UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA POLITÉCNICA

FRANCO ANCONA GRANDES

**Mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial de
argamassas em squeeze flow**

São Paulo
2019

FRANCO ANCONA GRANDES

**Mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial de
argamassas em squeeze flow**

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia de
Construção Civil e Urbana

Orientador: Prof. Dr. Rafael Giuliano Pileggi

São Paulo

2019

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 _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Grandes, Franco Ancona

Mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial de argamassas em squeeze flow / F. A. Grandes -- versão corr. -- São Paulo, 2019.
138 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil.

1.Argamassa 2.Reologia 3.Squeeze flow 4.Distribuição de pressão
5.Separação de fases I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia de Construção Civil II.t.

RESUMO

Argamassas no estado fresco são suspensões heterogêneas multifásicas com grande extensão granulométrica, tendo um comportamento relativamente complexo. Para a sua caracterização reológica já é empregado o ensaio de *squeeze flow*, método normalizado (ABNT NBR 15839/2010) que fornece informações importantes sobre o fluxo das argamassas em condições similares às de aplicação prática. No entanto, alguns fenômenos relevantes relacionados ao *squeeze flow* de suspensões não podem ser diretamente avaliados somente através da resposta padrão do ensaio (curva carga ou tensão vs. deslocamento), como o tipo de fluxo e a ocorrência de separação de fases, não havendo ainda um método consolidado para investigação destes efeitos. Neste contexto, uma técnica de mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial é apresentada como ferramenta para a complementação do método, visando permitir uma análise mais aprofundada durante o ensaio de *squeeze flow* em argamassas, nas configurações de área e de volume constante, que podem fornecer informações diferentes. Um método de quantificação gravimétrica da separação de fases foi empregado ainda para verificação do fenômeno. Essa metodologia inovadora requer desenvolvimento, e dessa forma são analisados, além da influência de variáveis do material, aspectos do ensaio e diferentes procedimentos de tratamento e calibração dos dados desenvolvidos para análise dos resultados. Modelos teóricos são utilizados para a comparação das distribuições de pressão experimentais com previsões para fluidos de comportamento conhecido, o que ajuda a indicar o tipo de fluxo predominante. O método desenvolvido mostrou grande potencial para a análise de fluxos complexos, sobretudo suspensões concentradas, e contribui com a ampliação do conhecimento sobre o comportamento reológico de argamassas e os fatores que o influenciam.

Palavras-chave: Squeeze flow. Distribuição de pressão. Argamassas. Reologia. Separação de fases.

ABSTRACT

Mortars while in fresh state are multiphasic heterogeneous suspensions with wide granular extension, presenting a relatively complex behavior. For rheological evaluation the squeeze flow test is already employed, being a standard test (ABNT NBR 15839/2010) and providing relevant information about the flow behavior of mortars under conditions which are similar to those in practical situations. Nevertheless, important phenomena related to the squeeze flow of suspensions cannot be directly assessed by the usual results from the test (load or stress vs. displacement curves), like type of flow and the occurrence of phase separation. There is not yet a stablished method for the investigation of these effects. In this context, a dynamic pressure mapping technique is presented as a tool in addition to the method, aiming to achieve a more thorough analysis during the squeeze flow of mortars, both in constant area and constant volume configuration, which can provide different information. A phase separation quantification method was employed to validate the phenomenon. This original methodology require development, thus aspects regarding the test setup are analyzed, besides the influence of material, and different data treatment and calibration procedures developed for the analysis of test results. Theoretical models are employed for comparison between experimental pressure distribution and predictions for fluids with known behavior, which aids in the determination of flow regime predominance. The developed method has shown great potential for the analysis of complex fluids, especially concentrated suspensions, and contributes to the expansion of knowledge on the rheological behavior of mortars and the influencing factors.

Keywords: Squeeze flow. Pressure distribution. Mortars. Rheology. Phase separation.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Chiara e Celio, à minha irmã Luisa, aos meus tios, e à minha namorada Cibele, pelo constante apoio e incentivo durante todas as etapas dessa jornada, a quem eu também dedico essa dissertação. E ainda a todos os familiares e amigos que entenderam as dificuldades do processo e me apoiaram no percurso.

Ao Prof. Rafael Pileggi, pela orientação e suporte desde a iniciação científica, e pela confiança depositada em mim na realização deste trabalho. Ao Dr. Fábio Cardoso pelo acompanhamento próximo e ensinamentos desde o início deste projeto. Também pela disponibilidade, compreensão e paciência sempre que precisei. Ao Victor Keniti Sakano pela parceria especialmente nas primeiras etapas do trabalho, com apoio no desenvolvimento inicial das análises e planilhas, e outros projetos em conjunto. À Andressa Rego pelo apoio com os ensaios realizados.

À Engracia Bartuciotti pelo apoio nas questões administrativas do LME e pelas conversas. À Wandrea Dantas por sempre ter as respostas para as questões burocráticas do programa e a paciência para explicar e apoiar.

Aos colegas de laboratório, muitos que passaram pelo LME no período deste trabalho. Ao Dr. Markus Rebmann pelo acompanhamento nos meus primeiros passos no mundo acadêmico. Em especial Fábio, Victor, Gabriela V., Liz, Marco, Cecel, Gabriel, Gabriela S., Winnie, Yazmin, Daniel, Beatriz, Pedro, Natália, Roberto e tantos outros, pela convivência, discussões e ajuda sempre que necessário.

Ao Mario Takeashi, pelo apoio com as questões do laboratório e com as fotos, sempre disposto a ajudar. Genício, Jéssica e Adilson, igualmente. Ao Jason Marcouillier (Tekscan) e ao Gilberto Fuchs (GROM) pelas discussões técnicas e esclarecimentos sobre o sistema de mapeamento de pressão.

SUMÁRIO

1	Introdução	1
1.1	Justificativa e motivação	1
1.2	Objetivo	5
2	Revisão bibliográfica	6
2.1	O método <i>squeeze flow</i>	6
2.1.1	Configurações de ensaio	8
2.1.2	Condições de interface e regime de fluxo.....	11
2.1.3	Variável de controle durante o ensaio	12
2.1.4	Modelos	14
2.2	Separação de fases induzida em fluxos do tipo <i>squeeze flow</i>	18
2.2.1	Considerações teóricas	19
2.2.2	Métodos de avaliação da separação	21
2.3	Comportamento reológico de argamassas em <i>squeeze flow</i>	24
2.4	Monitoramento de pressão interfacial no <i>squeeze flow</i>	27
2.4.1	Mapeamento dinâmico de pressão.....	29
3	Metodologia.....	33
3.1	Matérias-primas	34
3.2	Formulação das argamassas	36
3.3	Mistura e propriedades no estado fresco	37
3.4	<i>Squeeze flow</i>	38
3.5	Monitoramento da distribuição de pressão interfacial	41
3.6	Quantificação da separação de fases	43
4	Avaliação de argamassas por <i>squeeze flow</i> com área constante associado a mapeamento de pressão.....	46
4.1	<i>Squeeze flow</i> e separação de fases.....	46
4.2	Distribuição de pressão em escala bruta	52

4.3	Distribuição de pressão experimental comparada a modelos teóricos.....	58
4.3.1	Calibração dos dados de mapeamento de pressão.....	59
4.3.2	Tratamento dos dados de distribuição de pressão calibrados	60
4.3.3	Análise das distribuições de pressão em cortes radiais	63
4.3.4	Determinação do K_i para o modelo plástico.....	73
4.3.5	Comparação com modelos em análise de raio médio	75
4.4	Investigação da relaxação após o ensaio	82
4.5	Conclusões do capítulo	85
5	Avaliação de argamassas por squeeze flow com volume constante associado a mapeamento de pressão.....	88
5.1	<i>Squeeze flow</i> e distribuição de pressão em dados brutos	88
5.2	Área medida pelo sensor e área teórica.....	92
5.3	Distribuição de pressão experimental comparada a modelos teóricos.....	98
5.3.1	Definição do raio da amostra e determinação de K_i	98
5.3.2	Calibração dos dados de mapeamento de pressão.....	100
5.3.3	Comparação com modelos em análise de raio médio	102
5.3.4	Análise de erros.....	108
5.4	Conclusões do capítulo	112
6	Considerações finais	114
6.1	Sugestões para trabalhos futuros	115
6.2	Produção científica.....	117
7	Referências bibliográficas	120

1 INTRODUÇÃO

1.1 Justificativa e motivação

Argamassas quando no estado fresco podem ser descritas como suspensões heterogêneas, concentradas e reativas, com grande extensão granulométrica. Desta forma, estão presentes nestes materiais desde partículas finas, da ordem de micrômetros, sujeitas principalmente a forças de superfície, até grãos maiores, chegando à ordem de alguns milímetros, em que prevalecem as forças de massa. Além disso, o uso de fibras, de aditivos com efeitos diversos e o ar incorporado em diferentes teores são outros fatores que alteram a composição e o comportamento no estado fresco (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011).

O comportamento reológico destes materiais, portanto, é complexo e de difícil caracterização. A sua natureza multifásica faz com que no fluxo de argamassas estejam presentes os fenômenos de contatos entre partículas e intertravamento, segregação de fases, concentração de tensões, escorregamento e atrito com outras superfícies, por exemplo (MASCIA; WILSON, 2007). Este comportamento pode trazer complicações para a sua aplicação (CARDOSO et al., 2010). É possível ainda que o produto final torne-se heterogêneo, o que pode gerar problemas no material após o endurecimento, como manchas e fissuras, inclusive tendo impacto sobre suas propriedades físicas (COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004; CARDOSO, 2009).

Apesar da relevância do estado fresco, tradicionalmente pouco esforço era feito na caracterização do comportamento reológico de argamassas empregadas na construção civil. Isso explica-se por uma série de fatores, como o baixo custo relativo do material e o atraso na industrialização da produção. Com a evolução do setor nas últimas décadas, no entanto, notou-se gradativamente a necessidade da avaliação do estado fresco destes materiais, que fornece maiores informações para a sua formulação, estabelece um controle mais eficiente e mais rápido na produção e permite a adequação das argamassas a diversos tipos de aplicações e demandas (BANFILL, 1994; PILEGGI, 2001; CARDOSO et al., 2014a). Mesmo assim, inicialmente a caracterização reológica de argamassas era realizada através de métodos simplificados que, embora apresentem algum tipo de informação, não definem completamente o comportamento do material.

Nesse sentido, alguns ensaios foram desenvolvidos com a intenção de avaliar a adequação da consistência do material a determinada situação. Um destes é o *dropping ball* (BSI, 1980), em que uma esfera é colocada em queda-livre sobre uma amostra de argamassa, e a penetração no material é medida. Alguns fatores podem distorcer o resultado do ensaio, como a sedimentação dos grãos mais grossos e a dificuldade de determinação da taxa de cisalhamento gerada pelo impacto (CARDOSO, 2009). Pensando em avaliar as propriedades isoladas da pasta, foi desenvolvido o teste do *mini-slump* (KANTRO, 1980). A ideia do ensaio é avaliar a tensão de escoamento da pasta e relacionar com a da argamassa ou do concreto. O ensaio é conveniente para a avaliação do efeito de aditivos dispersantes e sua dosagem, por exemplo, no entanto não representa o comportamento do produto final pela ausência dos agregados. Adaptando o método de *slump* para argamassas surgiu o teste da mesa de consistência (*flow table*) (BSI, 1984, 2009; ABNT, 2005b). Uma amostra de argamassa é moldada em formato de tronco-cone sobre uma mesa que sofre uma série de impactos gerados por quedas padronizadas. Mesmo se tratando de um ensaio dinâmico, a medida não permite dissociar o efeito da tensão de escoamento e o da viscosidade do fluido, e as condições de solicitação não reproduzem as mesmas da aplicação. O ensaio ainda é pouco sensível a alguns fatores como altos teores de ar incorporado, que faz com que argamassas tenham trabalhabilidade adequada segundo a percepção de trabalhadores, mesmo com baixo índice de consistência indicado pelo teste (CAVANI; ANTUNES; JOHN, 1997).

A adoção destes ensaios pela indústria da construção civil se deu principalmente devido ao baixo custo e à facilidade de sua implementação. Contudo, estes são métodos de avaliação reológica limitados, pois analisam o material somente em uma única condição de solicitação, o que não é suficiente para determinar o seu comportamento (BANFILL, 1991), além de não representar o nível de solicitação que as argamassas em geral são submetidas durante a aplicação. Para uma avaliação mais extensa dos materiais cimentícios, é interessante a utilização de conceitos de reometria, que se baseiam em equipamentos que permitam a medição da resposta do material a diferentes tensões ou taxas de cisalhamento impostas (BANFILL, 1994, 2006; PILEGGI, 2001). Desta forma, os reômetros podem determinar parâmetros que se adequam a modelos reológicos para indicar o comportamento do material de forma mais completa.

A maioria dos reômetros disponíveis no mercado têm configuração para ensaios em materiais como polímeros, tintas e alimentos, já que nestas indústrias os estudos de reologia são já muito mais fundamentados e difundidos. O tipo de reômetro, a geometria e o método de controle do ensaio devem ser escolhidos de acordo com o material a ser analisado e a sua aplicação (STEFFE, 1996; SCHRAMM, 2006). Por isso, para a avaliação de materiais cimentícios, uma série de equipamentos adaptados foram desenvolvidos em centros de pesquisas ao redor do mundo nas últimas décadas (BANFILL, 1991; PILEGGI, 2001; SAKANO, 2016). Cada um destes reômetros apresenta suas vantagens e limitações, de acordo com a utilização para a qual eles foram projetados.

Na análise de argamassas, dependendo de suas propriedades reológicas, alguns problemas podem ocorrer durante o ensaio de reometria rotacional. A separação de fases, por exemplo, pode surgir devido tanto à sedimentação gravitacional quanto ao próprio fluxo do material durante ensaio, causando uma segregação radial da amostra especialmente em equipamentos nos quais a geometria (raquete ou “impeller”) permanece fixa e o recipiente é que gira (CARDOSO, 2009; CARDOSO et al., 2014a; SAKANO, 2016). Pode ainda ocorrer a adesão do material à superfície da geometria, o que interfere no ensaio (PILEGGI, 2001). Além disso, apesar de ter a vantagem de permitir a análise em diversos níveis de cisalhamento, a reometria rotacional também não representa exatamente a mesma condição à que a maior parte dos tipos de argamassas são submetidas durante a aplicação.

Durante o processamento e a aplicação das argamassas, o material no estado fresco é submetido a solicitações que envolvem compressão e restrição geométrica. Esse tipo de fluxo relaciona-se com um ensaio denominado *squeeze flow*, que consiste na compressão de uma amostra entre duas placas paralelas, com deformação ou força controlada. O *squeeze flow* é utilizado em uma ampla gama de materiais (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005) e vem ganhando espaço no estudo de diversos tipos de materiais cimentícios, como: pastas (MIN; ERWIN; JENNINGS, 1994; PHAN; CHAOUICHE, 2005; CARDOSO et al., 2015); argamassas para extrusão (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005); argamassas reforçadas com fibras (CHALENCON et al., 2016); argamassas de assentamento (HENDICKX, 2009); e argamassas de revestimento (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a). Além do uso acadêmico, o ensaio vem sendo utilizado também pela indústria, sendo de fácil

implementação e baixo custo relativo, já que pode ser realizado em qualquer prensa, equipamento comum em laboratórios e fábricas. Devido ao crescente uso, foi inclusive criada uma norma padronizando o procedimento de ensaio para argamassas de assentamento e revestimento (ABNT, 2010).

O *squeeze flow* fornece informações relevantes sobre o comportamento reológico macroscópico das argamassas em condições próximas a situações práticas (espalhamento para a maioria dos tipos de argamassas; também nivelamento e acabamento para as de revestimento; compressão pelo posicionamento da peça para as colantes; compressão pelo posicionamento do bloco para as de assentamento), mas apesar da simplicidade de execução, o ensaio na verdade tem uma resposta complexa e a sua interpretação não é trivial. Pela riqueza de detalhes sobre o fluxo, muitas vezes o usuário tem dificuldades ou não sabe como extrair as informações possíveis de se obter. A análise é mais complicada, por exemplo, do que a da reometria rotacional, pois o fluxo imposto nem sempre é constante e de cisalhamento puro. Além disso, a solicitação em *squeeze flow* ativa fenômenos específicos, relacionados à situação da aplicação, que não ocorrem da mesma forma em outros tipos de ensaios. No entanto, há condições que não são explicitadas pelo resultado do ensaio, que é relacionado à força normal total necessária para impor o deslocamento. Há a possibilidade de diferentes tipos de fluxo (cisalhamento, elongacional, ou ainda um comportamento misto). Quando em materiais com comportamento aproximadamente homogêneo, os tipos de fluxos relacionam-se a diferentes distribuições de pressão ao longo da amostra (KOTSIKOS et al., 1996). Sabe-se também que existem fenômenos de menor escala, como o embricamento localizado gerado pelo atrito entre as partículas e pelo fluxo diferencial entre as fases. Estes fatores influenciam o fluxo, mas não são diretamente identificados pelo *squeeze flow*.

A separação de fases é um fenômeno muito relevante para o fluxo de suspensões, e a sua ocorrência durante o ensaio de *squeeze flow* é importante para a prática, já que as condições de solicitação são similares. Em situações reais, a segregação pode trazer complicações durante a aplicação, como problemas em bombas (entupimento de mangotes e projeção heterogênea) ou a dificuldade de espalhamento (causando uma queda na produtividade da mão-de-obra), e também no estado endurecido (devido a heterogeneidades microestruturais). Assim, na caracterização reológica, a

ocorrência de separação deve ser considerada na análise. Dada a relevância do fenômeno, alguns procedimentos foram desenvolvidos para avaliar a separação de fases que ocorre durante o ensaio em suspensões (ROUSSEL; LANOS, 2004; MASCIA et al., 2006; CARDOSO, 2009). As técnicas de quantificação da segregação, no entanto, são trabalhosas, têm algumas limitações e só podem ser realizadas após o final do ensaio, o que pode gerar imprecisões e problemas de medição. Desta forma, a análise em tempo real dos efeitos da separação de fases no fluxo é importante.

Algumas técnicas foram aplicadas em associação ao *squeeze flow* para a avaliação da distribuição de pressão em materiais como polímeros (KOTSIKOS; GIBSON, 1998), fluidos Newtonianos, argilas e alimentos (YATES, 2003), e suspensões de microesferas em silicone de alta viscosidade (NIKKHOO et al., 2013). Verificou-se que esse tipo de análise pode resultar em esclarecimentos sobre o regime de fluxo e sobre os efeitos da separação de fases, informações muito relevantes principalmente para o estudo do comportamento de suspensões. Contudo, o potencial destas técnicas em argamassas ainda não foi explorado.

1.2 Objetivo

Neste contexto, o objetivo deste trabalho é estudar o comportamento reológico de argamassas através do método de *squeeze flow* complementado pela técnica de monitoramento da distribuição de pressão interfacial, nas configurações de ensaio de área constante e volume constante.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O método *squeeze flow*

O *squeeze flow* é um ensaio reológico que consiste na compressão de uma amostra entre dois elementos, criando um fluxo de espalhamento. Devido à sua versatilidade e outras vantagens, o método é empregado há mais de um século em diversas áreas do conhecimento e classes de materiais (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005), como, por exemplo: alimentos (CASIRAGHI; BAGLEY; CHRISTIANSON, 1985; CAMPANELLA; PELEG, 1987; STEFFE, 1996); polímeros (SHULER; ADVANI, 1996; GIBSON et al., 1998; KOTSIKOS; BLAND; GIBSON, 1999; TÖRNQVIST; SUNDERLAND; MÅNSEN, 2000); cosméticos (MEETEN, 2000); fluidos de biotecnologia (PHAN-THIEN; NASSERI; BILSTON, 2000; NICOSIA; ROBBINS, 2001; NASSERI; BILSTON; TANNER, 2003); e cerâmicas (N. ÖZKAN et al., 1999; KOLENDA et al., 2003; INO, 2017). Para materiais cimentícios a aplicação do método vem ganhando destaque (MIN; ERWIN; JENNINGS, 1994; PHAN; CHAOUICHE, 2005; CARDOSO et al., 2015), especialmente para argamassas (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; HENDICKX, 2009; CHALENCON et al., 2010).

Dependendo também das propriedades do material analisado, o ensaio pode ser realizado em diferentes configurações, sendo que aquelas baseadas em eixos de simetria facilitam análises matemáticas. Para a maior parte dos fluidos, a compressão de uma amostra cilíndrica entre duas placas paralelas é indicada (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005). No decorrer do ensaio controla-se a velocidade de aproximação das placas ou a força de compressão aplicada à amostra, enquanto a outra variável é medida. Assim, cria-se um fluxo na direção radial, podendo incluir forças de diferentes naturezas, como cisalhamento ou elongação.

O método apresenta vantagens em relação a outras técnicas tradicionais. Evita, ou contorna, problemas que podem acontecer durante ensaios de reometria rotacional, como, por exemplo: a perda de validade dos resultados por escorregamento na interface entre o material e a geometria cisalhante; surgimento de rupturas em materiais plásticos; dificuldade de carregamento em fluidos altamente viscosos ou sólidos deformáveis; e enovelamento de fibras em compósitos poliméricos ou cimentícios (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005; LEIDER; BIRD, 1974;

SHULER; ADVANI, 1996; KOTSIKOS et al., 1996; CHALENCON et al., 2010; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; SAKANO, 2016). A ocorrência de fenômenos como esses citados durante o *squeeze flow* não impede sua continuidade, devendo apenas ser considerada na análise.

A execução do teste é relativamente simples, podendo ser realizado com diferentes configurações geométricas, tanto em reômetros quanto em máquinas universais de ensaio. Com isso, permite a avaliação de materiais em diferentes níveis de consistência, abrangendo um amplo espectro de viscosidades, fluidos com tensão de escoamento, compósitos complexos e suspensões granulares heterogêneas com diversas concentrações de sólidos e extensões granulométricas (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005; LEIDER; BIRD, 1974; SHULER; ADVANI, 1996). A restrição geométrica imposta na amostra, inerente ao ensaio, também é uma característica fundamental, pois simula as condições existentes em situações práticas para diversos tipos de materiais, como compressão e moldagem por injeção, extrusão, bombeamento e colagem de folhas cerâmicas, por exemplo.

O método *squeeze flow* é particularmente interessante para materiais cimentícios, pois as condições do ensaio são muito similares às solicitações envolvidas em diferentes situações do processamento e aplicação de pastas de cimento, argamassas, grautes e concretos, por exemplo: fluxo do material através de uma tubulação e de um bocal durante bombeamento, injeção ou projeção; espalhamento sobre uma superfície e acabamento com compactação por uma ferramenta; compressão entre tijolos, blocos ou placas em assentamento; compressão da pasta entre agregados dentro de um concreto; extrusão, especialmente considerando a nova tendência de impressão 3D. Além disso, a configuração de ensaio pode ser adaptada para se adequar às características do material, o que é essencial para materiais cimentícios, que podem apresentar diferentes extensões granulométricas, concentrações e propriedades reológicas em geral (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a).

Devido às vantagens explicitadas, o *squeeze flow* vem sendo utilizado para a caracterização reológica de diferentes tipos de materiais cimentícios, incluindo: pastas (MIN; ERWIN; JENNINGS, 1994; PHAN; CHAOUICHE, 2005; CARDOSO et al., 2015); argamassas para extrusão (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005); argamassas reforçadas com fibras (CHALENCON et al., 2010, 2016); argamassas de

assentamento (HENDICKX, 2009); e argamassas de revestimento (CARDOSO, 2009; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a). No Brasil, o teste vem sendo aplicado tanto pela indústria quanto pela academia, demonstrando a relevância do método. Isso culminou, inclusive, na criação de um procedimento padrão para a análise de argamassas de assentamento e revestimento (ABNT, 2010).

Uma série de fatores influenciam as características do fluxo do material submetido ao *squeeze flow*, incluindo parâmetros e condições que variam durante o ensaio, sendo importante controlá-los ou conhecê-los para determinar aspectos reológicos do material.

2.1.1 Configurações de ensaio

Dentre as configurações de ensaio axissimétricas (ou seja, com simetria rotacional) com compressão de uma amostra cilíndrica entre placas circulares paralelas, podem existir diferentes relações geométricas entre a amostra e as placas. A Figura 1 ilustra as possíveis condições.

Figura 1 - Representação esquemática das configurações usuais do *squeeze flow*: (a) área constante (AC) com placas com diâmetros iguais; (b) área constante com placas com diâmetros diferentes; (c) *squeeze flow* “imperfeito”; e (d) volume constante (VC).

Fonte: elaborado pelo autor

Se os diâmetros da amostra e da placa que a comprime coincidem, a configuração é denominada área constante, podendo ser executada tanto com placas de tamanhos iguais (CHATRAEI; MACOSKO; WINTER, 1981; COVEY; STANMORE, 1981; CAMPANELLA; PELEG, 1987; KOTSIKOS et al., 1996; POITOU; RACINEUX, 2001; KOLENDA et al., 2003; ROUSSEL; LANOS, 2004; MASCIA; WILSON, 2007), como na Figura 1-a, quanto com uma placa inferior de maior dimensão (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; KOUASSI-KOFFI et al., 2010; YAN et al., 2010; CARDOSO et al., 2014a), como na Figura 1-b. A diferença entre ambos é que no primeiro caso o

material que flui para fora pode se desprender da amostra, dependendo de suas propriedades, enquanto no segundo caso o material extrudado permanece no prato inferior, sendo empurrado pelo material comprimido. No *squeeze flow* em área constante, a área comprimida é sempre conhecida, porém as condições de contorno na borda do material são de difícil previsão, e a influência do material que é extrudado não é evidente.

Um caso especial é denominado *squeeze flow* “imperfeito” (Figura 1-c), em que o diâmetro da placa superior é menor do que o da amostra, que por sua vez é confinada por uma borda presa à placa inferior, formando uma espécie de “piscina” (LEE; PELEG, 1992; MIN; ERWIN; JENNINGS, 1994; DAMRAU; PELEG, 1997; PILEGGI et al., 2007; CARDOSO et al., 2009; SAKANO et al., 2018). Essa configuração é indicada principalmente para materiais com tensão de escoamento muito baixa ou inexistente. Também é aplicada em casos críticos em que quaisquer perturbações na amostra precisam ser evitadas antes do ensaio; o próprio container em que a amostra é preparada ou deixada para estabilização é utilizado para o ensaio. De uma forma geral, a condição é parecida com a de área constante, com a adição de novas incertezas e variáveis, como a influência do confinamento, do material que flui para cima da interface com a placa, e o efeito de forças de empuxo.

Já quando o diâmetro inicial da amostra é menor do que o das duas placas, a configuração é denominada volume constante (Figura 1-d). Há conservação da massa sendo comprimida, no entanto a área da amostra é variável durante o ensaio. Como toda a amostra fica sob compressão, o campo de velocidade depende apenas das condições de contorno nas interfaces entre amostra e placas (DENN; MARRUCCI, 1999).

Relativamente, a configuração de volume constante é menos recorrente na literatura. A fundamentação teórica é a mesma do caso de área constante, tendo sido estabelecida por Stefan no século XIX, mas um bom desenvolvimento para soluções analíticas focadas em fluidos Newtonianos sob *squeeze flow* com volume constante pode ser encontrado no trabalho de Dienes e Klemm (1946). Trabalhos teóricos mais recentes abordaram soluções para casos específicos, debateram diferenças entre configurações, e usaram modelagem e simulação para investigar efeitos peculiares nesse tipo de fluxo (LIPSCOMB; DENN, 1984; DENN; MARRUCCI, 1999; DEBBAUT, 2001). O método experimental foi também utilizado no estudo de alimentos

(CASIRAGHI; BAGLEY; CHRISTIANSON, 1985; STEFFE, 1996), pastas com comportamento plástico (ADAMS et al., 1991, 1997), pastas cerâmicas (RIBEIRO; FERREIRA; LABRINCHA, 2005), polímeros reforçados com fibras (BARONE; CAULK, 1986; SERVAIS; LUCIANI; MÅNSEN, 2002; LE CORRE et al., 2002; DUMONT et al., 2003, 2007), suspensões poliméricas incluindo partículas e fibras (ORGÉAS et al., 2008), suspensões granulares com comportamento dilatante (GONG et al., 2017), e argamassas cimentícias (CHALENCON et al., 2010, 2016; CARDOSO et al., 2014b).

Como envolvem diferentes condições, cada configuração pode levar a resultados distintos, sendo inclusive interessante realizar em um mesmo material ensaios tanto em área constante quanto em volume constante para uma análise mais detalhada (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005), especialmente em fluidos mais complexos. Apesar disso, poucos estudos foram realizados utilizando ambas as configurações num mesmo conjunto de materiais (LAUN, 1992; N. ÖZKAN et al., 1999; SERVAIS; LUCIANI; MÅNSEN, 2002; MEETEN, 2010; CARDOSO et al., 2014b). Na verdade, a configuração de volume constante chega a ser preterida mesmo quando o *squeeze flow* é empregado para simular condições mais relacionadas a esta configuração do que ao caso de área constante (LEE et al., 1982). Normalmente, essa escolha é feita para manter uma área de interface de contato com a placa superior invariável durante o ensaio, excluindo a necessidade de considerar alterações em mais de uma dimensão da amostra.

Tipicamente, o material que flui para a região externa à placa solicitante na configuração de área constante é simplesmente desconsiderado. Já foi provado, no entanto, que essa pode ser uma simplificação exagerada em alguns casos, especialmente para materiais com tensão de escoamento considerável, com o material extrudado interferindo na força de compressão e levando a discrepâncias na análise reológica (MEETEN, 2010). Em casos específicos, considera-se inclusive que o material extrudado pode invalidar completamente os resultados obtidos, como para fluidos eletroreológicos e magnetoreológicos (MCINTYRE; FILSKO, 2007; DE VICENTE et al., 2011).

2.1.2 Condições de interface e regime de fluxo

Uma das principais influências no tipo de fluxo é a condição de contorno na interface entre o material e as placas, que altera o perfil de deformação no interior da amostra. Em uma situação sem atrito (escorregamento livre), a deformação é puramente elongacional e os esforços são equivalentes por toda altura da amostra. Já quando se considera que o material em contato com as placas tem velocidade nula (escorregamento nulo), a deformação se dá por cisalhamento (STEFFE, 1996; MEETEN, 2004). Ambas as situações são ilustradas na Figura 2. Destaca-se a deformação nas bordas da amostra: no fluxo elongacional puro o espalhamento é uniforme e as bordas permanecem perpendiculares às placas; em cisalhamento, no entanto, há curvatura das bordas, um fenômeno denominado *barreling* (MAVRIDIS et al., 1992). Além das propriedades reológicas do fluido, o conhecimento sobre a condição de interface é fundamental para a correta análise reológica do material em *squeeze flow* (ADAMS; J BRISCOE; KAMJAB, 1993; MEETEN, 2004).

Figura 2 - Esquematisação das diferentes condições de interface na configuração de volume constante do ensaio de squeeze flow.

Fonte: (CARDOSO, 2009)

As condições extremas, no entanto, dificilmente são garantidas, e o que normalmente se verifica é uma situação intermediária em que estão presentes tanto os esforços elongacionais quanto os de cisalhamento. É possível até mesmo observar diretamente casos em que a parte central da amostra se mantém fixa na interface, enquanto a parte mais externa escorrega, gerando o fluxo misto (ESTELLÉ et al., 2006). Vale ressaltar que a relação entre o diâmetro e a altura da amostra (D/h) também influencia o tipo de fluxo. As condições de interface, portanto, podem se alterar mesmo durante o ensaio. Em geral, à medida em que a altura da amostra diminui, a tendência ao cisalhamento aumenta (STEFFE, 1996; MEETEN, 2000, 2002).

