MARIENNE DO ROCIO DE MELLO MARON DA COSTA

**ANÁLISE COMPARATIVA DE ARGAMASSAS COLANTES DE
MERCADO ATRAVÉS DE PARÂMETROS REOLÓGICOS**

**Tese de Doutorado apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do Título de Doutor em
Engenharia**

**SÃO PAULO
2006**

MARIENNE DO ROCIO DE MELLO MARON DA COSTA

**ANÁLISE COMPARATIVA DE ARGAMASSAS COLANTES DE
MERCADO ATRAVÉS DE PARÂMETROS REOLÓGICOS**

**Tese de Doutorado apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do Título de Doutor em
Engenharia**

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

**Orientadora:
Prof^a. Dr^a Maria Alba Cincotto**

**SÃO PAULO
2006**

FICHA CATALOGRÁFICA

Costa, Marienne do Rocio de Mello Maron

Análise comparativa de argamassas colantes de mercado através de parâmetros reológicos/ Marienne do Rocio M.M.Costa. – São Paulo, 2006.

131p.

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

1. Argamassa colante 2. Composição (química e física) 3. Desempenho reológico (Pasta; Viscosidade; Tensão de escoamento, Deslizamento, *Squeeze flow*)

I . Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Construção Civil II.t.

DEDICATÓRIA

A DEUS!

Em especial ao meu filho BRUNO que me trouxe força e alegria de viver!

Ao meu esposo, Henrique, pela paciência e apoio nos momentos mais difíceis

Aos meus pais, Alceu e Marilda, por terem me proporcionado o estudo desde pequena

À minha sogra Lélis que muito me ajudou nesta trajetória

À minha avó Idalina com os cuidados dedicados de avó

Aos meus irmãos pela amizade e compreensão

Muito obrigada! Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

Esse trabalho contou com a ajuda de muitas pessoas envolvidas na minha vida pessoal e profissional. É nesse momento que paro para refletir sobre o caminho percorrido até chegar à finalização deste trabalho, de grande significado para mim. Muitos foram os momentos de dificuldades que tive que ultrapassar com muita força interior, implorando muitas vezes por ajuda divina, ajuda esta que se encontrava sempre dentro mim, pois a chama da fé sempre a mantive acesa. É com muita satisfação que apresento os meus agradecimentos.

À Profa. Dr^a. Maria Alba Cincotto, minha orientadora, pela precisão, objetividade e dedicação na orientação deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Rafael Pileggi pela coorientação do trabalho, que muito ajudou na condução dos experimentos e na orientação específica aos aspectos reológicos.

Ao Departamento de Construção Civil da Universidade Federal do Paraná que me concedeu o afastamento integral para a conclusão deste trabalho, em especial a todos os meus colegas professores que me estimularam e auxiliaram a cumprir esta tarefa.

À empresa TESIS – Tecnologia de Sistemas em Engenharia que possibilitou a condução dos trabalhos. O meu agradecimento especial ao Professor Dr. Orestes Marracini Gonçalves pelo apoio e incentivo e a Vera Fernandes Hachich que me auxiliou nos momentos difíceis, com suas sugestões inteligentes e objetivas. Agradeço a todos os funcionários da TESIS que de alguma forma me ajudaram no trabalho.

Aos meus colegas da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo: Hilton e Elaine pela realização dos ensaios laboratoriais conduzidos na USP, Renata pelo apoio junto ao laboratório de revestimentos, Juarez e Mário pela ajuda na análise termogravimétrica, Rui e Clóvis pela interpretação dos resultados de difratometria, Fábio pelo apoio no ensaio “Squeeze flow” e Andréa pela orientação nos ensaios de calorimetria. O meu agradecimento especial a todos que estão envolvidos no Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP pela participação. Não poderia deixar de agradecer também o Laboratório de Materiais da Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP, através do Sílvia.

À empresa ESSS – *Engineering Simulation and Scientific Software*, através da pessoa do Sr. Eduardo Hoff, por ter disponibilizado o *software* Imago para a análise morfológica.

Aos laboratórios externos à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo pela presteza na condução dos ensaios: Laboratório de Química dos Materiais do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo através do colega Valdecir Quarcioni; Associação Brasileira de Cimento Portland, Flávio e Celina; Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento – Lactec – Universidade Federal do Paraná, Orlando Baron.

O meu agradecimento especial ao meu querido marido Henrique pela dedicação e paciência na elaboração de desenhos que figuraram no texto.

Agradeço a toda minha família e aos meus amigos pelas horas subtraídas para a elaboração da tese.

RESUMO

O presente trabalho propõe o entendimento do comportamento no estado fresco de argamassas colantes, com base na caracterização reológica e físico-química de diferentes composições comerciais, servindo de base para analisar o fenômeno de deslizamento, a partir do ensaio estabelecido na norma brasileira. Para isso, foi utilizado o ensaio “Squeeze flow” (escoamento por compressão axial), empregado na caracterização de argamassas de revestimento no laboratório de microestrutura do CPqDCC da EPUSP, como ferramenta de análise do comportamento de argamassas colantes. Neste ensaio, o escoamento do material decorre da aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra no estado fresco, a qual ocasiona deslocamentos no seu interior devido a esforços de cisalhamento radiais originados durante o fluxo.

