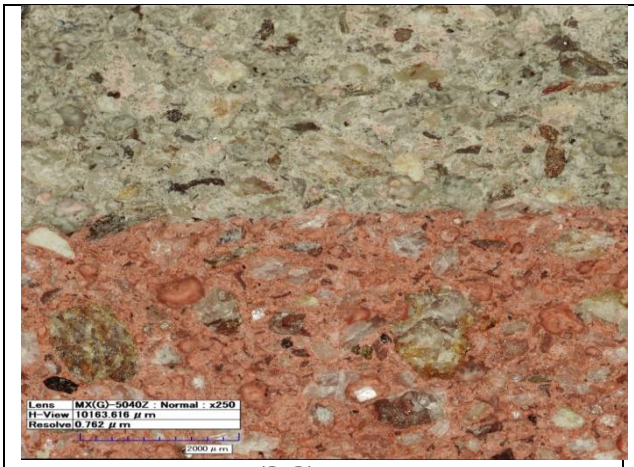


(2-10) BN

(3-1) BN

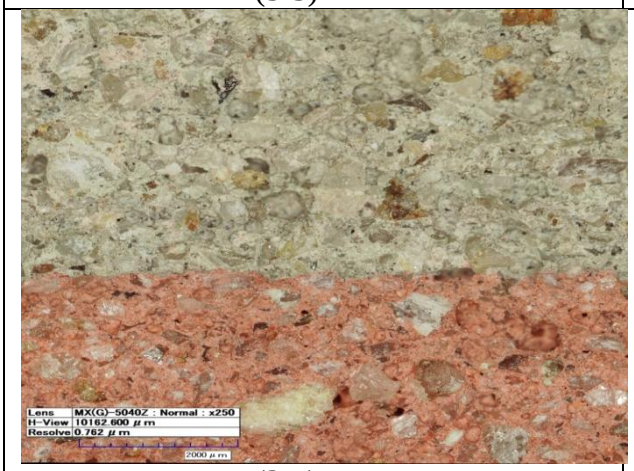


(3-2) BN



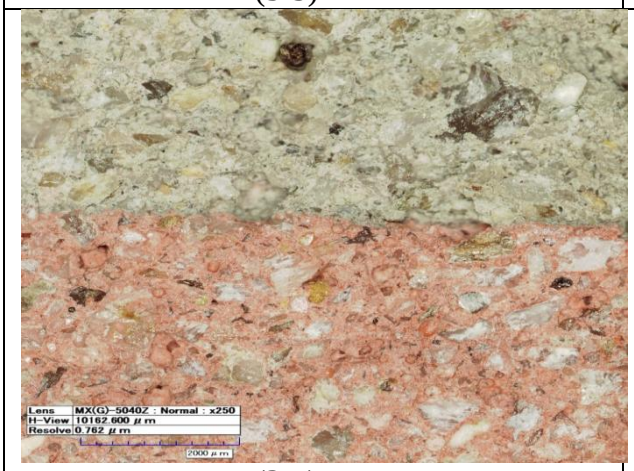
(3-3) BN

(3-4) BN

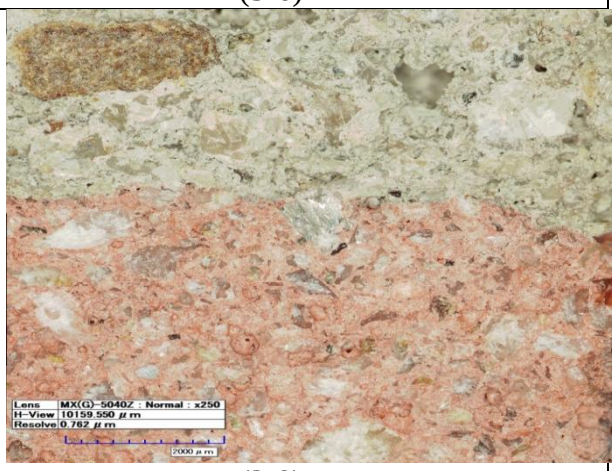


(3-5) BN

(3-6) BN

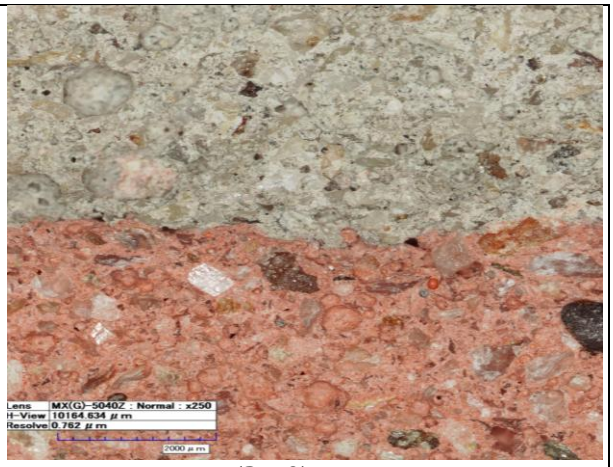


(3-7) BN



(3-8) BN

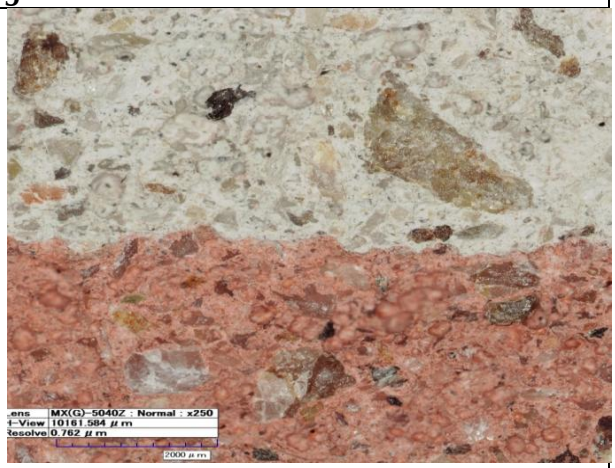
(3-9) BN



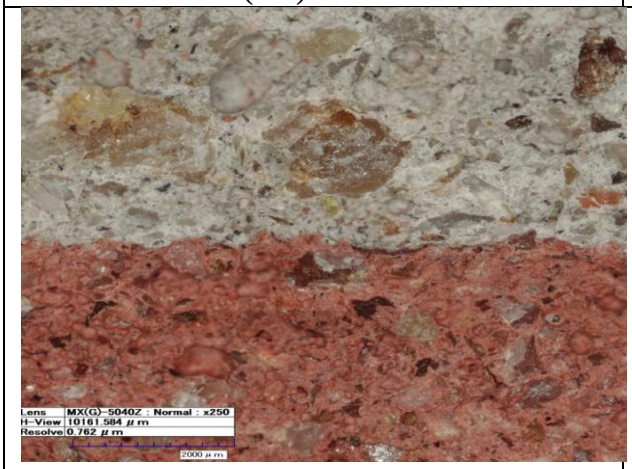
(3-10) BN

Bases hidrofugadas - BH

(1-1) BH

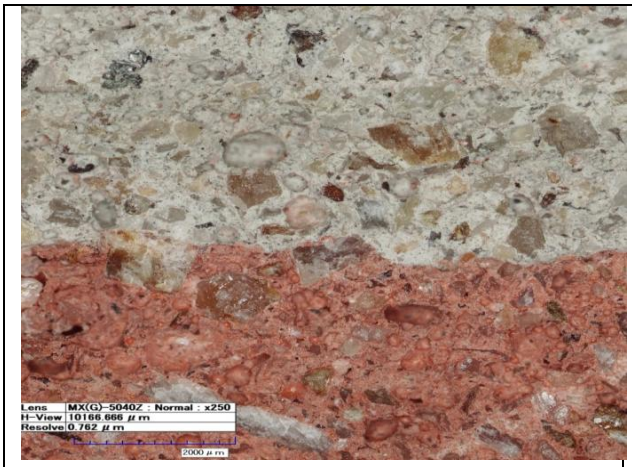


(1-2) BH

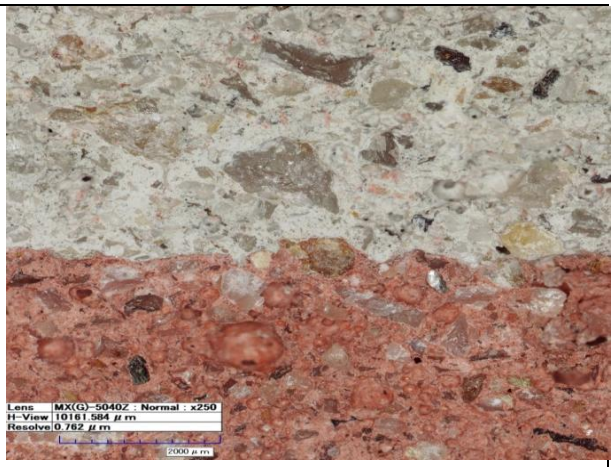


(1-3) BH

(1-4) BH

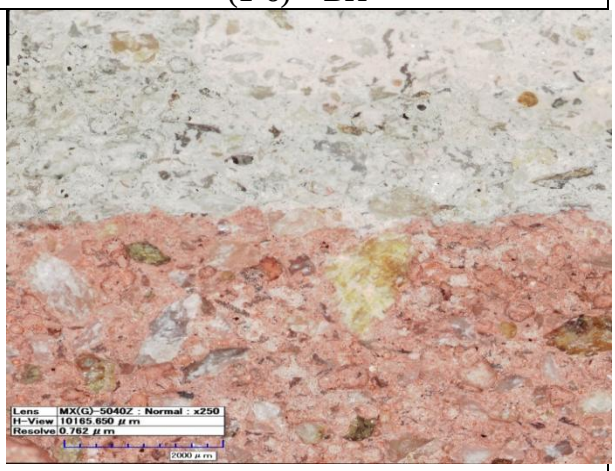


(1-5) BH

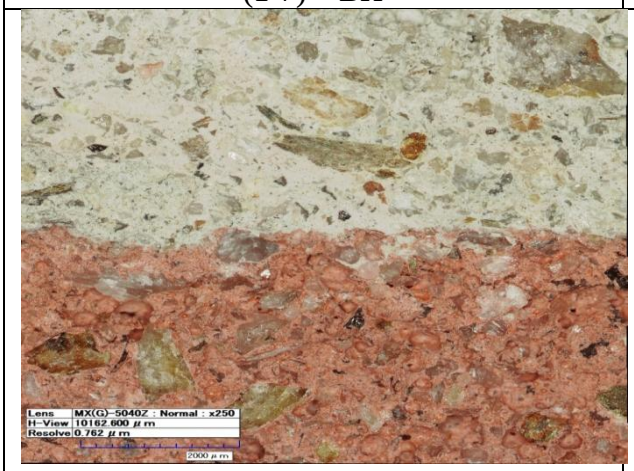


(1-6) BH

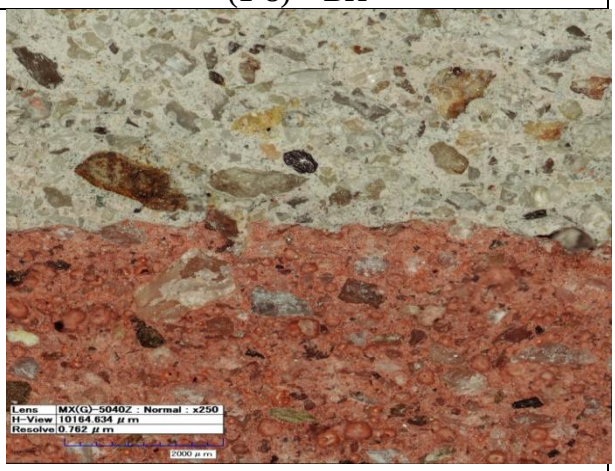
(1-7) BH



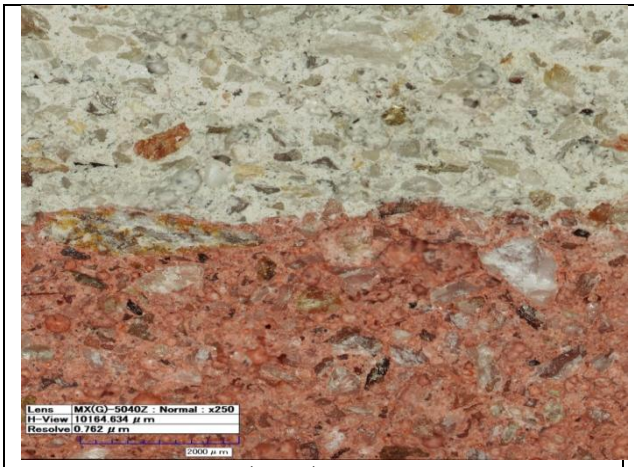
(1-8) BH



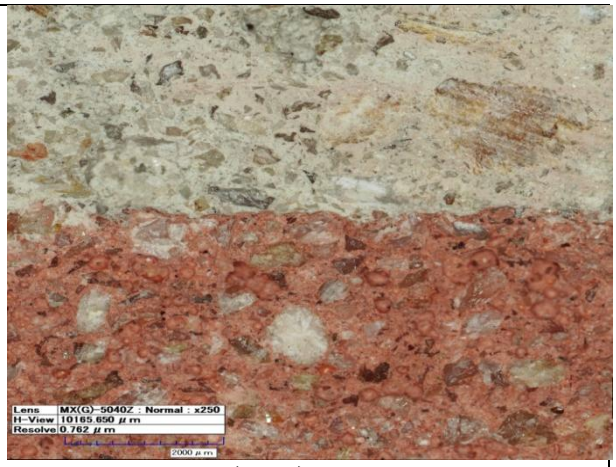
(1-9) BH



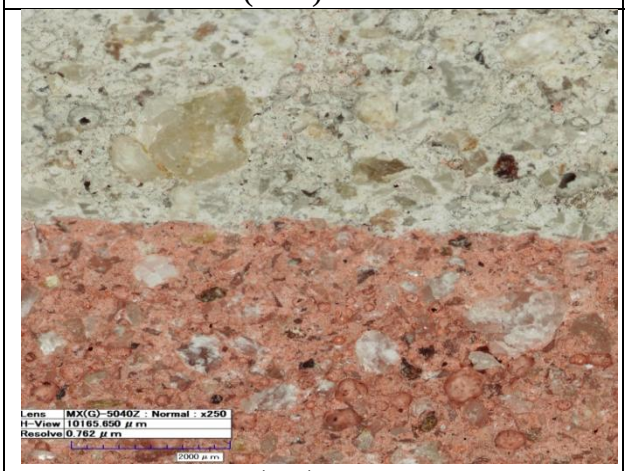
(1-10) BH



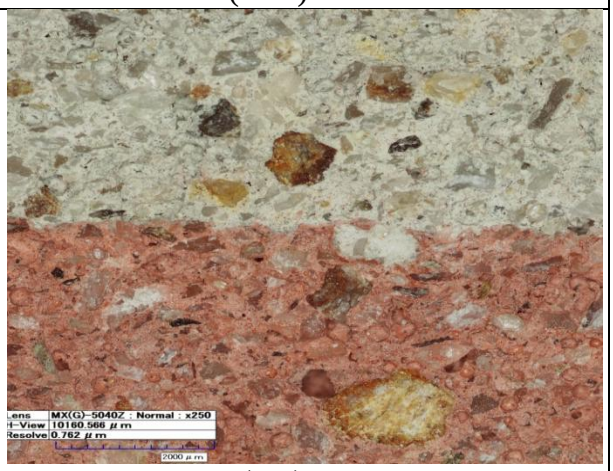
(1-11) BH



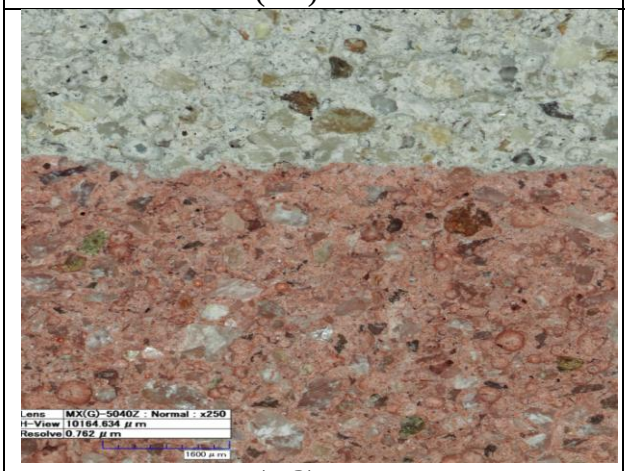
(1-12) BH



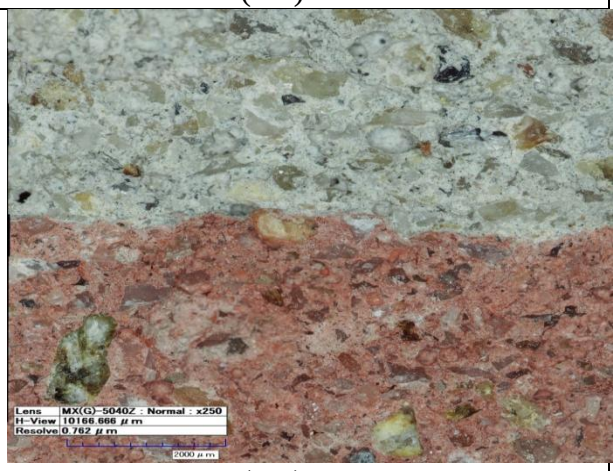
(2-1) BH



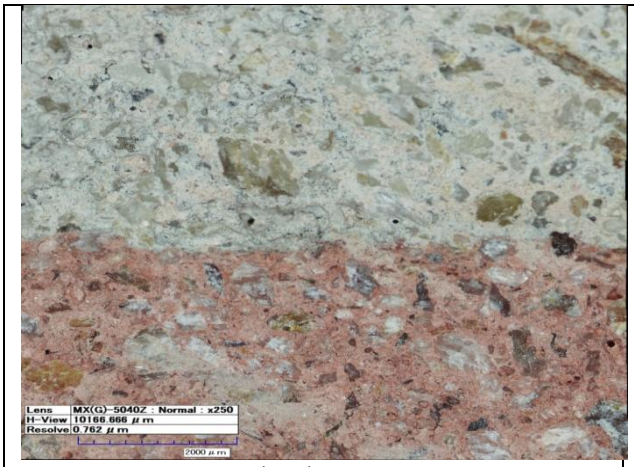
(2-2) BH



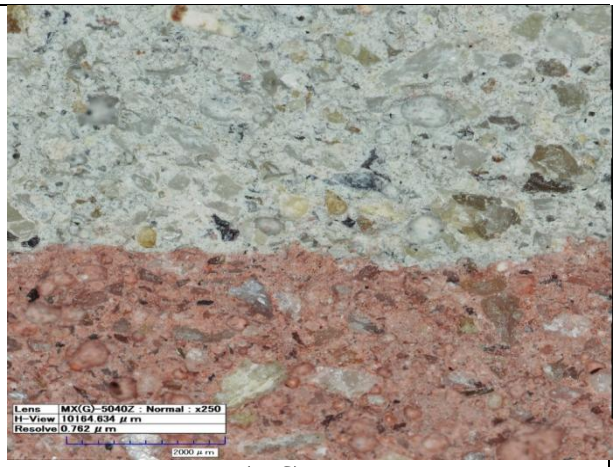
(2-3) BH



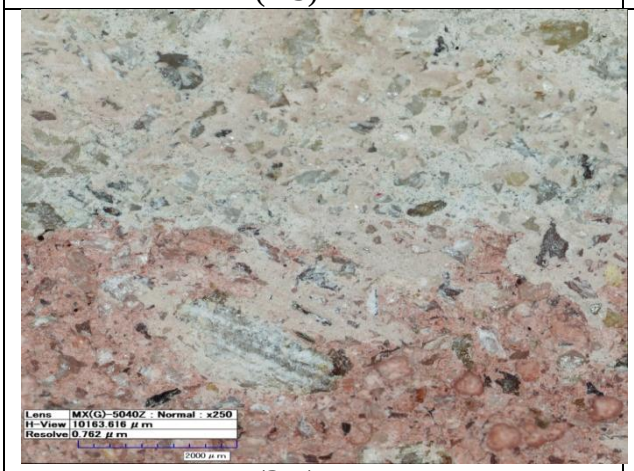
(2-4) BH



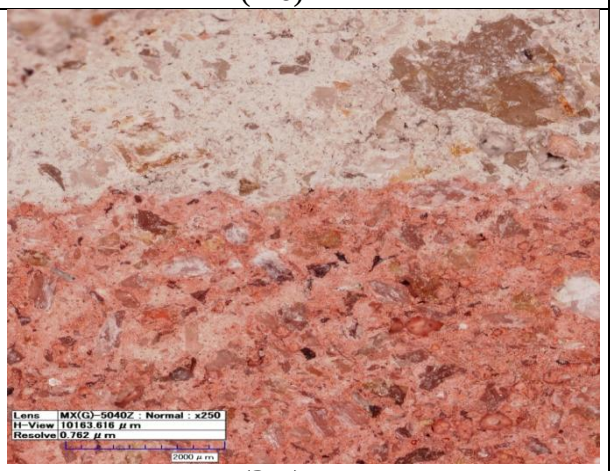
(2-5) BH



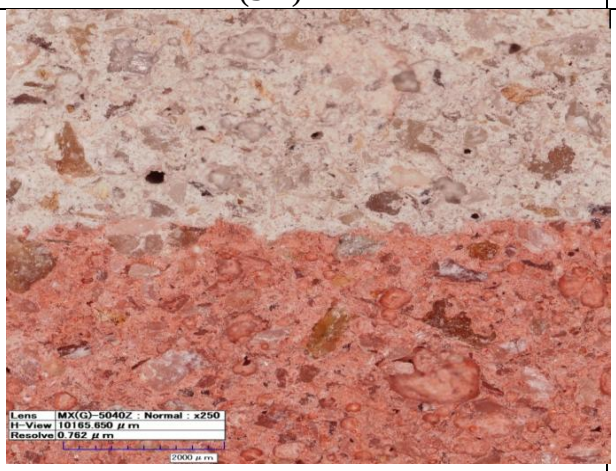
(2-6) BH



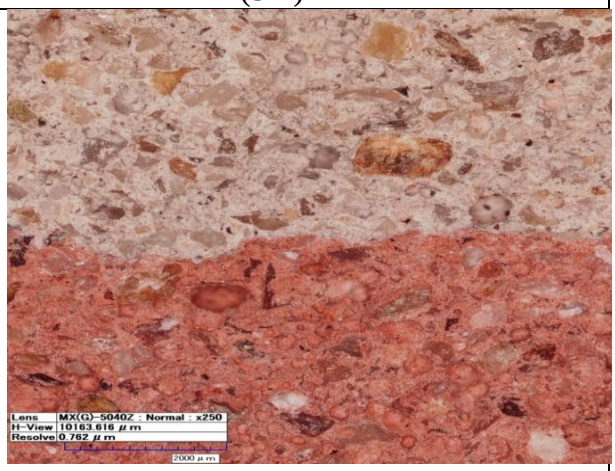
(3-1) BH



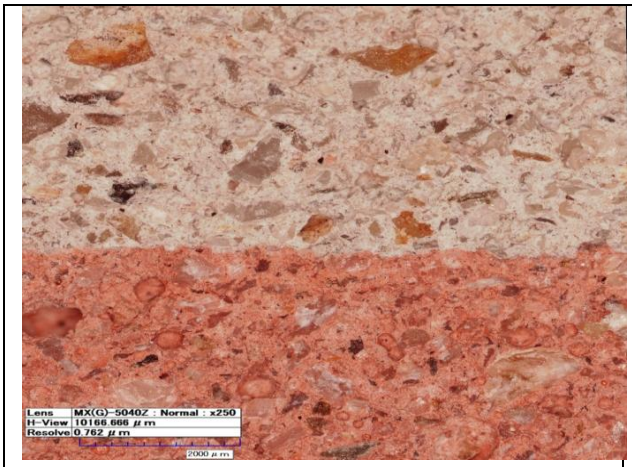
(3-2) BH



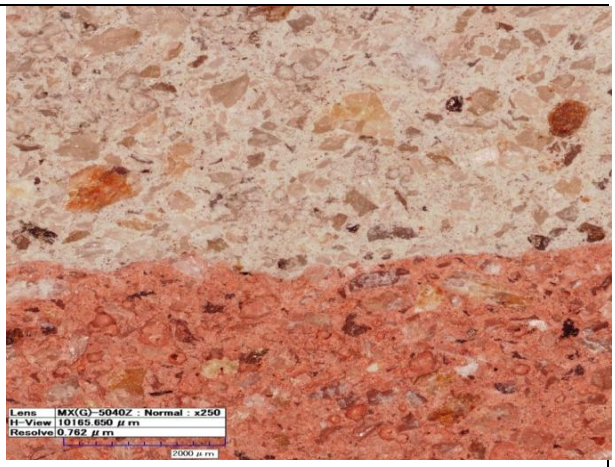