Para avaliar diferentes condições, aproximar o ensaio da condição real de aplicação do material ou mesmo para estudar o efeito de diferentes condições de interface, o

nível do atrito pode ser modificado e controlado. A amplificação dos efeitos de atrito pode ser alcançada através da incorporação de lixas ou placas irregulares e rugosas (HOFFNER; GERHARDS; PELEG, 1998; MEETEN, 2004; TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005; CARDOSO et al., 2014b), enquanto o uso de superfícies hidrofóbicas ou fluidos lubrificantes em superfícies lisas privilegiam o escorregamento (BAGLEY; CHRISTIANSON; WOLF, 1985; CASIRAGHI; BAGLEY; CHRISTIANSON, 1985; HOFFNER; GERHARDS; PELEG, 1997). Mesmo assim, as condições ideais de escorregamento total ou nulo podem não ser alcançadas por completo. A determinação do tipo de comportamento predominante durante ensaios em geral não é trivial.

2.1.3 Variável de controle durante o ensaio

O *squeeze flow* analisa o fluxo do material sob compressão uniaxial. As principais variáveis de interesse diretamente relacionadas são a força de compressão e a velocidade de deslocamento da placa em direção à outra placa, alterando a altura da amostra. O ensaio pode ser realizado com a medição da primeira, mantendo-se a segunda sempre constante, ou vice-versa.

Ensaio em força constante são mais simples de serem realizados, pois precisam apenas de pesos sobre um conjunto de placas montadas em um eixo, e uma forma confiável de se registrar o deslocamento, como um transdutor (LVDT) (HUANG; KOKINI, 1993; MEETEN, 2000, 2002; CAMPANELLA; PELEG, 2002; CUA; SHAW, 2002). Com a força conhecida e fixa durante todo o ensaio, a aplicação de modelos reológicos para cálculo de parâmetros é facilitada, e se o ensaio for feito na configuração de área constante, fixa-se também a tensão. Dependendo do material e das condições de interface, atinge-se uma altura de equilíbrio, em que a placa se estabiliza. Essa condição indica a tensão de escoamento do material de maneira direta.

Com o controle por força, tanto a altura final da amostra quanto a taxa de deslocamento da placa em cada momento são determinadas pelo material. Isso é favorável para fluidos com comportamento homogêneo, pois permite a avaliação simples da resposta do material. Para suspensões, no entanto, a situação não é recomendável, pois estão sujeitas ao fenômeno de separação de fases (detalhado na seção 2.2). A condição no início do ensaio (maior velocidade de deformação) tende a contribuir para um fluxo mais homogêneo, mas com o andamento do ensaio a

velocidade diminui, sendo extremamente baixa no final. Isso faz com que a ocorrência de fluxo diferencial entre fases seja favorecida. Isso atrapalha a aplicação de modelos e, em certos casos, a medição da altura final pode ser condicionada também pela existência de macropartículas, como no caso de argamassas, e não mais pela resposta de fluxo do material.

O *squeeze flow* com velocidade de deslocamento controlada pode ser realizado em máquinas universais de ensaios ou em reômetros. É importante ressaltar que, apesar da velocidade axial ser constante, a taxa de deformação da amostra aumenta com a redução da altura. Isso contribui ainda mais para a característica de fluxo transiente do *squeeze flow*. A força de compressão tende a aumentar, podendo atingir um deslocamento máximo para uma força limite definida. A comparação entre múltiplas velocidades de ensaio é uma forma de se obter mais informações sobre o comportamento dos materiais analisados (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009).

Resultados de *squeeze flow* com controle e variação da velocidade de deslocamento em um amplo espectro de materiais evidencia a existência de diferentes comportamentos. Em geral, quando as características das solicitações e do material levam a um fluxo mais homogêneo, o fenômeno dominante é a resposta viscosa do fluido, e a força de compressão aumenta com a velocidade de deslocamento. Esse comportamento foi reportado em suspensões (N. ÖZKAN et al., 1999; KOLENDA et al., 2003; COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004; MASCIA; WILSON, 2008; SHAUKAT; SHARMA; JOSHI, 2012), alimentos (KOUASSI-KOFFI et al., 2010; YAN et al., 2010) e polímeros com fibras (SHULER; ADVANI, 1996; KOTSIKOS et al., 1996; KOTSIKOS; GIBSON, 1998; GIBSON; TOLL, 1999a; TÖRNQVIST; SUNDERLAND; MÅNSEN, 2000), por exemplo. A homogeneidade do fluxo normalmente está relacionada a uma viscosidade adequada da fase líquida (SAKANO et al., 2018), e mesmo fluidos pseudo-plásticos sob altas taxas de deformação podem apresentar uma resposta viscosa predominante em suspensões (COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004).

Por outro lado, quando ocorre separação de fases o comportamento observado é diferente. Em velocidades baixas a fase líquida tem mais tempo para permear pela estrutura granular, induzindo uma separação mais intensa e, conseqüentemente, aumentando a força de compressão em *squeeze* devido ao atrito entre partículas sólidas e travamento por imbricamento (COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004;

ROUSSEL; LANOS, 2004). Esse tipo de comportamento é comum em materiais cimentícios (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005; PHAN; CHAOUICHE, 2005; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a, 2014b, 2015). Apesar de também ser possível atingir fluxos mais homogêneos, com resposta viscosa predominante, através do emprego de aditivos (PHAN; CHAOUICHE, 2005; KUDO, 2012; CARDOSO et al., 2014a), muito frequentemente argamassas em *squeeze flow* representam uma situação crítica, com significativa influência de separação de fases.

Dependendo da faixa de velocidades aplicadas, é possível inclusive observar a transição entre esses dois comportamentos em um mesmo material (DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000; POITOU; RACINEUX, 2001; CHAARI et al., 2003; KOLENDA et al., 2003; MASCIA et al., 2006; KOTSIKOS; BLAND; GIBSON, 1999). Nesses casos, percebe-se a existência de uma velocidade crítica em que a mudança ocorre. Fundamentalmente, essa velocidade crítica está relacionada à permeabilidade intrínseca do meio granular e à viscosidade da fase líquida (SAKANO et al., 2018).

2.1.4 Modelos

A modelagem do fluxo em *squeeze flow* não é trivial e depende de uma série de fatores. Em primeiro lugar, é preciso conhecer as condições de contorno nas interfaces, que podem ser afetadas pelas características do material, pelas condições da interface e da superfície das placas e pela configuração do teste (ENGMANN; SERVAIS; BURBIDGE, 2005). Os modelos existentes definem três tipos de fluxo: (i) alongação pura quando a interface está completamente lubrificada (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002); (ii) cisalhamento puro quando não há escorregamento entre o material e as placas (CHATRAEI; MACOSKO; WINTER, 1981); e (iii) fluxo misto nas condições intermediárias, em que há escorregamento parcial (KOTSIKOS; GIBSON, 1998; SHERWOOD, 2005). A Figura 3 ilustra os perfis de velocidade e distribuição de pressão típicos de cada um desses tipos de fluxo, no caso de fluidos do tipo *power law*.

Figura 3 - Perfis típicos de velocidade e pressão para diferentes de condições de *squeeze flow* de um fluido do tipo *power law*.

Fonte: adaptado de (KOTSIKOS; GIBSON, 1998)

As condições de ensaio também têm influência, havendo modelos para a configuração de volume constante e outros para a de área constante; ainda há diferenças para os ensaios com velocidade de deslocamento constante e os com força constante. Por fim, é necessário assumir um modelo de comportamento reológico para o material. Engmann, Servais e Burbidge (2005) realizaram uma extensa revisão incluindo os modelos desenvolvidos para diversos casos.

A partir de certas hipóteses, cada modelo indica a relação entre a força e a deformação da amostra, e também o perfil da distribuição de pressão nas interfaces entre pratos e amostra correspondente àquelas condições. Destacam-se algumas soluções analíticas para a determinação da força e da distribuição de pressão durante o *squeeze flow* de: materiais Newtonianos em cisalhamento puro (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002); materiais Newtonianos em elongação pura (CHATRAEI; MACOSKO; WINTER, 1981); e materiais Newtonianos ou *power-law* em fluxo misto (LAUN; RADY; HASSAGER, 1999).

Quando ocorre cisalhamento puro para um fluido do tipo *power law* (ou seja, cujo comportamento reológico é regido por uma lei de potência) a distribuição de pressão pode ser calculada de acordo com a Equação 1. Algumas condições devem ser consideradas: a placa superior deve se aproximar com velocidade constante (v_0), gerando um regime de fluxo de estado quase-estacionário, e o movimento deve se

iniciar de uma altura muito menor do que o diâmetro do disco (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002).

$$P(r) = p_{atm} + \frac{3A_s v_0 R^2}{[H(t)]^3} \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right] \quad \text{Equação 1}$$

Na Equação 1, P é a pressão normal (em Pascal) na placa em função da posição radial r ; p_{atm} é a pressão atmosférica (em Pascal); $H(t)$ é a altura da amostra (em metros) em função do tempo; R é o raio da placa (em metros) e A_s é o índice de consistência em cisalhamento do fluido (Pa.s), proveniente do modelo de lei de potência (Equação 2).

$$\eta_s = A_s \dot{\gamma}^{m-1} \quad \text{Equação 2}$$

Na Equação 2, $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (em s^{-1}); m é o índice comportamental do fluido (adimensional) e η_s é a viscosidade aparente em cisalhamento. Se $m < 1$, o fluido apresenta comportamento pseudoplástico (ou *shear thinning*), e se $m > 1$, o fluido é denominado dilatante (ou *shear thickening*). Para o caso particular em que $m = 1$ a equação representa um fluido Newtoniano. Através de manipulação matemática, é possível determinar a força normal total em regime de cisalhamento puro (F_{shear}) necessária para manter o movimento da placa em velocidade constante (KOTSIKOS et al., 1996), como indicado pela Equação 3.

$$F_{shear} = \left(\frac{2n+1}{m} \right)^m \left(\frac{2\pi A_s R^{m+3}}{m+3} \right) \left(\frac{v_0^n}{H^{2m+1}} \right) \quad \text{Equação 3}$$

Considerando viscosidade constante ($m = 1$), ou seja, um fluido Newtoniano, e combinando a Equação 1 com a Equação 3, é possível prever a distribuição de pressão na amostra (Equação 4).

$$P(r) = \frac{2F_{shear}}{\pi R^4} (R^2 - r^2) \quad \text{Equação 4}$$

Por outro lado, quando o regime de fluxo é puramente elongacional (também chamado de extensão biaxial) para materiais Newtonianos, não há variação radial da pressão e a distribuição de pressão resultante é linear e constante (LEIDER; BIRD, 1974; KOTSIKOS; GIBSON, 1998), o que significa que a pressão pode ser calculada simplesmente dividindo a força normal total pela área da amostra.

Para materiais que apresentam tensão de escoamento e comportamento plástico perfeito, há um modelo (ROUSSEL; LANOS, 2003; COUSSOT, 2005) que foi empregado com resultados interessantes no estudo de pastas de argila (ROUSSEL; LANOS, 2003, 2004) e materiais cimentícios (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005). Esse modelo assume que o campo de tensões durante o fluxo é determinado por uma tensão de escoamento plástica (K_i), que pode ser determinada usando a sua relação com um parâmetro de força denominado “força reduzida” (F^*) e calculado a partir da força normal, como indicado na Equação 5.

$$F^* = \frac{Fh}{\pi R^3} = \frac{2K_i}{\sqrt{3}} * \frac{h}{R} + \frac{2K_i}{3} \quad \text{Equação 5}$$

Quando plotado em função de h/R , F^* deve indicar uma relação linear, caso as condições do modelo sejam atendidas. Para um fluxo sem escorregamento na interface entre a amostra e a superfície da placa, a distribuição de pressão de acordo com o modelo plástico perfeito é indicada pela Equação 6.

$$P(r) = \frac{2K_i}{h}(R - r) \quad \text{Equação 6}$$

O modelo plástico, apesar de conseguir explicar o fluxo em diversas situações, demonstra dificuldades no caso de materiais cimentícios concentrados em condições favoráveis à separação de fases (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005). Nesses casos, a condição de deformação plástica perfeita normalmente não ocorre em nenhum momento do teste, no máximo como uma transição breve; assim, a aplicação do modelo torna-se inviável.

Vale ressaltar que os modelos descritos anteriormente foram desenvolvidos para fluxos homogêneos. Para o caso de suspensões, quando ocorre separação de fases

ou quando o comportamento reológico é controlado predominantemente por fenômenos de contato entre partículas e atrito, as equações propostas precisam ser consideradas com cautela por não preverem essas situações. Comportamentos do tipo granular podem ser representados por modelos diferentes, como, por exemplo, o da condição de contorno de Coulomb (ADAMS et al., 1991), que requer parâmetros tanto do fluido quanto de atrito entre as partículas sólidas.

2.2 Separação de fases induzida em fluxos do tipo *squeeze flow*

Suspensões particuladas, tanto em situações práticas quanto durante o ensaio, estão sujeitas à ocorrência de separação de fases causada pelas tensões e deformações estabelecidas, um fenômeno extremamente relevante para materiais deste tipo. A ocorrência e a intensidade da separação de fases dependem de uma série de fatores, relacionados tanto a características das solicitações impostas quanto ao material e à sua composição (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; PHAN; CHAOUCHE, 2005; DELHAYE; POITOU; CHAOUCHE, 2000; POITOU; RACINEUX, 2001; COLLOMB; CHAARI; CHAOUCHE, 2004; ROUSSEL; LANOS, 2004).

Separação de fases em situações práticas

O fluxo relativo entre fase líquida e partículas pode acontecer durante a aplicação de argamassas, gerando uma série de problemas e dificuldades práticas. Dependendo da sua intensidade, pode levar a problemas de produtividade ligados a travamento de bombas durante a aplicação mecânica ou dificuldades de espalhamento na aplicação manual e acabamento (CARDOSO et al., 2010). Vale ressaltar que este tipo de separação de fases e os problemas por ela gerados também ocorrem no bombeamento de concreto ou em etapas de preenchimento de fôrmas, visto que este tipo de material é composto em grande parte por argamassa, a qual é comprimida entre britas, e também entre essas e as superfícies envolvidas no processamento. Em outros processos importantes, como a extrusão de argamassas, microconcretos ou pastas cerâmicas, a segregação afeta a qualidade do produto extrudado e também pode causar a obstrução do cilindro extrusor (KHELIFI et al., 2013; PERROT et al., 2007; RIBEIRO; FERREIRA; LABRINCHA, 2005; TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005). Outra consequência da separação de fases é o surgimento de heterogeneidades microestruturais, que podem prejudicar as propriedades no estado

endurecido e o desempenho do produto final (COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004).

Separação de fases durante o ensaio

Além da influência em situações práticas, a separação de fases afeta também o resultado do ensaio; assim, o próprio teste de *squeeze flow* pode ser utilizado como uma ferramenta para avaliar a suscetibilidade dos materiais à segregação (DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000; CARDOSO, 2009). As características do ensaio que mais influenciam a ocorrência ou não de separação de fases incluem a configuração utilizada, a geometria da amostra, a rugosidade das placas e a taxa de deformação (seja pela força imposta ou pela velocidade de deslocamento selecionada).

O fluxo diferencial entre fases afeta o comportamento reológico das suspensões por gerar um gradiente no teor de sólidos ao longo da amostra, o que pode levar ao travamento por embricamento das partículas e, conseqüentemente, ao enrijecimento por deformação durante o *squeeze flow* (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a; DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000; ROUSSEL; LANOS, 2004; CARDOSO, 2009; NIKKHOO et al., 2013; CARDOSO et al., 2014b). Em argamassas, por se tratarem de suspensões multifásicas heterogêneas e concentradas, incluindo partículas microscópicas e macroscópicas, esse fenômeno torna-se ainda mais complexo (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011). Mesmo que a ocorrência de separação de fases não invalide os resultados do ensaio de *squeeze flow*, ela precisa ser considerada na sua interpretação (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009).

2.2.1 Considerações teóricas

A suscetibilidade à separação de fases está relacionada principalmente a fenômenos de percolação. Essa influência pode ser analisada através de alguns parâmetros: a condutividade hidráulica K (Equação 7), amplamente empregada, especialmente no campo de mecânica dos solos (CARMAN, 1937); a força de arraste F_D (Equação 8), um indicador proveniente da dinâmica dos fluidos (BATCHELOR, 2000); e o número de Peclet Pe (Equação 9), originalmente do campo dos fenômenos de transporte, também utilizado para suspensões (CHAARI et al., 2003; COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004; PHAN; CHAOUICHE, 2005).

$$K = \frac{C_s}{TS^2} \frac{\gamma}{\nu} \frac{n^3}{(1-n)^2} \quad \text{Equação 7}$$

Na Equação 7, que deriva da lei de Darcy, C_s é um coeficiente de forma; T é um fator de tortuosidade; S é a área superficial específica das partículas sólidas; γ é a densidade da fase líquida; ν é a viscosidade cinemática do fluido; e n é a porosidade do meio granular. O parâmetro de condutividade hidráulica indica fatores tanto do meio granular quanto da fase líquida que influenciam a percolação. A relação entre a condutividade hidráulica e a velocidade radial durante o *squeeze flow* de suspensões já foi estudada (SAKANO et al., 2018), indicando grande conexão com a ocorrência de separação de fases.

De forma oposta à percolação, o parâmetro de força de arraste (F_D) indica a capacidade da fase líquida em carregar as partículas sólidas (Equação 8).

$$F_D = a\mu V \quad \text{Equação 8}$$

Na Equação 8, a é um parâmetro relativo ao tamanho e formato dos sólidos (como referência, para uma esfera $a = 6\pi r$); μ é a viscosidade dinâmica da fase líquida; e V é a velocidade relativa. Observa-se que a velocidade é diretamente proporcional à força de arraste. Ressalta-se ainda que o aumento da viscosidade da fase líquida atua favoravelmente à força de arraste e contrária à condutividade hidráulica.

De fato, o número de Peclet (Pe) aponta que a percolação e o fluxo homogêneo são fenômenos concorrentes durante o *squeeze flow*. De acordo com a Equação 9, Pe é dado pela razão entre dois tempos característicos: um relacionado à filtração do meio líquido (τ_w); e a outra à deformação da suspensão como um todo (τ_s).

$$Pe = \frac{\tau_w}{\tau_s} = \frac{\mu U^{1-m} h^{m+1}}{Ak} \quad \text{Equação 9}$$

Na Equação 9, μ é a viscosidade da fase líquida; U é a velocidade de *squeeze*; h é a separação entre as placas durante o ensaio; k é a permeabilidade de Darcy; e A e m

são, respectivamente, o índice de consistência e o índice comportamental do fluido provenientes do modelo *power-law*. Um número de Peclet elevado indica baixa filtração e fluxo mais homogêneo, enquanto para Pe baixo a migração da fase líquida torna-se mais relevante (CHAARI et al., 2003; COLLOMB; CHAARI; CHAOUICHE, 2004; PHAN; CHAOUICHE, 2005).

2.2.2 Métodos de avaliação da separação

Como a separação de fases é muito relevante para suspensões, é fundamental entender em detalhes sua ocorrência, causas e efeitos, especialmente durante o ensaio de *squeeze flow*, para uma melhor compreensão do comportamento reológico desses materiais. Nesse sentido, algumas técnicas foram propostas por diferentes pesquisadores para avaliações mais aprofundadas do fenômeno, de forma complementar ao ensaio de espalhamento.

Posicionando a amostra sobre uma base acrílica, é possível registrar imagens da parte inferior do material, com o auxílio de uma câmera e um espelho (DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000). A Figura 4 mostra um esquema desta configuração e as imagens capturadas em um ensaio em uma suspensão de esferas de acrílico em silicone (fluido com comportamento newtoniano). A técnica adotada permitiu a visualização direta da suspensão durante o ensaio de *squeeze flow*. Os resultados mostraram que quando a fase líquida tem baixa viscosidade há um comportamento granular crescente com a redução da taxa de deslocamento. As imagens demonstram a migração da fase líquida, com o aumento do teor de sólidos na região central das amostras.

Figura 4 - Análise da separação de fases durante o *squeeze flow* de suspensão de silicone com esferas de acrílico: (a) explicação esquemática da captura de imagens; (b) evolução do ensaio com aumento da concentração de esferas na região central da amostra.

Fonte: (DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000)

Esta técnica é aplicável apenas para materiais translúcidos que permitam distinguir o meio líquido das partículas sólidas. Com materiais opacos a aquisição de imagens durante o ensaio é mais complexa, no entanto em alguns casos também é possível realizar observações ao final do teste para destacar a existência de regiões mais secas no centro (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005; NIKKHOO; HOFMAN; GADALA-MARIA, 2014) ou parte da fase líquida forçada para a borda da amostra (CHAARI et al., 2003; CHALENCON et al., 2016). Essas evidências visuais são qualitativas e só ocorrem em casos mais extremos, sendo que é possível que haja separação de fases sem um indício visualmente perceptível. Mesmo assim, as imagens demonstram a importância do fenômeno, que pode alterar radicalmente a distribuição de fases ao longo das suspensões e, conseqüentemente, a sua isotropia. A Figura 5 ilustra alguns casos de observação direta da segregação.

Figura 5 - Exemplos de observação direta da ocorrência de separação de fases em argamassas após a realização do ensaio de squeeze flow: (a) região central mais seca; (b) fase líquida na parte externa da amostra; e (c) intensa separação da fase líquida na borda da amostra.

Fonte: (a) (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005); (b) (CHALENCON et al., 2016); (c) arquivo próprio do autor.

Outro procedimento de análise de imagens, mais sofisticado, é a microtomografia de raios-X para avaliação da microestrutura das argamassas antes e depois de ensaios

de *squeeze flow* (CHALENCON et al., 2010, 2016). Como demonstrado na Figura 6, a técnica não é exclusiva para a avaliação da separação, mas permite a observação da distribuição de fases. Assim, pode ser utilizada para análise da estrutura de poros, determinação do posicionamento de fibras, além de mapeamento dos agregados na argamassa, por exemplo, em avaliações realizadas antes e depois do ensaio de *squeeze flow*.

Figura 6 - Análise da estrutura de poros e do posicionamento de fibras através de microtomografia 3D de argamassas: (a) fibras bem dispersas; (b) fibras aglomeradas devido à separação de fases durante o ensaio de *squeeze flow*.

Fonte: (a) (CHALENCON et al., 2010); (b) (CHALENCON et al., 2016)

Análises visuais são interessantes, mas para uma rápida quantificação da separação de fases foram desenvolvidas técnicas de secagem da amostra associada à gravimetria, avaliando a alteração do teor de água em diferentes regiões da amostra causada pela migração da fase líquida. Métodos desse tipo já foram utilizados para a avaliação em argilas (ROUSSEL; LANOS, 2004), pastas celulósicas (MASCIA et al., 2006), pastas de cimento (CARDOSO et al., 2015), e argamassas (CARDOSO, 2009).

Em materiais cimentícios, ajudou a demonstrar a influência da velocidade de deslocamento e da rugosidade da placa na separação de fases durante o *squeeze flow* (CARDOSO et al., 2015, 2014b). Dependendo do detalhamento e da precisão

desejados, diferentes configurações de amostragem para este ensaio podem ser adotadas, como a retirada de pequenas amostras em diversas posições do material após o ensaio, passando por amostras intermediárias em menor quantidade e até uma simples divisão em uma parte central em comparação à externa (Figura 7).

Figura 7 - Configurações de amostragem para quantificação da segregação por secagem: (a) amostras pequenas em diversas posições; (b) amostras intermediárias; (c) uma amostra central em comparação à borda.

Fonte: (a) (MASCIA et al., 2006); (b) (PILEGGI; CARDOSO; REGO, 2014) ; (c) (CARDOSO, 2009).

As amostras retiradas devem passar por secagem rápida, especialmente no caso de argamassas, para evitar início da hidratação. O método gravimétrico é relativamente simples e permite a quantificação direta da migração da fase líquida: uma análise comparativa da diferença entre os teores de água em função da posição deve apresentar correlação direta com a separação de fases.

Algumas limitações, no entanto, ainda precisam ser melhor exploradas. Esse método permite apenas a aferição da separação de fases ao final do ensaio, não fornecendo informações sobre a evolução da segregação ao longo do *squeeze flow*. Além disso, o processo ao final do ensaio de *squeeze flow* deve ser realizado de forma extremamente cuidadosa e, mesmo assim, é difícil garantir que não haja nenhuma alteração nas amostras retiradas entre o final do ensaio e o momento da aferição dos teores de água.

2.3 Comportamento reológico de argamassas em *squeeze flow*

Materiais cimentícios em geral são suspensões concentradas multifásicas heterogêneas, contendo macro e micropartículas (ROMANO; CARDOSO; PILEGGI, 2011). O comportamento em *squeeze flow* de suspensões, normalmente, pode ser

dividido em até três estágios: o primeiro é caracterizado por comportamento principalmente elástico-linear e pequenas deformações; o segundo está relacionado a deformações plásticas ou fluxo viscoso, em que o material passa por deformações consideráveis sem aumento significativo da carga; o último estágio é denominado *strain hardening* (ou “enrijecimento por deformação”), em que a carga aumenta rapidamente (MIN; ERWIN; JENNINGS, 1994; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009).

Argamassas são, portanto, materiais complexos, e diversos fatores influenciam o seu comportamento no estado fresco. Em primeiro lugar, alterações no teor de água utilizado na mistura da argamassa têm grande impacto na resposta do material (CARDOSO, 2009; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009), sendo que este fator também afeta as propriedades da argamassa no estado endurecido. A granulometria e a morfologia determinam o empacotamento das partículas e, com isso, a quantidade de água disponível para afastar os grãos e fornecer fluidez ao material (OLIVEIRA et al., 2000; PILEGGI, 2001; CARDOSO, 2009; REBMANN et al., 2012).

Visando a melhoria de algumas propriedades do estado fresco, aditivos podem ser empregados na formulação de argamassas. Um dos mais comuns para argamassas de revestimento é o aditivo celulósico, usado principalmente por aumentar a retenção de água, mas com claro efeito em outras propriedades, devido ao aumento de viscosidade promovido (KACI et al., 2009; KHAYAT, 1998; PILEGGI et al., 2007; BRUMAUD et al., 2013, 2014; CAPPELLARI; DAUBRESSE; CHAOUICHE, 2013; WYRZYKOWSKI et al., 2014). Também são utilizados aditivos incorporadores de ar, que reduzem a densidade das argamassas, facilitam o espalhamento devido a um conjunto de efeitos, e também alteram propriedades no estado endurecido (STRUBLE; JIANG, 2004; DUCLOUÉ et al., 2017).

Outro componente que pode aumentar a retenção de água e a plasticidade das argamassas é a cal hidratada, um ligante que historicamente teve grande uso, antes do advento do cimento Portland. Ainda hoje em dia é utilizada em argamassas especialmente devido à fina granulometria e à elevada área específica, que aumenta a plasticidade e a retenção de água do material fresco além de contribuir com a carbonatação do produto final (RAGO; CINCOTTO, 1995; SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEDEC, 2003; HOPPE FILHO; PILEGGI; CINCOTTO, 2005; SEABRA et al., 2009; IZAGUIRRE; LANAS; ÁLVAREZ, 2011; SILVA; FERREIRA PINTO; GOMES, 2014; FOURMENTIN et al., 2015).

As condições de ensaio também influenciam o fluxo das argamassas, como a rugosidade da interface (CARDOSO et al., 2014b), que também é variável na aplicação do produto. Além disso, em situações práticas, argamassas normalmente são aplicadas sobre substratos absorventes, o que pode alterar ainda mais a condição interfacial devido à sucção capilar dos poros. Desta forma, para tentar aproximar ainda mais a configuração do ensaio às condições reais, é possível realizar o *squeeze flow* sobre uma superfície absorvente (BARBOSA; JOHN; PILEGGI, 2009, 2011; SAKANO et al., 2015).

Como comentado no item 2.1.3, controlando o deslocamento das placas, é possível realizar ensaios em diferentes velocidades. Com isso, observa-se o comportamento do fluido em solicitações distintas. De uma forma geral, percebe-se que ensaios realizados em menores velocidades tendem a induzir a segregação, pois há mais tempo para que a fase líquida migre, deixando uma maior concentração de sólidos mais próxima ao eixo da amostra (DELHAYE; POITOU; CHAOUICHE, 2000; SHERWOOD, 2005; MASCIA; WILSON, 2007; CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009). Demonstrou-se também que quando não há separação de fases relevante durante o ensaio a altura final da amostra tende a ser próxima ao diâmetro da maior partícula (CARDOSO et al., 2014a).

As múltiplas finalidades existentes para argamassas requerem comportamentos no estado fresco diversos. Mesmo quando se analisa argamassas dentro de uma mesma família, é possível encontrar resultados em *squeeze flow* totalmente diferentes. Isso se aplica a produtos existentes tanto no mercado brasileiro quanto no mercado europeu (CARDOSO, 2009; CARDOSO et al., 2014a), incluindo desde materiais que apresentam *strain hardening* extremamente precoce até argamassas sem nenhum sinal de separação de fases durante o espalhamento, passando por comportamentos intermediários de deformabilidade. Até argamassas que atingem o mesmo deslocamento final podem apresentar outras diferenças, por exemplo no nível de carga do patamar de deformação plástica. Como resultado, a percepção de trabalhabilidade nas situações práticas é afetada (CARDOSO et al., 2010). Essas variações decorrem da formulação de cada produto, que deve ser projetada de forma a atender o tipo e forma de aplicação, além das práticas e costumes dos mercados locais.

2.4 Monitoramento de pressão interfacial no *squeeze flow*

O ensaio de *squeeze flow* tradicional determina o comportamento macroscópico do material através da força (ou tensão) normal de compressão total. O teste por si só não fornece detalhes a respeito da distribuição de tensões pela amostra, que é afetada tanto pelo tipo de comportamento reológico quanto pelas condições de contorno do fluxo (CHATRAEI; MACOSKO; WINTER, 1981; BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002). Para isso, dispositivos complementares precisam ser incorporados ao procedimento experimental para aferir a distribuição de pressão na interface entre a placa e a amostra.

Um estudo em um material de referência com comportamento plástico perfeito demonstrou com o uso de transdutores de pressão localizados em pontos específicos que a aferição da distribuição de pressão pode indicar a condição de contorno na interface (ADAMS et al., 1991). Seguiu-se com testes em diferentes condições para averiguar alterações no perfil (ADAMS; J BRISCOE; KAMJAB, 1993) e, posteriormente, a técnica auxiliou na validação de uma análise de elementos finitos (ADAMS et al., 1997).

Em meados dos anos 1990, pesquisadores da área de polímeros apontaram o interesse em se conhecer a variação radial da pressão durante o teste após evidências de que a condição da interface durante os ensaios realizados poderia ter se alterado (KOTSIKOS et al., 1996). Em trabalhos posteriores, também incluíram transdutores de pressão nas placas utilizadas durante os ensaios, o que lhes permitiu inferir com mais clareza sobre as condições de borda (indicando um fluxo misto, porém mais próximo do elongacional) e o que acontecia durante o espalhamento dos materiais submetidos à compressão. (KOTSIKOS; GIBSON, 1998; GIBSON; TOLL, 1999b; KOTSIKOS; BLAND; GIBSON, 1999). A Figura 8 ilustra os resultados obtidos através dessa metodologia.

Figura 8 - Pressão em três posições radiais de polímero com fibras durante o ensaio de squeeze flow com (a) 0,1 mm/s e (b) 1 mm/s de velocidade de deslocamento.