O critério de seleção das argamassas colantes comerciais (tipo AC-I) se baseou nos resultados do ensaio de deslizamento, escolhendo-se duas com resultado muito abaixo do limite especificado, duas com resultado próximo do limite e outras duas com resultado acima do mesmo. A composição química e física foi caracterizada com o objetivo de embasar a análise dos resultados obtidos no “Squeeze flow”. A separação da fração fina das argamassas na peneira n^o.200 contribuiu para o conhecimento da viscosidade da pasta e da sua influência no comportamento reológico das argamassas.

Foi observado que as argamassas estudadas apresentam diferenças de composição físico-química e de comportamento reológico. As diferenças de comportamento reológico das argamassas decorrem, provavelmente, de ação sinérgica de alguns parâmetros da composição, com destaque para a distribuição granulométrica. O “Squeeze flow” mostrou-se uma ferramenta adequada na caracterização das argamassas colantes e contribuiu para explicar o deslizamento estabelecido na norma brasileira, pela proposição de modelos hipotéticos de comportamento.

ABSTRACT

Present thesis proposes the study of plastic-state behaviour of dry-set mortars based on the rheological and physicochemical characterization of different commercially available dry-set mortar compositions. Such characterization served as basis for the analysis of dry-set mortar slip phenomena using the tests recommended by brazilian standards (NBR).

The Squeeze Flow test (slip by axial compression) originally used for coating mortars characterization by the EPUSP CPqDDC Microstructure Laboratory was adopted as a test tool for analysing the dry-set mortar behaviour. In the mentioned test the material slip is obtained by compressing the sample in its plastic state which caused internal displacements due to radial shearing tensions originated during the mentioned slip.

The dry-set mortars (all of them AC-I type) used in the study were selected based in the slip tests results against brazilian standards specified limits resulting in the selection of two dry-set mortars below the specified limit, two dry-set mortars close to the specified limit and dry-set mortars above the specified limit.

Chemical and physical compositions were characterized in order to serve as basis for Squeeze Flow results analysis. Fine fraction segregation, using number 200 sieve contributed to understanding of plastic-state mortar viscosity and its influence in mortar rheological behaviour.

It was observed diverse physicochemical and rheological behaviour among the studied dry-set mortars. The rheological behaviour diversity of dry-set mortars were due to the synergy among some composition parameters, specially the granular distribution. The Squeeze Flow was considered a suitable tool for the characterization of dry-set mortars and contributed to develop hypothetical behaviour models that allowed to explain the slip as stated by brazilian standards.

SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

1	INTRODUÇÃO	1
2	ASPECTOS BÁSICOS DE REOLOGIA	12
2.1	Conceito de reologia	12
2.2	Tipos de comportamento reológico	14
2.3	Técnicas de caracterização reológica	17
2.4	Parâmetros que influenciam o comportamento reológico	20
2.4.1	Concentração de sólidos	21
2.4.2	Distribuição granulométrica das partículas	23
2.4.3	Efeito da morfologia das partículas	25
2.4.4	Efeito da inclusão de aditivo dispersante	26
3	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	29
3.1	Critério para a seleção das argamassas colantes	29
3.2	Metodologia aplicada aos ensaios	30
4	CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS	
	COLANTES	36
4.1	Análise química	36
4.1.1	Descrição do método	36
4.1.2	Discussão dos resultados	36

4.2	Difração de raios X	40
4.2.1	Descrição do método	40
4.2.2	Discussão dos resultados	40
4.3	Análise termogravimétrica	42
4.3.1	Descrição do método	42
4.3.2	Discussão dos resultados	43
4.4	Calorimetria de condução	45
4.4.1	Descrição do método	45
4.4.2	Discussão dos resultados	45
4.5	Densidade de massa	46
4.5.1	Descrição do método	46
4.5.2	Discussão dos resultados	47
4.6	Análise granulométrica	49
4.6.1	Descrição do método	49
4.6.2	Discussão dos resultados	50
4.7	Análise morfológica das partículas	53
4.7.1	Descrição do método	53
4.7.2	Discussão dos resultados	54
4.8	Caracterização da composição no estado endurecido segundo a NBR 14081	58
4.9	Conclusão sobre a composição das argamassas colantes	61
5	CARACTERIZAÇÃO DA FRAÇÃO PASSANTE NA PENEIRA Nº.200	62
5.1	Caracterização da composição da fração passante	62
5.2	Caracterização da viscosidade	64
5.2.1	Descrição do método	64
5.2.2	Resultados de viscosidade das pastas	67