(3-3) BH



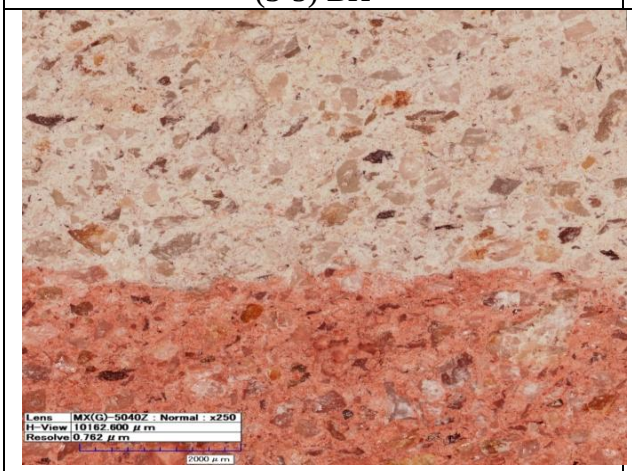
(3-4) BH



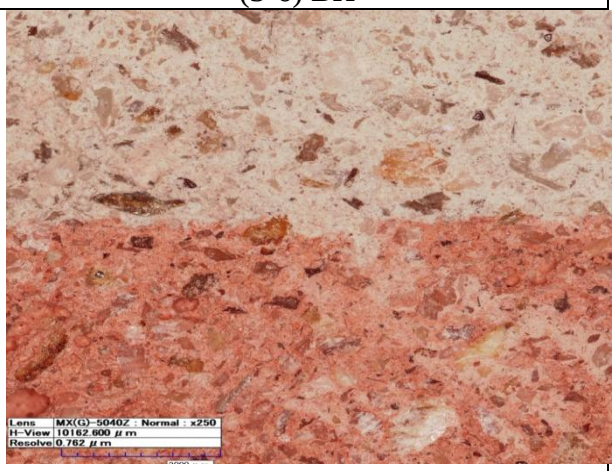
(3-5) BH



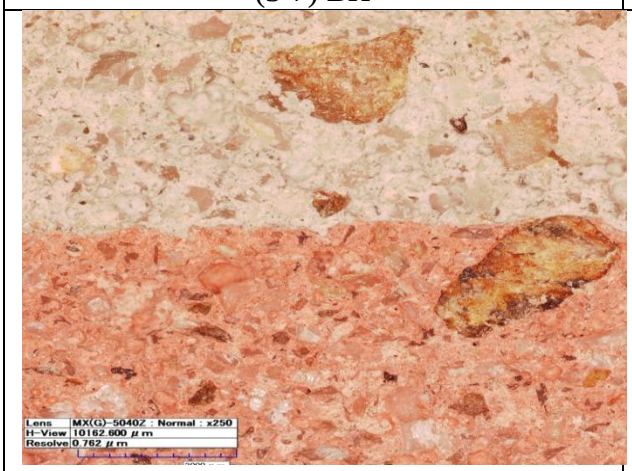
(3-6) BH



(3-7) BH



(3-8) BH



(4-1) BH

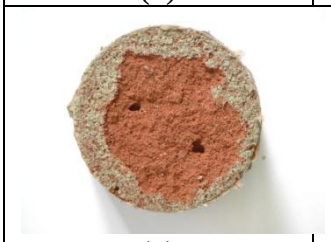
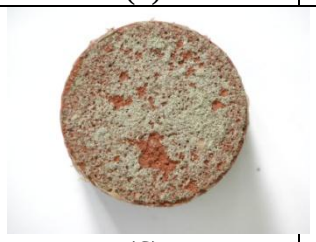
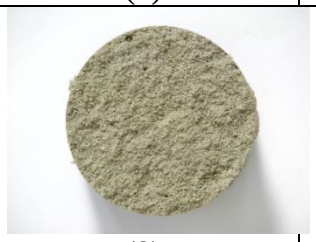
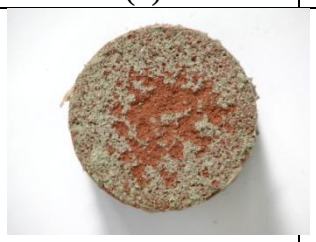
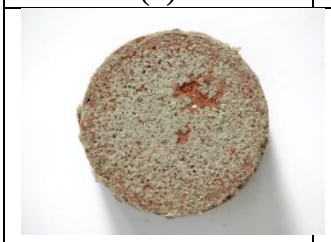
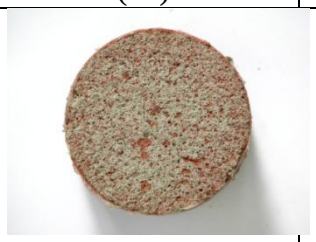
(4-2) BH

1.4 INTERFACE SUBSTRATO-ARGAMASSA APÓS ENSAIO DE ARRANCAMENTO

A seguir são apresentadas as imagens dos corpos de prova após execução do ensaio de resistência de aderência à tração após 310 dias da aplicação da argamassa.

Bases naturais - BN			
Substrato	***Argamassa***	***Substrato***	***Argamassa***
(1)	(1)	(2)	(2)
(3)	(3)	(4)	(4)
(5)	(5)	(6)	(6)
(7)	(7)	(8)	(8)
(9)	(9)	(10)	(10)
(11)	(11)	(12)	(12)

Fotos: Mário Takeashi

Bases hidrofugadas - BH			
Substrato	***Argamassa***	***Substrato***	***Argamassa***
(1)	(1)	(2)	(2)
(3)	(3)	(4)	(4)
			
(5)	(5)	(6)	(6)
			
(7)	(7)	(8)	(8)
			
(9)	(9)	(10)	(10)
			
(11)	(11)	(12)	(12)

Fotos: Mário Takeashi

1.5 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO X UMIDADE DO REVESTIMENTO

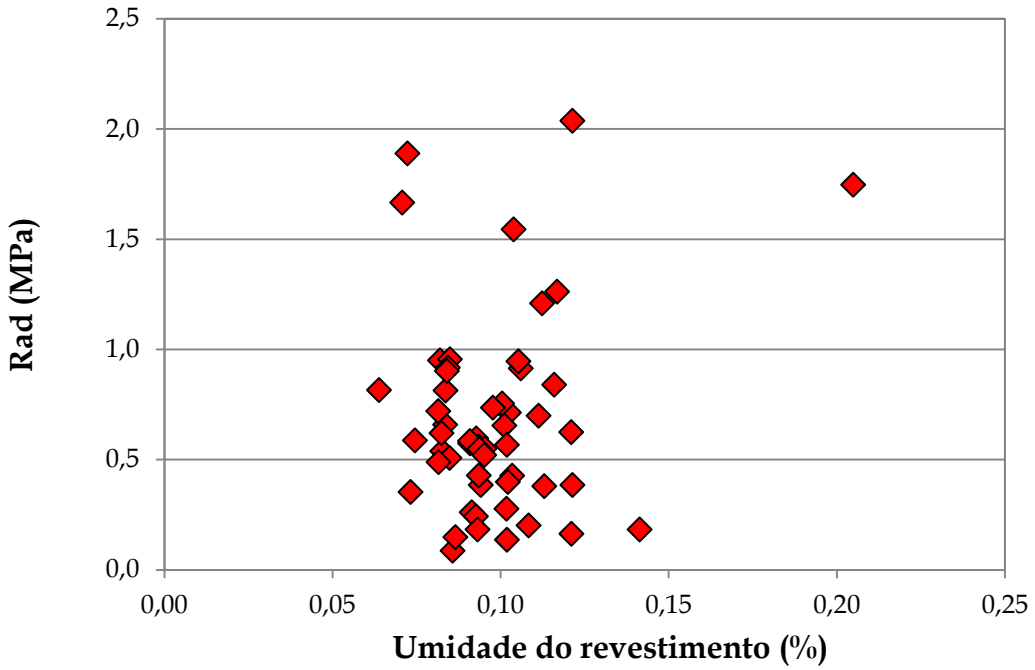


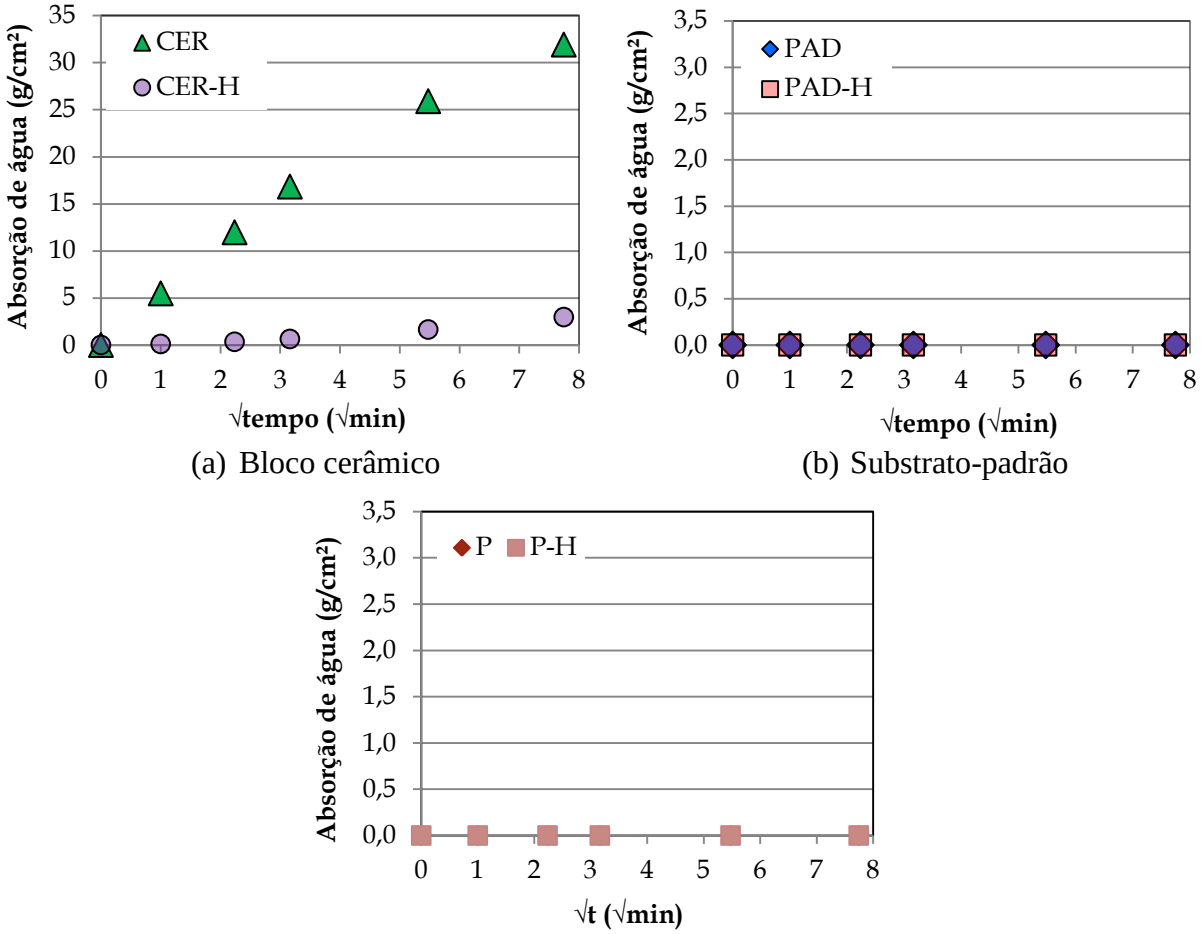
Figura 5 – Resistência de aderência à tração x umidade do revestimento no momento de realização do ensaio. Não houve variação do teor de umidade.