Fonte: (KOTSIKOS; GIBSON, 1998)

Transdutores desse tipo fornecem informações interessantes sobre a evolução da distribuição de pressão durante o ensaio. No entanto, para materiais com heterogeneidades intrínsecas mais evidentes, como a presença de macropartículas, dados pontuais como esses podem não ser suficientes para a observação dos fenômenos de fluxo.

No campo das suspensões, pesquisadores estudaram um sistema simplificado de esferas de vidro em silicone, utilizando um filme sensível que registra a máxima pressão atingida posicionado ao longo de um eixo radial da amostra durante os ensaios (NIKKHOO et al., 2013). Com isso, investigaram o perfil de distribuição de tensões, como indica a Figura 9. Até uma determinada concentração de sólidos, o comportamento das suspensões e a distribuição de pressão seguem o previsto para fluidos Newtonianos em regime de cisalhamento. Em teores de sólidos mais elevados, no entanto, são formados picos de pressão na região central.

Figura 9 - Distribuição de pressões máximas em ensaios de squeeze flow realizados em suspensões de microesferas em silicone: (a) em menores concentrações, a distribuição segue a previsão para fluidos Newtonianos; (b) em maiores concentrações, há uma concentração maior de pressão na região central, devido à separação de fases.

Fonte: (NIKKHOO et al., 2013)

Para fluidos newtonianos em regime de cisalhamento a pressão normal na interface com a placa varia radialmente segundo uma parábola, com máximo no centro da amostra, como explicado no item 2.1.4. Quando outros fenômenos regulam o fluxo, esse comportamento pode variar. Uma avaliação mais aprofundada mostrou que esse comportamento originou-se no acúmulo e intertravamento de partículas devido à segregação, que aumentou a concentração de sólidos na região central da amostra (NIKKHOO; HOFMAN; GADALA-MARIA, 2014).

Essa tecnologia consegue abranger uma área maior da amostra, contudo apenas a máxima pressão atingida é registrada, já que os filmes ficam sob compressão junto com a amostra, apenas podendo ser avaliados ao término do procedimento. Assim, a evolução da distribuição de pressão durante o ensaio não é fornecida, o que impede a observação dos efeitos de alterações microestruturais no fluxo. Essa limitação é particularmente relevante para materiais que podem apresentar alterações significativas ao longo do teste de *squeeze flow*.

2.4.1 Mapeamento dinâmico de pressão

Uma técnica mais sofisticada para a avaliação da distribuição de pressão é o mapeamento dinâmico da pressão interfacial. A tecnologia é baseada em sensores que fazem com que o esforço mecânico resulte em informações elétricas que, registradas em um computador, permitem a visualização em tempo real da distribuição

de pressão. Os elementos sensíveis podem ser piezoresistivos (TEKSCAN, 2019; TACTILUS, 2017; XSENSOR TECHNOLOGY, 2017) ou capacitivos (PRESSURE PROFILE SYSTEMS, 2017), sendo a primeira tecnologia mais difundida e versátil, enquanto a segunda é mais recente e, por enquanto, para usos mais específicos. A Figura 10 ilustra alguns exemplos de aplicações comerciais do mapeamento de pressão.

Figura 10 - Exemplos de aplicações da tecnologia de monitoramento da distribuição de pressão interfacial em diversas indústrias e serviços.

Fonte: (a); (b); (c); (h); e (i) – (TEKSCAN, 2019); (d); (e); (f); (g) – (TACTILUS, 2017)

Essa técnica permite medições da distribuição de pressão em uma área considerável, em tempo real e em uma alta frequência de aquisição. Em conjunto ao *squeeze flow*, essa tecnologia foi utilizada pioneiramente na avaliação de materiais Newtonianos, argilas e alimentos (YATES, 2003), sendo possível observar alterações nas condições de fluxo e em que momento do ensaio elas ocorreram. Em materiais relativamente homogêneos, permitiu a correlação com modelos e determinação de parâmetros reológicos. A Figura 11 mostra um exemplo de resultado obtido por Yates (2003).

Figura 11 - Exemplo de resultado obtido com o mapeamento de pressão interfacial: distribuição de pressão média para diferentes posições radiais em momentos específicos do ensaio de *squeeze flow* em uma pasta de batata.

Fonte: adaptado de Yates (2003)

O mesmo tipo de observação pode ser feito em argamassas, que apresentam fluxos mais complexos devido às suas heterogeneidades intrínsecas. Um estudo preliminar com um sistema de monitoramento dinâmico de pressão interfacial (trabalho pioneiro na utilização dessa tecnologia para argamassas) identificou rápido crescimento nos níveis de pressão da região próxima ao eixo central da amostra, relacionado à separação de fases (CARDOSO; REGO; PILEGGI, 2014). Com um sistema de monitoramento em tempo real durante todo o ensaio, é possível acompanhar a evolução completa da pressão na interface e identificar a origem dos fenômenos reológicos (Figura 12). Esse tipo de evidência dá suporte a hipóteses feitas sobre o fluxo.

Figura 12 - Exemplo de resultado de mapeamento de pressão no squeeze flow: a distribuição da pressão pode ser determinada em qualquer momento ao longo do ensaio.

Fonte: (CARDOSO; REGO; PILEGGI, 2014)

Este estudo definiu uma metodologia inicial para a medição da distribuição de pressão durante os ensaios de *squeeze flow* em argamassas. As escolhas quanto às variáveis e à configuração do ensaio foram feitas para tentar adequar a tecnologia às condições existentes e permitir uma visão geral do que ocorre durante o teste de forma exploratória. No entanto, apenas análises preliminares e qualitativas haviam sido realizadas até o início deste trabalho, e o real potencial da metodologia proposta para o estudo de argamassas com essa tecnologia ainda não havia sido determinado, pois o procedimento de calibração, a forma de tratamento de dados e método de análise de resultados não estavam adequadamente resolvidos. Portanto, um dos focos desta dissertação foi a evolução destes fatores críticos de modo a permitir o desenvolvimento da metodologia combinada de *squeeze flow* com o mapeamento dinâmico de pressão para a avaliação reológica de argamassas. Além disso, apenas análises preliminares foram realizadas, e o real potencial da metodologia proposta para o estudo de argamassas ainda não foi determinado.

3 METODOLOGIA

Este trabalho é focado em compreender o potencial, as limitações e as possíveis aplicações de um procedimento experimental inovador para o estudo reológico de argamassas, resultando no desenvolvimento de um método denominado “*squeeze flow* associado a mapeamento de pressão” – ou *PMSF*¹, como definido em trabalho publicado (GRANDES et al., 2018). Desta forma, o trabalho se dá justamente em torno dos aspectos relevantes à aplicação da técnica, às especificidades do material de interesse, e à interação entre a técnica e o material.

A Figura 13 apresenta a estrutura principal da metodologia, servindo ainda como uma representação resumida das etapas do método PMSF. Os materiais, sua caracterização e etapas do seu preparo, além dos aspectos práticos do procedimento experimental são apresentados nos subitens dessa seção. Os resultados obtidos, em conjunto com o desenvolvimento do método de tratamento e calibração dos dados, da análise e das discussões, são apresentados no capítulo 4 (para os ensaios em área constante) e no capítulo 5 (ensaios em volume constante).

Figura 13 - Fluxograma das etapas abordadas na metodologia envolvida no trabalho.

Fonte: elaborado pelo autor

¹ Do inglês *Pressure Mapped Squeeze Flow*

O método desenvolvido (PMSF) pode ser utilizado em diversas classes de materiais e em diferentes campos de aplicação. O foco deste trabalho em específico, no entanto, está: (i) no potencial do procedimento experimental para a avaliação de argamassas de revestimento; (ii) na compilação e análise dos dados gerados por este método que associa três técnicas experimentais diferentes; e (iii) na interpretação dos resultados frente a modelos teóricos de comportamento de materiais em *squeeze flow*.

Para ter maior controle e testar alterações em variáveis de composição, quatro argamassas foram dosadas em laboratório com o mesmo grupo de matérias-primas, sendo uma de referência e as outras com variações na presença ou não de materiais comumente empregados na formulação de argamassas. Além dessas formulações, também foi analisada uma argamassa de revestimento comercial, disponível no mercado brasileiro pronta para mistura e voltada para a aplicação manual. Os aspectos relativos aos materiais são detalhados nos itens 3.1, 3.2 e 3.3.

A parte principal do procedimento experimental consiste na combinação do *squeeze flow* com a tecnologia de mapeamento dinâmico da pressão interfacial. Foram realizados ensaios nas configurações tanto de área constante quanto de volume constante. Além disso, um método de quantificação da separação de fases foi utilizado em parte dos ensaios para confirmar a ocorrência do fenômeno. Essas etapas do procedimento e a relação entre elas são definidas nos itens 3.4, 3.5 e 3.6.

3.1 Matérias-primas

As matérias-primas selecionadas para compor as argamassas de revestimento dosadas em laboratório representam bem os materiais encontrados no mercado de construção civil. Para constituir a fração de agregados, foi utilizada uma mistura das diferentes frações da areia normalizada do IPT, uma areia de quartzo que segue as especificações descritas na norma NBR 7214 (ABNT, 2015). A proporção entre as frações foi mantida constante entre as formulações. O cimento utilizado é do tipo CPII-F (Votorantim Cimentos). Ainda na parte de finos, também foi usado um fíler calcário para substituição parcial do ligante. A argamassa de referência foi preparada apenas com estes três materiais. Para as outras formulações, as variações feitas correspondem à presença ou não de outros dois componentes: um aditivo à base de éter de celulose (Tylose 10012P6); e cal hidratada do tipo CHIII.

A argamassa industrializada (denominada IND) tem formulação desconhecida, porém o material seco foi separado em duas frações (denominados finos e grossos) para caracterização física dos materiais particulados, junto com as outras matérias-primas. A distribuição granulométrica foi determinada por difração de laser (Malvern MSS Mastersizer); as partículas finas foram dispersas em álcool isopropílico, enquanto as partículas grossas foram dispersas no ar por queda livre. A densidade foi obtida por picnometria de gás Hélio (MultiPycnometer, Quantachrome). Por fim, a área superficial específica foi calculada pelo método BET a partir de resultados de adsorção de gás nitrogênio (Belsorp-max, MicrotracBEL). As curvas granulométricas e os principais parâmetros da caracterização física dos materiais secos são apresentados na Figura 14.

Figura 14 - (a) Granulometria das matérias-primas utilizadas na formulação de argamassas; e (b) parâmetros da caracterização física dos materiais secos: densidade dos grãos; área superficial específica e volumétrica; e percentis (10, 50 e 90%) das curvas granulométricas acumuladas.

Fonte: elaborado pelo autor

A escolha da mistura das frações da areia do IPT teve o objetivo de atingir um material com parâmetros conhecidos e controlados, com características próximas ao que se encontra normalmente entre agregados utilizados na produção de argamassas no mercado. O cimento selecionado também é de uso comum em argamassas, assim como o fíler calcário.

A cal hidratada é um ligante que historicamente teve grande uso, antes do cimento Portland, e ainda hoje em dia é utilizado em argamassas especialmente devido à fina granulometria e à elevada área específica, que aumenta a plasticidade e a retenção de água do produto final (SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUEDEC, 2003; SEABRA et al., 2009; IZAGUIRRE; LANAS; ÁLVAREZ, 2011; SILVA; FERREIRA PINTO; GOMES, 2014; FOURMENTIN et al., 2015).

O principal composto do aditivo selecionado é a metil hidroxietil celulose (MHEC), podendo ser utilizado em argamassas para aumento da retenção de água, por exemplo; o efeito se dá pelo aumento da viscosidade da fase líquida, o que melhora a trabalhabilidade e o espalhamento por reduzir a separação de fases, aumentar a lubrificação entre as partículas, e como efeito secundário aumentar a incorporação de ar do material (CAPPELLARI; DAUBRESSE; CHAOUICHE, 2013; KHAYAT, 1998; BRUMAUD et al., 2013, 2014; KACI et al., 2009, 2011; PILEGGI et al., 2007; WYRZYKOWSKI et al., 2014).

3.2 Formulação das argamassas

As variações nas composições preparadas em laboratório foram feitas a partir de uma argamassa de referência (denominada REF), dosada com 70% de areia, 15% de cimento e 15% de fíler calcário (porcentagens em volume de sólidos). Para analisar o efeito da presença de cal, metade do volume de fíler empregado foi substituído pela cal hidratada em outra composição (denominada CH). Essas mesmas formulações foram preparadas também com o acréscimo de 0,05% em massa do aditivo celulósico (sem cal: denominada MHEC; com cal: denominada CH_M). A distribuição granulométrica, a proporção de materiais e o teor de água de mistura das composições são apresentados na Figura 15.

Figura 15 - (a) Granulometria das composições dosadas em laboratório; e (b) proporção em porcentagem volumétrica das matérias-primas e teor de água em porcentagem de massa em relação aos materiais secos.

Fonte: elaborado pelo autor

Como a granulometria da cal e do fíler é relativamente próxima, e o aditivo não tem influência na granulometria do material particulado, as distribuições granulométricas das composições não apresentam diferenças muito relevantes. A argamassa

industrializada (IND) também apresenta curva granulométrica semelhante às argamassas formuladas, uma distribuição bimodal com extensões e proporções semelhantes, tanto na parte dos finos quanto na parte dos grossos. Não há informações sobre os teores exatos da composição da argamassa IND, no entanto é um material comercializado no mercado brasileiro visando a aplicação manual que contém tanto aditivo modificador de viscosidade (da família dos éteres de celulose) quanto incorporador de ar para garantir a trabalhabilidade e facilidade de espalhamento.

O teor de água das composições sem cal é de 15,5% em relação à massa dos sólidos, enquanto as formulações com cal tiveram 16,5%, pois a maior área superficial específica gerou maior demanda por água no processo de mistura. A argamassa IND seguiu a recomendação do fabricante, com 15,2% de água para a mistura.

3.3 Mistura e propriedades no estado fresco

O preparo das argamassas dosadas em laboratório e da industrializada seguiu um procedimento de mistura em dois passos utilizando um misturador planetário (Hobart N50). Inicialmente, dois quilogramas do material seco são adicionados à cuba da argamassadeira, colocada na velocidade 1 (geometria de mistura em 140 rpm e movimento planetário em 62 rpm). Ao início da movimentação do misturador, metade do teor de água é adicionado em taxa constante (aproximadamente 5 g/s), e a mistura continua até esta etapa completar 60 segundos. Em seguida esta etapa é repetida, com a adição do restante da água da composição, em nova etapa de 60 segundos de mistura. Em trabalhos anteriores este processo mostrou-se repetitivo, produzindo argamassas bem misturadas e minimizando variações nas propriedades reológicas dos produtos (CARDOSO, 2009; CARDOSO et al., 2014a, 2018a).

Ao término do processo de mistura, a densidade aparente e o teor de ar incorporado das argamassas foram determinados de acordo com procedimentos descritos na norma NBR 13278 (ABNT, 2005a). O teor volumétrico das diferentes fases no estado fresco e a densidade aparente de cada argamassa são apresentadas na Figura 16.

Figura 16 - Distribuição de fases em porcentagem volumétrica e densidade aparente das argamassas no estado fresco.

Fonte: elaborado pelo autor

As formulações com o aditivo celulósico (MHEC e CH_M) incorporaram mais ar durante o processo de mistura do que aquelas sem o aditivo (REF e CH), o que se explica pela alteração na viscosidade da pasta e pelo efeito surfactante do aditivo. A distribuição de fase das argamassas com cal (CH e CH_M) é muito similar à de seus pares sem (REF e MHEC, respectivamente), apenas com um pouco menos de ar e um pouco mais de água. Já a argamassa industrializada apresentou um teor de ar muito mais elevado do que as outras, o que levou a um volume de pasta consideravelmente maior.

3.4 Squeeze flow

Os ensaios de *squeeze flow* foram realizados por uma máquina universal de ensaios (Instron 5569) com célula de carga de 1 kN e controle de deslocamento. O método de ensaio na configuração de área constante seguiu o procedimento padronizado pela NBR 15839 (ABNT, 2010). A Figura 17 mostra os acessórios utilizados na preparação das amostras para realização dos ensaios. As velocidades de deslocamento foram de 0,1 e 3,0 mm/s, com preparação de uma nova amostra da mesma batelada para cada ensaio. As amostras foram moldadas com auxílio de um gabarito (Figura 17-d) e de um molde cilíndrico (Figura 17-f) com 10 mm de altura e diâmetro de 101 mm. O final dos ensaios foi determinado em deslocamento máximo de 9 mm ou carga máxima de

1000 N (o que ocorresse primeiro). Placas em aço inox de 101 mm (superior, Figura 17-h) e 200 mm (inferior, Figura 17-c) de diâmetro foram acopladas à máquina universal de ensaios. As interfaces diretas com as amostras, no entanto, foram com filmes poliméricos (Figura 17-a,i); as razões para isso, além das etapas anteriores e posteriores ao ensaio de *squeeze flow*, são melhor explicados nos itens 3.5 e 3.6.

Figura 17 - Acessórios e ferramentas para a realização dos ensaios de squeeze flow: (a) folha de acetato de celulose; (b) espátula de aço inox para preenchimento e rasamento da amostra; (c) placa inferior em aço inox (diâmetro = 200 mm); (d,e) gabaritos para alinhamento e nivelamento; anéis para moldagem com (f) 101 mm e (g) 50.5 mm de diâmetro; (h) placa superior em aço inox com 101 mm de diâmetro; e (i) filme de polipropileno.

Fonte: elaborado pelo autor

Como explicado na seção 2.1.1, o *squeeze flow* permite a adaptação da configuração geométrica da amostra, sendo possível também controlar a relação diâmetro/altura inicial da amostra e as condições de contorno. Para analisar o efeito dessas variáveis nos ensaios monitorados com argamassas, além do método padronizado

(denominado “AC100”²), foram realizados também ensaios na configuração de volume constante, com diâmetro inicial das amostras moldadas de 50,5 mm (método denominado “VC50”³), enquanto todos os outros parâmetros foram mantidos. As configurações de ensaio utilizadas são ilustradas na Figura 18, tanto no início quanto no final dos testes. Como no VC50 a placa superior tem apenas o dobro do diâmetro inicial da amostra, a configuração de volume constante só é garantida até 7.5 mm de deslocamento, quando o diâmetro da amostra teoricamente iguala o da placa, contanto que não ocorra nenhuma alteração de volume. Nesse caso, a amostra pode começar a ser extrudada para fora da área abaixo da placa, transformando o ensaio em área constante deste ponto em diante.

Figura 18 - Configurações geométricas empregadas para o ensaio de *squeeze flow*: AC100 – (a) início e (b) final do teste; VC50 – (c) início e (d) final do teste.

Fonte: elaborado pelo autor

A influência de variáveis do *squeeze flow* para o comportamento de argamassas já foi estudada previamente em outros trabalhos (CARDOSO, 2009; CARDOSO et al., 2014b), no entanto sem a ferramenta de avaliação da distribuição de pressão. A resposta macroscópica do material a diferentes condições de ensaio, portanto, já foi objeto de análise, porém o emprego dos sensores de pressão interfacial permitirá uma melhor compreensão sobre os efeitos e especificidades de cada configuração. É

² Ensaio em configuração de área constante com diâmetro inicial da amostra de 101 mm.

³ Ensaio em configuração de volume constante com diâmetro inicial da amostra de 50,5 mm.

interessante ainda ampliar a gama de variáveis do material analisadas sob condições diferentes da padronizada.

3.5 Monitoramento da distribuição de pressão interfacial

A distribuição de pressão na interface entre a argamassa e a placa foi obtida através do sistema I-Scan (Tekscan®). A tecnologia baseia-se em sensores finos e flexíveis, com configurações variadas para permitir o ajuste a diferentes aplicações. Esses sensores consistem em malhas de elementos sensíveis piezoresistivos (denominados *sense/s*) formados pelas interseções de eletrodos condutores lineares posicionados em duas direções perpendiculares. A resistência dos *sense/s*, fornecida por uma tinta semicondutora que é aplicada entre as duas camadas de eletrodos, é inversamente proporcional à carga aplicada. Uma unidade eletrônica faz a aquisição e transferência dos dados a um computador. O sensor selecionado para os ensaios deste trabalho foi o Flexiforce 5210 (Figura 19). Suas dimensões permitem a medição em toda a área da amostra, consistindo em uma malha quadrada com lados de 238 mm e resolução de 3,4 elementos/cm².

Figura 19 - Sensor Flexiforce 5210 acoplado à unidade eletrônica.

Fonte: elaborado pelo autor

Existem sensores projetados para diferentes níveis de pressão, e o software de controle do sistema, que processa o sinal proveniente do sensor, permite ainda o ajuste de uma variável de sensibilidade do sensor em uma escala adimensional arbitrária de 1 a 40. Para os ensaios deste trabalho foi utilizado o sensor com pressão máxima de 29 psi (ou 200 kPa) e sensibilidade fixada em 31, configuração que, de acordo com testes preliminares (CARDOSO; REGO; PILEGGI, 2014), se mostrou adequada para as cargas envolvidas durante a maior parte do *squeeze flow* de argamassas com os parâmetros de ensaio escolhidos.

A taxa de aquisição de dados, também ajustada pelo software de controle, foi definida para coincidir com a configuração adotada na prensa universal: para testes com 0,1 mm/s de velocidade de deslocamento da placa superior, a taxa foi de 1 Hz; já para testes com 3 mm/s, a taxa foi de 30 Hz. Desta forma, o número de dados por milímetro de deslocamento é igual para as duas velocidades (10 dados/mm).

O método padrão desenvolvido de forma geral é adequado para analisar as pressões que ocorrem no ensaio como um todo, contudo a resolução da medição do equipamento fica comprometida para as baixas pressões, que predominam durante o início do ensaio, e na parte final também ocorre saturação do sensor em parte da área da amostra, em que as pressões ultrapassam o limite de medição.

Por se tratar de uma metodologia inovadora, a forma de tratamento dos dados e análise dos resultados foi inteiramente desenvolvida durante este trabalho. O software do equipamento produz imagens da distribuição de pressão em uma escala de cores, permitindo a visualização em 2D (como uma vista superior do sensor) ou em 3D, com a intensidade da pressão também no eixo perpendicular ao plano que representa o sensor. As imagens podem ainda ser interpoladas para suavização. A análise através dessas imagens, apesar de qualitativa, é interessante por proporcionar de maneira simples e gráfica uma noção geral da evolução da pressão em toda a área observada, podendo ser relacionada aos fenômenos que ocorrem durante o *squeeze flow*. Outras abordagens para análises quantitativas são apresentadas na seção 4.3.2, junto com detalhes sobre o seu desenvolvimento. Além disso, para possibilitar a realização de uma análise quantitativa é necessário um procedimento de calibração dos dados do sensor, que por não ser automático ou trivial também exigiu um desenvolvimento extensivo, incluindo validação junto à equipe da empresa fabricante do sistema. O procedimento criado é detalhado na seção 4.3.1, apresentado em conjunto com os resultados daquele capítulo.

Como explicado, o método desenvolvido (PMSF) consiste na combinação das técnicas de *squeeze flow* e mapeamento de pressão. A Figura 20 mostra como a integração é feita na prática. As imagens são relativas à configuração de área constante, mas o procedimento em volume constante é análogo. Para a realização dos ensaios, o sensor é posicionado sobre a placa inferior da prensa utilizada para o ensaio de *squeeze flow* (Figura 17-c) e conectado ao computador através da unidade eletrônica (Figura 20-a). Logo antes do início dos testes, as amostras de argamassa

foram moldadas sobre uma folha comum de transparência para projeção, feita de acetato de celulose e com 100 μm de espessura (Figura 17-a), e então a folha com a amostra foi posicionada sobre o sensor (Figura 20-b).

Figura 20 - (a) Sensor posicionado sobre a placa inferior; (b) amostra de argamassa posicionada sobre o sensor, com uma folha de transparência para proteção, e filme plástico colado à placa superior; (c) posicionamento no início do teste de *squeeze flow*; (d) final do ensaio.

Fonte: elaborado pelo autor

O uso da folha polimérica se deu para facilitar o processo de moldagem e posicionamento, e também para evitar danos ao sensor, que podem ocorrer principalmente na parte final dos testes, em que os grãos de areia são comprimidos contra a interface inferior. Testes preliminares com e sem a folha de acetato demonstraram que a sua presença não afeta significativamente os resultados. Na placa superior também é colocado um filme plástico com 60 μm de espessura (Figura 17-i) por dois motivos: para manter as condições de interface entre placas e amostra similares; e para evitar a adesão e consequente deformação excessiva da amostra na subida da placa ao final do teste, o que atrapalha a quantificação da separação de fases (detalhada na seção 3.6).

A placa superior é movida para baixo até encostar levemente na parte superior da amostra (Figura 20-c). O ensaio de *squeeze flow* é então iniciado, e acaba quando algum dos limites pré-determinados for atingido, seja o de deslocamento ou o de carga (Figura 20-d).

3.6 Quantificação da separação de fases

Após o final dos ensaios de *squeeze flow*, foi aplicado o método de quantificação da migração da fase líquida descrito por Cardoso (2009), desenvolvido para confirmar a ocorrência de segregação (CARDOSO et al., 2014b). Como discutido anteriormente, o *squeeze flow* não afere diretamente a separação de fases, apenas engloba o seu efeito no comportamento do material. Os resultados de quantificação são utilizados

como uma medida direta da separação para, em associação à técnica de monitoramento da distribuição, avaliar a ocorrência do fenômeno.

O método foi aplicado tanto para os ensaios de área constante, quanto para os de volume constante (com dimensões de amostragem menores). No entanto, como os resultados são similares em ambas as configurações, apenas os resultados de quantificação para os ensaios em área constante são apresentados na discussão (capítulo 4). O procedimento se inicia pela divisão da amostra ensaiada em duas partes, ilustrada na Figura 21.

Figura 21 - Preparação da amostra para quantificação da separação de fases: (a) subida da placa superior ao final do ensaio (b) ferramenta utilizada para o corte; (c) parte central, após separação da parte periférica da amostra; (d) esquema ilustrativo da divisão da amostra; linha pontilhada externa → diâmetro inicial da amostra ($D_i = 101\text{ mm}$); região interna cinza escuro → centro ($D_c = 56\text{ mm}$); parte exterior cinza claro → borda, entre o centro e o diâmetro final da amostra (D_f).

Fonte: elaborado pelo autor

Como explicado na seção 3.5, um filme de polipropileno foi preso à placa superior para evitar alterações drásticas na geometria da amostra na subida da placa, devido à adesão. Ao final do ensaio de *squeeze flow*, as fitas que prendem o filme plástico são retiradas, para que a placa possa ser movimentada para cima sem deformar excessivamente a amostra (Figura 21-a). Após a remoção do filme plástico, a amostra é separada em duas regiões (centro e borda) com o auxílio de uma ferramenta metálica (Figura 21-b). O diâmetro da parte central retirada é de 56 mm (Figura 21-c,d), um pouco mais da metade do diâmetro inicial da amostra, que foi considerado adequado para garantir um volume mínimo de amostra para quantificação, mesmo em ensaios com deslocamento máximo elevado (e consequentemente altura final da amostra pequena).

Cada uma das partes separadas da argamassa é pesada antes e depois de secagem em micro-ondas (Electrolux MEX55 – 1500 W) em potência máxima por 20 minutos, período suficiente para que as amostras atinjam constância de massa. O teor de água de cada porção (em porcentagem de massa) é definido como a razão entre a massa de água (diferença entre a amostra fresca e a amostra seca) e a massa da amostra

fresca. O parâmetro calculado é a segregação relativa (Seg_{rel}), expresso em porcentagem e definido pela diferença entre os teores de água na região periférica (H_2O_{borda}) e central (H_2O_{centro}) dividida pelo teor de água total (H_2O_{total}), conforme a Equação 10. A Seg_{rel} indica, portanto, o quanto da água migrou para a borda da amostra.

$$Seg_{rel} = \frac{H_2O_{borda} - H_2O_{centro}}{H_2O_{total}} \quad \text{Equação 10}$$

Os ensaios de *squeeze flow* podem ser interrompidos antes do deslocamento total (caso a carga máxima seja atingida), com isso as amostras podem passar por diferentes solicitações. Essa diferença é relevante para a análise da separação de fases, pois o deslocamento da placa superior é precisamente a força-motriz que provoca a migração da fase líquida. Assim, para poder comparar resultados de segregação de ensaios diferentes, é interessante utilizar um outro fator, denominado segregação específica (Seg_{esp}), que pondera os valores de segregação relativa pelo deslocamento final do ensaio da amostra (Δh), conforme indicado pela Equação 11.

$$Seg_{esp} = \frac{Seg_{rel}}{\Delta h} \quad \text{Equação 11}$$

Essa análise quantitativa é interessante por apresentar uma medição direta da separação de fases. No entanto, é importante ressaltar que a medida de interesse corresponde ao momento exato do final do ensaio, e a quantificação é realizada um após o término do teste, exigindo ainda a manipulação da amostra. Por mais que os possíveis cuidados experimentais para evitar interferência nos resultados tenham sido tomados, fontes de alterações e erros ainda existem, e são discutidos com base nos resultados na seção 4.4.

4 AVALIAÇÃO DE ARGAMASSAS POR SQUEEZE FLOW COM ÁREA CONSTANTE ASSOCIADO A MAPEAMENTO DE PRESSÃO

Este capítulo apresenta ensaios de PMSF utilizando as quatro argamassas dosadas em laboratório na configuração AC100, que foi baseada no procedimento padronizado (ABNT, 2010) com a adição dos filmes plásticos nas interfaces. Os resultados de *squeeze flow* são analisados em conjunto com os dados da quantificação da separação de fases na seção 4.1. Em seguida, imagens da distribuição de pressão em valores brutos são apresentadas na seção 4.2 e relacionadas à evolução do ensaio. A seção 4.3 explica os procedimentos desenvolvidos de calibração e tratamento dos dados do sensor e a comparação das distribuições medidas com modelos teóricos. Por fim, a seção 4.4 traz uma discussão sobre um fenômeno que possivelmente afeta os resultados de quantificação da separação de fases.

4.1 *Squeeze flow* e separação de fases

Inicialmente é interessante compreender o comportamento macroscópico dos materiais preparados durante o ensaio de *squeeze flow*, independentemente dos resultados de distribuição. A Figura 22 apresenta as curvas de carga de compressão em função do deslocamento da placa superior para os ensaios envolvendo as argamassas REF e MHEC. Os respectivos valores de segregação relativa, provenientes da quantificação da separação de fases, também são mostrados.

Figura 22 - Curvas de *squeeze flow* das argamassas REF e MHEC, nas velocidades de deslocamento de 0,1 mm/s e 3,0 mm/s (eixo da esquerda); os pontos isolados representam os resultados de separação de fases (Seg_{rel}) ao término de cada ensaio: REF 0,1 mm/s (●); REF 3,0 mm/s (◆); MHEC 0,1 mm/s (●); MHEC 3,0 mm/s (◆) (eixo da direita).

Fonte: elaborado pelo autor

As duas curvas da argamassa REF são marcadas pela rápida ocorrência do enrijecimento por deformação, sequer apresentando um segundo estágio bem definido. As curvas evoluem do primeiro estágio diretamente para o *strain hardening*. Este enrijecimento em pequenos deslocamentos é causado pelo aumento na concentração de sólidos na região central da amostra enquanto a fase líquida migra radialmente, gerando aumento do atrito e travamento das partículas (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a, 2014b). Isso é confirmado pelo valor elevado obtido na quantificação da separação de fases, que indica uma região central com muito menos água ao final do ensaio.