1.6 USO DO SILANO COMO TRATAMENTO SUPERFICIAL

Substratos estudados:

- Bloco cerâmico – tipo selecta – utilizado no capítulo 4.
- Cimentício - Substrato padrão (ABCP) – face de contato com a forma;
- Porcelanato natural - sem polimento

Absorção de água ao longo do tempo (60 min)



(a) Bloco cerâmico (b) Substrato-padrão

(c) Porcelanato

Figura 6 – Curva de absorção de água em função do tempo (a) bloco cerâmico; (b) substrato-padrão e (c) porcelanato sem e com aplicação do silano.

Ângulo de contato – leituras efetuadas após 1 min do contato.

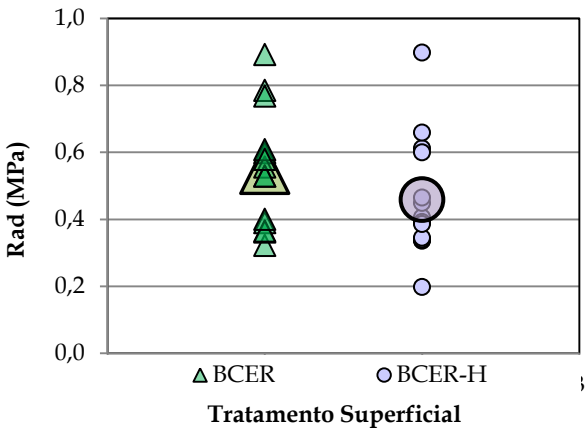
Tabela 7 – Ângulo de contato de uma gota de água deionizada em diferentes substratos.

Tabela 8

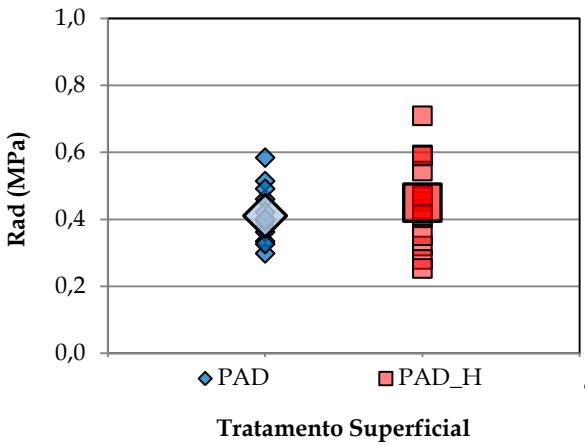
Substrato	*n*	*Média*	*CV (%)*
Bloco cerâmico	30	35,4°	20
Bloco cerâmico - H	30	100,1°	10
Substrato padrão	12	43,3°	11
Substrato padrão - H	12	101,1°	5,9
Porcelanato	30	63,9°	8,7
Porcelanato - H	30	92,7°	8,6

Resistência de aderência à tração

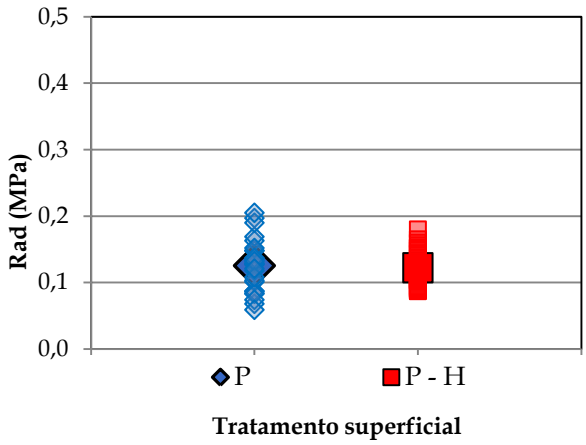
- Argamassa industrializada – revestimento – descrita no capítulo 3.
- Ensaios após 14 dias da aplicação da argamassa;



(a) Bloco cerâmico



(b) Substrato padrão



(c) Porcelanato

Figura 7 – Resistência de aderência à tração aos 14 dias de substratos diferentes com e sem a aplicação de silano na superfície. A argamassa utilizada foi mantida constante.

APENDICE B

INFLUÊNCIA DO TEOR DE LIGANTE
DA MATRIZ PARA ADERÊNCIA

Estudo Piloto 1: Efeito do teor de ligante da matriz na aderência

A substituição do ligante por finos calcários na aderência foi avaliada comparando-se uma argamassa de referência com traço 1:3 (cimento:areia) em volume e duas argamassas confeccionadas com finos calcários com granulometria distintas em teores de 15%; 30%; 45% e 60% em substituição ao volume de cimento. Foram utilizados os mesmos materiais descritos no capítulo 4. A distribuição granulométrica da areia e o teor de água foram mantidos constantes, sendo esse último igual a 18%.

As argamassas foram misturadas em um misturador de bancada (*Hobart)* adicionando-se água ao pó, previamente homogeneizado, com auxílio de funil de vazão controlada. Durante 2 min, a mistura foi executada em velocidade igual a 140 rpm (velocidade 1) e, por mais 3 min a 500 rpm (velocidade 3).

O desempenho mecânico das argamassas foi avaliado por ensaios de resistência à tração por compressão diametral. As argamassas foram aplicadas em blocos cerâmicos hidrofugados para evitar o efeito da sucção do substrato. A aderência substrato-argamassa foi determinada pela resistência de aderência à tração após 14 dias da aplicação da argamassa. Os resultados da resistência de à tração das argamassas e resistência de aderência do sistema são apresentados nas Figuras 1 e 2, respectivamente.

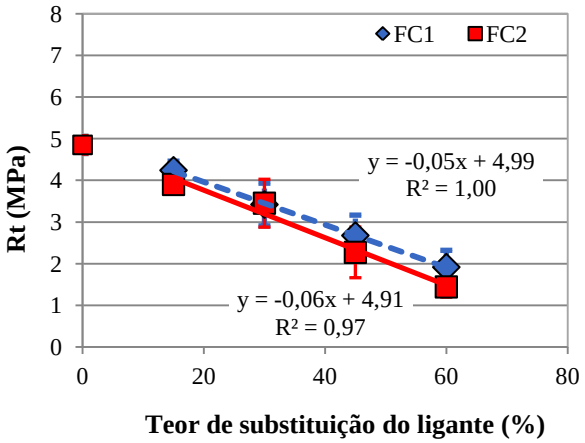


Figura 1 – Resistência à tração das argamassas em função do teor de substituição do ligante por fino calcário aos 14 dias. Nenhuma medida foi feita para teores abaixo de 15%.

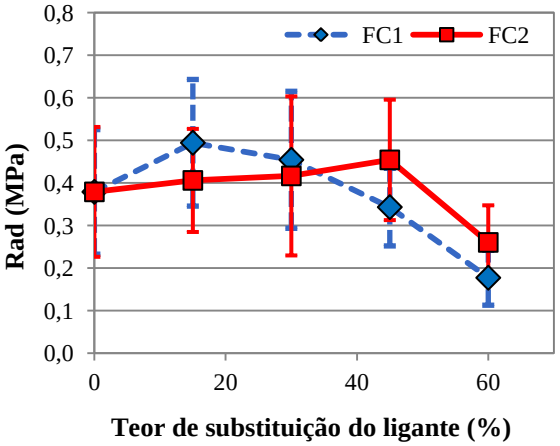


Figura 2 – Resistência de aderência à tração em função o teor de substituição do ligante por fino calcário aos 14 dias. Todas as argamassas apresentaram ruptura na interface com o substrato.

Os resultados obtidos mostram que a resistência à tração das argamassas diminui com o aumento do teor de substituição do ligante por fino calcário. A finura e a distribuição granulométrica são parâmetros importantes, pois a substituição do ligante pelo calcário mais fino (FC1) resultou um aumento médio de cerca de 20% da resistência à tração em comparação com o FC2.

A variabilidade dos resultados de aderência é muito elevada e há uma dispersão significativa nos dados. No entanto, a substituição do ligante pelos finos calcários em até 30% não reduziu a resistência de aderência em ambos os finos estudados. A redução da aderência observada para os teores mais elevados de FC1 pode ser resultado da aglomeração de grande quantidade de partículas finas ao sistema, o que não ocorre com FC2. A aglomeração das partículas aumenta o tamanho efetivo das partículas, reduzindo o empacotamento e aumentando os defeitos na interface substrato-argamassa. Esse efeito deve ser confirmado com uma investigação mais profunda pelo uso de aditivos dispersantes ao sistema e controle das características reológicas.

Estudo Piloto 2: Determinação do teor ideal de dispersante para argamassa de referência

Para determinar o teor ideal de aditivo para a argamassa de referência foram investigados os teores de 0%; 0,02%; 0,025%; 0,0275% e 0,035% em relação à massa total de sólidos. O teor de água foi mantido constante em 16,5%. As argamassas foram misturadas em reômetro rotacional em velocidade de 500 rpm por 5 min. Logo após a mistura, as argamassas

eram submetida ao ciclo de cisalhamento.

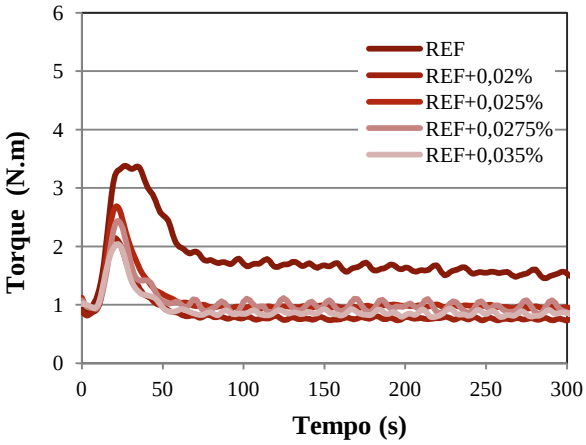


Figura 3 – Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

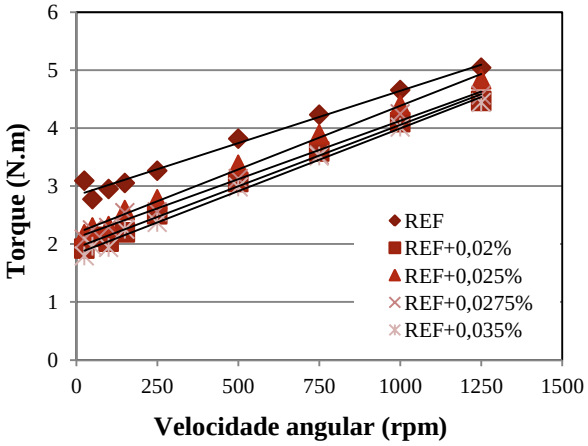


Figura 4 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

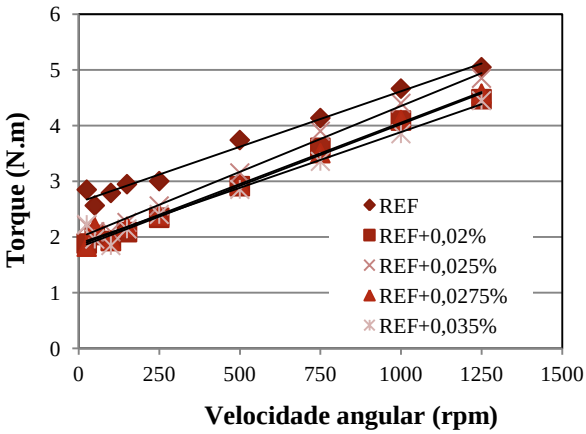


Figura 5 – Curva de desaceleração obtida após ciclo de cisalhamento das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

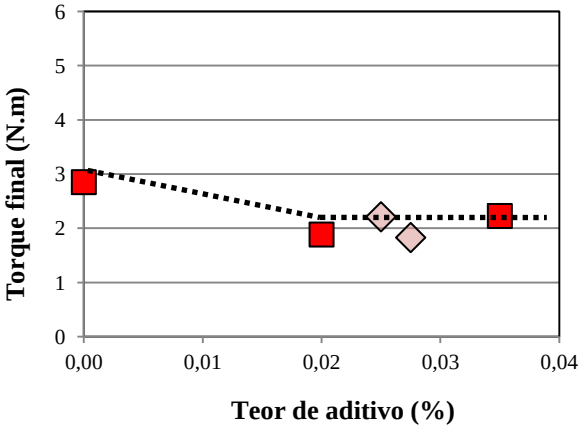


Figura 6 – Torque final após o ciclo de cisalhamento em função do teor de dispersante da argamassa de referência.

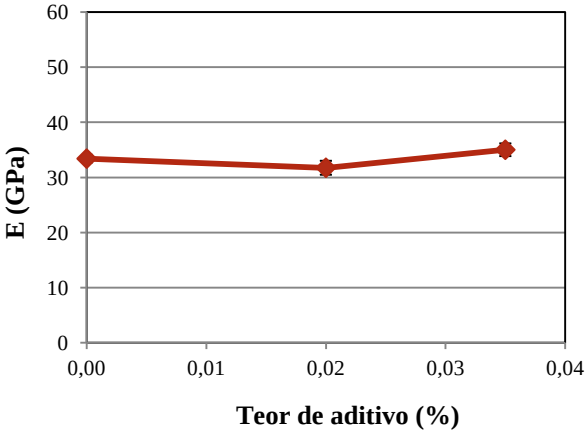


Figura 7 – Módulo de elasticidade da argamassa de referência em função do teor de dispersante.

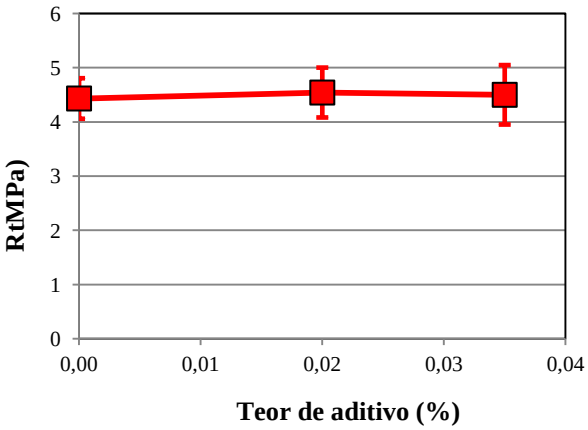


Figura 8 – Resistência à tração da argamassa de referência em função do teor de dispersante.

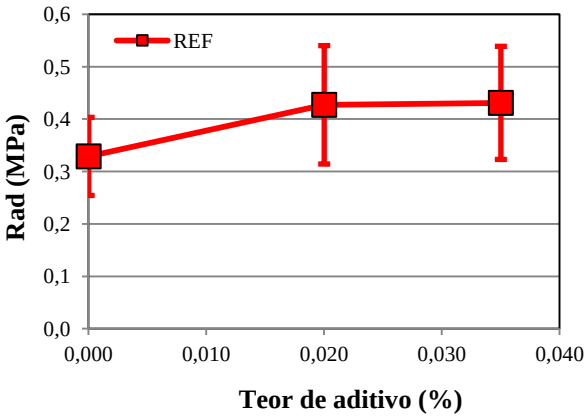


Figura 9 – Resistência de aderência à tração em função do teor de dispersante da argamassa de referência.

O comportamento reológico da argamassa foi influenciado pelo uso do dispersante, há uma redução do nível de torque em comparação a mistura sem aditivo. Observa-se que o torque final permaneceu praticamente constante e não há variação entre os trechos de aceleração e desaceleração para teores de aditivo superiores a 0,02%. Além disto, as propriedades mecânicas e a resistência de aderência não sofrem alterações significativas com parando os teores de 0,02% e 0,035%. Mesmo sabendo que cada matriz particulada possui um teor ideal que irá variar em função da área superficial e das características químicas da superfície, adotou-se 0,02% de dispersante como o teor ideal para todas as argamassas a fim de evitar comparações com teores distintos.

B3. RESULTADOS ADICIONAIS

Ciclos de cisalhamento – Curvas de aceleração e desaceleração

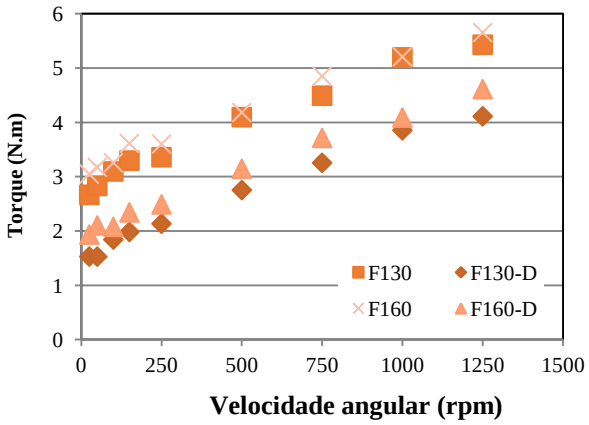


Figura 10 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário mais fino (F1) com e sem o uso de dispersante.

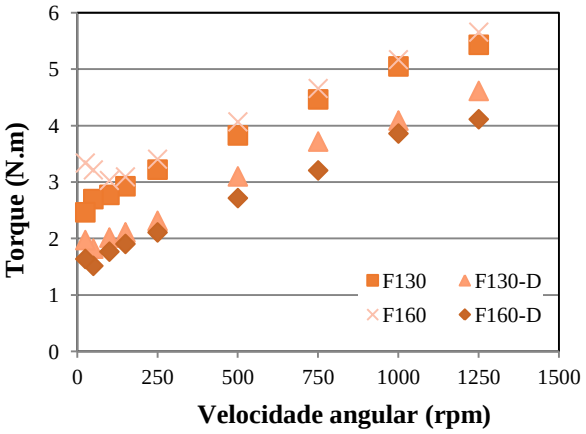


Figura 11 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário mais fino (F1) com e sem o uso de dispersante.

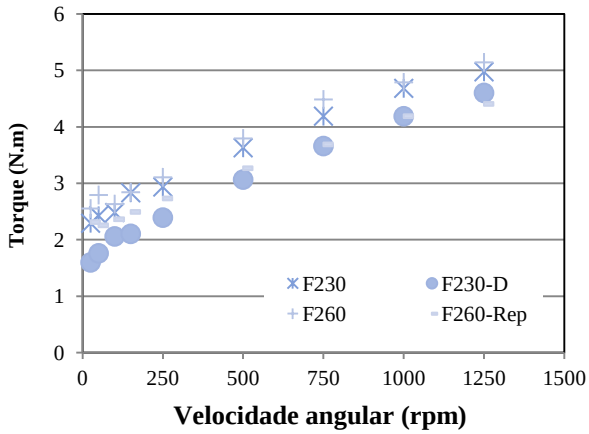


Figura 12 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário com granulometria similar ao cimento (F2) com e sem o uso de dispersante.