A curva do ensaio a 3 mm/s da argamassa REF apresenta um perfil similar à do ensaio a 0,1 mm/s, mas movido para maiores deslocamentos, o que, mais uma vez, indica a influência da separação de fases (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a), como discutido na seção 2.1.3. O enrijecimento por deformação se dá apenas a partir de 2,5 mm de deslocamento.

O mesmo comportamento quanto à influência da velocidade de deslocamento é observado nas curvas da argamassa MHEC, no entanto para esta argamassa é possível distinguir um segundo estágio (deformação plástica ou fluxo viscoso) mais claro para o ensaio a 3 mm/s. A composição das argamassas é a mesma (materiais brutos e proporções, distribuição granulométrica, teor de água), com exceção do aditivo celulósico. Os principais efeitos do aditivo são: aumento da viscosidade da água e consequente redução da susceptibilidade à separação de fases; efeito surfactante que leva à incorporação de maior teor de ar durante a mistura; e aumento da capacidade de lubrificação entre as partículas sólidas.

Como o esqueleto granular no início dos ensaios é o mesmo para as argamassas REF e MHEC, a habilidade da fase líquida de percolar entre as partículas sólidas é diretamente afetada pela viscosidade, como explicado na seção 2.2.1. A separação de fases é reduzida paralelamente à condutividade hidráulica devido ao aumento na viscosidade (SAKANO et al., 2018), que é um dos efeitos do aditivo. Analogamente, a força de arraste cresce, aumentando a capacidade do líquido de carregar as partículas e tornando o fluxo mais homogêneo. A permeabilidade de Darcy também é a mesma, por ser um fator intrínseco ao meio granular; logo, analisando pelo número de Peclet percebe-se que tanto o aumento da viscosidade quanto o da velocidade levam à redução da migração da fase líquida. Esses fatores justificam o espalhamento

facilitado em maiores velocidades, e também para a argamassa MHEC em relação à REF.

O teor de ar incorporado da argamassa MHEC (8,4%vol) foi mais alto do que o da REF (4,5%vol). A maior presença de bolhas de ar contribui tanto para o aumento da tensão de escoamento das suspensões, devido à formação de pontes entre partículas, quanto para a redução da viscosidade, pela sua ação como fluido e efeitos de dissipação (STRUBLE; JIANG, 2004; DUCLOUÉ et al., 2017). Essas mudanças reológicas tornam-se ainda mais complexas durante o *squeeze flow*, pois os níveis de pressão se alteram significativamente ao longo da amostra, e as bolhas de ar podem ser comprimidas, se deformar, ou até mesmo colapsar.

Outra consequência do ar incorporado é o maior volume de pasta, o que aumenta a distância entre os agregados (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009). De uma forma geral, o comportamento reológico de suspensões em regime de fluxo de cisalhamento puro é determinado pela distância entre as partículas sólidas e pela viscosidade do meio líquido (seja a água entre as partículas finas ou a pasta entre as partículas grossas). A influência da separação de fases durante o *squeeze flow*, no entanto, torna o efeito das alterações na viscosidade da fase líquida menos trivial. Portanto, o aumento no teor de ar e no volume da pasta contribuem para um fluxo mais homogêneo, mas como essa alteração não foi tão significativa entre as argamassas REF (53,0%vol de pasta) e MHEC (54,9%vol de pasta), a diferença entre os comportamentos pode ser atribuída principalmente ao aumento da viscosidade da fase líquida promovido pelo aditivo.

Durante o *squeeze flow* as partículas podem entrar em contato, seja por oscilações nas distâncias entre elas causadas pela dinâmica do fluxo ou, de uma forma mais intensa, pelo aumento da concentração de sólidos local em regiões específicas devido à separação de fases. Uma fase líquida mais viscosa promove maior efeito lubrificação para a fase sólida, evitando o contato direto entre as partículas e atrasando a ocorrência de travamento por embricamento.

A Figura 23 apresenta as curvas de *squeeze flow* e a segregação relativa dos ensaios envolvendo as argamassas CH e CH_M. A cal hidratada é usada em argamassas para aumentar a plasticidade e a deformabilidade do produto. Com a substituição de metade do fíler da argamassa REF, esse efeito de fato foi observado, e a argamassa

CH atingiu deslocamentos maiores. Contudo, para o teor empregado na formulação (7,5%vol de cal), o efeito do aditivo (com 0,05% em massa) nesse sentido foi maior, já que os ensaios na argamassa CH não chegaram aos mesmos deslocamentos da argamassa MHEC. Além disso, a 3 mm/s a argamassa CH chega a apresentar um segundo estágio (deformação plástica ou fluxo viscoso) pois a inversão para o terceiro estágio só ocorre após 4 mm de deslocamento, no entanto não há um patamar bem definido, e as cargas mantêm crescimento constante.

Figura 23 - Curvas de *squeeze flow* das argamassas CH e CH_M, nas velocidades de deslocamento de 0,1 mm/s e 3,0 mm/s (eixo da esquerda); os pontos isolados representam os resultados de separação de fases (Seg_{rel}) ao término de cada ensaio: CH 0,1 mm/s (●); CH 3,0 mm/s (◆); CH_M 0,1 mm/s (●); CH_M 3,0 mm/s (◆) (eixo da direita).

Fonte: elaborado pelo autor

A argamassa CH_M, por outro lado, teve um comportamento um pouco mais plástico em 3 mm/s. Apesar da curva de 0,1 mm/s ainda apresentar rápido enrijecimento por deformação, os deslocamentos máximos foram mais próximos dos observados para a argamassa MHEC, e o segundo estágio no ensaio a 3 mm/s é evidente, com cargas ainda mais elevadas do que o patamar da MHEC, característico de deformação plástica.

Tanto para a argamassa CH quanto para a CH_M, a diferença entre as curvas de 0,1 mm/s e 3 mm/s foi ainda maior do que para as argamassas sem cal. Esse tipo de comportamento já foi observado anteriormente em produtos industrializados com cal (CARDOSO et al., 2014a). Isso indica que, apesar da cal ajudar a aumentar a trabalhabilidade da argamassa, isso ocorre mais significativamente para taxas de deformação mais altas. Analisando conforme os conceitos apresentados na seção 2.2.1, a adição de cal à formulação reduziu a velocidade crítica para algo entre as duas velocidades de deslocamento utilizadas, havendo uma transição de

comportamento predominante de um ensaio para o outro. Isso deve estar associado à maior capacidade de retenção de água e à possibilidade de orientação das partículas de cal em maior velocidade. Já em baixa velocidade de deslocamento a separação de fases continua quase tão intensa do que para as argamassas sem cal. A segregação relativa da CH com 0,1 mm/s foi próxima do valor medido para a REF na mesma velocidade.

As curvas de *squeeze flow* das argamassas MHEC (Figura 22), CH e CH_M (Figura 23) com 3 mm/s foram as únicas que apresentaram um segundo estágio considerável (em deslocamentos entre 2 e 5 mm, aproximadamente, para as argamassas com aditivo, e entre 2 e 4 mm para a CH), indicando maior facilidade de espalhamento. Para esses ensaios, o *strain hardening* se iniciou próximo aos 5 ou 6 mm de deslocamento. Já foi demonstrado que quando não há separação de fases relevante, a altura final da amostra tende ao diâmetro da maior partícula (CARDOSO et al., 2014a). Para todas as argamassas analisadas, esse valor pode ser considerado como o $D_{95} = 1,26$ mm (95%vol das partículas estão abaixo deste tamanho).

Assim, mesmo para o ensaio com maior valor de deformação máxima (MHEC com 3 mm/s) pode-se afirmar que a migração da fase líquida ainda foi relevante, já que a altura final da amostra foi de 3 mm, aproximadamente. Seus efeitos, no entanto, só aparecerem em deslocamentos maiores, o que é justificável pois a probabilidade de ocorrência da separação de fases aumenta com a redução da distância entre as placas, quando aumenta também a chance de contato entre as partículas.

Os dados de segregação relativa confirmam a influência do aditivo, que reduziu a migração da fase líquida na velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s em 39% entre as argamassas REF e MHEC e em 34% entre a CH e a CH_M. Os valores de segregação específica indicam uma redução ainda mais significativa devido ao uso do aditivo celulósico, como demonstra a Tabela 1. Esse parâmetro relaciona a quantificação da separação de fases ao deslocamento, que é a força-motriz da migração da fase líquida. Como a argamassa MHEC atingiu maiores deslocamentos, o valor de segregação relativa medido ao final do teste a 0,1 mm/s é quase 70% mais baixo do que o da argamassa REF na mesma velocidade, e quase 50% mais baixo na CH_M em relação à CH, o que indica que o fluxo diferencial entre as fases foi muito menos intenso.

Tabela 1 - Resultados de segregação relativa (Seg_{rel}) e específica (Seg_{esp}) para as argamassas REF, MHEC, CH e CH_M em diferentes taxas de deslocamento.

Argamassa	Velocidade (mm/s)	Deslocamento máximo (mm)	Seg_{rel} (%)	Seg_{esp} (%/mm)
REF	0,1	2,24	13,2	5,91
	3,0	3,66	1,3	0,36
MHEC	0,1	4,26	8,0	1,89
	3,0	7,02	1,9	0,27
CH	0,1	2,94	11,27	3,83
	3,0	5,84	2,03	0,35
CH_M	0,1	3,72	7,46	2,01
	3,0	6,67	1,08	0,16

Fonte: elaborado pelo autor

Analizando os resultados da argamassa REF com 3 mm/s na Tabela 1, pode parecer que quase não houve separação de fases, já que o valor de segregação relativa é ainda mais baixo do que os valores para as outras argamassas na mesma velocidade de ensaio. Contudo, isso contradiz a análise feita nesta seção, assim como o que se observa na literatura (CARDOSO et al., 2014a). A ocorrência tão precoce do enrijecimento por deformação, se não pelo fluxo diferencial entre as fases, só poderia ser explicada por uma resposta do esqueleto granular do material. No entanto, este esqueleto granular é exatamente o mesmo da argamassa MHEC, e é também muito similar ao das argamassas CH e CH_M; as distribuições de fases também não são muito diferentes entre as argamassas; mesmo assim, quando ensaiadas a 3 mm/s, a REF apresentou *strain hardening* em deslocamentos muito menores do que as outras argamassas.

Essa inconsistência pode estar relacionada a limitações experimentais do método de quantificação da separação de fases, especialmente para os ensaios em maior velocidade de deslocamento. A divisão da amostra para quantificação só acontece após o final do ensaio e a retirada da placa superior. Além disso, assim que o teste é finalizado, é possível detectar um fenômeno de relaxação na amostra, evidenciada por uma queda na força normal registrada. Essa reação inercial pode gerar uma redistribuição de água na amostra, afetando as medições de separação de fases. Esse fenômeno será mais discutido na seção 4.4, com o apoio dos resultados de distribuição de pressão obtidos logo após o final do ensaio de *squeeze flow*.

4.2 Distribuição de pressão em escala bruta

Os resultados de *squeeze flow* por si já fornecem relevantes informações sobre o comportamento reológico, no entanto apenas a força normal é determinada. Informações relativas a eventos de menor escala que ocorrem ao longo da área da amostra permanecem desconhecidos. O mapeamento dinâmico de pressão, contudo, pode revelar alguns detalhes. O sistema de mapeamento transforma as informações obtidas pelo sensor em dados numéricos, em uma escala de 0 a 255 de valores brutos (unidade “*raw*”). Os resultados não calibrados podem ser comparados, contanto que os testes tenham sido realizados com o mesmo sensor e no mesmo ajuste de sensibilidade. Nesta seção, portanto, os resultados de mapeamento de pressão em dados brutos são analisados em conjunto com as curvas de *squeeze flow*, associados em seguida a fenômenos de dinâmica do fluxo e comportamentos reológicos, o que se trata de uma análise reológica inédita para argamassas. Ressalta-se ainda que essas imagens, em 2D (vista superior), apresentam interpolação para suavização da distribuição.

É importante ressaltar que no trecho final dos ensaios parte dos *senses* atingiram a capacidade máxima de medição para essa configuração de ensaio (regiões rosas nas imagens). Por causa dessa saturação, é possível que a pressão tenha sido subestimada nessas áreas das amostras. Além disso, os círculos tracejados cinza nas imagens de distribuição de pressão representam a área da placa superior. Apesar da configuração ser de área constante, em alguns casos o sensor detectou pressão em partes vizinhas à área da placa, que pode ser atribuída a uma influência do material extrudado; a área externa, no entanto, é relativamente baixa.

A Figura 24-b mostra as imagens de distribuição de pressão em deslocamentos específicos do *squeeze flow* a 0,1 mm/s da argamassa REF. No começo do ensaio os níveis de pressão são baixos, porém em 1 mm de deslocamento já é possível perceber duas regiões distintas com pressões um pouco mais elevadas. Depois disso, a inclinação da curva (Figura 24-a) começa a aumentar, indicando uma evolução gradual até o *strain hardening*.

Figura 24 - Distribuição de pressão e resultados de *squeeze flow* da argamassa REF: (a) curvas de *squeeze flow* com deslocamentos selecionados destacados; (b) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 0,1 mm/s; (c) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 3,0 mm/s; (d) escala de cores para a pressão em valores brutos.

Fonte: elaborado pelo autor

A existência de mais de um ponto de concentração ilustra a influência das múltiplas fases e das partículas macroscópicas. O *squeeze flow* em menor velocidade de deslocamento aumenta a chance de migração da fase líquida, o que leva à formação de uma estrutura de partículas sólidas inicial. Devido a um posicionamento aleatório das macropartículas, isso ocorre não necessariamente no centro exato da amostra, mas próximo, em posições em que os grãos de areia se acumulam e entram em contato à medida em que a região central se torna mais seca e o teor de sólidos local aumenta. Essa estrutura inicial pode ser descrita como um sítio de “nucleação” do travamento de partículas, já que em seguida ela evolui e cresce com o acúmulo de mais partículas.

Consequentemente, nas proximidades dos dois picos de concentração a pressão começa a aumentar, como pode ser notado na sequência das imagens na Figura 24-

b (1,4 mm; 1,6 mm; e 1,9 mm). Isso acontece porque a região travada afeta o fluxo nas regiões vizinhas, e as partículas sólidas ficam presas ao tentar se movimentar radialmente. Em 1,9 mm de deslocamento os dois pontos de concentração praticamente convergem, e ao final do ensaio (2,2 mm) toda a região central da amostra atinge o limite de saturação do sensor.

Comparado ao comportamento da amostra ensaiada a 0,1 mm/s, os resultados a 3 mm/s (Figura 24-c) mostram que de fato as pressões só se tornam mais significativas em maiores deslocamentos. A concentração de pressão se deu em um único ponto, perto do centro da amostra, que pode ser visto em estágio bem inicial em 1,6 mm. Somente em 2,21 mm a pressão atingiu os níveis observados em 1 mm de deslocamento no ensaio a 0,1 mm/s; essas duas situações são similares, já que em ambos os casos o enrijecimento por deformação é iminente.

A distribuição de pressão em 2,93 mm mostra uma pequena região com pressão acima de 200 raw, condição análoga à do ensaio a 0,1 mm/s em 1,6 mm; ambas as situações indicam o início do *strain hardening*. No final do ensaio (3,66 mm), mais uma vez há saturação do sensor na região central. É possível perceber que a área saturada é menor do que a do ensaio a 0,1 mm/s (área acima de 240 raw no final do ensaio: 25,0% para 0,1 mm/s; e 18,2% para 3 mm/s), o que pode estar relacionado à diferença de intensidade da separação de fases.

Na Figura 25-b nota-se que a concentração de pressão também começou em um único ponto para a argamassa MHEC com 0,1 mm/s de velocidade, porém em uma posição deslocada do eixo central. Isso pode ser relacionado às múltiplas fases do material, de maneira análoga aos dois pontos de concentração da Figura 24-b (argamassa REF com 0,1 mm/s). Também é possível observar a nucleação do travamento de partículas com o andamento do ensaio (1,9 mm; 2,8 mm; e 3,3 mm na Figura 25-b). Em 3,8 mm de deslocamento, a estrutura formada já cresceu, a partir do ponto de concentração inicial, até o centro da amostra. Depois, atinge o outro lado da amostra e causa a saturação do sensor em toda a região central no final do ensaio (4,26 mm).

Figura 25 - Distribuição de pressão e resultados de *squeeze flow* da argamassa MHEC: (a) curvas de *squeeze flow* com deslocamentos selecionados destacados; (b) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 0,1 mm/s; (c) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 3,0 mm/s; (d) escala de cores para a pressão em valores brutos. O quadrado tracejado vermelho no gráfico (a) representa a escala do gráfico da Figura 24.

Fonte: elaborado pelo autor

Com 3 mm/s, o estágio de deformação plástica adiou a ocorrência dos fenômenos. Os níveis de pressão continuaram relativamente baixos até deslocamentos maiores do que o máximo do ensaio a 0,1 mm/s. O início do enrijecimento por deformação, novamente coincidindo com o surgimento de uma pequena região com pressões acima de 200 raw, pode ser notado em 5,3 mm, enquanto no ensaio a 0,1 mm/s ele se dá em 2,8 mm de deslocamento.

Assim como para a argamassa REF, há um único e centralizado ponto de concentração de pressão nas imagens do ensaio a 3 mm/s da argamassa MHEC (Figura 25-c). Esse fato sugere que para os ensaios com maior velocidade de deslocamento ocorreram fluxos mais homogêneos em que as múltiplas fases do material têm menos influência na formação de estruturas granulares porque o fluido

consegue carregar as partículas mais eficientemente enquanto se espalha radialmente.

A Figura 26 apresenta as imagens de distribuição de pressão para a argamassa CH. Com 0,1 mm/s (Figura 26-b) o ponto de concentração de pressão foi o que surgiu mais afastado do centro entre todos os ensaios com as quatro argamassas; no entanto ele surge isolado, não havendo múltiplos pontos como visto para a argamassa REF. O crescimento da pressão é relativamente rápido, com o primeiro aparecimento de pressões acima de 200 raw já em 1,6 mm de deslocamento.

Figura 26 - Distribuição de pressão e resultados de *squeeze flow* da argamassa CH: (a) curvas de *squeeze flow* com deslocamentos selecionados destacados; (b) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 0,1 mm/s; (c) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 3,0 mm/s; (d) escala de cores para a pressão em valores brutos. O quadrado tracejado vermelho no gráfico (a) representa a escala do gráfico da Figura 24.

Fonte: elaborado pelo autor

No ensaio a 3 mm/s (Figura 26-c) as pressões se mantêm em níveis baixos por um período mais longo. O pico de concentração, já com algum desenvolvimento em 4,18 mm, também não foi tão centralizado. O desenvolvimento da pressão em *strain*

hardening não é tão intenso quanto com 0,1 mm/s, e ao final do ensaio (5,84 mm) a área saturada do sensor novamente é menor do que para o ensaio em menor velocidade.

As imagens de distribuição de pressão da argamassa CH_M com 0,1 mm/s (Figura 27-b) mais uma vez apresentam um crescimento rápido. No entanto esse crescimento se deu de forma um pouco mais próxima ao eixo de simetria, com o ponto de concentração menos afastado do centro da amostra do que os ensaios com as outras argamassas na mesma velocidade de deslocamento.

Figura 27 - Distribuição de pressão e resultados de *squeeze flow* da argamassa CH_M: (a) curvas de *squeeze flow* com deslocamentos selecionados destacados; (b) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 0,1 mm/s; (c) imagens de distribuição de pressão em deslocamentos selecionados para o ensaio a 3,0 mm/s; (d) escala de cores para a pressão em valores brutos. O quadrado tracejado vermelho no gráfico (a) representa a escala do gráfico da Figura 24.

Fonte: elaborado pelo autor

O efeito do aditivo torna o fluxo mais homogêneo, e assim como em velocidade mais baixa, com 3 mm/s (Figura 27-c) inicialmente a distribuição é bem simétrica, com um pico de pressão bem centralizado se desenvolvendo em 2,45 mm de deslocamento.

No entanto, com o andamento do ensaio esse pico se desfaz, e em 3,57 mm já é possível observar que a pressão cai levemente no centro exato da amostra, enquanto outros pontos próximos apresentam nível de pressão um pouco mais elevado. Com o aumento da força normal por vezes as estruturas granulares formadas na parte inicial do ensaio se rompem, com nova adequação das partículas. Com isso, dois novos picos dispostos de forma oposta radialmente se formaram na distribuição, atingindo valores mais elevados em 5,10 mm de deslocamento. Os picos se desenvolvem e crescem em direção ao centro (6,02 mm), se encontrando e formando uma região saturada na direção radial ao final do ensaio (6,67 mm).

Essa seção apresentou uma análise qualitativa do mapeamento da pressão em valores brutos, relacionando a evolução da distribuição de pressão com o comportamento macroscópico, o que ajuda a elucidar aspectos relativos a mudanças microestruturais que ocorrem na amostra durante o ensaio. Uma análise quantitativa, incluindo comparação com modelos de fluxo para esclarecer o comportamento do material, é apresentada na seção 4.3.

4.3 Distribuição de pressão experimental comparada a modelos teóricos

A seção 2.1.4 apresentou diferentes modelos que descrevem a força e a distribuição de pressão para materiais em *squeeze flow* sob diversos regimes de fluxo. Apesar das argamassas analisadas demonstrarem a existência de tensão de escoamento, a comparação com modelos baseados em fluidos Newtonianos ou do tipo *power law* não fica totalmente comprometida, já que com a taxa de deslocamento constante imposta o fluxo é induzido independentemente da tensão de escoamento (CAMPANELLA; PELEG, 1987; STEFFE, 1996). Além disso, já foi demonstrado que modelos para fluidos Newtonianos com a incorporação de uma tensão de escoamento podem ser adequados como uma primeira aproximação para diversos fluxos (ZWICK; AYYASWAMY; COHEN, 1996).

O procedimento de calibração dos dados do sensor desenvolvido neste trabalho é apresentado na seção 4.3.1. Em seguida, a seção 4.3.2 explica diferentes abordagens de tratamento e apresentação dos resultados. Cortes radiais das distribuições de pressão são comparados na seção 4.3.3 com as previsões de acordo com os modelos para fluidos Newtonianos em regime de cisalhamento e em regime elongacional. Uma

análise a partir da média dos dados em torno de diferentes circunferências é utilizada na seção 4.3.5, que incluiu ainda o modelo para deformação plástica perfeita nos casos em que a determinação do K_i (explicada no item 4.3.4) foi possível.

4.3.1 Calibração dos dados de mapeamento de pressão

Os dados brutos do sistema de monitoramento da distribuição de pressão (I-Scan) foram analisados comparativamente na seção 4.2, porém para permitir a comparação com os modelos de fluxo é necessário realizar um procedimento de calibração, que converte os resultados para unidades reais de engenharia (kPa, por exemplo).

Segundo o manual do equipamento, o processo pode ser realizado através do simples carregamento do sensor sob uma folha de EVA. Este método, no entanto, gera muitas imprecisões, e o procedimento é muito diferente do que ocorre no ensaio. Assim, o mais recomendado é que a calibração seja realizada através do próprio resultado do ensaio de *squeeze flow*, que além de manter o mesmo tipo de interface, relaciona as leituras do sensor com os resultados de carregamento da máquina universal de ensaios (que são precisos e confiáveis) em diversos momentos do ensaio. Este procedimento, no entanto, não é direto ou automático, e considerando ainda que o resultado do ensaio de *squeeze flow* é muito distante de linear, um único processo resulta em grande imprecisão na calibração para parte do ensaio. Além disso, neste processo todas as curvas têm que ser calibradas, não sendo possível aplicar apenas uma calibração para todos os testes, tornando a rotina de calibração bastante trabalhosa.

Para superar as dificuldades e limitações, os ensaios foram separados em duas partes, com divisão próxima ao início do estágio de enrijecimento por deformação. Para cada parte da curva, até 10 pontos foram utilizados para associar a força em valores brutos medida pelo I-Scan com o valor de carga correspondente apontado pela prensa universal. Um processo de tentativa e erro foi conduzido para determinar o melhor ponto para divisão de cada curva, e também para definir quais pontos eram mais adequados em cada parte da curva para a associação entre valores do sensor de pressão e valores de força normal. Com pelo menos três tentativas para cada ensaio, o critério de escolha foi o valor de R-quadrado (R^2 , indicador de correlação) entre a curva calibrada da força total medida pelo sensor e a curva de carga original.

As calibrações finais obtidas para os ensaios em área constante analisados são apresentadas na Figura 28, em conjunto com as curvas parciais do processo de calibração e a curva de carga original de carga (Instron) de cada ensaio.

Figura 28 - Calibração dos dados do sistema I-Scan para os ensaios com as argamassas: (a) REF; (b) MHEC; (c) CH; e (d) CH_M. As linhas tracejadas representam a curva original da prensa universal (Instron); as linhas tracejadas e vazadas indicam as duas curvas parciais de calibração para cada ensaio; e as linhas cheias representam a curva final de calibração. O valor de R^2 entre a curva final de calibração e a curva da Instron também é indicado para cada ensaio.

Fonte: elaborado pelo autor

As curvas de calibração parcial que utilizaram os pontos do primeiro trecho dos ensaios subestimam demais o trecho final, enquanto as curvas parciais do segundo trecho subestimam a parte inicial. Isso demonstra por que o procedimento em duas etapas se faz necessário. A curva calibrada final de cada ensaio é a combinação das duas parciais. Vale ressaltar também que, apesar de algumas partes das curvas calibradas desviarem ligeiramente da curva de carga, de forma geral as curvas têm boa concordância entre si, resultando em valores de correlação elevados.

4.3.2 Tratamento dos dados de distribuição de pressão calibrados

O próprio software do sistema I-Scan possui algumas ferramentas que permitem um certo tratamento dos dados. As opções, no entanto, são bem limitadas, por isso

também pode ser interessante extrair os dados e realizar esta etapa em um ambiente externo ao software. Assim, uma planilha dedicada foi preparada, ampliando as possibilidades de tratamento e análise. Os dados brutos (conjunto de matrizes 44x44, sendo uma para cada frame registrado, ou seja, a cada 0,1 mm de deslocamento de cada ensaio) são inseridos, recortados para destacar a parte que contém os dados da amostra durante o ensaio, e posicionados na planilha de forma padronizada. A partir daí diferentes alternativas de análise se tornam viáveis.

Uma das possibilidades de tratamento consiste na observação da evolução da pressão em posições radiais fixas na amostra. Para uma explicação mais ilustrativa, seria como realizar cortes na distribuição para análise do perfil resultante, sempre passando pelo centro da amostra. No software do equipamento é possível fazer uma análise deste tipo, porém apenas nos eixos horizontal e vertical, seguindo a orientação da malha de elementos sensitivos. Já na planilha dedicada, foram definidos quatro eixos para observação da distribuição de pressão. A Figura 29 ilustra os eixos selecionados (X; Y; 45A; e 45B) e sua posição relativa à área da placa superior.

Figura 29 - Eixos radiais analisados e a sua posição relativa; o círculo representa a placa superior.

Fonte: elaborado pelo autor

Os eixos X e Y correspondem às mesmas direções que permitem a análise direta pelo software do sistema. Assim, uma comparação entre os dois processos de tratamento foi realizada, utilizando dados dos ensaios na configuração de área constante. Alguns exemplos de resultados são apresentados na Figura 30. Mesmo que após tratamento os resultados apresentem algumas disparidades, os dois procedimentos indicaram praticamente o mesmo perfil para as curvas. As pequenas diferenças observadas foram causadas por discrepâncias entre os procedimentos. No software do I-Scan, as

linhas dos eixos são desenhadas à mão para cada ensaio, por vezes dificultando a correta definição do centro da amostra. O procedimento adotado através de planilha dedicada, por outro lado, foi mais reprodutível e considerou o valor médio de alguns *sense/s* para calcular cada ponto do gráfico.

Figura 30 - Exemplos de comparações entre procedimentos de análise em eixos (dados tratados através do software I-Scan e em planilha dedicada): argamassa REF com 0,1 mm/s nos deslocamentos de (a) 0,6 mm e (b) 1,9 mm; argamassa MHEC com 3,0 mm/s nos deslocamentos de (c) 1,0 mm e (d) 4,3 mm.

Fonte: elaborado pelo autor

Baseado nessa comparação, o tratamento realizado em planilha dedicada foi escolhido, já que as distribuições de pressão do *squeeze flow* em argamassas incluem oscilações relevantes e grande assimetria, como foi possível observar nos resultados da seção 4.2. Assim, apenas dois eixos podem significar representatividade insuficiente da área da amostra. Além disso, a planilha fornece um tratamento mais versátil, interessante para os estudos da evolução de pressão que requerem diferentes tipos de análises. Este tratamento em cortes radiais é utilizado para análise da distribuição de pressão e comparação com modelos para os resultados em área constante na seção 4.3.3 (em deslocamentos selecionados e ao longo dos quatro eixos citados na Figura 29).

Outra possibilidade de avaliação obtida através de tratamento em planilha é a análise em determinadas posições radiais da amostra, baseada em círculos concêntricos de

diferentes raios. Com isso, é possível examinar a distribuição de pressão ao longo do perímetro dessas circunferências, calculando, por exemplo, a pressão média e a variação. O conjunto das pressões médias em cada circunferência constituiu o que foi denominado de “raio médio”. A Figura 31 ilustra os círculos definidos, com sua posição relativa ao perímetro da placa superior e o raio de cada circunferência.

Figura 31 - Circunferências empregadas na análise em posições radiais e os raios correspondentes.

Fonte: elaborado pelo autor

Esse tipo de análise fornece uma visualização mais clara e simples do perfil de distribuição radial. Apesar disso, a determinação de pressões médias pode omitir variações relevantes como as causadas pelas heterogeneidades intrínsecas da amostra, fato muito relevante devido ao tipo de material analisado (suspensões concentradas heterogêneas com partículas macroscópicas). Por isso, além dos resultados médios, é importante analisar a variância das medições para evitar que esses efeitos passem despercebidos. A análise de raio médio foi utilizada na comparação com modelos tanto neste capítulo de resultados em área constante (na seção 4.3.5) quanto no capítulo de resultados em volume constante (na seção 5.3.3).

4.3.3 Análise das distribuições de pressão em cortes radiais

Nesta seção, os dados experimentais calibrados da distribuição de pressão são comparados com as previsões para fluidos Newtonianos em regime de cisalhamento puro e elongacional puro através da análise em cortes radiais (detalhada na seção 4.3.2). Os modelos são calculados a partir dos dados de força total calibrada do sensor (curvas mostradas no item 4.3.1), e o raio da amostra utilizado é o da placa superior,

já que a configuração é de área constante. Como discutido na seção 4.2, em alguns casos há transferência de pressão para partes fora do raio considerado; contudo, como a diferença não foi considerável, isso não interferiu na análise.

A Figura 32 apresenta os resultados da argamassa REF, nas duas velocidades de deslocamento. No início do ensaio com 0,1 mm/s (Figura 32-a) as quatro curvas representando a pressão ao longo dos eixos mostram aproximadamente o mesmo perfil, relativamente plano na parte central (mais próximo da previsão para fluxo elongacional) e curvo nas extremidades (mais próximo do cisalhamento). Como a configuração do ensaio foi escolhida para permitir uma avaliação geral de todo o ensaio, a resolução de medição do sensor no começo do teste é limitada (quando o nível de pressões é baixo), e mesmo assim ocorre saturação de parte dos *sensels* no final do ensaio (regiões de pressão elevada). Para resultados mais precisos sob essas condições mais extremas, seriam necessárias diferentes configurações do sistema de mapeamento de pressão. Por isso, a determinação de qual modelo se adequa melhor aos resultados no início do ensaio é difícil, mas o mais provável é que tenha ocorrido um fluxo misto. Vale ressaltar que a mudança de tipo de fluxo durante o ensaio é possível e comum, inclusive (STEFFE, 1996; KOTSIKOS; GIBSON, 1998).