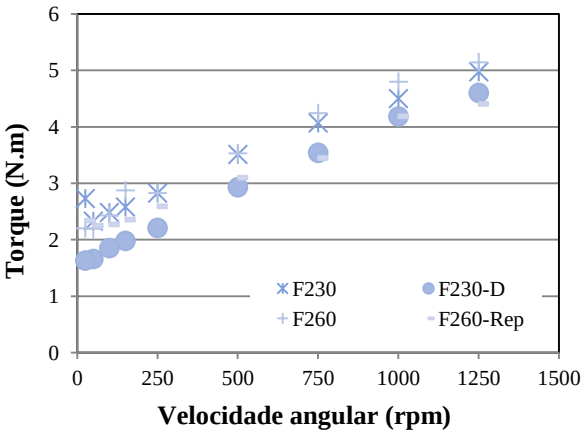


Figura 13 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário com granulometria similar ao cimento (F2) com e sem o uso de dispersante.

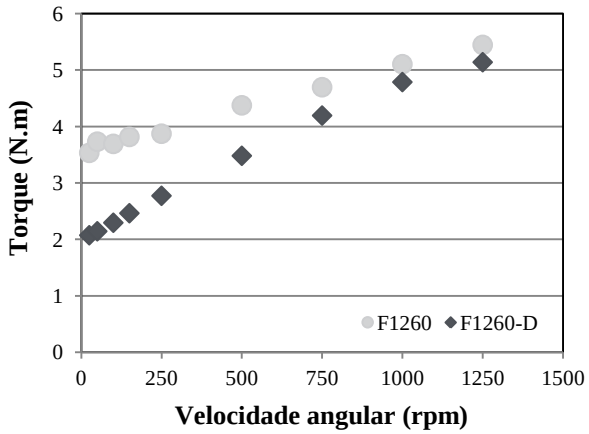


Figura 14 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.

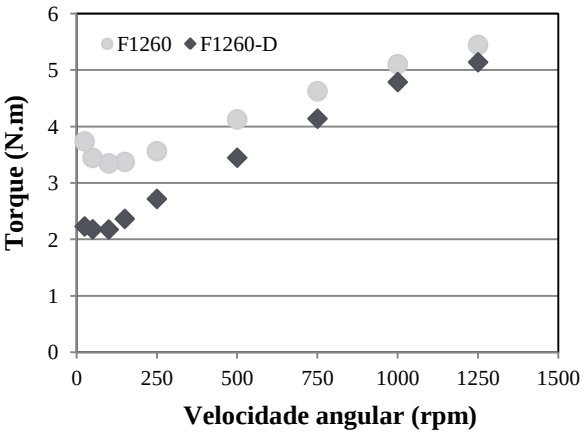


Figura 15 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.

Módulo de elasticidade dinâmico x resistência à tração das argamassas

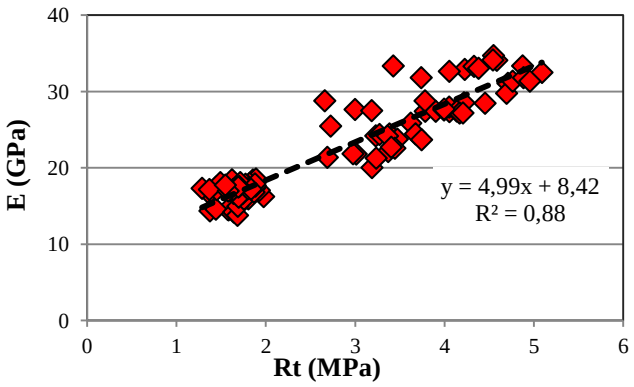


Figura 15 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.

APÊNDICE A

EFEITO DA ABSORÇÃO DO SUBSTRATO NA ADERÊNCIA

1.1 TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE

Tabela 1 – Valores individuais dos parâmetros de rugosidade (Sa); (Sq) e (r) em função do tipo de tratamento superficial do substrato.

Tratamento	S_a (µm)		S_q (µm)		A_r (mm²)	A_p (mm²)	*r*	
	i	*média*	*i*	*média*			*i*	*média*
Base natural BN	42,76	53,10 ± 9,64	110,25	127,33 ± 20,56	1934,05	4236,57	2,19	2,27 ± 0,16
	57,10		134,24		2051,07	4268,56	2,08	
	42,69		101,56		2028,16	4471,19	2,20	
	61,99		149,85		1975,58	4649,62	2,35	
	60,95		140,76		1916,76	4799,92	2,50	
Base hidrofugada BH	60,44	61,62 ± 6,38	143,42	142,93 ± 13,01	1974,78	3801,93	1,93	2,08 ± 0,12
	52,12		121,35		1932,76	4159,15	2,15	
	63,91		149,27		2036,03	4451,65	2,19	
	69,74		155,90		1934,97	4128,92	2,13	
	61,86		144,72		1998,23	3959,23	1,98	
Base hidrofugada e lixada BHL	56,88	57,46 ± 2,13	140,90	136,88 ± 10,55	1992,18	4276,31	2,15	2,11 ± 0,11
	55,93		128,19		1931,29	4230,26	2,19	
	60,83		141,32		1959,35	3768,35	1,92	
	55,55		124,07		1960,09	4286,39	2,19	
	58,13		149,91		2074,15	4409,31	2,13	

Tabela 2

Tabela 3 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade definido por Wenzel (r). O modelo foi significativo, não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	69,49	1	69,49	3975,74	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	0,10	2	0,05	2,92	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	0,21	12	0,02	-		
Total	69,80	15	-	-		

Legenda:

SQ= soma dos quadrados; GL= grau de liberdade;

MQ= média dos quadrados; F= parâmetro de Fisher para o teste de significância dos efeitos;

Tabela 4 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade Sa. Não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	49408,24	1	49408,24	1072,14	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	181,39	2	90,69	1,97	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	553,01	12	46,08	-		
Total	50142,64	15	-	-		

Tabela 5 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato no fator de rugosidade Sq. Não há variação estatística do parâmetro em função do tipo de tratamento superficial.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Modelo	276266,9	1	276266,9	1178,11	4,75	**Significativo**
Entre grupos (tratamento)	618,7	2	309,4	1,32	3,89	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	2814,0	12	234,5	-		
Total	279699,7	15	-	-		

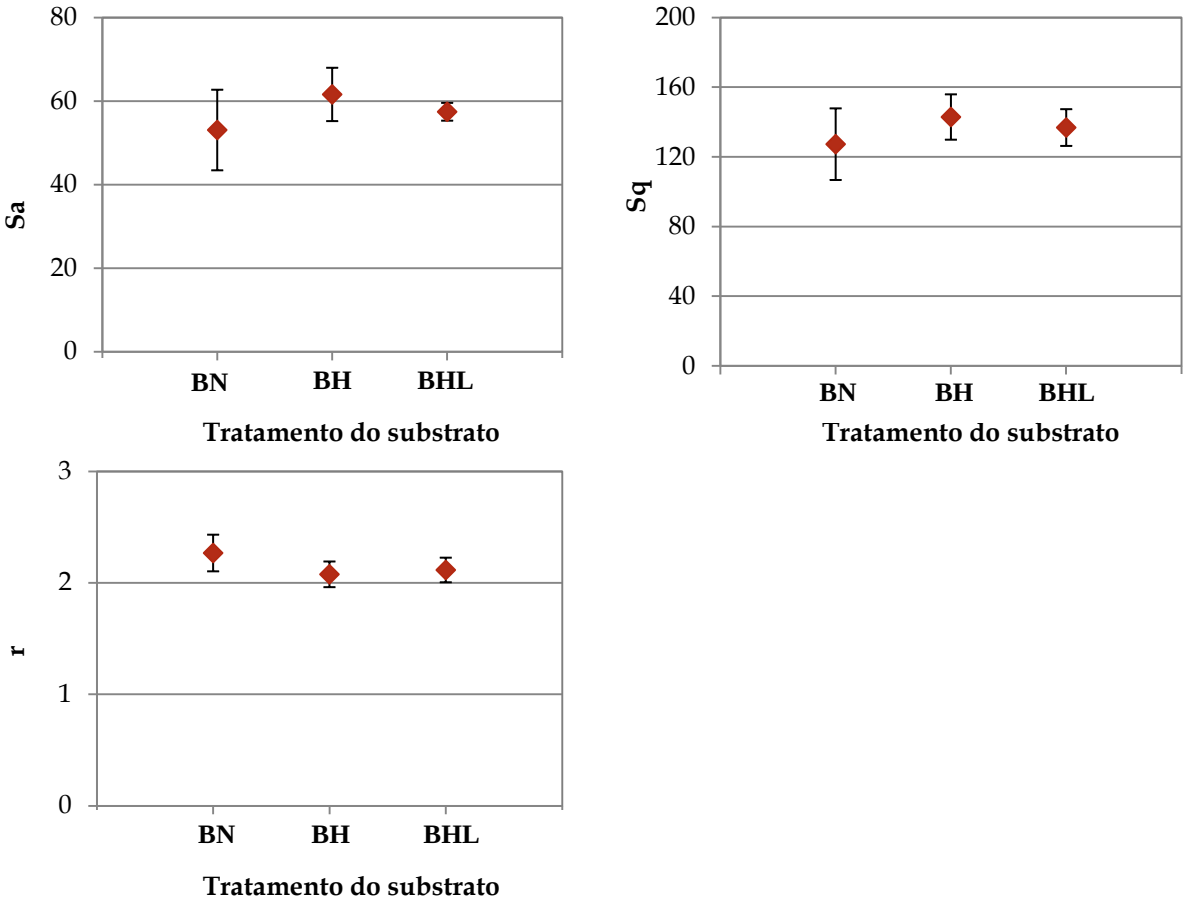


Figura 1 – Parâmetros de rugosidade (a) Sa; (b) Sq e (c) r em função do tratamento superficial do substrato.

1.2 POROSIDADE ABERTA

Tabela 6 – Análise de variância do efeito do tratamento superficial do substrato na porosidade do substrato.

Fonte de variação	*SQ*	*GL*	*MQ*	F_{cal}	F_{tab}	*Resultado*
Entre grupos (tratamento)	6,69	2	3,34	1,68	3,07	**Não significativo**
Dentre grupos (resíduos)	261,28	131	1,99	-		
Total	267,97	133	-	-		

Legenda:
SQ= soma dos quadrados; GL= grau de liberdade;
MQ= média dos quadrados; F= parâmetro de Fisher para o teste de significância dos efeitos;

Não há diferenças significativas entre os tratamentos aplicados no que se refere à porosidade.

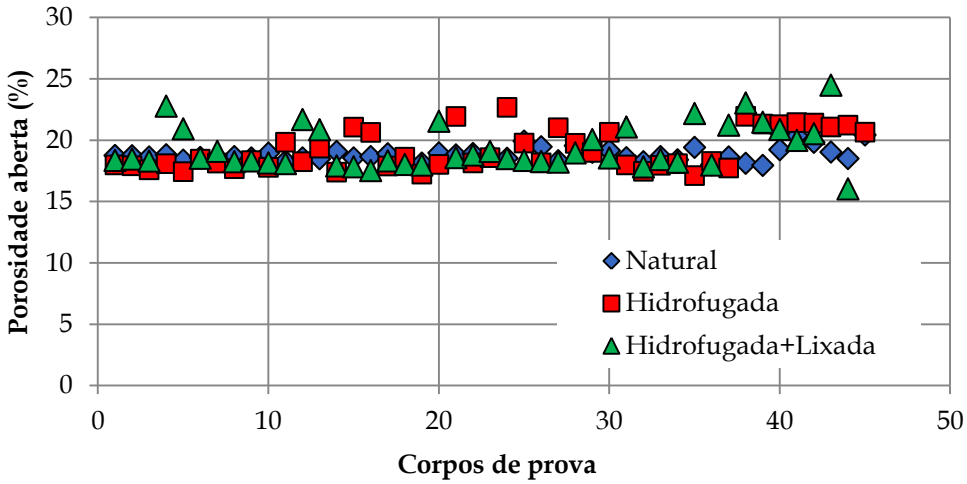


Figura 2 – Porosidade aparente de todos os corpos de prova estudados determinada pelo principio de Arquimedes.

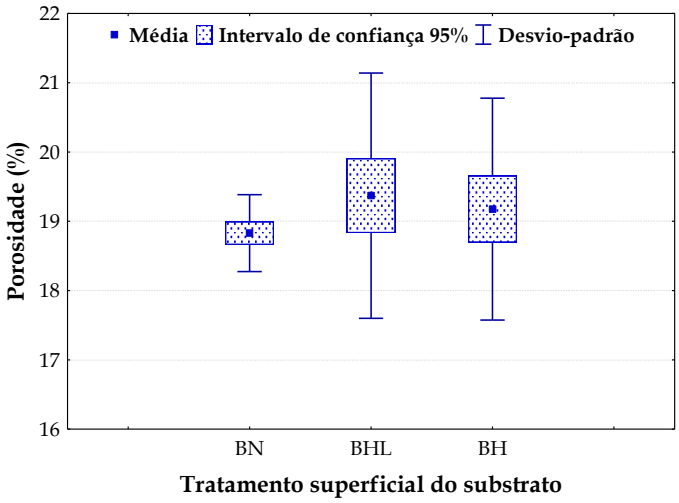
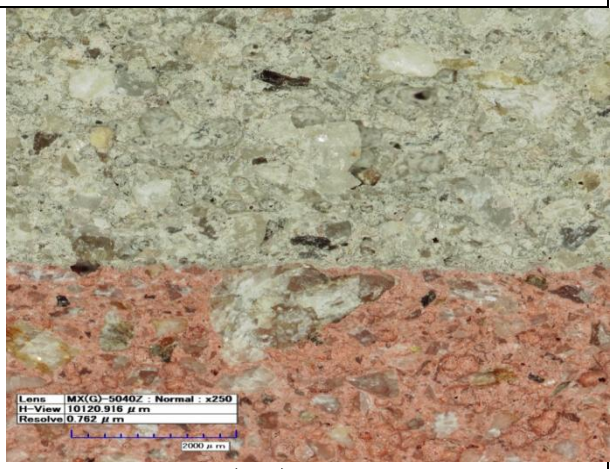
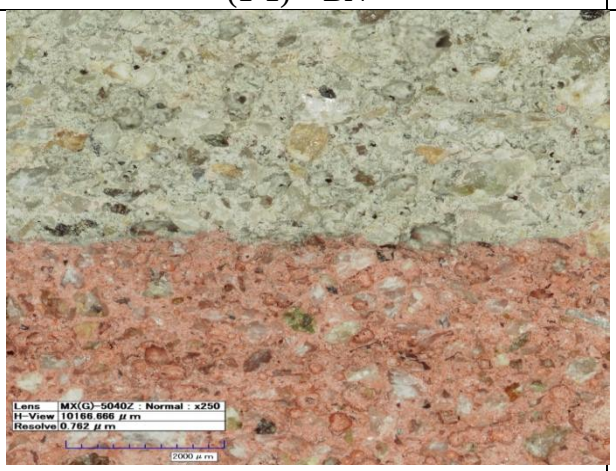
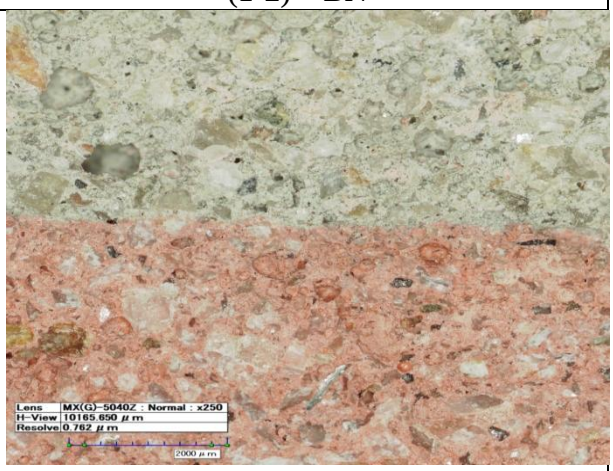
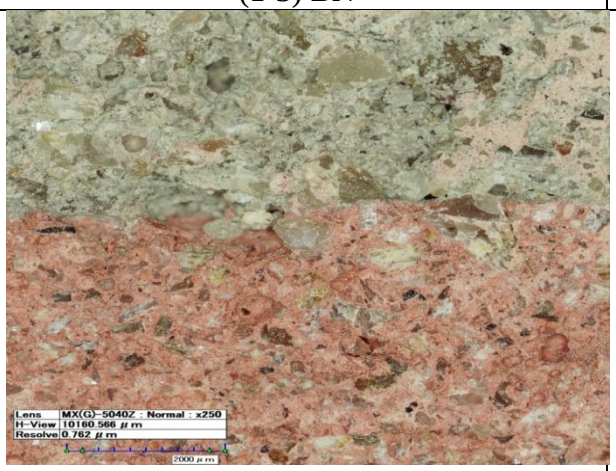
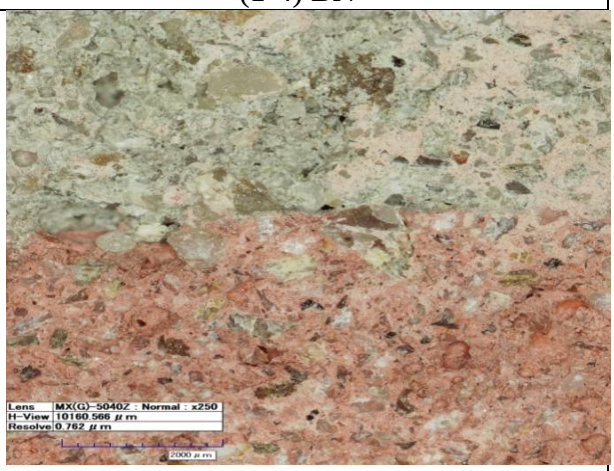
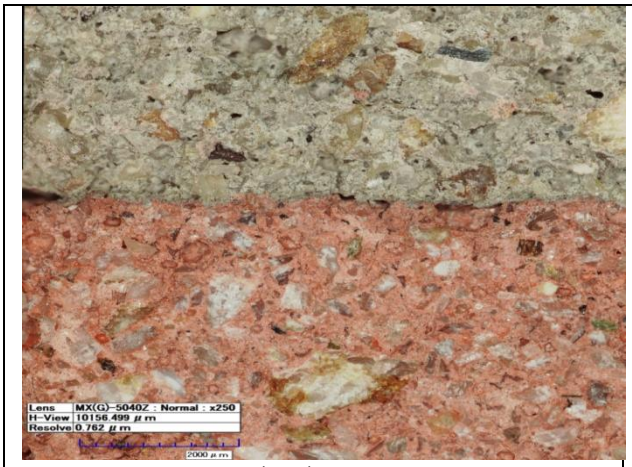


Figura 3 – Porosidade aparente em função do tratamento superficial do substrato. Não há variação entre as médias dos tratamentos estudados.

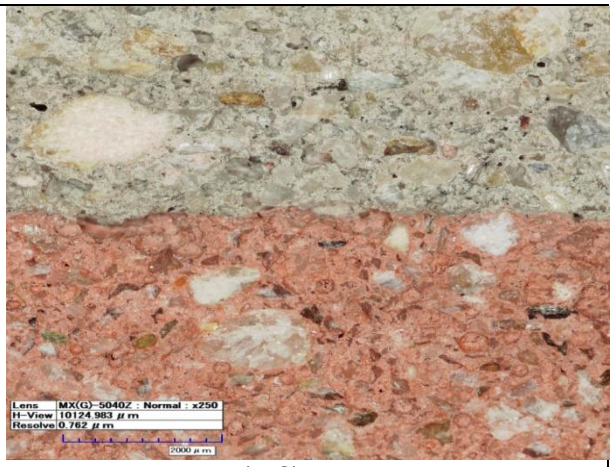
1.3 ANÁLISE DA INTERFACE SUBSTRATO-ARGAMASSA

As interfaces argamassa-substrato sem e com aplicação de silano (BN e BH) foram avaliadas qualitativamente por meio de microscopia óptica digital (Hirox KH-7700, ampliação x 250), nas seções tranversais após 28 dias da aplicação da argamassa.