Com 1 mm de deslocamento (Figura 32-b), os trechos planos das curvas já não são tão visíveis, o que poderia indicar um fluxo mais próximo do cisalhamento. A ocorrência de cisalhamento, ao menos parcial, era esperada pela curvatura nas bordas da amostra verificada visualmente durante os ensaios (exemplo na Figura 18-d da seção 3.4), indicando que não houve escorregamento livre, ao menos um fluxo misto. No entanto, os picos de concentração de pressão já podem ser observados em dois dos eixos (X e 45B), o que demonstra a importância em se analisar múltiplas direções radiais em materiais heterogêneos, já que os outros eixos não mostram os mesmos picos. Os picos começam a crescer e em 1,6 mm (Figura 32-c) eles já alcançaram valores de pressão consideravelmente mais altos do que o resto das curvas. Nesse deslocamento o *strain hardening* já teve início, como destacado nas seções anteriores. No final do ensaio (Figura 32-d), a pressão aumentou nos entornos dos picos, que se uniram na região central, visível agora em todos os eixos. As quatro curvas são totalmente diferentes das previsões dos dois modelos, com grande concentração de pressão nas regiões centrais e valores mais baixos nas partes periféricas da amostra.

Figura 32 - Curvas de distribuição de pressão radial nos eixos X, Y, 45A e 45B, em momentos seleccionados dos ensaios de squeeze flow da argamassa REF com (a-d) 0,1 mm/s e com (e-h) 3,0 mm/s. As curvas de distribuição calculadas pelos modelos para fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro e em regime elongacional puro também são apresentadas. Cada gráfico indica ainda o deslocamento correspondente e a carga total de acordo com os dados calibrados do sensor.

Fonte: elaborado pelo autor

As distribuições de pressão na Figura 32 mostram oscilações significativas, o que pode ser atribuído às heterogeneidades do material. Esse efeito é visivelmente ampliado no início do ensaio com 3 mm/s (Figura 32-e,f). Isso ocorre porque em

maiores velocidades, como a microestrutura se altera mais rápido, as partículas têm menos tempo para se acomodar, entram em contato, e acabam criando pontos de concentração locais temporários devido ao atrito. Essas oscilações não foram detectadas em materiais mais homogêneos (YATES, 2003). Mesmo com as oscilações, é possível observar que até 1,6 mm de deslocamento (Figura 32-e,f) o perfil geral das curvas segue razoavelmente as previsões para fluidos Newtonianos em cisalhamento puro.

Em 2,93 mm de deslocamento (Figura 32-g) as curvas desviam das previsões com o surgimento dos picos de concentração, em situação análoga às distribuições em 1,6 mm do ensaio com 0,1 mm/s (Figura 32-c). Isso é um efeito da migração da fase líquida, como discutido na seção 4.2, e ocorreu em deslocamentos próximos ao ponto de inflexão do início do estágio de enrijecimento por deformação. O comportamento observado nas distribuições das duas velocidades é parecido, apesar dos picos de concentração no ensaio com 3 mm/s serem mais centrais e, conseqüentemente, notáveis em todos os eixos. A concentração em maior velocidade de deslocamento se deu em um único ponto, enquanto a 0,1 mm/s dois picos são formados em posições diferentes, indicando uma situação mais crítica e fluxo mais heterogêneo. No final do ensaio com 3 mm/s (Figura 32-h), a pressão na região central também atingiu a saturação do sensor.

Os cortes radiais para os ensaios com a argamassa MHEC (Figura 33) não apresentam tantas oscilações quanto o que foi observado para a argamassa REF, e no início dos ensaios nas duas velocidades (Figura 33-a,b,e,f) as curvas de distribuição de pressão seguem relativamente bem as previsões para cisalhamento puro. Esses fatores indicam fluxos mais homogêneos, o que está de acordo com os efeitos do aditivo empregado. A proximidade com o modelo não era óbvia, já que este considera fluido Newtoniano perfeito, e os materiais analisados são suspensões concentradas de partículas com grande extensão de tamanhos. Comportamento similar, no entanto, já havia sido relatado para suspensões de esferas em silicone quando não houve separação de fases (NIKKHOO et al., 2013). De maneira análoga ao que ocorreu para a argamassa REF (Figura 32-c,g), quando o *strain hardening* se inicia é possível notar o surgimento dos picos de concentração nas distribuições, com pressões muito mais elevadas do que as previsões que os modelos indicam (Figura 33-c,g).

Figura 33 - Curvas de distribuição de pressão radial nos eixos X, Y, 45A e 45B, em momentos selecionados dos ensaios de squeeze flow da argamassa MHEC com (a-d) 0,1 mm/s e com (e-h) 3,0 mm/s. As curvas de distribuição calculadas pelos modelos para fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro e em regime elongacional puro também são apresentadas. Cada gráfico indica ainda o deslocamento correspondente e a carga total de acordo com os dados calibrados do sensor.

Fonte: elaborado pelo autor

Os resultados dos ensaios com a argamassa CH são apresentados na Figura 34. O surgimento de concentração de pressão já se dá no início do ensaio com 0,1 mm/s (Figura 34-a). No mesmo deslocamento, o ensaio com 3 mm/s tem perfis bem mais regulares (Figura 34-e); apesar das curvas apresentarem alguns picos, eles são bem menos intensos do que os vistos em baixa velocidade. Enquanto a 0,1 mm/s os picos nas curvas se desenvolvem rapidamente, como visto em 1,6 e 2 mm de deslocamento (Figura 34-b,c), com 3 mm/s os picos demoram mais para evoluir (como mostra a Figura 34-f em 3,06 mm de deslocamento), só apresentando níveis similares aos picos do ensaio em velocidade mais baixa em 4,18 mm de deslocamento (Figura 34-g). No ensaio com 0,1 mm/s, a concentração de pressão segue descentralizada até o final (Figura 34-d), fenômeno que também acontece a 3 mm/s, mas menos crítico (Figura 34-h). Percebe-se que o fluxo de uma forma geral mostrou grande influência das heterogeneidades do material para a argamassa CH, principalmente quando comparada à argamassa MHEC.

Figura 34 - Curvas de distribuição de pressão radial nos eixos X, Y, 45A e 45B, em momentos selecionados dos ensaios de squeeze flow da argamassa CH com (a-d) 0,1 mm/s e com (e-h) 3,0 mm/s. As curvas de distribuição calculadas pelos modelos para fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro e em regime elongacional puro também são apresentadas. Cada gráfico indica ainda o deslocamento correspondente e a carga total de acordo com os dados calibrados do sensor.

Fonte: elaborado pelo autor

A argamassa CH_M (Figura 35) apresentou alguns fenômenos similares à argamassa CH, porém com menos intensidade nos efeitos da separação de fases exatamente pela presença do aditivo. A concentração de pressão também pode ser notada no início do ensaio com 0,1 mm/s (Figura 35-a), contudo sua evolução se dá de forma mais lenta do que na argamassa anterior (Figura 35-b,c). O ensaio com 3 mm/s mostra comportamento bem mais homogêneo. É comparável ao que foi observado para a argamassa MHEC, mantendo os perfis de distribuição de pressão próximos ao modelo de cisalhamento até deslocamentos bem elevados (Figura 35-e,f,g). A diferença principal para a argamassa sem cal se dá na parte final do ensaio, já que quando a concentração de pressão surge é mais descentralizada, seguindo assim até o término do procedimento (Figura 35-h).

As distribuições no final dos ensaios (Figura 32-d,h; Figura 33-d,h; Figura 34-d,h; e Figura 35-d,h) mostram os picos após expansão da região travada por embricamento das partículas pela área central da amostra (com alguns picos desviando para regiões vizinhas ao eixo de simetria da amostra). Levando em consideração algumas diferenças entre os materiais e a complexidade das argamassas, o perfil geral das distribuições é parecido com o que foi observado ao final de testes em suspensões granulares mais simples quando ocorreu migração da fase líquida (NIKKHOO et al., 2013). O fenômeno é o mesmo, apesar da origem ser diferente, já que nos ensaios com esferas em silicone (NIKKHOO et al., 2013) o fluxo diferencial só ocorreu acima de uma concentração de sólidos crítica, devido ao fluido altamente viscoso e às partículas de formato bem regular empregados. Aqui, as características dos materiais são completamente opostas (distribuição granulométrica extensa; partículas irregulares; e fase líquida menos viscosa, por exemplo) e o ensaio foi com controle e diferentes velocidades de deslocamento. Com isso, foi possível identificar a ocorrência do travamento causado pela separação de fases (em que parte da amostra e em que momento do ensaio ocorreu), e ainda demonstrar que o travamento inicial funciona como um sítio de nucleação de aumento de concentração de sólidos, que fatalmente conduz ao enrijecimento por deformação.

Figura 35 - Curvas de distribuição de pressão radial nos eixos X, Y, 45A e 45B, em momentos selecionados dos ensaios de squeeze flow da argamassa CH_M com (a-d) 0,1 mm/s e com (e-h) 3,0 mm/s. As curvas de distribuição calculadas pelos modelos para fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro e em regime elongacional puro também são apresentadas. Cada gráfico indica ainda o deslocamento correspondente e a carga total de acordo com os dados calibrados do sensor.

Fonte: elaborado pelo autor

Os picos de concentração destacados nos perfis de distribuição de pressão indicam uma transição localizada da condição do fluxo. Regiões da amostra afetadas pela separação de fases têm aumento no teor de sólidos, e por isso tendem a apresentar uma resposta mais granular. Diferentes modelos tentam abordar esse tipo de comportamento. Um exemplo conhecido é o da condição de contorno de Coulomb (ADAMS et al., 1991), que indica uma variação exponencial da pressão na direção radial.

Modelos deste tipo, no entanto, requerem a definição de parâmetros adicionais de atrito entre a partícula, além da tensão de escoamento da fase líquida. Além disso, o comportamento em *squeeze flow* do material segregado não é homogêneo, gerando diferentes condições ao longo da área da amostra. Pode haver concomitantemente uma resposta granular em posições centrais mais secas e fluxo viscoso na parte periférica com menor concentração de sólidos, sendo os limites entre os comportamentos desconhecidos. Nesse sentido, o sensor de mapeamento dinâmico de pressão pode ajudar a delimitar as regiões com comportamentos distintos em cada momento do ensaio. Para realizar essa tarefa com precisão, no entanto, um desenvolvimento mais complexo e sofisticado é necessário, que provavelmente demandaria ainda mais qualidade na informação do que a configuração utilizada neste trabalho fornece (como maior resolução da malha e maior extensão de pressões dentro dos limites de medição do sensor).

Pelas dificuldades citadas, a aplicação dos modelos granulares não fez parte do escopo deste trabalho. Para efeito de comparação, no entanto, a Figura 36 mostra uma representação genérica do perfil do gradiente de pressão relativo (sem considerar valores absolutos) para os modelos de fluxo destacados. A variação da pressão pode ser parabólica, linear ou exponencial, dependendo do regime de fluxo e das condições de contorno. Percebe-se que o gradiente de pressão resultante do modelo de Coulomb condiz com as alterações nos perfis observadas quando ocorre a separação de fases. Este comportamento de origem granular explica ainda o aumento exponencial na curva de carga (ou tensão) característico do estágio de enrijecimento por deformação de argamassas em *squeeze flow*, pois neste estágio o macro comportamento do material é dominado pela região sob regime do modelo de Coulomb.

Figura 36 - Pressão relativa, um indicador do perfil genérico do gradiente de pressão radial ao longo da amostra, para quatro modelos de *squeeze flow* diferentes: Newtoniano em regime de cisalhamento puro (N. cisalhamento); Newtoniano em regime elongacional puro (N. elongacional); fluxo plástico perfeito; e condição de contorno de Coulomb.

Fonte: elaborado pelo autor

4.3.4 Determinação do K_i para o modelo plástico

A curva vermelha na Figura 36 representa o modelo de comportamento plástico perfeito (ROUSSEL; LANOS, 2003; COUSSOT, 2005). Outros modelos baseados em materiais com tensão de escoamento têm perfil do gradiente de pressão parecido, dependendo dos parâmetros utilizados e das condições de contorno definidas (ADAMS et al., 1991).

Como explicado, as argamassas possuem uma tensão de escoamento, então apesar dos modelos Newtonianos serem usados como uma boa referência, é interessante comparar os resultados experimentais com o modelo para materiais plásticos. É importante enfatizar, no entanto, que este modelo considera deformação plástica perfeita, que corresponde ao segundo estágio do *squeeze flow* e, como discutido nas seções anteriores, não representou parte significativa para a maioria dos ensaios.

Isso pode ser verificado pela Figura 37, que apresenta o parâmetro de força reduzida (F^*) em função da razão entre a altura e o raio da amostra. Nesses gráficos, o comportamento plástico perfeito é representado por uma reta com coeficientes linear e angular dependentes de um único parâmetro (K_i), como indica a Equação 5 na seção 2.1.4. As únicas curvas que seguiram o comportamento sugerido pelo modelo

em um trecho significativo do ensaio foram as das argamassas MHEC e CH_M com 3 mm/s. Os valores de K_i que resultaram em boa adequação foram de 3,3 kPa e 4,7 kPa, respectivamente, para cada um dos dois ensaios. Ambos apresentaram conformidade com o modelo aproximadamente no trecho entre 0,10 e 0,15 de h/R .

Figura 37 - Parâmetro de força reduzida (F^*) em função de h/R para os ensaios de *squeeze flow* das argamassas: (a) REF e MHEC; e (b) CH e CH_M. As curvas vermelhas correspondem ao comportamento plástico perfeito de acordo com o modelo, considerando em (a) $K_i = 3,3 \text{ kPa}$; e em (b) $K_i = 4,7 \text{ kPa}$.

Fonte: elaborado pelo autor

Mesmo tendo um período grande de pressões relativamente baixas, por este gráfico percebe-se que o ensaio com a argamassa CH a 3 mm/s não apresentou deformação puramente plástica em nenhum momento, já que a inclinação da curva não permite a determinação de K_i em nenhum trecho. Com isso fica claro que o segundo estágio observado neste ensaio corresponde a um fluxo viscoso. O emprego somente da cal não forneceu à argamassa a plasticidade que o aditivo celulósico foi capaz de gerar. Nos outros ensaios a evolução do primeiro estágio direto para o *strain hardening* ocorreu rapidamente, por isso as curvas não chegam nem perto do esperado para o comportamento plástico.

Também vale ressaltar que, além da maior complexidade do material analisado, a condição de restrição geométrica indicada pelos valores de h/R durante o ensaio é muito mais intensa do que o encontrado em trabalhos anteriores que empregaram o modelo de plástico perfeito (ROUSSEL; LANOS, 2003, 2004; TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005). A altura inicial da amostra é apenas oito vezes o tamanho máximo de partícula ($D_{95} = 1,26 \text{ mm}$), aproximadamente, e o raio é relativamente grande ($D/h =$

10), fatores que contribuem para a heterogeneidade do comportamento do fluxo na área da amostra.

4.3.5 Comparação com modelos em análise de raio médio

Esta seção apresenta a análise feita com base no procedimento de tratamento dos dados denominado raio médio, descrito na seção 4.3.2 (com as circunferências ilustradas na Figura 31). Logo, os resultados mostrados aqui são as curvas de raio médio em deslocamentos específicos, incluindo barras de erros definidas pelo desvio padrão do conjunto de dados de cada circunferência para aquele momento do ensaio (importantes para considerar a influência das heterogeneidades intrínsecas das argamassas, já demonstradas nos cortes radiais e discutidas no item 4.3.3). As curvas são comparadas com os modelos para fluidos Newtonianos (em cisalhamento e elongacional) e, quando possível, para deformação plástica perfeita.

A Figura 38 apresenta os resultados para a argamassa MHEC com 3 mm/s. No começo do ensaio, a previsão para comportamento plástico superestima a pressão, o que era esperado pois o modelo utiliza apenas o valor de K_i e a altura da amostra; com 1,02 mm de deslocamento (Figura 38-a) o teste ainda está no primeiro estágio de *squeeze flow*. O perfil da curva experimental parece estar entre o linear e o parabólico, com valores mais próximos da previsão para materiais Newtonianos em cisalhamento.

Figura 38 - Análise do raio médio do *squeeze flow* da argamassa MHEC com 3,0 mm/s em deslocamentos específicos. As barras de erro representam o desvio padrão do conjunto de valores medidos em cada posição radial. São apresentadas as curvas de distribuição de pressão dos modelos de fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro; fluido Newtoniano em regime elongacional puro; e fluxo plástico perfeito (com $K_i = 3,3 \text{ kPa}$).

Fonte: elaborado pelo autor

Já na região do ensaio em que o modelo plástico se adequou bem à curva de F^* do teste, em 1,94 mm de deslocamento (Figura 38-b) o raio médio fica realmente próximo ao perfil do modelo plástico, o que é válido para quase todo o trecho de segundo estágio do *squeeze flow*. Em 4,28 mm de deslocamento (Figura 38-c), os dados experimentais continuam próximos ao modelo linear, apesar do início da concentração de pressão já ser perceptível na parte mais central da amostra. Em 6,22 mm (Figura 38-d) o *strain hardening* já se iniciou, e entre 0 e 20 mm de posição radial a pressão torna-se muito maior; apesar disso, é interessante destacar que em posições radiais maiores do que 20 mm a pressão média continua próxima às previsões dos modelos (valores no mesmo nível principalmente do modelo de cisalhamento).

A Figura 39 mostra a análise de raio médio para o único outro ensaio que apresentou trecho de deformação plástica (argamassa CH_M a 3 mm/s). No início do ensaio (Figura 39-a) também houve superestimação das pressões pelo modelo plástico por se tratar do período de acomodação da amostra, mesmo assim os dados

experimentais parecem mais próximos de um perfil linear, apesar de algumas irregularidades. Em 2,45 mm (Figura 39-b) a conformidade com o modelo é muito grande, parecido com o que houve durante o segundo estágio da argamassa MHEC na mesma velocidade.

Figura 39 - Análise do raio médio do *squeeze flow* da argamassa CH_M com 3,0 mm/s em deslocamentos específicos. As barras de erro representam o desvio padrão do conjunto de valores medidos em cada posição radial. São apresentadas as curvas de distribuição de pressão dos modelos de fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro; fluido Newtoniano em regime elongacional puro; e fluxo plástico perfeito (com $K_i = 4,7 \text{ kPa}$).

Fonte: elaborado pelo autor

Ao final do trecho de deformação plástica, em 5,1 mm de deslocamento (Figura 39-c), os desvios tornam-se muito significativos na maior parte da amostra, em especial nas posições radiais entre 20 e 40 mm. Isso aconteceu pelo surgimento dos dois picos de concentração de pressão em regiões deslocadas do centro da amostra; com isso, ao redor das circunferências com raios nesse intervalo encontram-se tanto pressões baixas quanto pressões elevadas. No final do ensaio (Figura 39-d), a concentração de pressão atravessou a amostra, fazendo com que os desvios fossem grandes para todo o raio médio.

Para materiais com comportamento plástico perfeito, o valor de K_i teoricamente não depende da velocidade de deslocamento (ROUSSEL; LANOS, 2003). Desta forma,

mesmo que a sua curva de F^* em função de h/R não tenha permitido a determinação de K_i , o mesmo valor definido pelas curvas dos ensaios a 3 mm/s foram usados para a comparação com os resultados a 0,1 mm/s das argamassas MHEC (Figura 40) e CH_M (Figura 41).

Figura 40 - Análise do raio médio do *squeeze flow* da argamassa MHEC com 0,1 mm/s em deslocamentos específicos. As barras de erro representam o desvio padrão do conjunto de valores medidos em cada posição radial. São apresentadas as curvas de distribuição de pressão dos modelos de fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro; fluido Newtoniano em regime elongacional puro; e fluxo plástico perfeito (com $K_i = 3,3 \text{ kPa}$).

Fonte: elaborado pelo autor

Para a argamassa MHEC com 0,1 mm/s, em 1 mm de deslocamento (Figura 40-a), mesmo relevando a superestimação dos níveis de pressão pelo modelo plástico, os dados experimentais parecem muito mais próximos do perfil parabólico do modelo de cisalhamento em Newtonianos do que de um perfil linear. Já em 1,9 mm (Figura 40-b), o raio médio apresenta um perfil intermediário entre os perfis dos dois modelos, talvez mais próximo do parabólico, mas considerando o desvio padrão isso não é claro. O fato do perfil não se parecer tanto com o do modelo plástico quanto o observado para o teste com 3 mm/s pode ser relacionado à ausência do estágio de deformação puramente plástica no ensaio em menor taxa de deslocamento. Os níveis

de variação representados pelas barras de erros são mais elevados do que no ensaio a 3 mm/s em condições similares (Figura 38-b).

Em 2,8 mm (Figura 40-c) o modelo plástico já subestima a pressão, e o modelo Newtoniano de cisalhamento fornece uma aproximação mais adequada para boa parte da curva, com exceção do trecho entre 10 e 30 mm de posição radial, em que uma distorção no perfil indica a origem do pico de concentração de pressão. Essa concentração fica ainda mais evidente em 3,3 mm (Figura 40-d); nesse ponto do ensaio, algumas das barras de erros tornam-se maiores do que a escala do gráfico, e o coeficiente de variação é maior do que 100% para a maioria dos pontos experimentais.

Já para a argamassa CH_M com 0,1 mm/s os efeitos da separação de fases foram mais intensos desde o início do ensaio, com desvios consideráveis e um perfil não muito próximo aos modelos já em baixos deslocamentos (Figura 41-a,b). O pico de concentração de pressão se desenvolve rapidamente: em 1,9 mm de deslocamento (Figura 41-c) o perfil é muito mais próximo do exponencial sugerido pelo modelo de Coulomb do que dos outros três modelos representados no gráfico, apesar do pico indicar a formação da estrutura granular ligeiramente descentralizada. Ao final do ensaio (Figura 41-d) o pico se ampliou e as pressões continuaram relativamente baixas na parte periférica da amostra.

Figura 41 - Análise do raio médio do *squeeze flow* da argamassa CH_M com 0,1 mm/s em deslocamentos específicos. As barras de erro representam o desvio padrão do conjunto de valores medidos em cada posição radial. São apresentadas as curvas de distribuição de pressão dos modelos de fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro; fluido Newtoniano em regime elongacional puro; e fluxo plástico perfeito (com $K_i = 4,7 \text{ kPa}$).

Fonte: elaborado pelo autor

Nenhum dos testes com a argamassa REF permitiram a determinação do K_i ; apesar disso, a análise de raio médio para os dois ensaios com essa argamassa é mostrada na Figura 42 sem o modelo plástico, sendo o comportamento mais distante do plástico perfeito entre as argamassas analisadas. De uma forma geral, a REF apresentou maiores variações do que as argamassas MHEC e CH_M, com barras de erro relativamente grandes no decorrer dos ensaios. Esse é mais um indicador para a homogeneidade do fluxo promovida pelo emprego do aditivo.

No início do ensaio com 0,1 mm/s (Figura 42-a), o raio médio na região periférica da amostra tem boa concordância com o modelo Newtoniano de cisalhamento. Por outro lado, em posições radiais menores do que 25 mm a pressão é menor do que a prevista para o fluxo em cisalhamento e, na verdade, torna-se mais próxima ao modelo elongacional. Isso pode sugerir um fluxo misto, porém mais evidências, vindas de testes com maior precisão para pressões menores, são necessárias antes de determinações conclusivas. O pico de concentração de pressão é evidente e

razoavelmente distante do centro em 1,4 mm (Figura 42-b), sendo posicionado próximo aos 24 mm de posição radial. Esse pico então rapidamente evolui em direção ao centro da amostra, como visto em 1,9 mm (Figura 42-c).

Figura 42 - Análise do raio médio do *squeeze flow* da argamassa REF com: (a-c) 0,1 mm/s; e (d-f) com 3,0 mm/s, em deslocamentos específicos. As barras de erro representam o desvio padrão do conjunto de valores medidos em cada posição radial. São apresentadas as curvas de distribuição de pressão dos modelos para fluido Newtoniano em regime de cisalhamento puro e em regime elongacional puro.

Fonte: elaborado pelo autor

No ensaio a 3 mm/s a variação dos resultados ainda é significativa, mas os valores do raio médio ficam mais próximos do modelo para fluido Newtoniano em cisalhamento, especialmente no começo do teste (Figura 42-d). Em 2,21 mm (Figura 42-e), o perfil é menos regular, mas considerando o desvio padrão a tendência da distribuição ainda se mantém próxima à previsão de fluxo em cisalhamento. Já o raio médio em 2,93 mm (Figura 42-f) mostra um perfil bem parecido com o exponencial, uma evidência interessante da mudança do comportamento em direção às condições de contorno de Coulomb.

A análise pelos raios médios demonstrou que no momento em que a separação de fases se torna mais relevante há uma transição, seja a partir da deformação elástica, fluxo viscoso ou deformação plástica, para um comportamento granular, em regime de fricção do tipo de Coulomb, que se torna dominante sobre o fluxo devido ao aumento da concentração de sólidos local. Uma dificuldade na continuidade da análise é que a transição não acontece na amostra inteira de uma vez só, e nem

necessariamente centralizada no eixo de simetria. Para a aplicação de diferentes modelos seria necessário fazer a segmentação da área em sub-regiões: algumas partes próximas à região central com predominância do comportamento granular; e outras nas regiões periféricas com fluxo ainda mais próximo do viscoso, já que nessas áreas a concentração de sólidos (especialmente macropartículas) é reduzida.

O método de *pressure mapped squeeze flow* permitiu a observação de um fluxo mais próximo ao cisalhamento durante o espalhamento das argamassas estudadas, com comportamento viscoso-granular para a maioria dos ensaios e trechos de deformação plástica para as argamassas MHEC e CH_M com 3 mm/s de velocidade. Trabalhos anteriores consideraram uma hipótese de fluxo elongacional no cálculo da viscosidade de argamassas em *squeeze flow* (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2009; CARDOSO et al., 2014a). As condições de contorno, no entanto, não foram as mesmas, já que neste trabalho filmes poliméricos foram utilizados nas interfaces com as argamassas. Essa modificação pode ter gerado um aumento no atrito entre a amostra e as superfícies em comparação ao procedimento padrão com placas metálicas lisas, o que afetaria a condição de escorregamento e o regime do fluxo. De qualquer maneira, a influência das condições da interface na evolução da distribuição de pressão ainda precisa ser abordada em trabalhos futuros.

4.4 Investigação da relaxação após o ensaio

Como levantado na seção 4.1, os resultados de quantificação da separação de fases mostraram algumas inconsistências com a interpretação das curvas de *squeeze flow*, especialmente para os ensaios com 3 mm/s de velocidade de deslocamento, que deveriam indicar uma migração da fase líquida mais intensa, ao menos para a argamassa REF. Um fenômeno que poderia ajudar a explicar essa discrepância é a possibilidade de alteração nas condições microestruturais entre o momento em que o teste se encerra e o momento em que a amostra é dividida para o procedimento de quantificação, devido à relaxação de tensões. Com isso, a medição do teor de água das regiões da amostra seria afetada.

A relaxação é a redução das tensões internas do material quando uma deformação fixa é aplicada. Pode ser dividida em dois componentes: uma função de decaimento e um valor de tensão residual, que corresponde à tensão remanescente após

equilíbrio (MALKIN, 1994). Esses componentes dependem das propriedades elásticas e viscosas do material. Além disso, o histórico de deformações pode causar mudanças microestruturais e consequentemente afetar a resposta mecânica (FINDLEY; DAVIS, 2013; FERNANDES, 2007). Com a relaxação de tensões, a configuração do material pode sofrer alterações.

Analisando a configuração experimental utilizada, dois eventos (representados esquematicamente na Figura 43) podem provocar alterações microestruturais na amostra após o ensaio de *squeeze flow*: (a) parada da placa ao final do teste, gerando relaxação parcial relacionada à inércia; e (b) elevação da placa superior para remoção da amostra, levando a alívio total das tensões e recuperação parcial da deformação. Os dois eventos induzem recuperação elástica e viscosa, porém em (a) ela ocorre somente em direções radiais no plano paralelo às placas, enquanto em (b) ela se dá principalmente na direção vertical, perpendicular às placas. Entre os dois, o passo inicial de relaxação (a) parece ser mais relevante a essa análise, já que ele acontece na mesma direção do fluxo da argamassa durante o ensaio e da migração da fase líquida, fenômeno de interesse a ser quantificado. A recuperação que surge como resposta à relaxação pode levar a uma redistribuição da água e, possivelmente, inclusive da pasta (água, finos e ar).

Figura 43 - Representação esquemática dos eventos que podem gerar alterações microestruturais após o ensaio de *squeeze flow*; as setas pretas indicam a direção principal da recuperação em cada etapa: (a) parada da placa superior ao final do ensaio; e (b) elevação da placa para remoção da amostra.

Fonte: elaborado pelo autor

O mapeamento de pressão pode auxiliar no entendimento da ocorrência de relaxação e da sua influência nas medições da separação de fases. O decaimento da distribuição de pressão após o término dos ensaios de *squeeze flow* foi determinado pelo sistema I-Scan com resultados apresentados na Figura 44. Inicialmente, foi observada a variação da força bruta total medida pelo sensor (Figura 44-a). A partir desses dados,

quando a diferença entre dois pontos consecutivos foi considerada não significativa, foi determinado o tempo de estabilização para cada ensaio. Em seguida, foram registradas as imagens de distribuição de pressão no momento de término do ensaio de *squeeze flow* (e subsequente parada da placa superior) e no momento do tempo de estabilização (Figura 44-b).

Figura 44 - (a) Decaimento da força bruta total relativa em função do tempo após o final dos ensaios de *squeeze flow*; (b) distribuições de pressão no final dos ensaios e nos tempos de estabilização.

Fonte: elaborado pelo autor

Em relação aos materiais, as argamassas com o aditivo celulósico (MHEC e CH_M) demoraram mais para atingir a estabilização de tensão em velocidades de deslocamento equivalentes, e também apresentaram maior decaimento da força relativa. Com 0,1 mm/s, a relaxação na tensão foi muito pequena para a REF e para CH, sendo ligeiramente menor na argamassa com cal, apesar de pouco perceptível. Entre as argamassas com aditivo a diferença entre a força no final do ensaio e na estabilização já foi um pouco maior, e novamente a argamassa sem cal teve maior queda.

A diferença mais relevante, no entanto, se dá entre as velocidades de deslocamento. Todos os ensaios com 3 mm/s tiveram maior redução de tensões pela relaxação do

que os ensaios em velocidade menor. Isso pode ser visualizado tanto no gráfico de força relativa (Figura 44-a) quanto nas imagens de distribuição de pressão, com a redução da área saturada do sensor entre o final dos ensaios e a estabilização (Figura 44-b). O tempo de estabilização foi consideravelmente menor nos ensaios em maior taxa de deslocamento, indicando relaxação mais intensa.

Foi demonstrado, portanto, que a relaxação de tensões ocorreu nas duas etapas em diferentes níveis para cada ensaio. Com 0,1 mm/s houve pouca relaxação após a parada da placa superior, mantendo uma força residual considerável. Isso sugere um alívio total de tensões durante a subida da placa (Figura 43-b) mais intensa; como discutido, essa etapa deve ter pouca influência na quantificação da separação de fases, já que a recuperação ocorre primordialmente na direção vertical. Por outro lado, a relaxação inicial após a parada da placa superior (Figura 43-a), que deve ser a força motriz mais relevante para a redistribuição da fase líquida após o ensaio, foi maior para os testes com 3 mm/s.