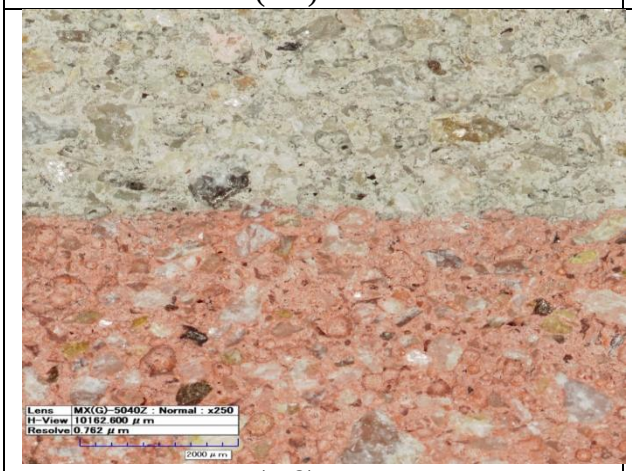
Bases Naturais - BN	
	
(1-1) BN	(1-2) BN
	
(1-3) BN	(1-4) BN
	
(1-5) BN	(1-6) BN



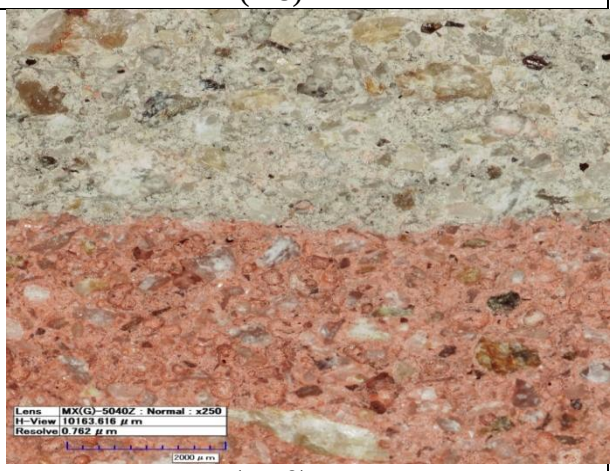
(1-7) BN



(1-8) BN



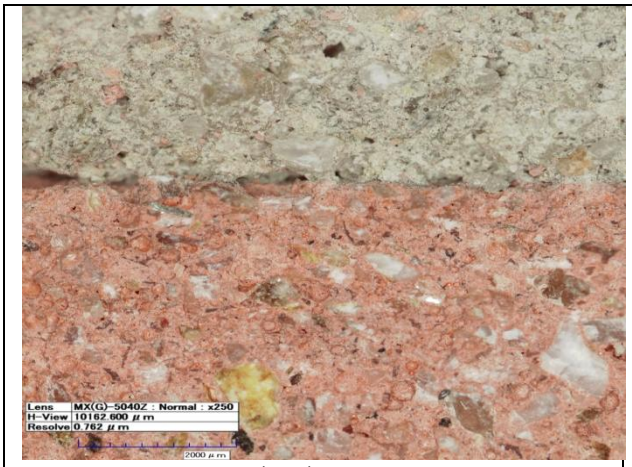
(1-9) BN



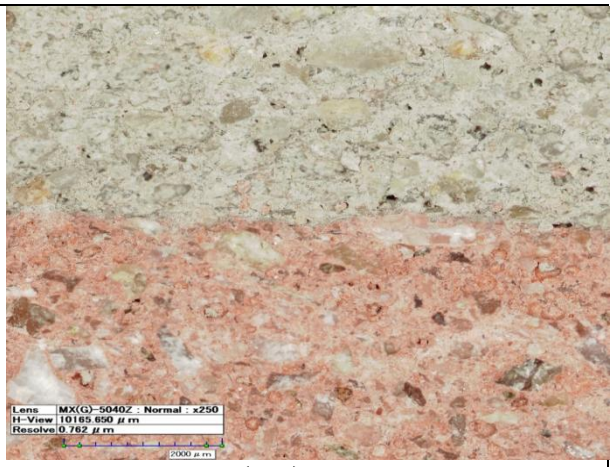
(1-10) BN

(1-11) BN

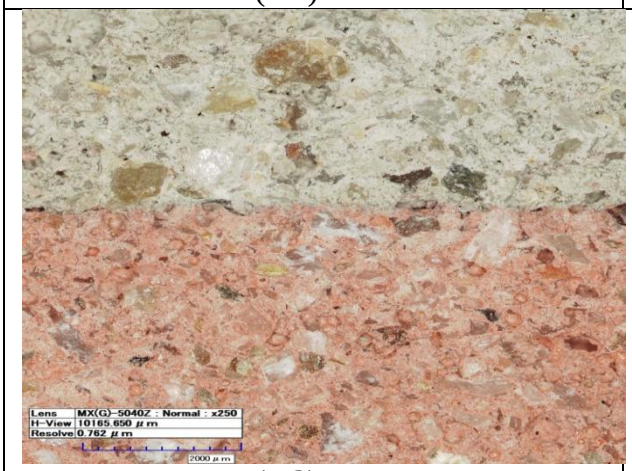
(1-12) BN



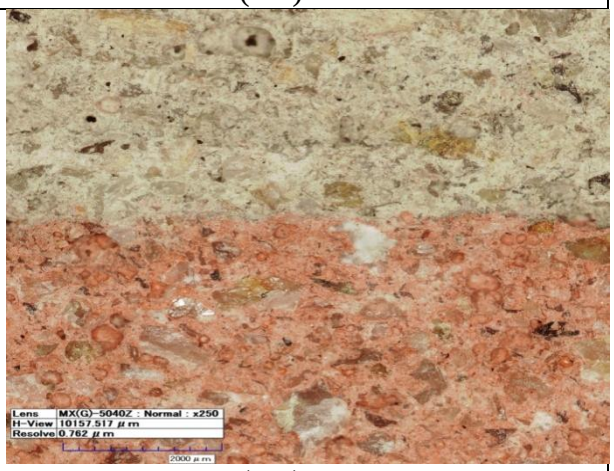
(2-1) BN



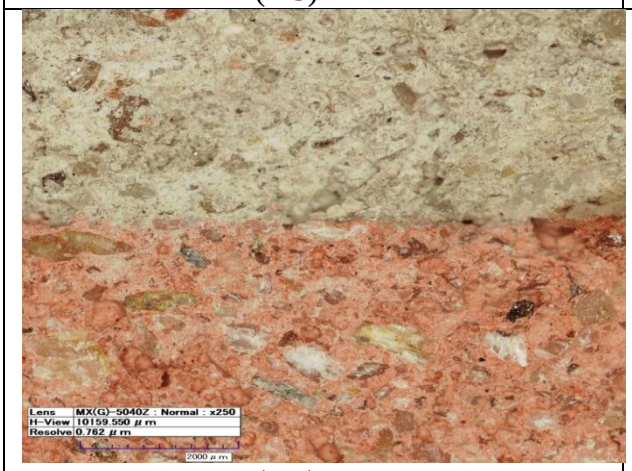
(2-2) BN



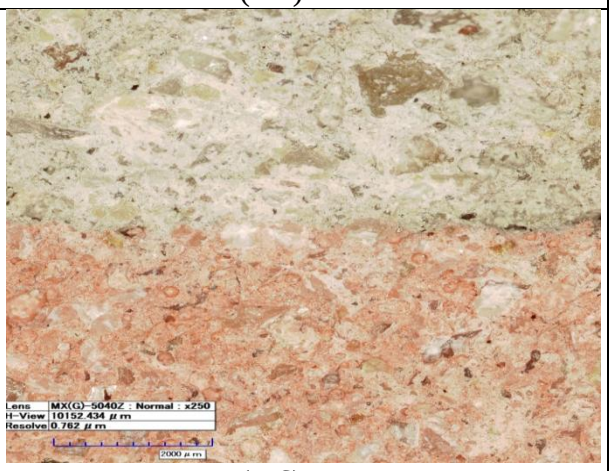
(2-3) BN



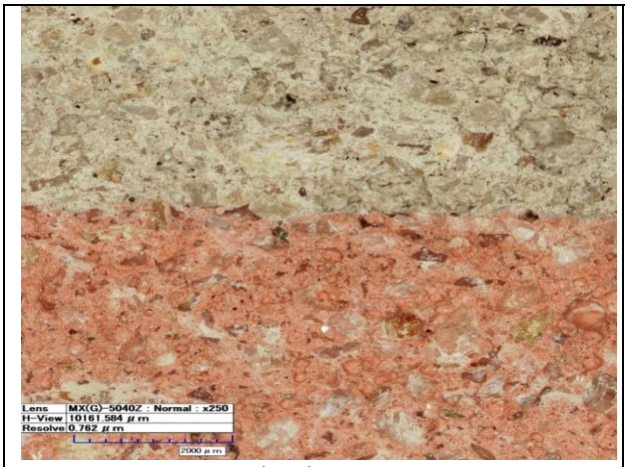
(2-4) BN



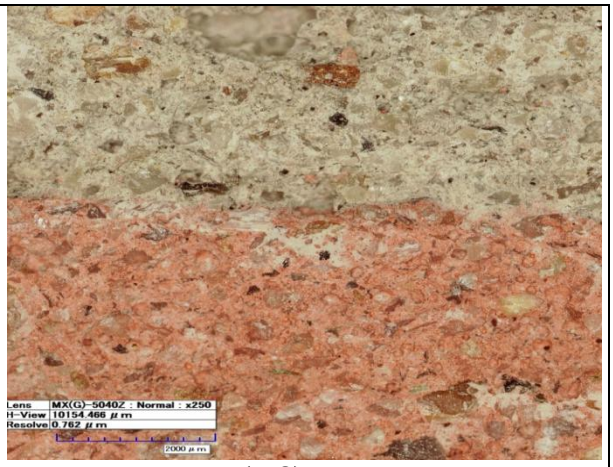
(2-5) BN



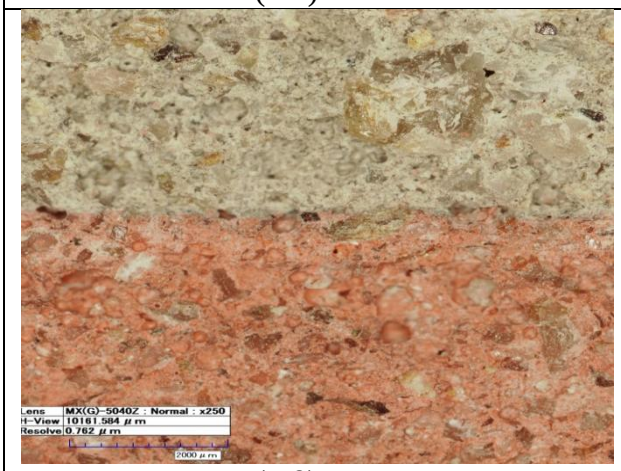
(2-6) BN



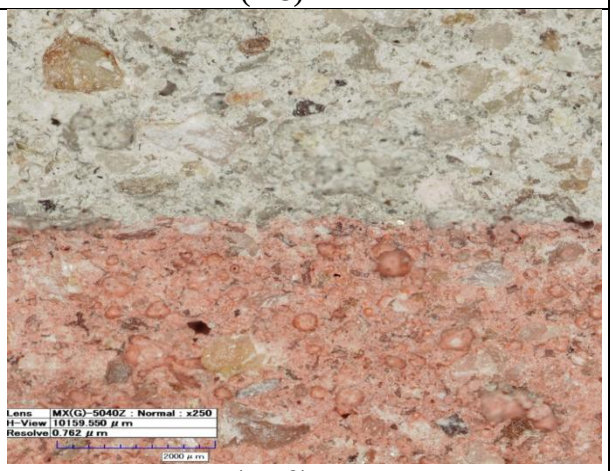
(2-7) BN



(2-8) BN

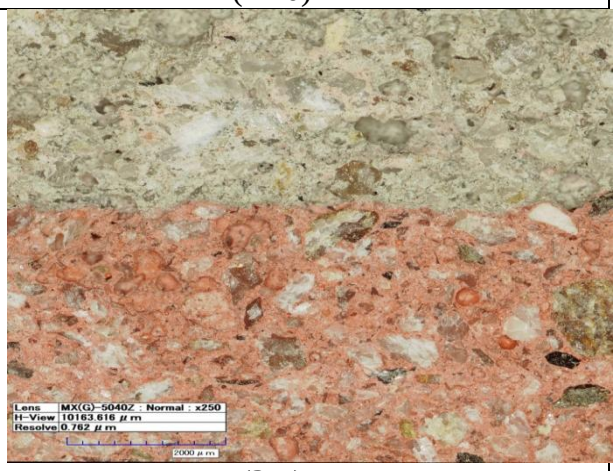


(2-9) BN

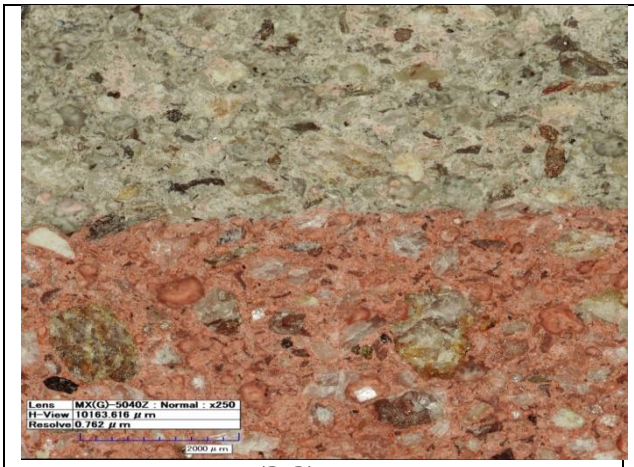


(2-10) BN

(3-1) BN

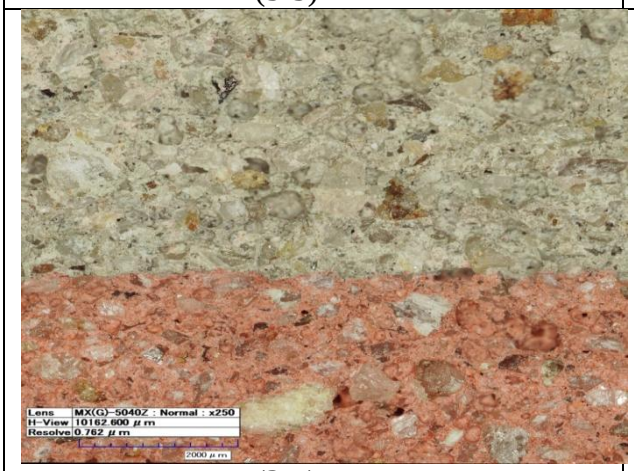


(3-2) BN



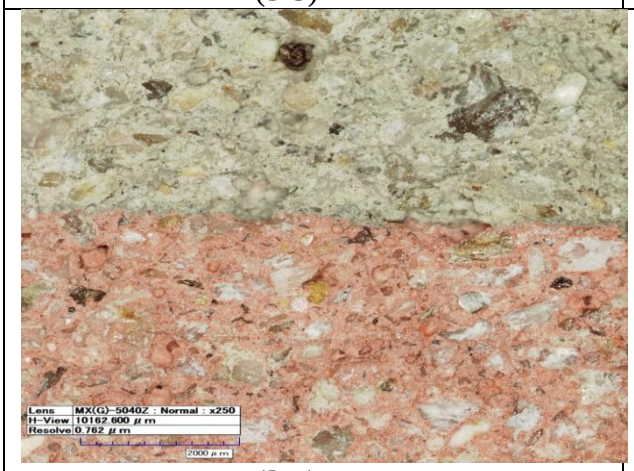
(3-3) BN

(3-4) BN

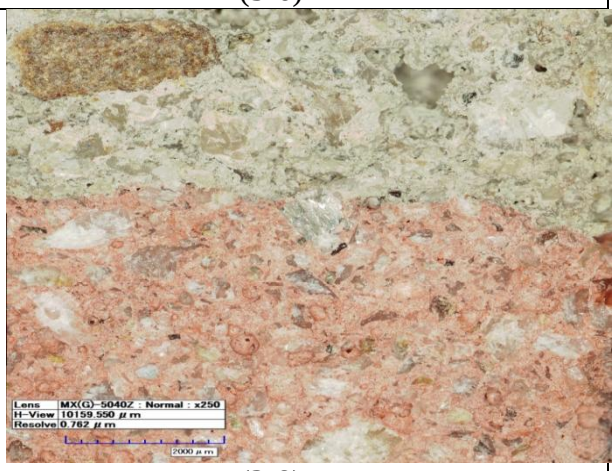


(3-5) BN

(3-6) BN

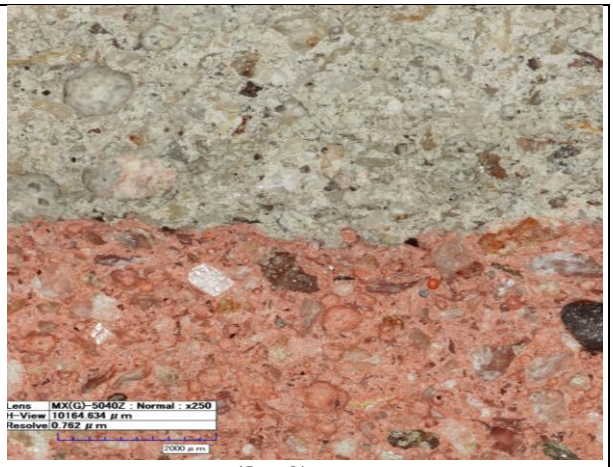


(3-7) BN



(3-8) BN

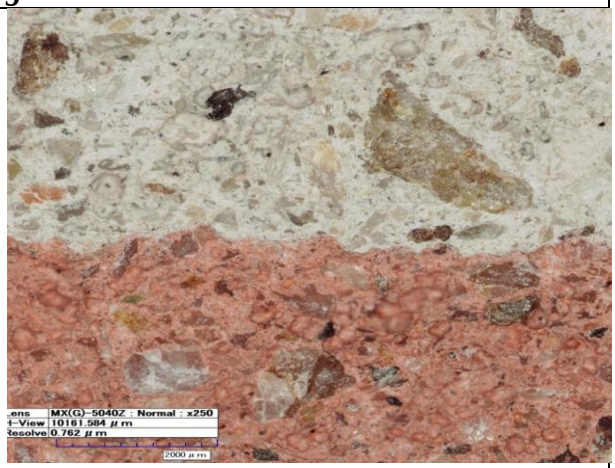
(3-9) BN



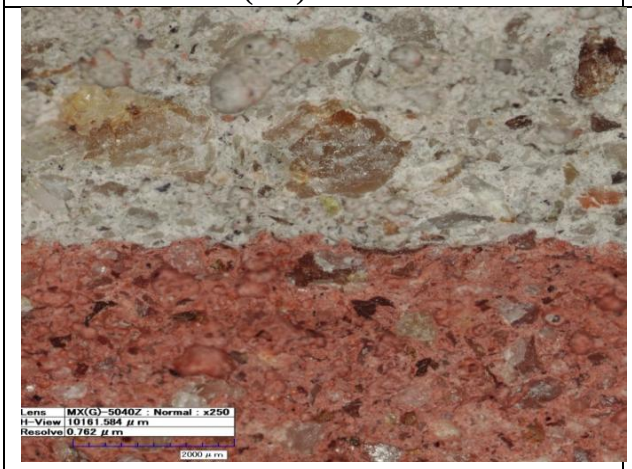
(3-10) BN

Bases hidrofugadas - BH

(1-1) BH

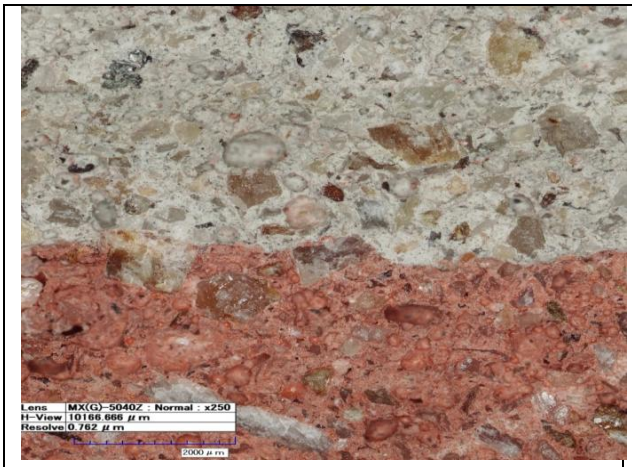


(1-2) BH

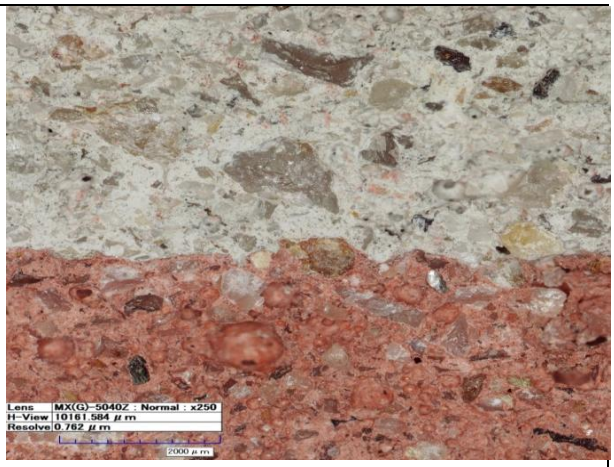


(1-3) BH

(1-4) BH

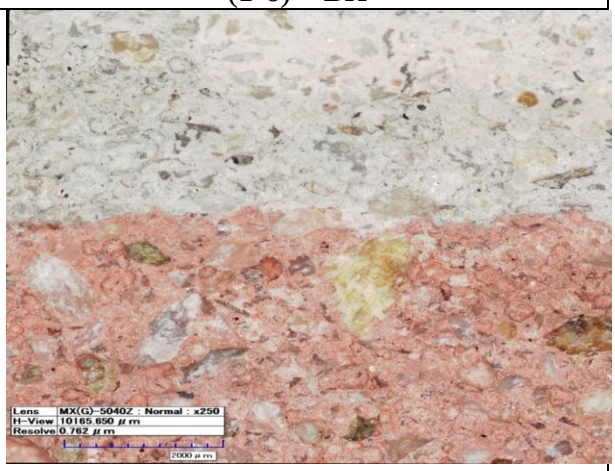


(1-5) BH

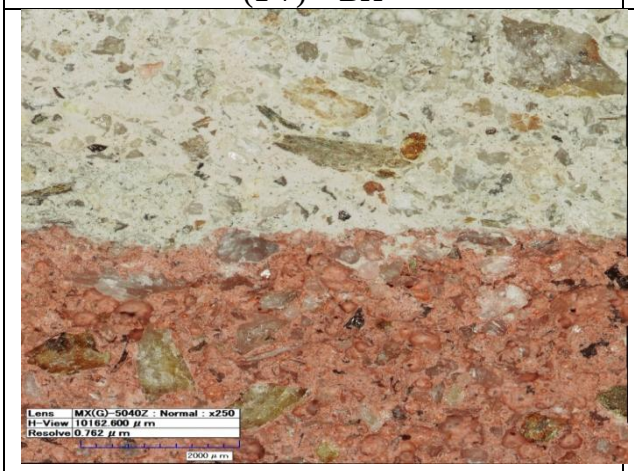


(1-6) BH

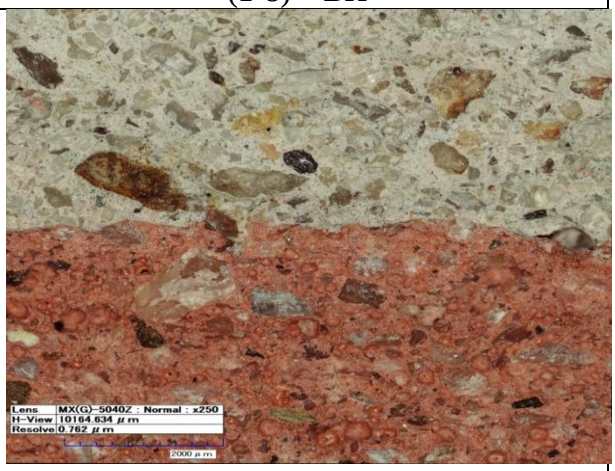
(1-7) BH



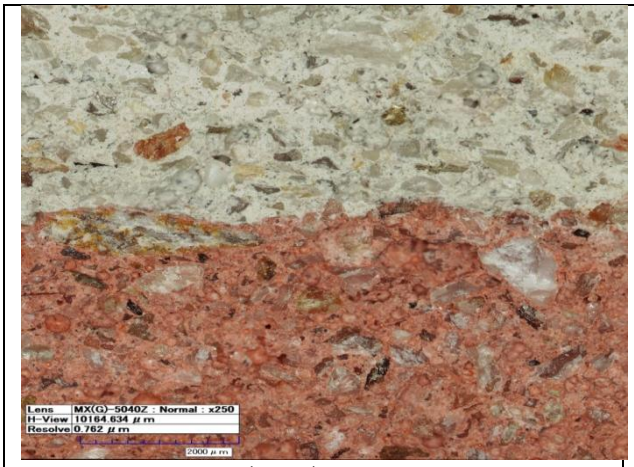
(1-8) BH



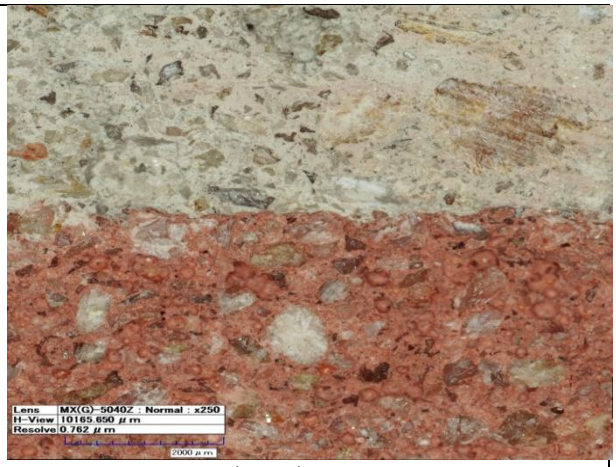
(1-9) BH



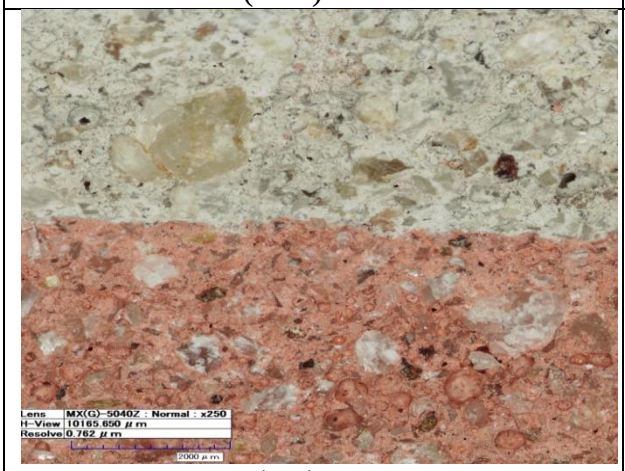
(1-10) BH



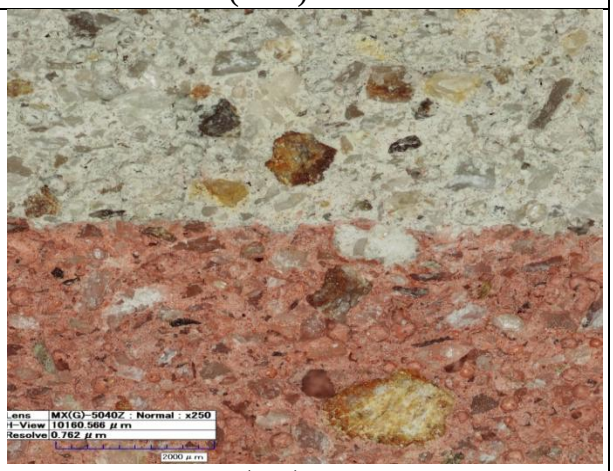
(1-11) BH



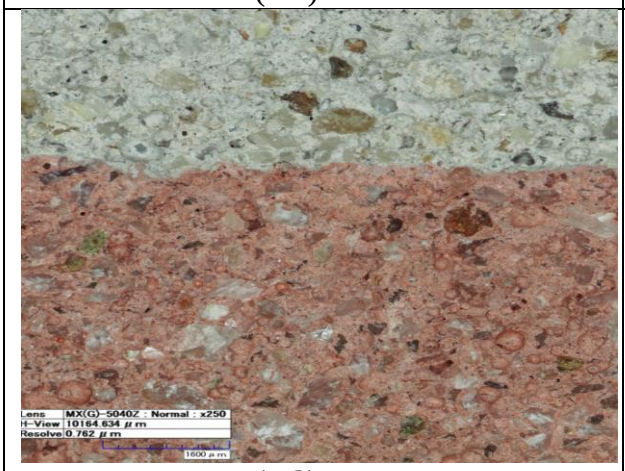
(1-12) BH



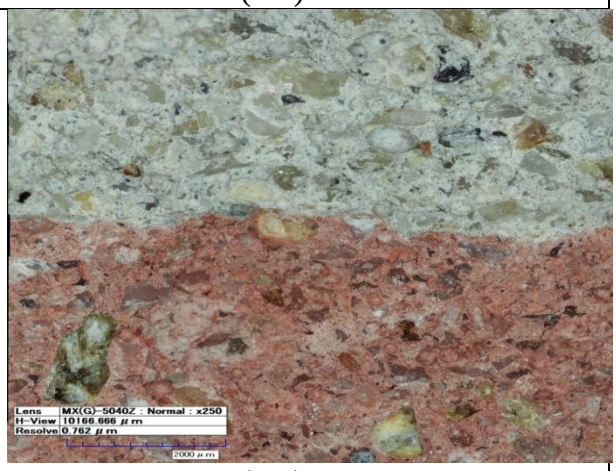
(2-1) BH



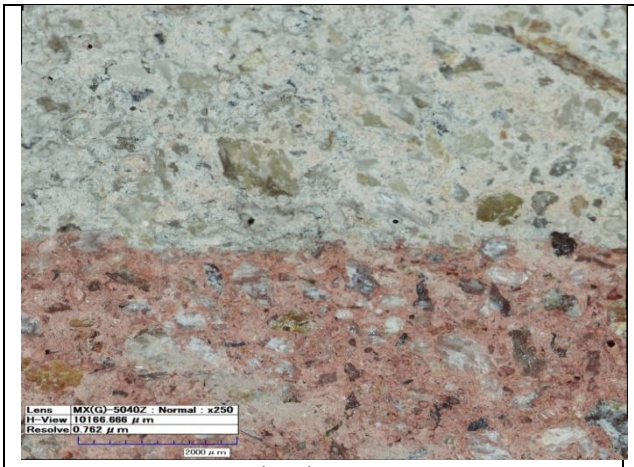
(2-2) BH



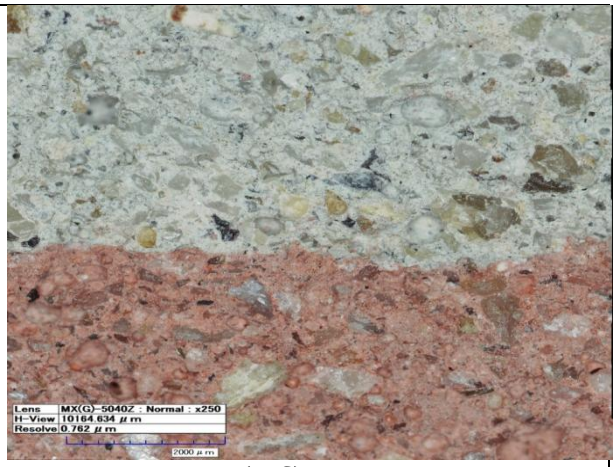
(2-3) BH



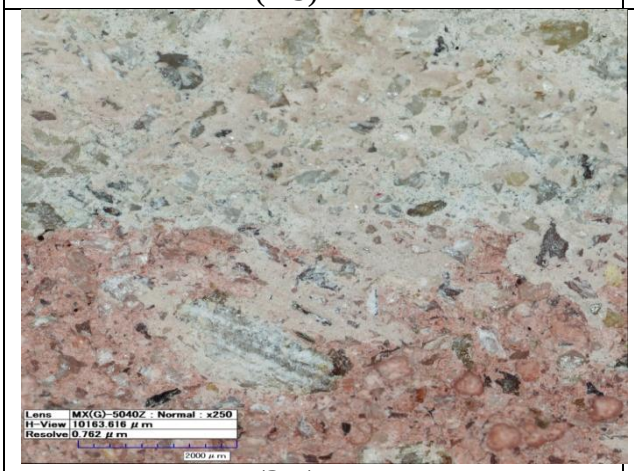
(2-4) BH



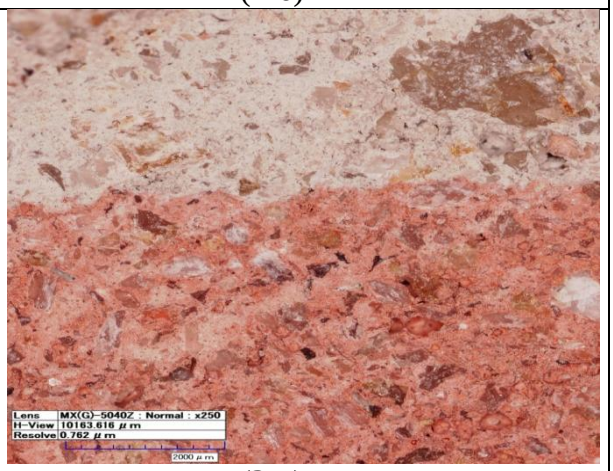
(2-5) BH



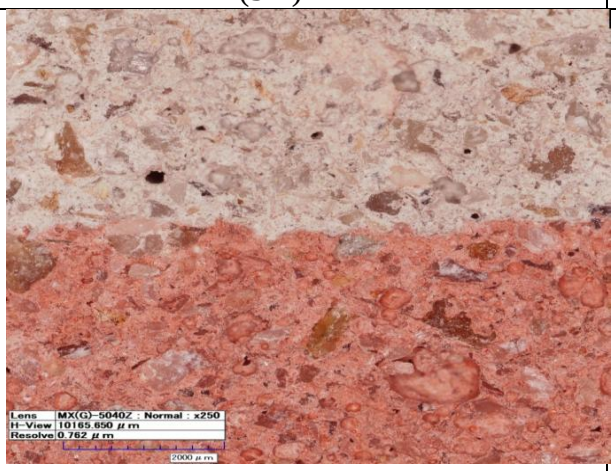
(2-6) BH



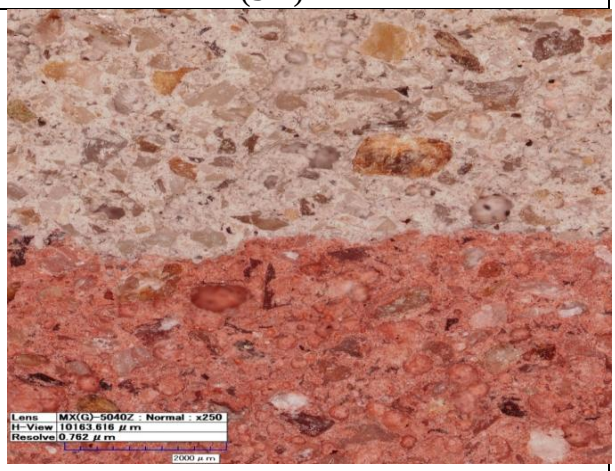
(3-1) BH



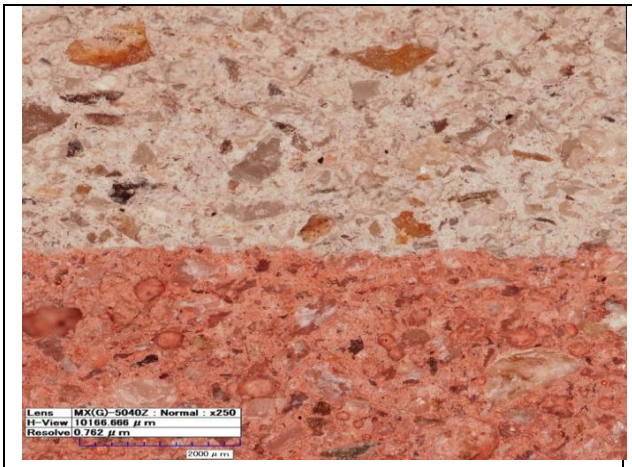
(3-2) BH



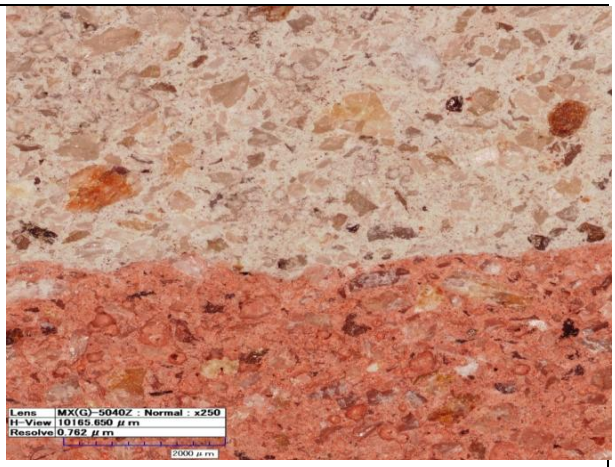
(3-3) BH



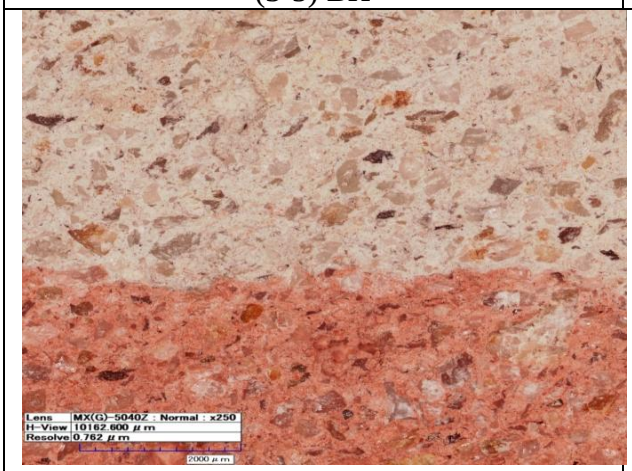
(3-4) BH



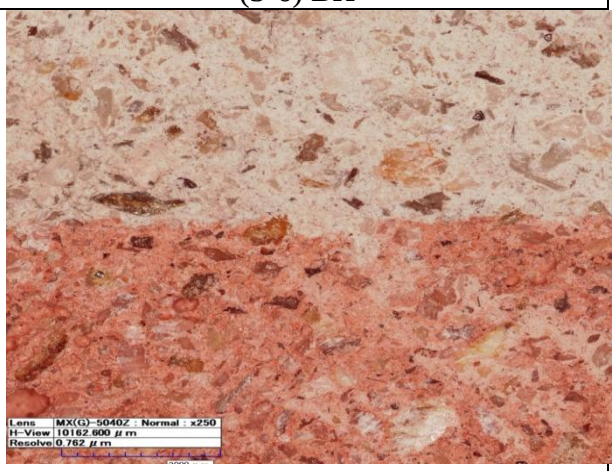
(3-5) BH



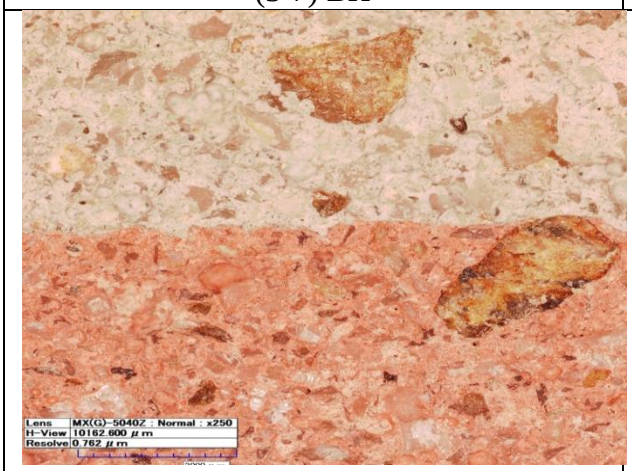
(3-6) BH



(3-7) BH



(3-8) BH



(4-1) BH

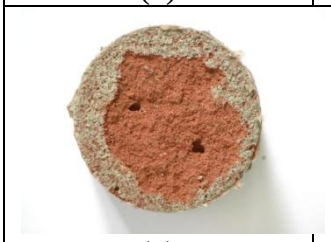
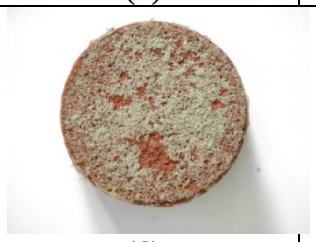