Assim, é possível que esse fenômeno tenha perturbado a microestrutura das amostras e conseqüentemente afetado a quantificação da separação de fases. Com isso, os valores medidos pelo método podem ser considerados como um resultado da microestrutura residual, derivada dos efeitos dos fenômenos ocorridos durante o *squeeze flow* somados às alterações causadas pelos dois estágios de relaxação. Os resultados de quantificação para os ensaios com 0,1 mm/s, portanto, provavelmente representam um estado microestrutural mais próximo da real condição de interesse, enquanto as medições de separação de fases realizadas após os ensaios com 3 mm/s de velocidade podem estar mais severamente comprometidas. Isso explica as disparidades entre os resultados de segregação relativa e a expectativa lógica a partir das curvas de *squeeze flow*.

4.5 Conclusões do capítulo

Este capítulo apresentou os primeiros resultados obtidos com o método desenvolvido (PMSF). A associação do teste de *squeeze flow* com o sistema de mapeamento dinâmico da pressão interfacial permitiu uma avaliação mais completa do comportamento reológico das argamassas. Foi possível investigar a ocorrência de separação de fases e os seus efeitos, que foram intensificados em velocidade de

deslocamento baixa. A ocorrência de enrijecimento por deformação foi associada ao surgimento de pontos de concentração nas distribuições de pressão, causados pela formação de estruturas granulares em regiões com maior concentração de sólidos devido à migração da fase líquida. Essas estruturas agiram como sítios de nucleação para o travamento de partículas por embricamento, levando ao aumento da pressão nas adjacências. Além disso, no início dos ensaios as distribuições exibem oscilações relevantes, e a concentração de pressão não é necessariamente centralizada, fatores que realçam a complexidade do fluxo multifásico contendo macropartículas das argamassas em condições de *squeeze flow*.

A comparação entre as distribuições de pressão experimentais e as previsões calculadas a partir de modelos teóricos indicou um comportamento mais próximo ao cisalhamento do que à elongação. Quando ocorre separação de fases, no entanto, os perfis desviam dos teóricos, atingindo valores muito mais elevados de pressão na região central, ao invés do formato parabólico típico do modelo de cisalhamento puro analisado.

Apenas os ensaios com as argamassas MHEC e CH_M em 3 mm/s permitiram a aplicação de um modelo projetado para materiais com deformação plástica pura. Isso aconteceu porque os ensaios em questão foram os únicos que apresentaram um patamar de segundo estágio bem definido, e nesse trecho dos ensaios os perfis experimentais tiveram boa relação com o modelo empregado. Para os outros ensaios, tanto a análise em cortes radiais quanto a análise de raio médio confirmaram que o comportamento não segue o plástico perfeito; de todos esses, a argamassa CH com 3 mm/s foi a única a apresentar um segundo estágio considerável, apesar da ausência de um patamar. Como o comportamento não se adequou ao plástico, fica evidente que neste caso o segundo estágio corresponde a um fluxo viscoso. Uma transição entre comportamentos foi clara em todos os ensaios, de um fluxo seja viscoso ou plástico (ou diretamente do primeiro estágio, quando a separação de fases foi mais intensa) para um fluxo granular de Coulomb.

Os resultados ainda permitiram a discussão das alterações no comportamento das argamassas promovidas pelas mudanças nas formulações. Foi confirmada com mais evidências a influência do aditivo celulósico na ocorrência de separação de fases. Os ensaios na argamassa MHEC mostraram um fluxo mais homogêneo do que a argamassa REF, já que a pasta mais viscosa reduziu a migração da fase líquida. As

argamassas com cal hidratada tiveram deformabilidade similar à MHEC, porém não foram tão eficientes na prevenção aos efeitos de fluxo diferencial entre as fases.

Como o resultado do *squeeze flow* de argamassas é altamente não linear e envolve pressões em diferentes ordens de grandeza, percebe-se que existem limitações tanto de resolução e sensibilidade no início do ensaio (quando as cargas são baixas) quanto de saturação do limite dos sensores na parte final (quando as pressões são elevadas). Pelas mesmas razões, o processo de calibração é dificultado, tendo sido necessária a criação de um procedimento para se adequar às especificidades dos ensaios. As diferentes formas de tratamento dos dados também desenvolvidas neste trabalho permitiram a observação e análise de maneira mais clara dos fenômenos de fluxo e seus efeitos na evolução da distribuição de pressão durante o ensaio. A etapa de tratamento torna-se mais crítica e complexa ao se analisar argamassas, em comparação a fluidos e suspensões mais simples, devido à elevada heterogeneidade do material.

O sistema de mapeamento de pressão também auxiliou na identificação e compreensão de uma limitação no método de quantificação da migração da fase líquida. A relaxação de tensões inicial que se dá após a parada da placa superior foi significativamente maior para ensaios em maior velocidade de deslocamento. Esta etapa de relaxação pode ser a principal força capaz de gerar uma redistribuição de água na amostra, afetando os resultados do procedimento de quantificação especialmente na velocidade de 3mm/s.

5 AVALIAÇÃO DE ARGAMASSAS POR SQUEEZE FLOW COM VOLUME CONSTANTE ASSOCIADO A MAPEAMENTO DE PRESSÃO

Neste capítulo são analisados resultados referentes aos ensaios na configuração de volume constante (VC50) com as quatro argamassas dosadas em laboratório e com a argamassa industrializada. Os resultados são divididos em três seções principais. Inicialmente, as curvas de tensão em função do deslocamento são analisadas em conjunto com as imagens de distribuição de pressão na seção 5.1. Em seguida, na seção 5.2, os dados de área de contato fornecidos pelo sensor são comparados com os valores calculados considerando volume da amostra constante. Finalmente, a seção 5.3 apresenta a comparação entre os resultados calibrados de distribuição de pressão e as previsões de diferentes modelos.

5.1 *Squeeze flow* e distribuição de pressão em dados brutos

Os resultados das cinco argamassas nas duas velocidades de deslocamento estão agrupados na Figura 45. Os gráficos de *squeeze flow* de tensão por deslocamento da placa superior são mostrados à esquerda, enquanto as imagens em visão 3D da distribuição de pressão em momentos específicos para cada ensaio são apresentadas à direita dos respectivos gráficos. Como na seção 4.2 para os ensaios em área constante, estes resultados do sensor não são calibrados, e a escala de cores de valores brutos para as imagens é mostrada na parte inferior da coluna da esquerda da imagem. É importante também ressaltar que os valores de área da amostra utilizados para o cálculo das tensões foram determinados através da altura da amostra em cada momento, considerando que o volume da amostra não se altera. Possíveis desvios desse comportamento são discutidos na seção 5.2, no entanto eles não implicam influência significativa nesta primeira análise do macro comportamento dos materiais (ou seja, mesmo utilizando outros valores de área sugeridos, a discussão proposta nesta seção não se altera).

Figura 45 - Curvas de *squeeze flow* (esquerda) e imagens 3D da distribuição de pressão em deslocamentos selecionados (direita) para os ensaios de *squeeze flow* na configuração VC50 das argamassas REF, MHEC, CH, CH_M e IND, nas velocidades de deslocamento de 0,1 e 3,0 mm/s. A escala de cores em valores brutos para as imagens é apresentada na parte inferior, à esquerda.

Fonte: elaborado pelo autor

As curvas da argamassa REF mostram rápida evolução para o *strain hardening*, sem um estágio bem definido de deformação plástica. Isso foi mais intenso a 0,1 mm/s de velocidade, com maior inclinação da curva desde o início. Para a argamassa MHEC o mesmo pode ser observado, mas em maiores deslocamentos, havendo um curto período do ensaio com 3 mm/s em que é possível identificar um segundo estágio

(aproximadamente entre 2 e 3 mm de deslocamento). As imagens de distribuição de pressão mostram de forma geral perfis similares: um pico é formado logo antes do momento em que a tensão começa a aumentar nas curvas, então o pico aumenta tanto em magnitude quanto em área afetada, até atingir a saturação do sensor na área central. Esses resultados são muito similares aos vistos no capítulo 4 para essas mesmas argamassas na configuração de área constante, representando o mesmo tipo de comportamento durante o fluxo. Como já discutido, os efeitos observados são relacionados a alta suscetibilidade das argamassas ao fluxo diferencial entre as fases (mais crítico para a REF).

O comportamento da argamassa CH é parecido com o da MHEC, apesar da ocorrência do enrijecimento por deformação acontecer antes com 0,1 mm/s. Isso sugere maior influência da separação de fases. A cal hidratada forneceu deformabilidade similar ao emprego aditivo, porém não teve o mesmo efeito de aumento da viscosidade, e assim não foi tão eficiente na prevenção à migração da fase líquida. Outros teores de substituição para a cal ou no conteúdo do aditivo podem levar a respostas diferentes; de qualquer forma essa observação constitui uma comparação interessante entre os efeitos desses dois possíveis constituintes de argamassas. As tensões no segundo estágio são mais baixas do que as da MHEC, mais uma vez não deixando clara a existência de um patamar (de forma análoga ao observado em área constante, na seção 4.1). Pelas imagens de distribuição, a evolução da pressão para a argamassa CH a 0,1 mm/s é comparável à MHEC na mesma velocidade, porém os fenômenos ocorreram mais rapidamente. Já nas imagens do ensaio com 3 mm/s nota-se uma lacuna particular na parte esquerda das distribuições, que será mais abordada nas próximas seções.

As curvas da argamassa CH_M atingiram maiores deslocamentos do que as das outras argamassas dosadas em laboratório. Em comparação à CH, a curva do ensaio a 3 mm/s mostra um segundo estágio não somente mais longo, mas também com um patamar em tensões mais elevadas. Isso deve-se ao aumento de viscosidade promovido pelo aditivo. Ademais, este patamar do segundo estágio da argamassa CH_M se inicia nos mesmos níveis de tensão do patamar da curva da MHEC com 3 mm/s (entre 15 e 20 kPa), demonstrando que o comportamento do fluxo de forma geral nestas condições está sendo controlado pelo efeito do aditivo na pasta.

Mesmo que com 0,1 mm/s a separação de fases tenha sido significativa, com maior velocidade de deslocamento a argamassa CH_M foi capaz de adiar esses efeitos até deformações mais avançadas. Isso pode ser verificado pelas imagens 3D do sensor: em 3,47 mm de deslocamento a pressão ainda está relativamente bem distribuída, com valores baixos por toda área da amostra. O primeiro indício de concentração de pressão aparece próximo a 4,5 mm, mais tarde do que para qualquer outra das argamassas de laboratório. De qualquer forma a separação de fases ainda aconteceu; a altura da amostra nesse momento e mesmo ao final do ensaio ainda é consideravelmente maior do que a dimensão da maior partícula ($D_{95} = 1,26$ mm).

A argamassa IND teve um comportamento em *squeeze flow* bem diferente das argamassas dosadas em laboratório. As curvas dos ensaios nas duas velocidades são bem parecidas: as tensões permanecem baixas durante quase todo o ensaio, com um longo estágio de deformação plástica. Na verdade, as tensões chegam a ficar mais altas para o ensaio com 3 mm/s em estágios mais avançados. Como explicado na seção 2.1.3, isso é uma resposta viscosa do material, o que indica bem pouca influência da separação de fases neste caso. Outra pequena diferença é que a curva do ensaio com 0,1 mm/s mostra algumas oscilações a partir de aproximadamente 5,5 mm de deslocamento até o final do ensaio.

As imagens de distribuição de pressão também são similares entre os ensaios nas duas velocidades. A pressão aumenta gradualmente e de forma homogênea, e o primeiro sinal de concentração aparece apenas próximo de 7,5 mm de deslocamento. Esse momento também representa o limite teórico do final da configuração de volume constante, pois a amostra fica com 2,5 mm de altura e o diâmetro seria igual ao da placa superior, contanto que o volume da amostra não tenha se alterado (o que será mais discutido na seção 5.2).

A principal diferença entre os ensaios fica clara após este momento. Na última imagem de distribuição há um único pico largo para 0,1 mm/s, com saturação do sensor em toda a região central, enquanto com 3 mm/s múltiplos picos se formaram, distribuídos em toda área da amostra. A altura da amostra no final dos ensaios é bem próxima à dimensão máxima de partícula obtida para essa argamassa ($D_{95} = 1,65$ mm), logo é possível relacionar os múltiplos picos no ensaio em 3 mm/s com grãos isolados de areia sendo comprimidos. Como eles estão bem espalhados, mesmo em artes periféricas da amostra, isso indica que de fato não houve separação de fases

significativa durante este ensaio, já que as partículas grossas foram carregadas pela pasta mesmo em deformações elevadas. Por outro lado, o único pico no centro da distribuição no ensaio com 0,1 mm/s sugere que as partículas de areia se concentraram, formando uma estrutura granular, mesmo que isso tenha ocorrido apenas em estágios mais avançados do que para as outras argamassas analisadas.

5.2 Área medida pelo sensor e área teórica

A configuração em volume constante introduz a variação da área da amostra ao *squeeze flow*. Para permitir a realização de cálculos, seja a determinação da tensão em cada instante, a aplicação de modelos ou a estimativa de parâmetros reológicos, a evolução da área durante o ensaio deve ser determinada. Na maioria dos casos, os modelos e avaliações teóricas incluem uma hipótese de incompressibilidade do fluido (DIENES; KLEMM, 1946; COVEY; STANMORE, 1981; DENN; MARRUCCI, 1999; DEBBAUT, 2001; MEETEN, 2010), que transforma a área da amostra em uma simples função da sua altura. Enquanto essa hipótese pode ser válida – ou ao menos uma boa aproximação – para grande parte dos fluidos, é interessante investigar como ela se sustenta em materiais mais complexos e suspensões com ar incorporado.

A área de contato percebida pelos sensores de pressão é mais uma nova informação obtida pelo método PMSF. A área de cada elemento sensor é conhecida; assim, o sistema simplesmente a multiplica pelo número de *sense/s* que apresentam carregamento. A comparação entre a área teórica, considerando a hipótese de volume da amostra imutável, e os valores medidos pelo sensor para cada ensaio é apresentada na Figura 46. Ao lado dos gráficos são mostradas imagens da distribuição de pressão em 2 mm de deslocamento e ao final dos ensaios; os momentos correspondentes às imagens são indicados nos gráficos por linhas-guia, para facilitar a visualização. Para os dois ensaios da argamassa IND, ao invés do deslocamento máximo as imagens se referem a 7,5 mm, já que neste momento a área calculada pela hipótese de incompressibilidade é igual à área da placa superior, indicando início teórico da extrusão do material e final da configuração com volume constante. Destaca-se também que, diferente das imagens em 2D apresentadas para os ensaios em área constante nas seções 4.2 e 4.4, as distribuições mostradas na Figura 46 não possuem interpolação, para correta observação de cada *sense/s*.

Figura 46 - Evolução da área medida pelo sensor durante os ensaios de *squeeze flow* em comparação com a área teórica calculada a partir da variação da altura da amostra; na coluna da direita são apresentadas as imagens de distribuição de pressão de cada ensaio nos instantes correspondentes a 2,0 mm de deslocamento e ao final de cada ensaio.

Fonte: elaborado pelo autor

A primeira observação geral a ser feita é que no início dos ensaios há um período de acomodação em que a maior parte da área da amostra não é detectada. Isso está

relacionado principalmente ao nível de pressão do sensor e ao ajuste de sensibilidade do sistema, escolhidos de forma a permitir a observação geral de todo o ensaio. Como já discutido, durante o teste há grande variação no nível de pressões envolvidas, assim para a configuração do sistema I-Scan escolhida há limitações tanto no início (baixa sensibilidade) quanto no final do ensaio (saturação do sensor). Para permitir a medição precisa no início do *squeeze flow* seria necessário usar outro sensor feito para pressões menores, ou ao menos aumentar o ajuste de sensibilidade. Essas alterações, no entanto, resultariam em ocorrência ainda mais precoce da saturação do sensor.

A duração do período de acomodação parece depender mais do material do que da velocidade de ensaio, sendo notavelmente mais longo para a argamassa IND. Isso ocorre pois para essa argamassa a tensão total na amostra se manteve mais baixa por um período inicial maior, como visto na seção 5.1. Para uma determinada configuração do sistema de mapeamento, a pressão em cada *sense/* precisa atingir um certo valor para ser detectável e, com isso, incluir o elemento sensível na área de contato aferida.

Após esse estágio inicial, na maioria dos ensaios a área medida atinge os valores teóricos, seguindo com boa adequação com esta por um certo período. As únicas exceções foram os dois ensaios com a argamassa CH, em que a área de contato medida pelo sensor não se aproximou da curva calculada em nenhum momento. O fato de só ter ocorrido em uma argamassa sugere a possibilidade de um problema durante a preparação das amostras. Pelos resultados já discutidos na seção 5.1, a água adicional requerida para a mistura das argamassas com cal foi suficiente para garantir também maior deformabilidade no *squeeze flow*, especialmente em maior velocidade de deslocamento. Contudo, a maior área específica da cal dá uma certa coesão aparente à argamassa sem a aplicação de tensões, tornando o processo de moldagem um pouco mais difícil. Em comparação ao procedimento para a configuração com área constante, este processo já é mais passível de falhas devido ao molde menor. Com isso, é possível que durante o preenchimento do molde com o material tenham sido originados vazios dentro das amostras com a argamassa CH.

Outra evidência disso é a presença de vazios dentro da área das amostras nas medições de distribuição de pressão, visíveis por exemplo na imagem de 2 mm de deslocamento do ensaio a 3 mm/s da CH. Apesar disso também poder ser relacionado

à sensibilidade do sensor, a persistência desses vazios até momentos do ensaio em que os níveis de pressão já não são tão baixos sugerem que, de fato, podem existir vazios nas amostras originados no processo de moldagem. Vazios similares também podem ser observados no ensaio com 0,1 mm/s, apesar de serem evidentes somente até 1,5 mm. Através de uma simulação em planilha, estimou-se que, caso essa hipótese seja verdadeira, a amostra teria entre 10 e 12% menos volume do que deveria ter inicialmente (para referência, em massa, a diferença seria de aproximadamente 4 g) para causar desvio observado nas áreas medidas durante os ensaios com a argamassa CH.

Os dois ensaios com argamassa MHEC e o ensaio a 0,1 mm/s com a CH_M mostram trechos com valores medidos ainda maiores do que os teóricos. Isso pode ser explicado por dois fatores: um relativo à tecnologia empregada e outro relativo ao procedimento experimental. O primeiro é a resolução da malha do sensor. As medições são matrizes compostas por elementos quadrados, o que inclusive faz com que as imagens de distribuição sejam “pixeladas”. Isso contribui para uma possível superestimação da área do sensor porque caso haja qualquer pressão detectada pelo sensor, toda área do respectivo *sense/* é contada, e mesmo um *sense/* apenas parcialmente carregado contribui com sua área total na soma da área de contato medida.

O segundo fator é o posicionamento da placa superior. Esta etapa preparatória é realizada manualmente, assim é possível que uma pequena imprecisão tenha gerado uma altura inicial da amostra menor do que a prevista pelo procedimento. Isso deformaria ligeiramente a amostra antes do ensaio, deslocando a curva real da área teórica, já que a área inicial seria maior. Novamente através de simulação em planilha, estimou-se que, caso isso tenha ocorrido, o erro no posicionamento da placa que causaria esses desvios nas curvas dos três ensaios citados seria de até 0,5 mm.

Apesar de relativamente simples, a execução do *squeeze flow* possui algumas etapas críticas que poderiam se beneficiar de maior precisão, como este exemplo do posicionamento da placa superior. Isso normalmente passa despercebido nos ensaios de *squeeze flow* comuns, ao se analisar apenas a carga total da prensa. A complexidade e maior detalhamento adicionados pelo mapeamento dinâmico de pressão permite a identificação destes desvios e imprecisões experimentais.

Após o trecho de concordância entre as curvas, para a maioria dos ensaios a área medida começou a desviar para valores menores do que a curva calculada. Esse comportamento poderia indicar compressibilidade. Apesar de inicialmente as argamassas poderem ser vistas como incompressíveis, elas possuem ar incorporado, em diferentes teores para cada argamassa. Este ar, na forma de bolhas, pode comprimir ou colapsar e deixar o material gerando uma redução de volume. A Figura 47-a apresenta os valores de redução do volume medido em relação ao teórico no final dos ensaios (até o limite de 7,5 mm de deslocamento) em função do teor de ar incorporado das argamassas. O volume medido foi determinado através do valor de área de contato do sensor, multiplicado pela altura da amostra (altura inicial menos o deslocamento).

Figura 47 - (a) Redução do volume da amostra calculada pelo dado de área de contato fornecido pelo sensor no final de cada ensaio (ou máximo de 7,5 mm de deslocamento) em função do teor de ar incorporado das argamassas. Em (b), o mesmo gráfico é apresentado com a correção de alguns valores de acordo com hipóteses levantadas sobre erros experimentais. As áreas com sombreamento azul indicam a mudança do volume que poderia ser explicada pela perda de ar.

Fonte: elaborado pelo autor

A redução do volume medida nos ensaios com a argamassa IND podem ser atribuídos à perda de ar incorporado. O mecanismo de colapso das bolhas requer fluxo diferencial entre as fases, já que inicialmente elas estão dispersas e fluem junto com a suspensão. Com 3 mm/s a variação no volume é relativamente baixa. Todas as evidências até aqui sugerem que não houve separação de fases significativa durante este ensaio, o que explica porque somente uma pequena parcela do ar pode ter escapado da amostra, visto que para colapsar as bolhas precisam migrar para a superfície radial externa da amostra. Por outro lado, com 0,1 mm/s a alteração medida no volume da amostra é bem próxima do teor de ar incorporado total. Como discutido

previamente, a separação de fases de fato foi mais intensa neste ensaio do que com 3 mm/s, o que justifica a diferença na redução de volume. Isso também explica as flutuações vistas na curva de tensão total (Figura 45, seção 5.1) somente para o ensaio a 0,1 mm/s, que podem ter sido causadas pelo colapso das bolhas, causando alívio temporário de tensão. Olhando novamente para o gráfico da argamassa IND na Figura 46, após os 7,5 mm de deslocamento a curva de 0,1 mm/s mantém sua inclinação, com área crescente, sempre abaixo da área teórica (que nesse trecho do ensaio corresponde à área da placa superior). Já a curva de 3 mm/s se altera, quando a área medida chega na área da placa superior e o material é extrudado. Já bem próximo ao final do ensaio, a curva de 3 mm/s ultrapassa o limite da placa superior, sugerindo influência do material extrudado na medição.

Para todas as outras argamassas, a redução de volume foi maior do que o teor de ar, mesmo considerando os possíveis erros experimentais considerados. Para demonstrar isso, o mesmo gráfico é apresentado na Figura 47-b com valores corrigidos considerando as hipóteses levantadas (menor volume inicial para os ensaios da CH; e menor altura inicial para CH_M com 0,1 mm/s e os dois ensaios da MHEC). Portanto para os ensaios com as quatro argamassas dosadas em laboratório é possível que todo o ar tenha sido perdido, o que faz sentido pela maior influência da separação de fases nessas argamassas.

Ainda assim, a parcela da redução do volume que está acima do teor de ar incorporado segue sem justificativa, indicando a contribuição de outros fatores na diferença observada nos volumes medidos. Uma possível fonte de diferença seria a ocorrência de *barreling*, que é o abaulamento da borda das amostras gerada pelo cisalhamento (que ocorreu, podendo ser verificado na Figura 18-d da seção 3.4). Isso altera o formato da amostra, fazendo com que parte do volume fique na parte externa do cilindro formado pelas áreas de contato superior e inferior. Numa estimativa aproximada, no entanto, esse volume não deve passar de 5%, o que continua não explicando a totalidade da redução no volume medida.

Todos os ensaios com as argamassas de laboratório mostraram evidências de significativa separação de fases, com formação de uma estrutura granular próxima ao centro e migração da fase líquida para as bordas da amostra. Consequentemente, os níveis de pressão atingem valores máximos na região central e ficam muito menores nas partes periféricas da amostra, à medida em que o material nessas áreas se torna

principalmente água e partículas finas e a concentração de sólidos diminui. É possível que a pressão tenha ficado tão baixa nas extremidades a ponto de não ser detectada pelo sensor no ajuste de sensibilidade utilizado. Dentre as explicações possíveis para a diferença no volume observada acima do teor de ar incorporado, esta parece ser a mais plausível. Isso significa que parte do material não é considerado na medição da área de contato. No entanto, vale ressaltar que, como os níveis de pressão são muito baixos, essa parte da amostra não registrada pelo sensor deve exercer menor influência no comportamento do fluxo.

5.3 Distribuição de pressão experimental comparada a modelos teóricos

Os modelos empregados nessa seção são os mesmos utilizados na seção 4.3 para os ensaios com área constante. Primeiramente, a seção 5.3.1 discute qual valor de raio é mais adequado para os cálculos, exemplificando com a determinação do parâmetro do modelo plástico. Os resultados do processo de calibração dos dados do sensor são demonstrados na seção 5.3.2. Finalmente, a comparação dos resultados experimentais com as previsões dos modelos é apresentada na seção 5.3.3, e, em seguida, uma análise de erros é feita na seção 5.3.4.

5.3.1 Definição do raio da amostra e determinação de K_i

As equações dos modelos, apresentadas na seção 2.1.4, precisam da definição do raio do material sob *squeeze flow*. A seção 5.2 discutiu as diferenças entre duas maneiras de se determinar a área da amostra. Além dos trechos de concordância entre áreas medida e teórica na parte intermediária dos ensaios, a área de contato do sensor é menor no início devido às pressões muito baixas. As diferenças na parte final dos ensaios, no entanto, podem indicar alteração do volume da amostra. Isso significa que calcular um raio nominal, a partir da hipótese de incompressibilidade, não seria preciso. Por isso, um valor de raio corrigido (R^*) é sugerido. Os valores teóricos são utilizados no trecho de acomodação inicial dos ensaios e então, do ponto de proximidade das curvas medida e teórica em diante o raio é calculado a partir dos dados de área de contato do sensor, considerando seção circular. Dependendo do ensaio, de três a quatro pontos foram determinados como uma combinação dos dois

conjuntos de dados, para uma transição mais suave dos valores teóricos para os experimentais.

A Figura 48 apresenta a comparação entre o raio nominal e o R^* na determinação gráfica do K_i para alguns ensaios. A argamassa IND foi a que apresentou o mais longo estágio de deformação plástica, e com 3 mm/s as curvas de área teórica e área medida tiveram boa concordância durante praticamente o ensaio inteiro. Por isso, a Figura 48-a mostra que para este caso as curvas do comportamento plástico perfeito se adequam bem aos resultados do ensaio em uma extensão considerável de valores de h/R para qualquer um dos raios empregados. A diferença entre as duas opções é pequena, com um ajuste ligeiramente melhor para a curva com o R^* .

Figura 48 - Exemplos de determinação do K_i através dos gráficos de F^* em função de h/R , considerando duas opções diferentes para o raio da amostra: o valor nominal assumindo volume constante; e o raio corrigido proposto (R^*). Os valores de K_i para cada caso e as curvas correspondentes do modelo plástico também são mostrados nos gráficos. (a) argamassa IND com 3 mm/s; (b) IND com 0,1 mm/s; (c) CH_M com 3 mm/s; e (d) alguns dos testes que não apresentaram região de comportamento plástico.

Fonte: elaborado pelo autor

Para o ensaio com 0,1 mm/s (Figura 48-b), por outro lado a diferença é mais perceptível. O comportamento plástico não se adequa tão bem quanto para o ensaio em maior velocidade de deslocamento, mas a curva do R^* fica razoavelmente próxima

por um período considerável. Já a curva que utiliza o valor nominal do raio não apresentou bom ajuste às possíveis inclinações da curva do modelo plástico.

De todas as argamassas de laboratório, a CH_M com 3 mm/s teve o período de deformação mais longo. Comparando os seus resultados com o comportamento plástico (Figura 48-c), mais uma vez a curva do R^* teve melhor adequação do que a do raio nominal. Indo de acordo com o que foi discutido na seção 5.2, isso sugere que o fluxo está sendo controlado predominantemente pela parte da amostra que é detectada pelo sensor, e o material mais segregado nas bordas tem pouca influência no comportamento macroscópico.

Alguns exemplos de curvas sem nenhuma região de comportamento plástico são mostrados na Figura 48-d. Além dos três testes do gráfico, isso também ocorreu para as argamassas MHEC e CH quando ensaiadas com 0,1 mm/s de velocidade de deslocamento, impedindo a determinação do K_i . Devido à separação de fases excessiva, o fluxo nesses ensaios é dominado por um comportamento mais granular, com predominância das forças de atrito. Isso também ocorreu em parte dos ensaios com área constante, e já foi reportado para argamassas e pastas de cimento (TOUTOU; ROUSSEL; LANOS, 2005), com influência da velocidade de deslocamento. Para os demais ensaios, a determinação do K_i foi possível.

5.3.2 Calibração dos dados de mapeamento de pressão

Mesmo com o procedimento em duas etapas adotado, para a maior parte dos ensaios em volume constante não foi possível considerar pontos do trecho final na calibração, pois o software não conseguiu correlacionar os dados do sensor com os dados de carga fornecidos pela prensa universal de maneira adequada (por razões explicadas a seguir, ainda nesta seção). Nessas situações, a melhor calibração possível utilizando o mesmo processo descrito para os ensaios de área constante (seção 4.3.1) foi realizada, e o ensaio foi considerado calibrado apenas até o ponto em que o valor de R^2 entre a curva calibrada e a curva de carga da Instron permaneceu próximo a 0,99. Com isso, os resultados de distribuição só foram comparados com os modelos até o limite de calibração.

A Figura 49 apresenta as curvas calibradas em comparação com a curva de carga original para todos os ensaios, incluindo ainda as curvas parciais e o ponto

considerado como final da calibração satisfatória. Os parâmetros principais do processo estão resumidos na tabela dentro da figura: deslocamento aproximado para a divisão do ensaio em duas partes; deslocamento limite até o qual a calibração foi adequada; porcentagem do ensaio em que a calibração foi possível; e R^2 entre a curva calibrada e a curva de carga até o deslocamento limite.

Figura 49 - Curvas e parâmetros da calibração dos dados do sensor: deslocamento aproximado para a divisão da curva em duas partes; deslocamento limite até o qual a calibração foi considerada adequada; porcentagem do ensaio em que a calibração foi aceitável; e valores de R^2 entre a curva de força calibrada do sensor e a curva de carga do *squeeze flow*.

Fonte: elaborado pelo autor

Os ensaios com a argamassa IND foram os únicos que permitiram calibração total. Como após os 7,5 mm de deslocamento a configuração de volume constante não é garantida (apesar da possibilidade de redução de volume da amostra discutida na seção 5.2), os resultados só serão comparados aos modelos até este deslocamento. Para os outros ensaios, quanto antes ocorreu o *strain hardening* menor foi a porcentagem de calibração. A Figura 50 apresenta a porcentagem calibrada de cada ensaio em função do seu deslocamento máximo, e demonstra esse efeito, já que a ocorrência do enrijecimento por deformação leva à iminência do término do ensaio pelo limite de carga. Essa relação ocorre porque, quando o *strain hardening* foi mais precoce, as pressões aumentaram rapidamente e fizeram com que parte dos *sense/s* atingissem o limite de saturação em um deslocamento menor, enquanto o raio da

amostra ainda é pequeno. Com isso, a área saturada relativa foi muito elevada, impossibilitando o processo de calibração. Apesar disso, a análise a seguir não é severamente prejudicada, já que as partes do ensaio mais relacionáveis aos modelos empregados ocorrem dentro das parcelas calibradas.

Figura 50 - Porcentagem do ensaio que permitiu a realização adequada do procedimento de calibração dos dados do sensor em função do deslocamento máximo.

Fonte: elaborado pelo autor

5.3.3 Comparação com modelos em análise de raio médio

A partir dos dados calibrados e da definição do raio da amostra (R^*) é possível comparar as distribuições de pressão experimentais com as previsões dos modelos. O tratamento dos dados seguiu o procedimento de “raio médio” descrito na seção 4.3.2, com determinação da pressão média e desvio padrão dos dados de pressão ao longo das circunferências determinadas. Os resultados são comparados com os modelos para fluidos Newtonianos (cisalhamento e elongação) e plástico perfeito. Os valores de K_i foram determinados para cada teste, quando possível, como já explicado no item 5.3.1. Com finalidade meramente ilustrativa, para as argamassas em que a determinação de K_i só foi possível no ensaio com 3 mm/s, o mesmo valor foi aplicado para traçar curvas do modelo plástico nos resultados com menor velocidade de deslocamento. Nesses casos, um asterisco é usado na indicação do valor de K_i nos gráficos.

A Figura 51 apresenta a comparação para os ensaios com a argamassa IND. Em 2,8 mm de deslocamento, para o ensaio a 0,1 mm/s (Figura 51-a), os valores

experimentais ficam aproximadamente entre as curvas dos modelos de cisalhamento e plástico; o perfil, no entanto parece mais próximo ao linear do fluxo plástico perfeito. O ensaio com 3 mm/s mostra um resultado parecido no mesmo deslocamento (Figura 51-e), apesar da curva não ser um pouco menos linear e as barras de erro mais relevantes. A maior velocidade provavelmente gerou maior instabilidade na parte inicial do ensaio. Com o andamento do ensaio e a continuidade do estágio de deformação plástica, a pressão evolui de forma razoavelmente homogênea para ambas as velocidades de deslocamento (Figura 51-b,f). Em 6,8 mm, as distribuições nas bordas da amostra seguem bem próximas dos modelos, com baixos níveis de variação, no entanto em posições radiais mais próximas do centro (principalmente até 10 mm) as pressões se tornam muito maiores do que as previsões, especialmente a 0,1 mm/s (Figura 51-c). Esse efeito se intensifica e a concentração de pressão aumenta; em 7,5 mm de deslocamento, os níveis de pressão média e de desvio padrão na região central são bem maiores para o ensaio com 0,1 mm/s (Figura 51-d) do que para o com 3 mm/s (Figura 51-h).

Figura 51 - Análise do raio médio para os ensaios de *squeeze flow* na configuração VC50 da argamassa IND, nas velocidades de deslocamento de 0,1 e 3,0 mm/s, em deslocamentos selecionados, e curvas das previsões obtidas a partir dos modelos de fluido Newtoniano em cisalhamento (N. Cisalh.) e em elongação (N. Elong.), além do modelo plástico perfeito (considerando $K_i = 2,0 \text{ kPa}$ para o ensaio com 0,1 mm/s e $K_i = 2,1 \text{ kPa}$ para o ensaio com 3,0 mm/s).

Fonte: elaborado pelo autor

Esses resultados mostram que a argamassa IND no início do ensaio se comporta de forma bem similar nas duas velocidades de deslocamento, com maior influência da separação de fases na parte final do teste em 0,1 mm/s. Com 3 mm/s, apesar do surgimento de um pico de concentração de pressão em 6,8 mm de deslocamento

(Figura 51-g), este não evolui tão rapidamente quanto em menor velocidade de deslocamento, indicando menor migração da fase líquida.

A Figura 52 apresenta a análise de raio médio e previsões para as duas argamassas com cal hidratada. A argamassa CH em 0,1 mm/s demonstra rápida formação de uma estrutura granular próxima ao centro. O começo da concentração de pressão já pode ser visualizado em 1 mm de deslocamento (Figura 52-a). O desvio padrão não desprezível neste estágio inicial pode ter duas origens: uma ligeira excentricidade na concentração de pressão; e os possíveis vazios causados por falhas de moldagem discutidos na seção 5.2, implicando pressões mais baixas nas áreas correspondentes.

Figura 52 - Análise do raio médio para os ensaios de *squeeze flow* na configuração VC50 das argamassas CH e CH_M, nas velocidades de deslocamento de 0,1 e 3,0 mm/s, em deslocamentos selecionados, e curvas das previsões obtidas a partir dos modelos de fluido Newtoniano em cisalhamento (N. Cisalh.) e em elongação (N. Elong.), além do modelo plástico perfeito (de possível determinação apenas para os ensaios com 3,0 mm/s, considerando $K_i = 2,05 \text{ kPa}$ para a argamassa CH e $K_i = 4,3 \text{ kPa}$ para a argamassa CH_M).

Fonte: elaborado pelo autor

Os gráficos subsequentes (Figura 52-b,c) mostram um aumento abrupto na pressão ao longo da amostra com perfil tendendo ao exponencial, indicando predominância de um comportamento granular do tipo de Coulomb. Pode parecer que em 2,6 mm de deslocamento (Figura 52-d) haja um desvio desse comportamento para o ponto mais próximo ao centro, no entanto isso só ocorre pois toda a região central já atingiu a saturação do sensor. Assim, a pressão nesse ponto é subestimada. Além disso, a saturação de todos os *sense/s* que compõe a pressão média nessa posição radial leva o desvio padrão à nulidade.

Para o ensaio com 3 mm/s da argamassa CH, em 2,2 mm de deslocamento (Figura 52-e) há uma convexidade nas posições radiais intermediárias. Os pontos mais centrais (até 10 mm de posição radial) e aquele na borda da amostra (24 mm) têm pressões próximas ao modelo de cisalhamento, no entanto entre esses pontos as pressões são mais baixas do que as previstas. Uma certa convexidade também pode ser observada no início dos outros ensaios com as argamassas CH e CH_M (Figura 52-a,i,m), no entanto nenhuma foi tão evidente quanto essa destacada. Os elevados níveis de desvio padrão na região da convexidade indica que valores baixos e altos de pressão ocorrem simultaneamente ao longo das circunferências de raios intermediários. Este fenômeno também pode estar relacionado à hipótese de vazios originados durante a moldagem das amostras da CH discutida na seção 5.2.

Consequentemente, a pressão evolui de forma assimétrica, com curva de raio médio irregular e relevante variância. A concentração de pressão devido ao contato entre partículas começa descentralizada, como mostrado pelo pico em 4,3 mm de deslocamento (Figura 52-g), que corresponde também ao início do *strain hardening*; os valores de desvio padrão ficam maiores do que as pressões médias em toda a região central.

A evolução da distribuição de pressão para a argamassa CH_M com 0,1 mm/s é bem similar ao observado para a CH na mesma velocidade, mas a cinética dos fenômenos de fluxo se dá mais lentamente. Assim, em 1,3 mm de deslocamento (Figura 52-i) o raio médio não desvia tanto das previsões dos modelos. O perfil tendendo ao exponencial aparece apenas em 2,2 mm (Figura 52-k). Para o ensaio a 3 mm/s, o pico de concentração de pressão é perceptível em 3,5 mm de deslocamento (Figura 52-n). Mesmo assim, é interessante observar que a parte mais externa da amostra continua seguindo os modelos, mais próxima do de cisalhamento em 4,6 mm (Figura 52-o) e

do plástico em 6,2 mm (Figura 52-p). Esse comportamento também foi observado para a argamassa IND, e também poderia ser o caso para os outros ensaios da Figura 52, porém isso não fica tão claro devido à separação de fases mais intensa, que faz a concentração de pressão dominar a distribuição rapidamente.

Os resultados das duas últimas argamassas são mostrados na Figura 53. A argamassa REF com 0,1 mm/s teve uma concentração de pressão descentralizada desde deslocamentos muito iniciais (Figura 53-a), que desfigurou completamente a curva do raio médio e resultou em altos valores de desvio padrão. O pico cresce em direção ao centro da amostra (Figura 53-b), evoluindo em direção a um perfil aproximadamente exponencial (Figura 53-c) até a saturação do sensor na parte central (Figura 53-d). Com 3 mm/s a concentração de pressão foi mais centralizada desde o início do ensaio (Figura 53-e), e com isso o perfil exponencial pode ser visto claramente nos deslocamentos seguintes (Figura 53-f,g,h), desconsiderando a saturação da parte central em 3,5 mm de deslocamento.

Figura 53 - Análise do raio médio para os ensaios de *squeeze flow* na configuração VC50 das argamassas REF e MHEC, nas velocidades de deslocamento de 0,1 e 3,0 mm/s, em deslocamentos selecionados, e curvas das previsões obtidas a partir dos modelos de fluido Newtoniano em cisalhamento (N. Cisalh.) e em elongação (N. Elong.), além do modelo plástico perfeito (de possível determinação apenas para o ensaio da argamassa MHEC com 3,0 mm/s, considerando $K_i = 4,4 \text{ kPa}$).

Fonte: elaborado pelo autor

A argamassa MHEC testada com 0,1 mm/s apresenta variância muito menor do que as outras na parte inicial do ensaio (Figura 53-i,j), e o perfil do raio médio não desvia muito das previsões dos modelos até o momento em que a concentração de pressão se inicia na região central, e então a pressão passa a crescer exponencialmente (Figura 53-k). Isso indica um fluxo mais homogêneo do que para a REF, mesmo assim a baixa velocidade de deslocamento levou a um fluxo diferencial considerável, já que os indícios da formação de uma estrutura granular aparecem já em baixos deslocamentos. O baixo desvio mesmo quando o pico de pressão começa a surgir indica que ele se deu de forma bem centralizada.

No início do ensaio com 3 mm/s o comportamento é análogo, mas com desvios padrões um pouco maiores (Figura 53-m,n), parecido com o que foi notado na

argamassa IND. A concentração se iniciou em posições radiais intermediárias (Figura 53-o), e a assimetria da distribuição de pressão segue até 5,6 mm (Figura 53-p), com valores de pressão crescendo em direção ao centro, porém barras de erros bem significativas.

5.3.4 Análise de erros

Em suma, na seção 5.3.3 diferentes comportamentos foram observados entre as argamassas analisadas. Especialmente em fluxos mais homogêneos, e antes dos efeitos da separação de fases serem perceptíveis, as distribuições de pressão medidas se aproximam das previsões do modelo Newtoniano em regime de cisalhamento ou do modelo plástico. Para avaliar de forma quantitativa a proximidade dos resultados observados para os modelos, uma análise de erros é proposta nesta seção, com base no parâmetro de raiz do erro médio quadrático (ou *RMSE*, sigla do inglês *root-mean-squared error*). A medida é o equivalente de um desvio padrão para as diferenças entre os valores experimentais e as previsões dos modelos. O cálculo do *RMSE* (de acordo com a Equação 12) foi feito para cada um dos deslocamentos destacados na seção 5.3.3, e para os modelos Newtoniano em cisalhamento e plástico perfeito.

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{p}_i - \hat{p}_i)^2}{n}} \quad \text{Equação 12}$$

Na Equação 12, i corresponde à identificação de cada circunferência da análise de raio médio (de acordo com a Figura 29 na seção 4.3.2); $\bar{p}_i$ é a pressão do raio médio na posição i ; $\hat{p}_i$ é a estimativa da pressão na posição radial equivalente a i de acordo com o modelo analisado; e n é o número de valores não nulos no conjunto de dados do modelo.

Como os níveis de pressão variam muito não só entre os ensaios, mas também durante o mesmo teste, os valores de *RMSE* calculados foram normalizados. Para isso foi utilizada a pressão apontada pelo modelo Newtoniano elongacional (*Elong*); os valores para cada deslocamento são indicados, inclusive, em cada gráfico nas figuras da seção 5.3.3. Como *Elong* nada mais é do que a pressão média aferida em cada

deslocamento (já que seu cálculo é a divisão da força total calibrada do sensor pela área medida), o parâmetro resultante é denominado coeficiente de variação do *RMSE*, ou *CV(RMSE)*, indicado na Equação 13.

$$CV(RMSE) = \frac{RMSE}{Elong} \quad \text{Equação 13}$$

A Figura 54 apresenta os resultados da análise de erros de todos os ensaios. Boa parte dos valores calculados são relativamente altos. Como a lógica por trás do parâmetro sugere, resultados acima de 1 significam que o erro global para a estimativa do modelo para aquele momento do ensaio é de maior magnitude do que a pressão média na área da amostra. Para proporcionar uma melhor visualização dos detalhes, os trechos dos ensaios em que os erros foram menores (ou seja, em que os valores experimentais ficaram mais próximos dos modelos) são mostrados em ampliações na coluna da direita.

Figura 54 - Coeficiente de variação do $RMSE$ entre o raio médio e as previsões dos modelos, tanto para fluidos Newtonianos em regime de cisalhamento quanto para comportamento plástico perfeito, em deslocamentos específicos. À direita de cada gráfico é apresentada uma ampliação dos trechos com valores mais baixos de $CV(RMSE)$.

Fonte: elaborado pelo autor

Para as argamassas de laboratório, o modelo plástico mostrou apenas uma conformidade moderada para pequenos trechos dos ensaios, se adequando um

pouco melhor às argamassas com o aditivo celulósico (Figura 54-b,d). A maior parte dos pontos analisados indicou erro menor para o modelo Newtoniano de cisalhamento do que para o modelo plástico, exceto para o primeiro ponto apresentado nos ensaios com a argamassa MHEC 0,1 mm/s e CH_M 3 mm/s. O comportamento da argamassa IND (Figura 54-e), no entanto, é o oposto, com valores de erro para o modelo de cisalhamento sendo um pouco mais baixos no início do segundo estágio (2,8 mm), e então erros menores para o modelo plástico em deslocamentos mais avançados. O comportamento em fluxo da argamassa IND foi, de fato, o mais próximo do plástico perfeito entre os materiais analisados, e essa análise de erros dá suporte a isso.

A argamassa IND foi a única que manteve valores relativamente baixos de $CV(RMSE)$ para um amplo espectro de deslocamentos, devido ao seu longo estágio de deformação plástica já discutido. Apesar de nas curvas de comportamento macroscópico (apresentadas na Figura 45, seção 5.1) as tensões atingirem valores maiores para o ensaio em 3 mm/s antes da inclinação da curva de 0,1 mm/s começar a aumentar (o que se trata de uma resposta viscosa à maior velocidade), essa análise mostra que em maior velocidade a argamassa se manteve mais próxima aos modelos por um período mais longo. As curvas de 0,1 mm/s na Figura 54-e mostram um aumento nos valores de erro mais brusco e em menores deslocamentos do que em maior velocidade. Para as argamassas de laboratório – mesmo desconsiderando o deslocamento absoluto que está relacionado ao momento do *strain hardening* – um efeito similar é perceptível, já que quando os valores de erro começaram a aumentar, a inclinação das curvas em geral foi maior para os ensaios com menor velocidade de deslocamento.

Em alguns casos, os valores de erro diminuíram entre o terceiro e o quarto ponto das curvas (Figura 54-a,b,c). Isso só ocorreu para os ensaios com maior influência da separação de fases. A explicação é que os valores de $CV(RMSE)$ foram maiores do que 2 no terceiro ponto, e a queda no ponto subsequente pode ser atribuída à saturação do sensor na região central da amostra para esses deslocamentos, levando a uma falsa impressão de melhoria na concordância com os modelos. A formação de um pico de concentração de pressão excêntrico seguida de evolução para a parte central é outro fator que contribui para esta queda aparente do erro – foi o que aconteceu no ensaio da argamassa CH com 3 mm/s, por exemplo. De qualquer forma, os valores de erro permaneceram substanciais mesmo após estas quedas.

5.4 Conclusões do capítulo

A configuração diferente da padronizada (utilizada no capítulo 4) fornece novas informações sobre os materiais: as condições de borda são diferentes, com o material todo sob compressão durante a maior parte do ensaio, e a área da amostra é variável.

Além das argamassas de laboratório, este capítulo introduziu também um produto industrializado com um comportamento bem diferente dos outros materiais analisados, devido especialmente à maior presença de aditivos na composição. Os ensaios com essa argamassa apresentam longo estágio de deformação plástica, sem evidências de separação de fases significativa com 3 mm/s. Em menor velocidade de deslocamento a segregação ocorreu, mas ainda em níveis muito menos intensos do que as outras argamassas, e somente em deslocamentos maiores, que representam taxas de deformação mais críticas. O fluxo da argamassa IND de uma forma geral é mais homogêneo, e os desvios observados na análise de raio médio são menores, especialmente se comparada às argamassas sem aditivo.

O mapeamento dinâmico contribui ainda mais no caso da configuração de volume constante, pois fornece uma nova informação sobre a área de contato percebida. Com isso, foi possível detectar uma redução no volume no final dos ensaios. A diferença foi relacionada à perda do ar incorporado, ficando muito abaixo no ensaio que não apresentou fluxo diferencial entre as fases. Mesmo assim, houve redução acima do teor de ar para a maioria dos ensaios, que foi atribuída principalmente a pressões menores do que o limite de detecção (em virtude dos parâmetros do sensor utilizados) nas áreas periféricas segregadas das amostras.

As partes da amostra não consideradas pelo sensor também não tiveram grande influência no comportamento do material, já que a área medida se mostrou mais adequada para o cálculo do parâmetro do modelo plástico. O comportamento macroscópico é dominado pela região da amostra sob pressões maiores.

Para desvios notórios do comportamento médio da área medida pelo sensor, foram levantadas hipóteses de falhas experimentais, suportadas por outras evidências das análises do método PMSF. Os desvios teriam origem no preenchimento do molde durante a preparação da amostra e no posicionamento da placa superior antes do ensaio, dois processos realizados manualmente, sensíveis e passíveis de erros. No método de *squeeze flow* comum, tais desvios podem acontecer, mas passam

despercebidos. A complexidade adicionada do mapeamento de pressão indica a ocorrência desses equívocos, e ainda permite a quantificação e até correção das análises.

A calibração dos dados do sensor nesta configuração de ensaio foi mais complicada. Como a área da amostra é menor, quando o *strain hardening* aconteceu em deslocamentos pequenos, grande parte da área detectada ficou saturada muito rapidamente. Isso impediu a realização do processo de calibração utilizando dados da parte final desses ensaios. Quanto mais cedo ocorreu o enrijecimento, menor foi a parcela do ensaio possível de ser calibrada, e os únicos ensaios que permitiram a calibração total foram os com a argamassa IND.

A comparação com os modelos mostrou para fluxos mais homogêneos boa proximidade com os modelos, seja aquele para fluidos Newtonianos em regime de cisalhamento, ou o de deformação plástica perfeita. Nesses casos também é notável que os coeficientes de variação na parte inicial dos ensaios foram em geral mais proeminentes com 3 mm/s, mesmo que para todas as argamassas de laboratório a maior velocidade de deslocamento tenha levado a maior deformabilidade e menor intensidade da separação de fases, sugerindo uma possível instabilidade gerada no início do fluxo pela deformação imposta.

A relação com os dois modelos citados só se dá até a ocorrência do *strain hardening*. Quando a concentração de sólidos aumentou na região central devido à migração da fase líquida, as forças de atrito se tornaram mais relevantes e foi possível observar a mudança dos perfis de distribuição tendendo ao exponencial indicado pelo modelo de Coulomb. Isso, no entanto, não acontece em toda amostra de uma só vez, e as regiões periféricas continuam sob o regime de fluxo anterior.

Em alguns ensaios as heterogeneidades macroscópicas das argamassas deslocaram os picos de concentração de pressão para posições excêntricas na amostra, o que também ocorreu na configuração de área constante, como visto no capítulo 4. Quando isso aconteceu, o perfil exponencial foi observado entre o pico e a borda da amostra, enquanto em direção ao centro a pressão cresce mais do que o pico inicial, numa tendência de centralização da concentração. Com o andamento do ensaio, após a formação da estrutura granular inicial fora do centro da amostra, mais partículas se acumulam ao tentar se movimentar a partir da região central na direção radial.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Para este trabalho foi feita uma revisão de bibliografia atualizada e organizada em torno de alguns pontos fundamentais para o desenvolvimento do método PMSF. Sobre o método de *squeeze flow* tradicional, foram destacados aspectos gerais sobre a técnica e sua aplicação, além de detalhamentos sobre os parâmetros de ensaio e modelos de fluxo, incluindo a previsão da distribuição de pressão para diferentes condições e regimes. O fenômeno de separação de fases em fluxos desse tipo também foi abordado, passando pelas suas consequências, as variáveis que a influenciam e uma revisão abrangente dos métodos de avaliação propostos na literatura. Os fatores que têm impacto sobre o fluxo e a avaliação especificamente de argamassas em *squeeze flow* foram brevemente tratados. Por fim, foram apresentados métodos já utilizados e existentes para avaliação da distribuição de pressão. A compilação dos trabalhos nos temas especificados é única na literatura internacional e uma contribuição interessante para pesquisadores e profissionais que atuam com a avaliação reológica de suspensões.

O método desenvolvido, PMSF, se mostrou adequado para o estudo reológico de suspensões concentradas heterogêneas multifásicas com partículas macroscópicas. Com este trabalho, uma metodologia de procedimento experimental, tratamento de dados e análise de resultados fica consolidada. Novas possibilidades de avaliações reológicas são criadas, podendo expandir o conhecimento sobre o comportamento de fluidos, suspensões granulares, compósitos fibrosos e outros materiais sob condições de *squeeze flow*. Além do estudo acadêmico, a maior precisão e quantidade de informações da técnica a tornam uma boa alternativa para melhorar o controle tecnológico dos materiais.

Houve grande avanço na metodologia de análise dos resultados, sendo que algumas formas de tratamento dos dados ainda nem foram totalmente exploradas. Múltiplas abordagens de análise foram apresentadas, permitindo diferentes tipos de observação. Imagens representativas da distribuição de pressão foram comparadas às curvas de *squeeze flow* para determinar a relação entre o comportamento macroscópico e as alterações microestruturais dinâmicas. O procedimento de calibração desenvolvido se mostrou adequado para o tipo de resultado altamente não linear do ensaio em área constante. Já para a configuração em volume constante

houve dificuldade em realizar o processo de calibração incluindo a parte final dos ensaios que apresentaram rápida ocorrência de enrijecimento por deformação. Essa limitação, no entanto, não prejudicou significativamente as análises realizadas, sendo que as calibrações de parte dos ensaios já forneceram boas informações sobre o comportamento dos materiais.

Os resultados calibrados foram inicialmente organizados para exibir a evolução dos perfis de pressão ao longo de quatro eixos na análise em cortes radiais, que demonstrou a relevância das heterogeneidades intrínsecas das argamassas. Por fim, a análise de raio médio constituiu uma visão mais clara da distribuição radial global, considerando as pressões em toda a área da amostra para determinar um perfil médio, com barras de erros para indicar a variação, algo extremamente importante para o tipo de material estudado. Ao longo das análises, foi possível observar a existência de tipos de comportamentos diversos no fluxo das argamassas, incluindo fluxo em cisalhamento, fluxo viscoso, fluxo plástico e comportamento granular, além da transição entre comportamentos evoluindo em partes diferentes das amostras.

A metodologia desenvolvida vai permitir uma avaliação mais aprofundada não só dos materiais, mas também dos parâmetros do ensaio de *squeeze flow*, como o efeito das configurações, das diferentes condições de interface, e da segregação de fases. A partir da associação do perfil da distribuição de pressão e do surgimento de anomalias com alterações microestruturais induzidas, o tipo de fluxo predominante em cada momento do ensaio pode ser identificado, permitindo a aplicação do modelo adequado e cálculo de parâmetros reológicos. Trabalhos mais extensivos são necessários para explorar todo o potencial do PMSF.

6.1 Sugestões para trabalhos futuros

Este trabalho apresentou uma metodologia de análise reológica mais avançada para argamassas, o que abre um novo leque de possibilidades de avaliação. Alguns aspectos relevantes sobre o comportamento desses materiais já foram parcialmente cobertos por este trabalho, no entanto será importante aplicar a metodologia proposta em futuros trabalhos, ampliando o conhecimento sobre os diversos fatores que influenciam o fluxo e os fenômenos que decorrem. A Figura 55 apresenta um fluxograma similar ao que foi apresentado na metodologia (capítulo 3), mas indicando

também variáveis levantadas, algumas que foram abordadas neste trabalho e outras que deverão ser abordadas em futuros trabalhos. É importante ressaltar que mesmo algumas das variáveis estudadas neste projeto ainda podem ser avaliadas mais profundamente (por exemplo, alterando-se os teores de aditivos e substituições) ou de formas diferentes (por exemplo, com materiais e componentes diferentes).

Figura 55 - Fluxograma com algumas das principais variáveis que podem ser avaliadas através do procedimento experimental proposto para argamassas.

Quanto à configuração do ensaio de *squeeze flow*, por exemplo, com os resultados apresentados neste trabalho somados a resultados já obtidos em outra configuração, também de área constante, porém com menor área (AC50), devem ser publicados em breve num estudo comparativo entre configurações. Dos outros aspectos a serem avaliados, destacam-se:

- Granulometria das partículas: alterações drásticas no empacotamento de partículas e conceitos de distribuição granulométrica contínua ou descontínua podem apontar diferenças no tipo de fluxo e principalmente na ocorrência de segregação;
- Morfologia das partículas: com partículas de dimensão equivalente, porém morfologia diferente, o empacotamento do sistema granular também é alterado,

e, conseqüentemente, o seu comportamento reológico, além do impacto no efeito de atrito entre as partículas;

- Rugosidade da interface: fundamentais para determinar o regime de fluxo em *squeeze flow*, diferentes condições de interface podem ser obtidas durante o ensaio com o emprego de, por exemplo, lixas de diferentes rugosidades (para favorecer o atrito e o fluxo em cisalhamento) ou fluido lubrificante (para favorecer o escorregamento e o fluxo elongacional);
- Precisão maior para o início do ensaio: como destacado algumas vezes durante o texto deste trabalho, a configuração do sistema de mapeamento empregada permite a avaliação do ensaio como um todo, porém há pouca precisão para a parte inicial, em que as cargas mais baixas e a influência maior é relativa à tensão de escoamento do material;
- Precisão maior para o final do ensaio: também é possível alterar as variáveis para permitir a avaliação de cargas mais elevadas, e com isso avaliar a parte final do ensaio (estágio de *strain hardening*), em que o comportamento passa a ser mais granular, com predominância dos fenômenos de contato e atrito entre partículas.

O estudo de diferentes materiais através do método de PMSF, além de argamassas, também é interessante para futuros trabalhos. A análise em fluidos mais homogêneos e materiais de referência com comportamento controlado será importante para a validação de análises e considerações feitas sobre a técnica. O procedimento experimental em si também possui alguns pontos e etapas que podem ser melhorados. É natural que em futuros trabalhos o método desenvolvido evolua de forma a cobrir aspectos complementares.

6.2 Produção científica

Na época da produção desta dissertação, algumas publicações já foram fruto deste trabalho, sendo os principais:

- artigo publicado na revista *Cement & Concrete Composites* (GRANDES et al., 2018), com parte dos resultados do capítulo 4.

GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Squeeze flow coupled with dynamic pressure mapping for the rheological evaluation of cement-based mortars. *Cement and Concrete Composites*, [s. l.], v. 92, p. 18–35, 2018.

- artigo publicado e apresentado no “*XII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas*” (GRANDES et al., 2017), com parte dos resultados do capítulo 4.

GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; CARDOSO, F. A.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Técnica para avaliação da distribuição de pressão em argamassas durante o squeeze flow: influência do aditivo retentor de água. In: ANAIS DO... 2017, São Paulo. **Anais...** . In: XII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. São Paulo

- artigo submetido ao “*XIII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas*”, com parte dos resultados do capítulo 5 (trabalho intitulado “Distribuição de pressão em argamassas durante o *squeeze flow* na configuração de volume constante”).
- artigo para submissão à revista *Rheologica Acta*, com os resultados do capítulo 5, intitulado “*Rheological evaluation of mortars with different mix-designs using pressure mapped squeeze flow with constant volume configuration*”.

Trabalhos no mesmo tópico em coautoria, apresentados e publicados em congressos:

- Trabalho publicado e apresentado no congresso “*27th Conference on Rheology of Building Materials*”, em Regensburg, Alemanha (CARDOSO et al., 2018c).

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Squeeze flow of cement-based mortars: assessment of pressure distribution by dynamic mapping. In: PROCEEDINGS OF THE 27TH CONFERENCE AND LABORATORY WORKSHOPS OF RHEOLOGICAL MEASUREMENT OF BUILDING MATERIALS 2018, Regensburg. **Anais...** . In: 27TH CONFERENCE ON RHEOLOGY OF BUILDING MATERIALS. Regensburg.

- Resumo e trabalho apresentado no congresso “*The Society of Rheology 90th Annual Meeting*” em Houston, EUA (CARDOSO et al., 2018b).

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Influence of experimental setup on squeeze flow behavior of mortars as measured by dynamic pressure mapping. In: THE SOCIETY OF RHEOLOGY 90TH ANNUAL MEETING ABSTRACTS BOOK 2018, Houston. **Anais...** . In: THE SOCIETY OF RHEOLOGY 90TH ANNUAL MEETING. Houston.

- Resumo e pôster apresentado no congresso “*1st International Conference on Concrete and Digital Fabrication*” em Zurich, Suíça (PILEGGI et al., 2018).

PILEGGI, R. G.; GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A. Pressure Mapped Squeeze Flow applied to cement-based materials. In: 2018, Zurich. **Anais...** . In: 1ST INTERNATIONAL CONFERENCE ON CONCRETE AND DIGITAL FABRICATION. Zurich

Além desses, foram realizados trabalhos em colaboração com outros pesquisadores, incluindo:

- artigo publicado na revista *Ambiente Construído* (SAKANO et al., 2018).

SAKANO, V. K.; GRANDES, F. A.; ROMANO, R. C. de O.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Comportamento reológico em squeeze flow de suspensões concentradas de esferas de vidro em silicones de diferentes viscosidades. **Ambiente Construído**, [s. l.], v. 18, n. 1, p. 361–377, 2018.

- Trabalho publicado e apresentado no “61º Congresso Brasileiro de Cerâmica” em Gramado (CARDOSO et al., 2017).

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; INO, K.; VALENCIA, G. A.; REGO, A. C. A.; GOUVEA, D.; PILEGGI, R. G. Monitoramento da distribuição de pressão durante avaliação reológica de argamassas cimentícias e massas cerâmicas pelo método squeeze-flow. In: ANAIS DO 61º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA 2017, Gramado. **Anais...** . In: 61º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA. Gramado

- artigo publicado e apresentado no “XII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas” (SAKANO et al., 2017).

SAKANO, V. K.; GRANDES, F. A.; CARDOSO, F. A.; ROMANO, R. C. O.; CAMPORA, F. L.; PILEGGI, R. G. Avaliação da distribuição de pressão no impacto de argamassas de revestimentos aplicadas manualmente e por projeção mecânica. In: ANAIS DO... 2017, São Paulo. **Anais...** . In: XII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. São Paulo

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT. NBR 13278. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. . 2005 a.

ABNT. NBR 13276. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura e determinação do índice de consistência. . 30 set. 2005 b.

ABNT. NBR 15839. Argamassa de assentamento e revestimento de paredes e tetos - Caracterização reológica pelo método squeeze-flow. . 6 jul. 2010.

ABNT. NBR 7214. Areia normal para ensaio de cimento - Especificação. . 16 nov. 2015.