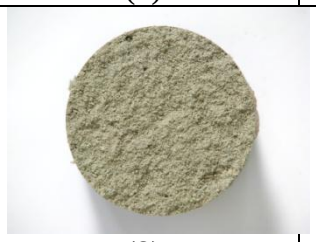
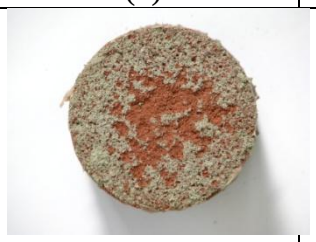
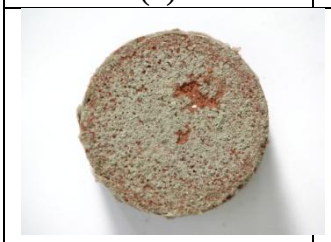
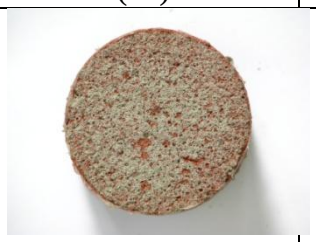
(4-2) BH

1.4 INTERFACE SUBSTRATO-ARGAMASSA APÓS ENSAIO DE ARRANCAMENTO

A seguir são apresentadas as imagens dos corpos de prova após execução do ensaio de resistência de aderência à tração após 310 dias da aplicação da argamassa.

Bases naturais - BN			
Substrato	***Argamassa***	***Substrato***	***Argamassa***
(1)	(1)	(2)	(2)
(3)	(3)	(4)	(4)
(5)	(5)	(6)	(6)
(7)	(7)	(8)	(8)
(9)	(9)	(10)	(10)
(11)	(11)	(12)	(12)

Fotos: Mário Takeashi

Bases hidrofugadas - BH			
Substrato	***Argamassa***	***Substrato***	***Argamassa***
(1)	(1)	(2)	(2)
(3)	(3)	(4)	(4)
			
(5)	(5)	(6)	(6)
			
(7)	(7)	(8)	(8)
			
(9)	(9)	(10)	(10)
			
(11)	(11)	(12)	(12)

Fotos: Mário Takeashi

1.5 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO X UMIDADE DO REVESTIMENTO

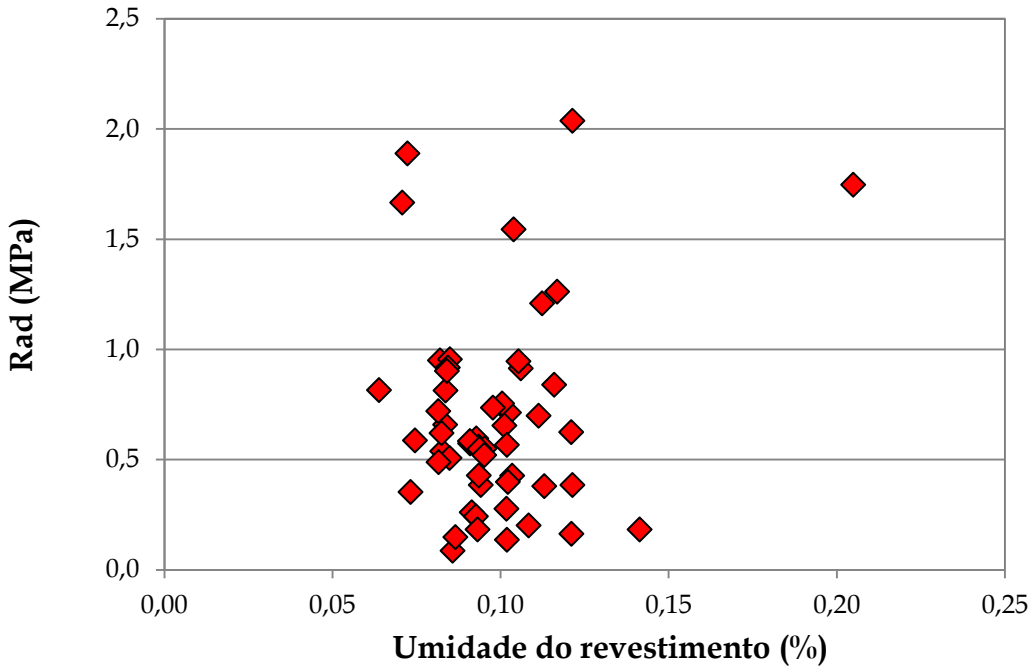


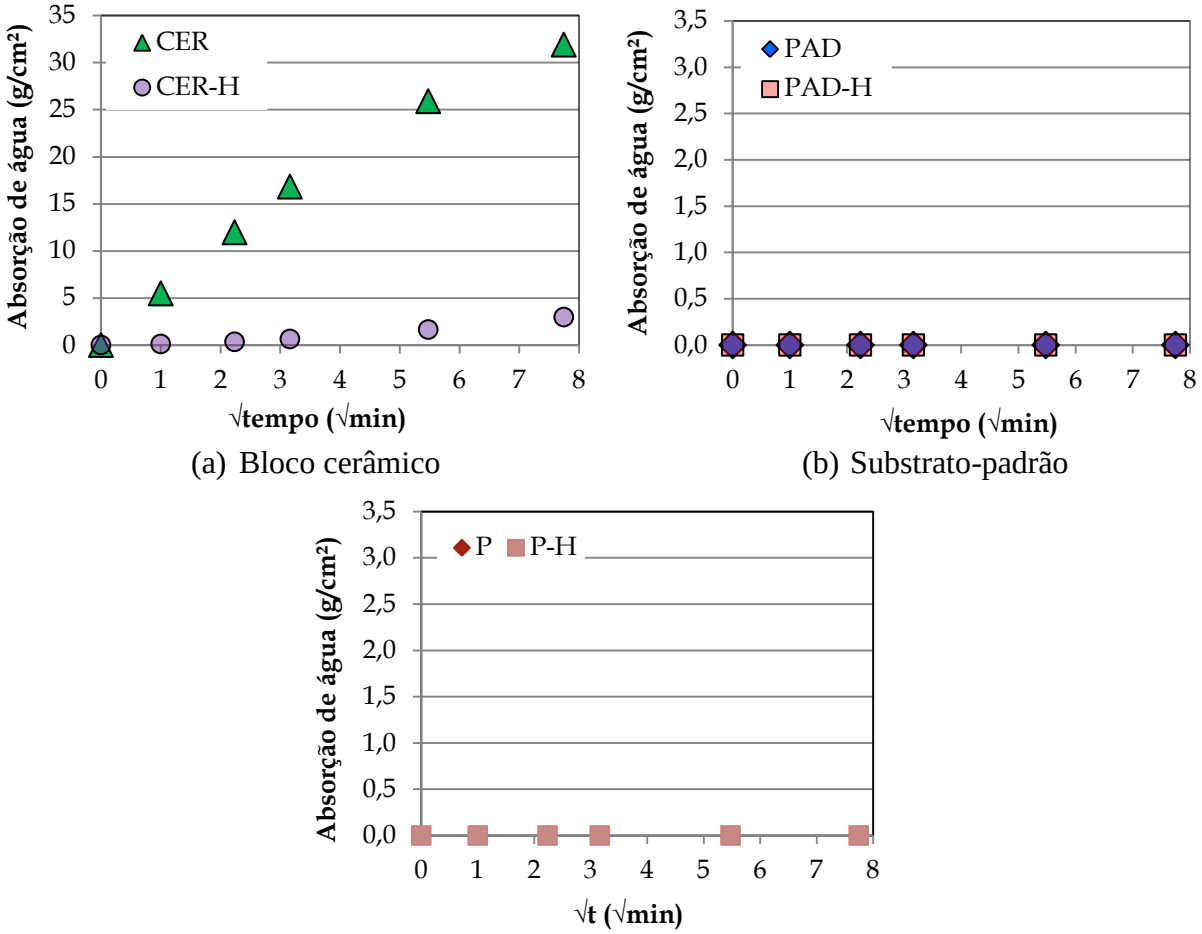
Figura 5 – Resistência de aderência à tração x umidade do revestimento no momento de realização do ensaio. Não houve variação do teor de umidade.

1.6 USO DO SILANO COMO TRATAMENTO SUPERFICIAL

Substratos estudados:

- Bloco cerâmico – tipo selecta – utilizado no capítulo 4.
- Cimentício - Substrato padrão (ABCP) – face de contato com a forma;
- Porcelanato natural - sem polimento

Absorção de água ao longo do tempo (60 min)



(a) Bloco cerâmico (b) Substrato-padrão

(c) Porcelanato

Figura 6 – Curva de absorção de água em função do tempo (a) bloco cerâmico; (b) substrato-padrão e (c) porcelanato sem e com aplicação do silano.

Ângulo de contato – leituras efetuadas após 1 min do contato.

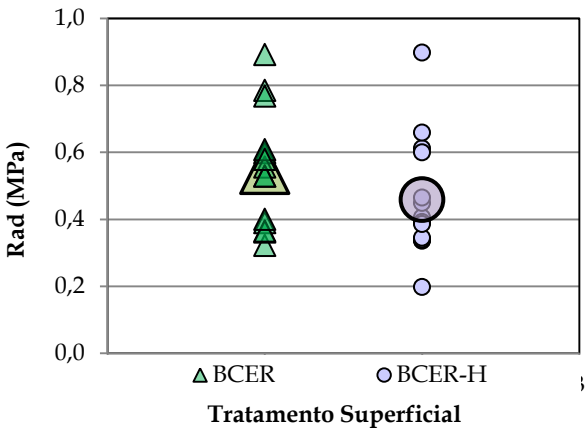
Tabela 7 – Ângulo de contato de uma gota de água deionizada em diferentes substratos.

Tabela 8

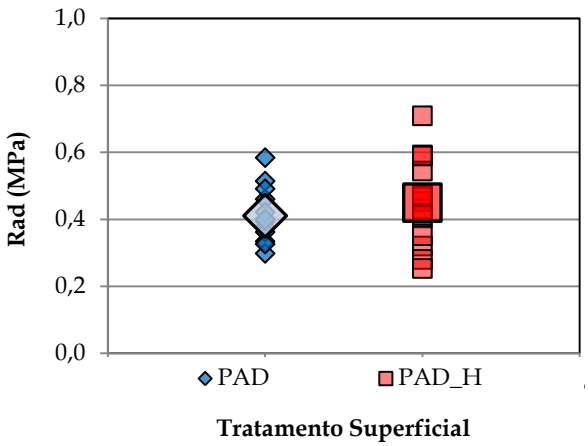
Substrato	*n*	*Média*	*CV (%)*
Bloco cerâmico	30	35,4°	20
Bloco cerâmico - H	30	100,1°	10
Substrato padrão	12	43,3°	11
Substrato padrão - H	12	101,1°	5,9
Porcelanato	30	63,9°	8,7
Porcelanato - H	30	92,7°	8,6

Resistência de aderência à tração

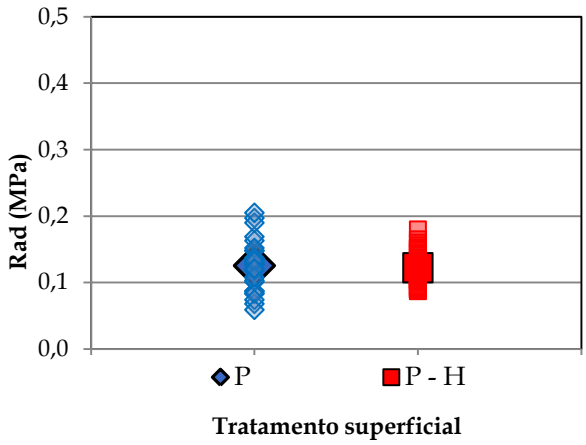
- Argamassa industrializada – revestimento – descrita no capítulo 3.
- Ensaios após 14 dias da aplicação da argamassa;



(a) Bloco cerâmico



(b) Substrato padrão



(c) Porcelanato

Figura 7 – Resistência de aderência à tração aos 14 dias de substratos diferentes com e sem a aplicação de silano na superfície. A argamassa utilizada foi mantida constante.

APENDICE B

INFLUÊNCIA DO TEOR DE LIGANTE
DA MATRIZ PARA ADERÊNCIA

Estudo Piloto 1: Efeito do teor de ligante da matriz na aderência

A substituição do ligante por finos calcários na aderência foi avaliada comparando-se uma argamassa de referência com traço 1:3 (cimento:areia) em volume e duas argamassas confeccionadas com finos calcários com granulometria distintas em teores de 15%; 30%; 45% e 60% em substituição ao volume de cimento. Foram utilizados os mesmos materiais descritos no capítulo 4. A distribuição granulométrica da areia e o teor de água foram mantidos constantes, sendo esse último igual a 18%.

As argamassas foram misturadas em um misturador de bancada (*Hobart)* adicionando-se água ao pó, previamente homogeneizado, com auxílio de funil de vazão controlada. Durante 2 min, a mistura foi executada em velocidade igual a 140 rpm (velocidade 1) e, por mais 3 min a 500 rpm (velocidade 3).

O desempenho mecânico das argamassas foi avaliado por ensaios de resistência à tração por compressão diametral. As argamassas foram aplicadas em blocos cerâmicos hidrofugados para evitar o efeito da sucção do substrato. A aderência substrato-argamassa foi determinada pela resistência de aderência à tração após 14 dias da aplicação da argamassa. Os resultados da resistência de à tração das argamassas e resistência de aderência do sistema são apresentados nas Figuras 1 e 2, respectivamente.

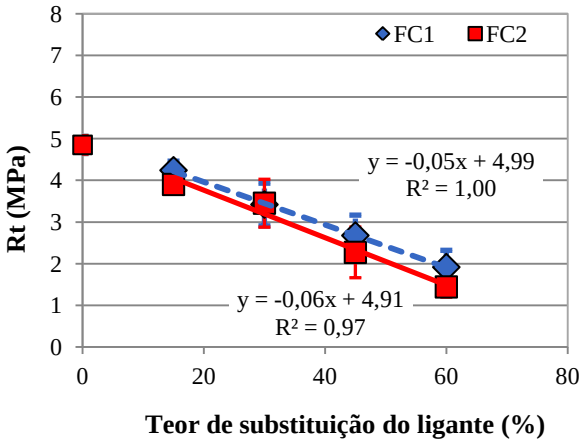


Figura 1 – Resistência à tração das argamassas em função do teor de substituição do ligante por fino calcário aos 14 dias. Nenhuma medida foi feita para teores abaixo de 15%.

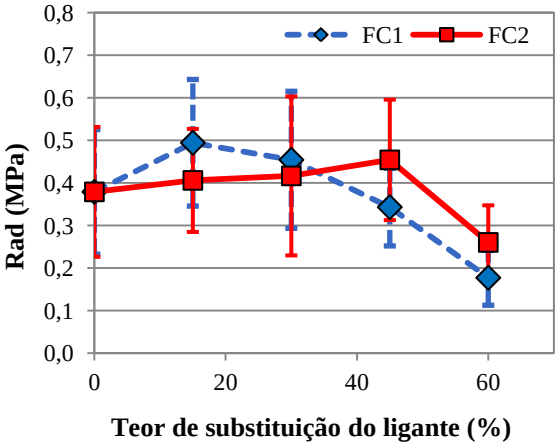


Figura 2 – Resistência de aderência à tração em função o teor de substituição do ligante por fino calcário aos 14 dias. Todas as argamassas apresentaram ruptura na interface com o substrato.

Os resultados obtidos mostram que a resistência à tração das argamassas diminui com o aumento do teor de substituição do ligante por fino calcário. A finura e a distribuição granulométrica são parâmetros importantes, pois a substituição do ligante pelo calcário mais fino (FC1) resultou um aumento médio de cerca de 20% da resistência à tração em comparação com o FC2.

A variabilidade dos resultados de aderência é muito elevada e há uma dispersão significativa nos dados. No entanto, a substituição do ligante pelos finos calcários em até 30% não reduziu a resistência de aderência em ambos os finos estudados. A redução da aderência observada para os teores mais elevados de FC1 pode ser resultado da aglomeração de grande quantidade de partículas finas ao sistema, o que não ocorre com FC2. A aglomeração das partículas aumenta o tamanho efetivo das partículas, reduzindo o empacotamento e aumentando os defeitos na interface substrato-argamassa. Esse efeito deve ser confirmado com uma investigação mais profunda pelo uso de aditivos dispersantes ao sistema e controle das características reológicas.

Estudo Piloto 2: Determinação do teor ideal de dispersante para argamassa de referência

Para determinar o teor ideal de aditivo para a argamassa de referência foram investigados os teores de 0%; 0,02%; 0,025%; 0,0275% e 0,035% em relação à massa total de sólidos. O teor de água foi mantido constante em 16,5%. As argamassas foram misturadas em reômetro rotacional em velocidade de 500 rpm por 5 min. Logo após a mistura, as argamassas

eram submetida ao ciclo de cisalhamento.

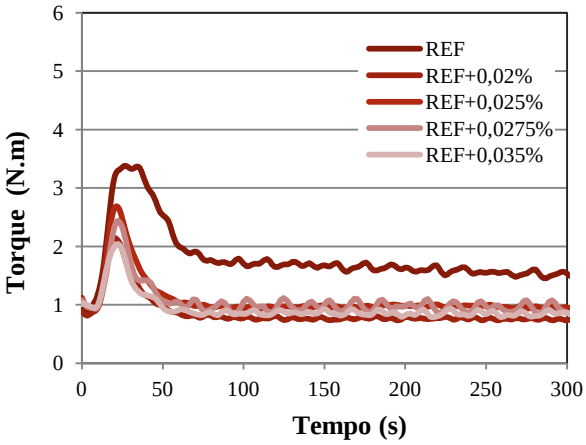


Figura 3 – Curva de mistura torque vs. tempo das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

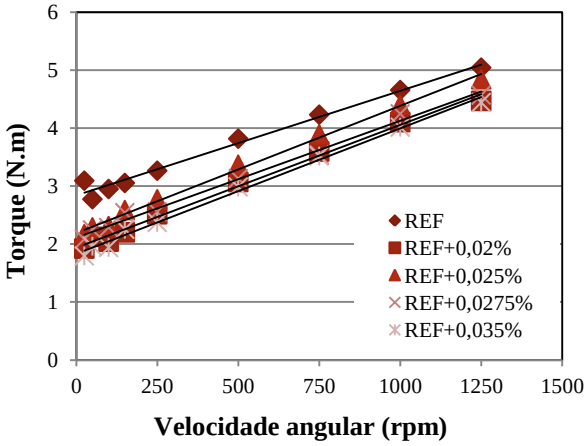


Figura 4 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

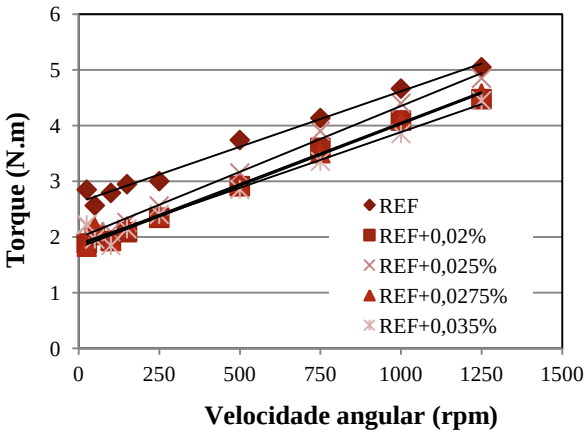


Figura 5 – Curva de desaceleração obtida após ciclo de cisalhamento das argamassas de referência com e sem o uso de dispersante.

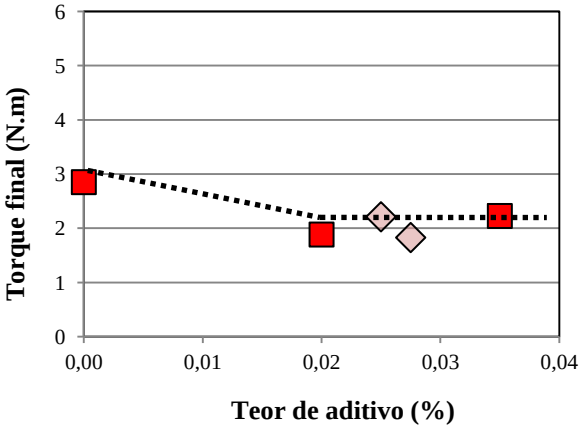


Figura 6 – Torque final após o ciclo de cisalhamento em função do teor de dispersante da argamassa de referência.

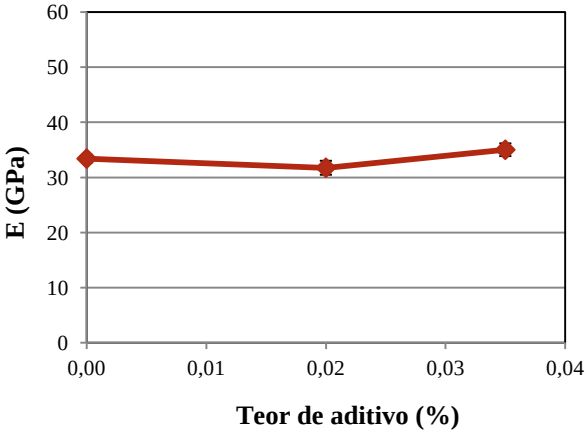


Figura 7 – Módulo de elasticidade da argamassa de referência em função do teor de dispersante.

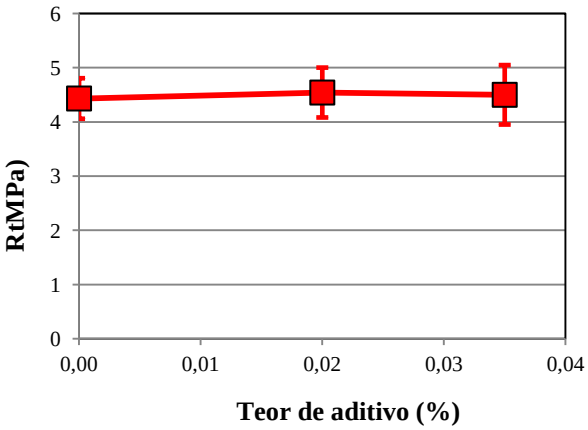


Figura 8 – Resistência à tração da argamassa de referência em função do teor de dispersante.

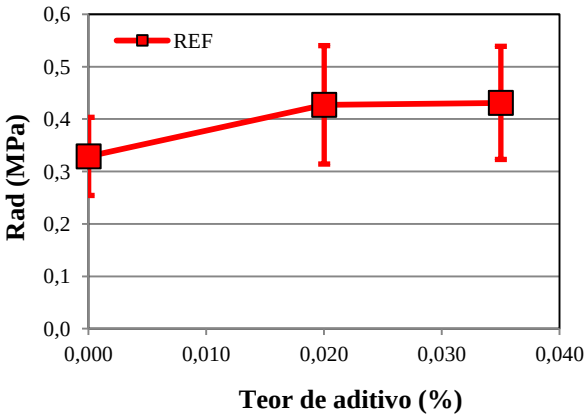


Figura 9 – Resistência de aderência à tração em função do teor de dispersante da argamassa de referência.

O comportamento reológico da argamassa foi influenciado pelo uso do dispersante, há uma redução do nível de torque em comparação a mistura sem aditivo. Observa-se que o torque final permaneceu praticamente constante e não há variação entre os trechos de aceleração e desaceleração para teores de aditivo superiores a 0,02%. Além disto, as propriedades mecânicas e a resistência de aderência não sofrem alterações significativas com parando os teores de 0,02% e 0,035%. Mesmo sabendo que cada matriz particulada possui um teor ideal que irá variar em função da área superficial e das características químicas da superfície, adotou-se 0,02% de dispersante como o teor ideal para todas as argamassas a fim de evitar comparações com teores distintos.

B3. RESULTADOS ADICIONAIS

Ciclos de cisalhamento – Curvas de aceleração e desaceleração

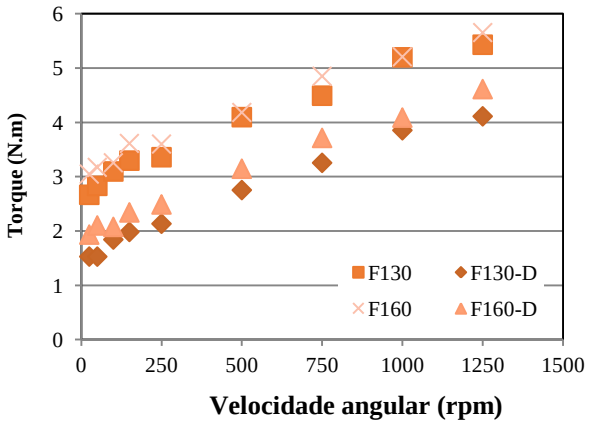


Figura 10 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário mais fino (F1) com e sem o uso de dispersante.

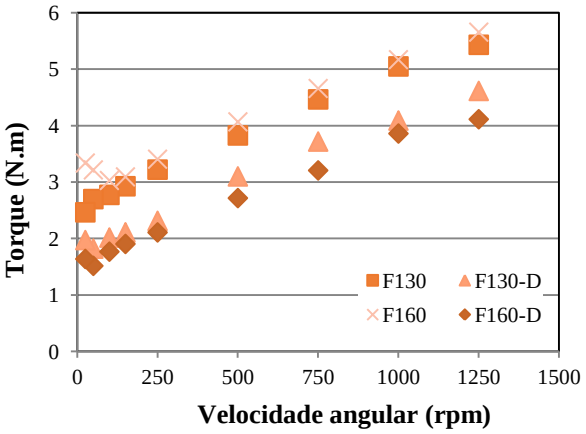


Figura 11 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário mais fino (F1) com e sem o uso de dispersante.

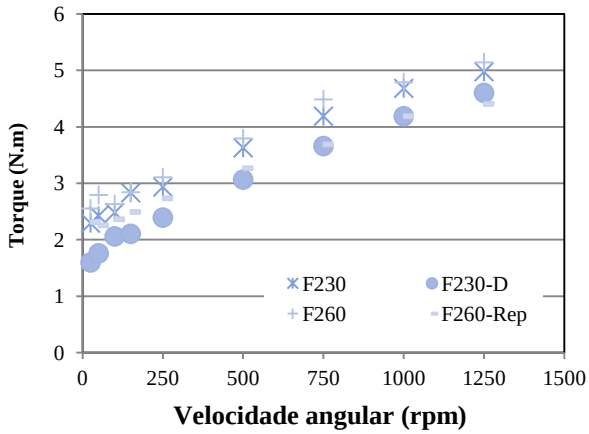


Figura 12 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário com granulometria similar ao cimento (F2) com e sem o uso de dispersante.

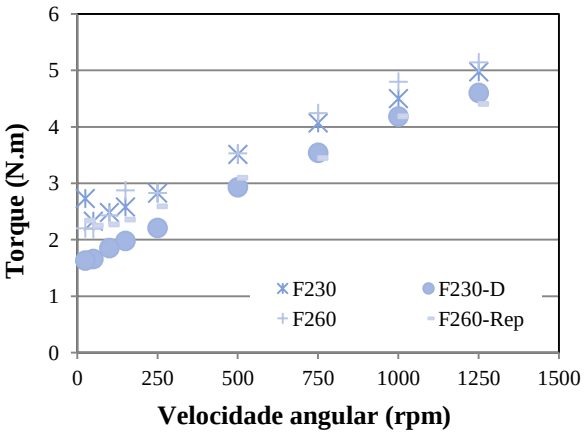


Figura 13 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com fino calcário com granulometria similar ao cimento (F2) com e sem o uso de dispersante.

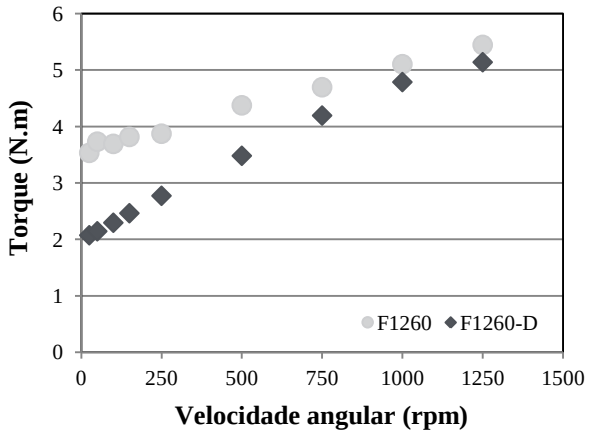


Figura 14 – Curva de aceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.

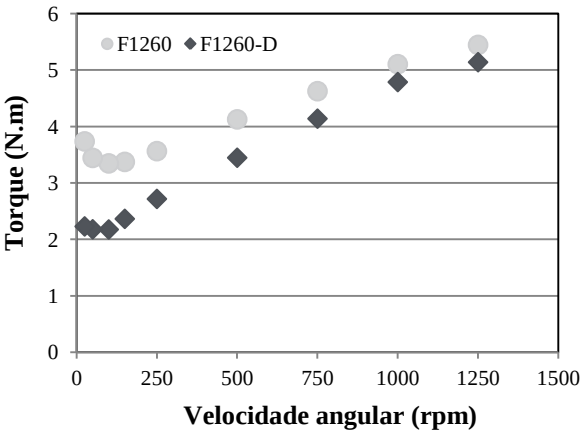


Figura 15 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.

Módulo de elasticidade dinâmico x resistência à tração das argamassas

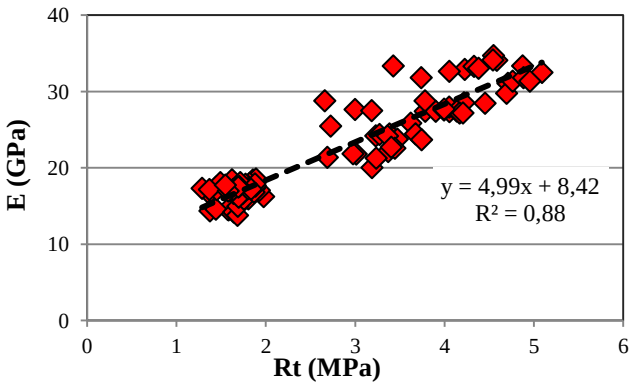


Figura 15 – Curva de desaceleração obtida após o ciclo de cisalhamento das argamassas com a combinação dos dois finos calcários (F12) para o teor de 60% com e sem o uso de dispersante.