ADAMS, M. J.; AYDIN, İ.; BRISCOE, B. J.; SINHA, S. K. A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 71, n. 1, p. 41–57, 1997.

ADAMS, M. J.; BISWAS, S. K.; BRISCOE, B. J.; KAMYAB, M. The effects of interface constraints on the deformation of pastes. **Powder Technology**, A Special Volume Devoted to the Second Symposium on Advances in Particulate Technology. [s. l.], v. 65, n. 1, A Special Volume Devoted to the Second Symposium on Advances in Particulate Technology, p. 381–392, 1991.

ADAMS, M. J.; J BRISCOE, B.; KAMJAB, M. The deformation and flow of highly concentrated dispersions. **Advances in Colloid and Interface Science**, [s. l.], v. 44, p. 143–182, 1993.

BAGLEY, E. B.; CHRISTIANSON, D. D.; WOLF, W. J. Note: Frictional Effects in Compressional Deformation of Gelatin and Starch Gels and Comparison of Material Response in Simple Shear, Torsion, and Lubricated Uniaxial Compression. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 29, n. 1, p. 103–108, 1985.

BANFILL, P. F. G. The rheology of fresh mortar. **Magazine of Concrete Research**, [s. l.], v. 43, n. 154, p. 13–21, 1991.

BANFILL, P. F. G. Rheological methods for assessing the flow properties of mortar and related materials. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 43–50, 1994.

BANFILL, P. F. G. Rheology of fresh cement and concrete. **Rheology reviews**, [s. l.], v. 2006, p. 61, 2006.

BARBOSA, W. da S.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Alteração do comportamento reológico de pastas devido à presença de base porosa. In: ANAIS DO... 2009, Curitiba. **Anais...** . In: VIII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Curitiba

BARBOSA, W. da S.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Squeeze-flow em pastas cimentícias sobre substratos porosos. In: ANAIS DO... 2011, Belo Horizonte. **Anais...**

. In: IX SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Belo Horizonte

BARONE, M. R.; CAULK, D. A. A Model for the Flow of a Chopped Fiber Reinforced Polymer Compound in Compression Molding. **Journal of Applied Mechanics**, [s. l.], v. 53, n. 2, p. 361–371, 1986.

BATCHELOR, G. K. **An Introduction to Fluid Dynamics**. [s.l.] : Cambridge University Press, 2000.

BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Transport Phenomena, Revised 2nd Edition**. 2. ed. [s.l.] : Wiley, 2002. Disponível em: <<http://www.wiley.com/WileyCDA/WileyTitle/productCd-EHEP003580.html>>

BRUMAUD, C.; BAUMANN, R.; SCHMITZ, M.; RADLER, M.; ROUSSEL, N. Cellulose ethers and yield stress of cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 55, p. 14–21, 2014.

BRUMAUD, C.; BESSAIES-BEY, H.; MOHLER, C.; BAUMANN, R.; SCHMITZ, M.; RADLER, M.; ROUSSEL, N. Cellulose ethers and water retention. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 53, p. 176–184, 2013.

BSI. BS 4551. Methods of testing mortar, screeds and plasters. . 1980.

BSI. BS 1881-105. BS 1881-105:1984 - Testing concrete. Method for determination of flow. . 1984.

BSI. BSI EN 12350-5. BS EN 12350-5:2009 - Testing fresh concrete. Flow table test. . 31 maio 2009.

CAMPANELLA, O. H.; PELEG, M. Squeezing Flow Viscosimetry of Peanut Butter. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 52, n. 1, p. 180–184, 1987.

CAMPANELLA, O. H.; PELEG, M. Squeezing Flow Viscometry for Nonelastic Semiliquid Foods — Theory and Applications. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 42, n. 3, p. 241–264, 2002.

CAPPELLARI, M.; DAUBRESSE, A.; CHAOUICHE, M. Influence of organic thickening admixtures on the rheological properties of mortars: Relationship with water-retention. **Construction and Building Materials**, 25th Anniversary Session for ACI 228 – Building on the Past for the Future of NDT of Concrete. [s. l.], v. 38, 25th Anniversary Session for ACI 228 – Building on the Past for the Future of NDT of Concrete, p. 950–961, 2013.

CARDOSO, F. A. **Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico**. 2009. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

CARDOSO, F. A.; AGOPYAN, A. K.; CARBONE, C.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. Squeeze flow as a tool for developing optimized gypsum plasters. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 23, n. 3, p. 1349–1353, 2009.

CARDOSO, F. A.; CAMPORA, F. L.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Evaluation of mortar mixing procedures using squeeze flow test. In: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL RILEM WORKSHOP ON RHEOLOGICAL MEASUREMENTS OF CEMENT-BASED MATERIALS 2018a, Arras. **Anais...** . In: INTERNATIONAL RILEM WORKSHOP ON RHEOLOGICAL MEASUREMENTS OF CEMENT-BASED MATERIALS. Arras

CARDOSO, F. A.; FUJII, A. L.; PILEGGI, R. G.; CHAOUCHE, M. Parallel-plate rotational rheometry of cement paste: Influence of the squeeze velocity during gap positioning. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 75, p. 66–74, 2015.

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; INO, K.; VALENCIA, G. A.; REGO, A. C. A.; GOUVEA, D.; PILEGGI, R. G. Monitoramento da distribuição de pressão durante avaliação reológica de argamassas cimentícias e massas cerâmicas pelo método squeeze-flow. In: ANAIS DO 61º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA 2017, Gramado. **Anais...** . In: 61º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA. Gramado

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Influence of experimental setup on squeeze flow behavior of mortars as measured by dynamic pressure mapping. In: THE SOCIETY OF RHEOLOGY 90TH ANNUAL MEETING ABSTRACTS BOOK 2018b, Houston. **Anais...** . In: THE SOCIETY OF RHEOLOGY 90TH ANNUAL MEETING. Houston Disponível em: <https://www.rheology.org/sor/Publications/Meeting_Booklets/SoR_Abst_18a.pdf>

CARDOSO, F. A.; GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Squeeze flow of cement-based mortars: assessment of pressure distribution by dynamic mapping. In: PROCEEDINGS OF THE 27TH CONFERENCE AND LABORATORY WORKSHOPS OF RHEOLOGICAL MEASUREMENT OF BUILDING MATERIALS 2018c, Regensburg. **Anais...** . In: 27TH CONFERENCE ON RHEOLOGY OF BUILDING MATERIALS. Regensburg

CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Rheological behavior of mortars under different squeezing rates. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 39, n. 9, p. 748–753, 2009.

CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G.; BANFILL, P. F. G. Characterisation of rendering mortars by squeeze-flow and rotational rheometry. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 57, p. 79–87, 2014. a.

CARDOSO, F. A.; LOFRANO, F. C.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Influence of Experimental Parameters of the Squeeze flow Test on the Rheological Behaviour and Phase Segregation of Cement Mortars. **Annual Transactions of the Nordic Rheology Society**, [s. l.], v. 22, p. 79–85, 2014. b.

CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M.; CAMPORA, F. L. Aplicabilidade de argamassas de revestimento: avaliação empírica e comportamento reológico por squeeze-flow. In: ACTAS DO 3º CONGRESSO PORTUGUÊS DE ARGAMASSAS DE CONSTRUÇÃO 2010, Lisboa. **Anais...** . In: 3º CONGRESSO PORTUGUÊS DE ARGAMASSAS DE CONSTRUÇÃO. Lisboa

CARDOSO, F. A.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Pressure distribution evolution during squeeze-flow of cement-based mortars. In: BOOK OF ABSTRACTS AERC 2014 2014, Karlsruhe. **Anais...** . In: 9TH ANNUAL EUROPEAN RHEOLOGY CONFERENCE. Karlsruhe

CARMAN, P. C. Fluid flow through granular beds. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, [s. l.], v. 15, p. 150–166, 1937.

CASIRAGHI, E. m.; BAGLEY, E. b.; CHRISTIANSON, D. d. Behavior of Mozzarella, Cheddar and Processed Cheese Spread in Lubricated and Bonded Uniaxial Compression. **Journal of Texture Studies**, [s. l.], v. 16, n. 3, p. 281–301, 1985.

CAVANI, G. R.; ANTUNES, R. P. do N.; JOHN, V. M. Influência do teor de ar incorporado na trabalhabilidade das argamassas mistas. In: ANAIS DO... 1997, Salvador. **Anais...** . In: II SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Salvador

CHAARI, F.; RACINEUX, G.; POITOU, A.; CHAOUICHE, M. Rheological behavior of sewage sludge and strain-induced dewatering. **Rheologica acta**, [s. l.], v. 42, n. 3, p. 273–279, 2003.

CHALENCON, F.; DUMONT, P. J. J.; ORGÉAS, L.; FORAY, G.; CAVAILLÉ, J.-Y.; MAIRE, E. Homogeneous and heterogeneous rheology and flow-induced microstructures of a fresh fiber-reinforced mortar. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 82, p. 130–141, 2016.

CHALENCON, F.; ORGÉAS, L.; DUMONT, P. J. J.; FORAY, G.; CAVAILLÉ, J.-Y.; MAIRE, E.; ROSCOAT, S. R. Du. Lubricated compression and X-ray microtomography to analyse the rheology of a fibre-reinforced mortar. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 221–235, 2010.

CHATRAEI, S.; MACOSKO, C. W.; WINTER, H. H. Lubricated Squeezing Flow: A New Biaxial Extensional Rheometer. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 25, n. 4, p. 433–443, 1981.

COLLOMB, J.; CHAARI, F.; CHAOUICHE, M. Squeeze flow of concentrated suspensions of spheres in Newtonian and shear-thinning fluids. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 48, n. 2, p. 405–416, 2004.

COUSSOT, P. **Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials: Applications in Industry and Environment**. [s.l.] : John Wiley & Sons, 2005. Google-Books-ID: ljUo3wu7tSUC.

COVEY, G. H.; STANMORE, B. R. Use of the parallel-plate plastometer for the characterisation of viscous fluids with a yield stress. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 8, n. 3, p. 249–260, 1981.

CUA, E. C.; SHAW, M. T. Using creeping squeeze flow to obtain low-frequency linear viscoelastic properties: Low-shear rate measurements on polydimethylsiloxane. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 46, n. 4, p. 817–830, 2002.

DAMRAU, E.; PELEG, M. Imperfect Squeezing Flow Viscosimetry of Newtonian Liquids – Theoretical and Practical Considerations. **Journal of Texture Studies**, [s. l.], v. 28, n. 2, p. 187–204, 1997.

DE VICENTE, J.; RUIZ-LÓPEZ, J. A.; ANDABLO-REYES, E.; SEGOVIA-GUTIÉRREZ, J. P.; HIDALGO-ALVAREZ, R. Squeeze flow magnetorheology. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 55, n. 4, p. 753–779, 2011.

DEBBAUT, B. Non-isothermal and viscoelastic effects in the squeeze flow between infinite plates. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 98, n. 1, p. 15–31, 2001.

DELHAYE, N.; POITOU, A.; CHAOUCHE, M. Squeeze flow of highly concentrated suspensions of spheres. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 94, n. 1, p. 67–74, 2000.

DENN, M. M.; MARRUCCI, G. Squeeze flow between finite plates. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 87, n. 2, p. 175–178, 1999.

DIENES, G. J.; KLEMM, H. F. Theory and Application of the Parallel Plate Plastometer. **Journal of Applied Physics**, [s. l.], v. 17, n. 6, p. 458–471, 1946.

DUCLOUÉ, L.; PITOIS, O.; TOCQUER, L.; GOYON, J.; OVARLEZ, G. Yielding and flow of foamed metakaolin pastes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [s. l.], v. 513, p. 87–94, 2017.

DUMONT, P.; ORGÉAS, L.; LE CORRE, S.; FAVIER, D. Anisotropic viscous behavior of sheet molding compounds (SMC) during compression molding. **International Journal of Plasticity**, [s. l.], v. 19, n. 5, p. 625–646, 2003.

DUMONT, P.; VASSAL, J.-P.; ORGÉAS, L.; MICHAUD, V.; FAVIER, D.; MÅNSON, J.-A. E. Processing, characterisation and rheology of transparent concentrated fibre-bundle suspensions. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 46, n. 5, p. 639–651, 2007.

ENGMANN, J.; SERVAIS, C.; BURBIDGE, A. S. Squeeze flow theory and applications to rheometry: A review. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 132, n. 1–3, p. 1–27, 2005.

ESTELLÉ, P.; LANOS, C.; PERROT, A.; SERVAIS, C. Slipping zone location in squeeze flow. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 45, n. 4, p. 444–448, 2006.

FERNANDES, H. C. **Estimativa da energia de lançamento das argamassas projetadas por spray a ar comprimido**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

FINDLEY, W. N.; DAVIS, F. A. **Creep and Relaxation of Nonlinear Viscoelastic Materials**. [s. l.] : Courier Corporation, 2013. Google-Books-ID: AZuNioxH_i4C.

FOURMENTIN, M.; OVARLEZ, G.; FAURE, P.; PETER, U.; LESUEUR, D.; DAVILLER, D.; COUSSOT, P. Rheology of lime paste—a comparison with cement paste. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 54, n. 7, p. 647–656, 2015.

GIBSON, A. G.; KOTSIKOS, G.; BLAND, J. H.; TOLL, S. Squeeze flow. In: COLLYER, A. A.; CLEGG, D. W. (Eds.). **Rheological Measurement**. 2. ed. Dordrecht: Springer Science & Business Media, 1998. p. 550–592.

GIBSON, A. G.; TOLL, S. Mechanics of the squeeze flow of planar fibre suspensions. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 82, n. 1, p. 1–24, 1999. a.

GIBSON, A. G.; TOLL, S. Mechanics of the squeeze flow of planar fibre suspensions. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 82, n. 1, p. 1–24, 1999. b.

GONG, X.; CHEN, Q.; LIU, M.; CAO, S.; XUAN, S.; JIANG, W. Squeeze flow behavior of shear thickening fluid under constant volume. **Smart Materials and Structures**, [s. l.], v. 26, n. 6, p. 065017, 2017.

GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; CARDOSO, F. A.; REGO, A. C. A.; PILEGGI, R. G. Técnica para avaliação da distribuição de pressão em argamassas durante o squeeze flow: influência do aditivo retentor de água. In: ANAIS DO... 2017, São Paulo. **Anais...** . In: XII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. São Paulo

GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Squeeze flow coupled with dynamic pressure mapping for the rheological evaluation of cement-based mortars. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 92, p. 18–35, 2018.

HENDICKX, R. **The adequate measurement of the workability of masonry mortar**. 2009. Doctoral Thesis - Katholieke Universiteit Leuven, Belgium, 2009.

HOFFNER, B.; GERHARDS, C.; PELEG, M. Imperfect lubricated squeezing flow viscometry for foods. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 36, n. 6, p. 686–693, 1997.

HOFFNER, B.; GERHARDS, C.; PELEG, M. Method to Assess the Ability of Rough Surfaces to Eliminate Slip in Food Viscometry. **Journal of Texture Studies**, [s. l.], v. 29, n. 5, p. 527–536, 1998.

HOPPE FILHO, J.; PILEGGI, R. G.; CINCOTTO, M. A. Investigação sobre a dispersão de pastas de cimento, cinza volante e cal hidratada. In: ANAIS DO... 2005, Florianópolis. **Anais...** . In: VI SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Florianópolis

HUANG, H.; KOKINI, J. L. Measurement of biaxial extensional viscosity of wheat flour doughs. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 37, n. 5, p. 879–891, 1993.

INO, K. **Estudo da reologia de uma massa de porcelana fosfática para uso na conformação em torno elétrico**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

IZAGUIRRE, A.; LANAS, J.; ÁLVAREZ, J. I. Characterization of aerial lime-based mortars modified by the addition of two different water-retaining agents. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 309–318, 2011.

KACI, A.; BOURAS, R.; CHAOUICHE, M.; ANDRÉANI, P.-A.; BROSSAS, H. Adhesive and Rheological Properties of Mortar Joints. **Applied Rheology**, [s. l.], v. 19, n. 5, p. 51970, 2009.

KACI, A.; BOURAS, R.; PHAN, V. T.; ANDRÉANI, P. A.; CHAOUICHE, M.; BROSSAS, H. Adhesive and rheological properties of fresh fibre-reinforced mortars. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 218–224, 2011.

KANTRO, D. Influence of Water-Reducing Admixtures on Properties of Cement Paste—A Miniature Slump Test. **Cement, Concrete and Aggregates**, [s. l.], v. 2, n. 2, p. 95–102, 1980.

KHAYAT, K. H. Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials—an overview. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 20, n. 2–3, p. 171–188, 1998.

KHELIFI, H.; PERROT, A.; LECOMPTE, T.; RANGEARD, D.; AUSIAS, G. Prediction of extrusion load and liquid phase filtration during ram extrusion of high solid volume fraction pastes. **Powder Technology**, [s. l.], v. 249, p. 258–268, 2013.

KOLENDA, F.; RETANA, P.; RACINEUX, G.; POITOU, A. Identification of rheological parameters by the squeezing test. **Powder Technology**, [s. l.], v. 130, n. 1–3, p. 56–62, 2003.

KOTSIKOS, G.; BLAND, J. H.; GIBSON, A. G. Rheological characterization of commercial glass mat thermoplastics (GMTs) by squeeze flow testing. **Polymer Composites**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 114–123, 1999.

KOTSIKOS, G.; BLAND, J. H.; GIBSON, A. G.; CHANDLER, H. W. Squeeze flow testing of glass mat thermoplastic material. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s. l.], v. 27, n. 12, p. 1195–1200, 1996.

KOTSIKOS, G.; GIBSON, A. G. Investigation of the squeeze flow behaviour of Sheet Moulding Compounds (SMC). **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s. l.], v. 29, n. 12, p. 1569–1577, 1998.

KOUASSI-KOFFI, J. D.; LAUNAY, B.; DAVIDOU, S.; KOUAMÉ, L. P.; MICHON, C. Lubricated squeezing flow of thin slabs of wheat flour dough: comparison of results at constant plate speed and constant extension rates. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 275–283, 2010.

KUDO, E. K. **Caracterização reológica de argamassas colantes**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade de São Paulo, [s. l.], 2012.

LAUN, H. M. Rheometry towards complex flows: Squeeze flow technique. **Makromolekulare Chemie. Macromolecular Symposia**, [s. l.], v. 56, n. 1, p. 55–66, 1992.

LAUN, H. M.; RADY, M.; HASSAGER, O. Analytical solutions for squeeze flow with partial wall slip. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 81, n. 1–2, p. 1–15, 1999.

LE CORRE, S.; ORGÉAS, L.; FAVIER, D.; TOURABI, A.; MAAZOUZ, A.; VENET, C. Shear and compression behaviour of sheet moulding compounds. **Composites Science and Technology**, [s. l.], v. 62, n. 4, p. 571–577, 2002.

LEE, S. J.; DENN, M. M.; CROCHET, M. J.; METZNER, A. B. Compressive flow between parallel disks:: I. Newtonian fluid with a transverse viscosity gradient. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. 3–30, 1982.

LEE, S.-J.; PELEG, M. Imperfect Squeezing Flow Viscosimetry with a Wide Plate and a Shallow Container. **Journal of Texture Studies**, [s. l.], v. 23, n. 3, p. 267–278, 1992.

LEIDER, P. J.; BIRD, R. B. Squeezing Flow between Parallel Disks. I. Theoretical Analysis. **Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals**, [s. l.], v. 13, n. 4, p. 336–341, 1974.

LIPSCOMB, G. G.; DENN, M. M. Flow of bingham fluids in complex geometries. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 14, p. 337–346, 1984.

MALKIN, A. I. **Rheology Fundamentals**. [s.l.] : ChemTec Publishing, 1994. Google-Books-ID: NZFpZuoP2kkC.

MASCIA, S.; PATEL, M. J.; ROUGH, S. L.; MARTIN, P. J.; WILSON, D. I. Liquid phase migration in the extrusion and squeezing of microcrystalline cellulose pastes. **European Journal of Pharmaceutical Sciences**, [s. l.], v. 29, n. 1, p. 22–34, 2006.

MASCIA, S.; WILSON, D. I. Rheology of concentrated granular suspensions undergoing squeeze flow. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 51, n. 3, p. 493–515, 2007.

MASCIA, S.; WILSON, D. I. Biaxial extensional rheology of granular suspensions: The HBP (Herschel-Bulkley for Pastes) model. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 52, n. 4, p. 981–998, 2008.

MAVRIDIS, H.; BRUCE, G. D.; VANCISO, G. J.; WEATHERLY, G. C.; VLACHOPOULOS, J. Deformation patterns in the compression of polypropylene disks: Experiments and simulation. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 36, n. 1, p. 27–43, 1992.

MCINTYRE, E. C.; FILISKO, F. E. Squeeze Flow of Electrorheological Fluids Under Constant Volume. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, [s. l.], v. 18, n. 12, p. 1217–1220, 2007.

MEETEN, G. Constant-force squeeze flow of soft solids. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 41, n. 6, p. 557–566, 2002.

MEETEN, G. H. Yield stress of structured fluids measured by squeeze flow. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 39, n. 4, p. 399–408, 2000.

MEETEN, G. H. Effects of plate roughness in squeeze-flow rheometry. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Selected papers from the Proceedings of a conference on Rheometry organised by the University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics(UWINNFM) in April 2003. [s. l.], v. 124, n. 1–3, Selected papers from the Proceedings of a conference on Rheometry organised by the

University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics(UWINNFM) in April 2003., p. 51–60, 2004.

MEETEN, G. H. Comparison of squeeze flow and vane rheometry for yield stress and viscous fluids. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 49, n. 1, p. 45, 2010.

MIN, B. H.; ERWIN, L.; JENNINGS, H. M. Rheological behaviour of fresh cement paste as measured by squeeze flow. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 29, n. 5, p. 1374–1381, 1994.

N. ÖZKAN; C. OYSU; B.J. BRISCOE; I. AYDIN. Rheological analysis of ceramic pastes. **Journal of the European Ceramic Society**, [s. l.], v. 19, p. 2883–2891, 1999.

NASSERI, S.; BILSTON, L.; TANNER, R. Lubricated squeezing flow: A useful method for measuring the viscoelastic properties of soft tissues. **Biorheology**, [s. l.], v. 40, n. 5, p. 545–551, 2003.

NICOSIA, M. A.; ROBBINS, J. The fluid mechanics of bolus ejection from the oral cavity. **Journal of Biomechanics**, [s. l.], v. 34, n. 12, p. 1537–1544, 2001.

NIKKHOO, M.; HOFMAN, A.; GADALA-MARIA, F. Radial filtration in highly concentrated suspensions undergoing constant-force squeeze flow and its effect on the normal stress distribution. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 53, n. 4, p. 303–314, 2014.

NIKKHOO, M.; KHODABANDEHLOU, K.; BROZOVSKY, L.; GADALA-MARIA, F. Normal stress distribution in highly concentrated suspensions undergoing squeeze flow. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 52, n. 2, p. 155–163, 2013.

OLIVEIRA, I. R.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C. **Dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico**. [s.l.] : Fazendo Arte Editorial, 2000. v. 224

ORGÉAS, L.; DUMONT, P. J. J.; LE, T.-H.; FAVIER, D. Lubricated compression of BMC, a concentrated and fibre-reinforced granular polymer suspension. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 47, n. 5–6, p. 677, 2008.

PERROT, A.; LANOS, C.; MELINGE, Y.; ESTELLÉ, P. Mortar physical properties evolution in extrusion flow. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 46, n. 8, p. 1065–1073, 2007.

PHAN, T. H.; CHAOUICHE, M. Rheology and stability of self-compacting concrete cement pastes. **Applied Rheology**, [s. l.], v. 15, n. 5, 2005.

PHAN-THIEN, N.; NASSERI, S.; BILSTON, L. E. Oscillatory squeezing flow of a biological material. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 39, n. 4, p. 409–417, 2000.

PILEGGI, R. G. **Ferramentas para o estudo e desenvolvimento de concretos refratários**. 2001. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2001. Disponível em: <<http://scholar.google.com/scholar?cluster=5448302645153576838&hl=en&oi=scholar>>. Acesso em: 1 mar. 2016.

PILEGGI, R. G.; BETIOLI, A. M.; CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M. Extended rheological characterization of cement pastes: squeeze flow plus rotational rheometry. In: PROCEEDINGS OF THE 12TH INTERNATIONAL CONGRESS ON THE CHEMISTRY OF CEMENT 2007, Montreal - Canada. **Anais...** . In: 12TH INTERNATIONAL CONGRESS ON THE CHEMISTRY OF CEMENT. Montreal - Canada

PILEGGI, R. G.; CARDOSO, F. A.; REGO, A. C. A. **Monitoramento da distribuição de pressão durante ensaios reológicos de squeeze-flow em argamassas de revestimento**: Relatório Científico 2 de Projeto Auxílio à Pesquisa 2012/18952-5 (Fev/2014-Jul/2014). Universidade de São Paulo, São Paulo: FAPESP, 2014.

PILEGGI, R. G.; GRANDES, F. A.; SAKANO, V. K.; REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A. Pressure Mapped Squeeze Flow applied to cement-based materials. In: 2018, Zurich. **Anais...** . In: 1ST INTERNATIONAL CONFERENCE ON CONCRETE AND DIGITAL FABRICATION. Zurich

POITOU, A.; RACINEUX, G. A squeezing experiment showing binder migration in concentrated suspensions. **Journal of Rheology**, [s. l.], v. 45, n. 3, p. 609, 2001.

Pressure Profile Systems. 2017. Disponível em: <<https://pressureprofile.com/tact-array-sensors/?locale=en>>. Acesso em: 1 set. 2017.

RAGO, F.; CINCOTTO, M. A. A reologia da pasta de cimento e a influência da cal. In: ANAIS DO... 1995, Goiânia. **Anais...** . In: I SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Goiânia

REBMANN, M. S.; CARDOSO, F. A.; HAWLITSCHKE, G.; CARMO, R. S.; PILEGGI, R. G. Efeito da forma dos agregados graúdos sobre o comportamento no estado fresco de concreto autoadensável com baixo consumo de cimento. In: ANAIS DO 54O CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO 2012, Maceió. **Anais...** . In: I SIMPÓSIO LATINO AMERICANO SOBRE CONCRETO AUTOADENSÁVEL. Maceió: Ibracon, 2012.

RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, J. M.; LABRINCHA, J. A. Plastic behaviour of different ceramic pastes processed by extrusion. **Ceramics International**, [s. l.], v. 31, n. 4, p. 515–519, 2005.

ROMANO, R. C. de O.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Propriedades do Concreto no Estado Fresco. In: **ISAIA, G. C. (Org.), Concreto: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Arte Interativa, 2011. v. 1p. 453–500.

ROUSSEL, N.; LANOS, C. Plastic Fluid Flow Parameters Identification Using a Simple Squeezing Test. **Applied Rheology**, [s. l.], v. 13, n. 3, p. 132–141, 2003.

ROUSSEL, N.; LANOS, C. Particle fluid separation in shear flow of dense suspensions: experimental measurements on squeezed clay pastes. **Applied Rheology**, [s. l.], v. 14, n. 5, p. 256–265, 2004.

SAKANO, V. K. **Metodologia para aquisição de sinal elétrico e tratamento de dados em reômetros servo controlados**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.

SAKANO, V. K.; FUJII, A. L.; TORRES, D. dos R.; GRANDES, F. A.; VALENCIA, G. A.; ROMANO, R. C. de O.; PILEGGI, R. G. Aplicação do método squeeze flow sobre bloco cerâmico para comparação com a aplicação de argamassas em paredes. In: ANAIS DO... 2015, Porto Alegre. **Anais...** . In: XI SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. Porto Alegre

SAKANO, V. K.; GRANDES, F. A.; CARDOSO, F. A.; ROMANO, R. C. O.; CAMPORA, F. L.; PILEGGI, R. G. Avaliação da distribuição de pressão no impacto de argamassas de revestimentos aplicadas manualmente e por projeção mecânica. In: ANAIS DO... 2017, São Paulo. **Anais...** . In: XII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS. São Paulo

SAKANO, V. K.; GRANDES, F. A.; ROMANO, R. C. de O.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Comportamento reológico em squeeze flow de suspensões concentradas de esferas de vidro em silicones de diferentes viscosidades. **Ambiente Construído**, [s. l.], v. 18, n. 1, p. 361–377, 2018.

SCHRAMM, G. **Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos**. [s.l.] : Artliber, 2006.

SEABRA, M. P.; PAIVA, H.; LABRINCHA, J. A.; FERREIRA, V. M. Admixtures effect on fresh state properties of aerial lime based mortars. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 23, n. 2, p. 1147–1153, 2009.

SÉBAÏBI, Y.; DHEILLY, R. M.; QUÉNEUDEC, M. Study of the water-retention capacity of a lime–sand mortar: Influence of the physicochemical characteristics of the lime. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 33, n. 5, p. 689–696, 2003.

SERVAIS, C.; LUCIANI, A.; MÅNSEN, J.-A. E. Squeeze flow of concentrated long fibre suspensions: experiments and model. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 104, n. 2, p. 165–184, 2002.

SHAUKAT, A.; SHARMA, A.; JOSHI, Y. M. Squeeze flow behavior of (soft glassy) thixotropic material. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 167–168, p. 9–17, 2012.

SHERWOOD, J. D. Liquid–solid relative motion during slow squeeze flow of pastes. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 128, n. 2–3, p. 163–171, 2005.

SHULER, S. F.; ADVANI, S. G. Transverse squeeze flow of concentrated aligned fibers in viscous fluids. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 65, n. 1, p. 47–74, 1996.

SILVA, B. A.; FERREIRA PINTO, A. P.; GOMES, A. Influence of natural hydraulic lime content on the properties of aerial lime-based mortars. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 72, p. 208–218, 2014.

STEFFE, J. F. **Rheological Methods in Food Process Engineering**. [s.l.] : Freeman Press, 1996.

STRUBLE, L. J.; JIANG, Q. Effects of Air Entrainment on Rheology. **Materials Journal**, [s. l.], v. 101, n. 6, p. 448–456, 2004.

Tactilus. 2017. Disponível em: <<http://www.sensorprod.com/tactilus.php>>. Acesso em: 1 set. 2017.

Tekscan. 2019. Disponível em: <<https://www.tekscan.com/>>. Acesso em: 26 jan. 2017.

TÖRNQVIST, R.; SUNDERLAND, P.; MÅNSEN, J.-A. E. Determination of the rheological properties of thermoplastic composites for compression flow molding. **Polymer Composites**, [s. l.], v. 21, n. 5, p. 779–788, 2000.

TOUTOU, Z.; ROUSSEL, N.; LANOS, C. The squeezing test: a tool to identify firm cement-based material's rheological behaviour and evaluate their extrusion ability. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 35, n. 10, p. 1891–1899, 2005.

WYRZYKOWSKI, M.; KIESEWETTER, R.; KAUFMANN, J.; BAUMANN, R.; LURA, P. Pore structure of mortars with cellulose ether additions – Mercury intrusion porosimetry study. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 53, p. 25–34, 2014.

Xsensor Technology. 2017. Disponível em: <<http://www.xsensor.com/>>. Acesso em: 1 set. 2017.

YAN, Y.; ZHANG, Z.; CHENELER, D.; STOKES, J. R.; ADAMS, M. J. The influence of flow confinement on the rheological properties of complex fluids. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 255–266, 2010.

YATES, N. M. **The squeeze flow rheometry of foods.** 2003. Doctoral Thesis - University of Birmingham, Birmingham, 2003.

ZWICK, K. J.; AYYASWAMY, P. S.; COHEN, I. M. Variational analysis of the squeezing flow of a yield stress fluid. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 63, n. 2, p. 179–199, 1996.