5.2.3	Resultados com o emprego de aditivo dispersante	69
5.2.4	Conclusão sobre a caracterização da fração passante na peneira nº.200	72
6	CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS ARGAMASSAS COLANTES	73
6.1	Descrição do ensaio “Squeeze flow”	73
6.2	Análise dos resultados de “Squeeze flow”	80
6.2.1	Influência da composição	81
6.2.2	Influência do tempo de repouso	85
6.2.3	Efeito da intensidade do deslocamento de compressão	88
6.2.4	Relação do ensaio “Squeeze flow” com a resistência de aderência da norma	92
6.3	Análise do fenômeno “deslizamento”	94
6.3.1	Ensaio de deslizamento da norma brasileira	95
6.4	Efeito do emprego de aditivo dispersante	100
6.5	Conclusões sobre a caracterização reológica da argamassa	102
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS	104
7.1	Conclusões	104
7.2	Transferência de tecnologia	106
7.3	Sugestões para estudos futuros	107
ANEXO 1 – Detalhe das curvas TG e DTG		108
ANEXO 2 – Resultados das variáveis morfológicas obtidas pelo software Imago		112
	Foto dos grãos do agregado das argamassas B e C	116
ANEXO 3 – Peneiramento da argamassa para a separação da fração fina		118
	Procedimento de mistura da pasta	118
	Tabela de resultados do ensaio das pastas no viscosímetro de Brookfield	119

ANEXO 4 – Procedimento de mistura e moldagem das argamassas

para o ensaio “Squeeze flow” _____ 122

ANEXO 5 – Perfil das curvas carga vs tempo, em função do tempo de repouso,

obtidas no ensaio “Squeeze flow” _____ 123

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS _____ 127

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Aparato para o ensaio de deslizamento (NBR 14085,2004)	4
Figura 1.2 – Interfaces de aderência do revestimento cerâmico	6
Figura 1.3 – Representação ilustrativa da microestrutura da argamassa colante	7
Figura 1.4 – Eficiência do contato da argamassa colante nas interfaces em função da sua viscosidade: (I) Argamassa muito viscosa; (II) Argamassa com viscosidade adequada; (III) Argamassa muito fluida	9
Figura 2.1 – Modelo de Newton para definir a viscosidade: duas lâminas de fluido paralelas de área igual a “a”, separadas por uma distância infinitesimal “dx”, movendo-se na mesma direção com velocidades distintas “V1” e “V2” (OLIVEIRA et al., 2000)	13
Figura 2.2 – Formas comuns do comportamento ao escoamento das suspensões coloidais. (1) Newtoniano; (2) Pseudoplástico; (3) Dilatante; (4) Plástico Binghamiano; (5) Plástico não ideal (HUNTER,2001)	15
Figura 2.3 – Foto do equipamento Instron 5569 utilizado no ensaio “Squeeze-flow”, no laboratório de microestrutura da EPUSP	20
Figura 2.4 – Desenho esquemático indicando o efeito da presença de uma partícula esférica sobre as linhas de fluxo de um fluido submetido ao cisalhamento: fluido (a) isento e (b) contendo partícula (OLIVEIRA et al., 2000)	21
Figura 2.5 – Efeito da quantidade e do tamanho das partículas sobre a eficiência de empacotamento: a) monodispersão; b) máxima densidade de empacotamento; c) deficiência de partículas pequenas; d) deficiência de partículas grandes; e) distribuição inadequada de partículas (ROY et al., apud PILEGGI, 2001)	25
Figura 2.6 – Ilustração dos mecanismos de estabilização de suspensões: (a) através de cargas nas superfícies das partículas, (b) da adsorção de polímeros e (c) da adsorção de moléculas ionizadas ou polieletrólitos (OLIVEIRA et al., 2000)	27
Figura 3.1 – Fluxograma do planejamento experimental	31
Figura 3.2 – Técnicas empregadas para a caracterização da composição das argamassas	32
Figura 4.1 – Composição quantitativa da argamassa calculada pela análise química da fração passante e retida na peneira nº.200	39

Figura 4.2 – Difratoograma das argamassas _____	41
Figura 4.3 – Curvas DTG de perda de massa das argamassas colantes no estado anidro ____	44
Figura 4.4 – Curva de liberação acumulada de calor de hidratação da fração passante na peneira nº. 200 _____	46
Figura 4.5 – Densidade de massa específica da argamassa anidra e densidade de massa no estado fresco _____	47
Figura 4.6 - Proporção dos constituintes da mistura da argamassa no estado anidro com água_____	48
Figura 4.7 – Resultado do teor de ar incorporado das argamassas _____	49
Figura 4.8 – Quantidade de fração graúda e fração fina das argamassas _____	50
Figura 4.9 – Teor comparativo das partículas da fração grossa retida nas peneiras de abertura 0,15 , 0,3 e 0,6 mm _____	51
Figura 4.10 – Distribuição granulométrica completa das argamassas colantes _____	51
Figura 4.11 – Distribuição granulométrica para as partículas com dimensão inferior a 75 μm _____	52
Figura 4.12 – Resultado das variações de corda máxima das partículas retidas na peneira de abertura 0,6 mm _____	55
Figura 4.13 – Área média dos grãos para cada fração analisada _____	56
Figura 4.14 – Corda máxima dos grãos para cada fração analisada _____	56
Figura 4.15 – Coeficiente médio de arredondamento dos grãos para cada fração analisada _	57
Figura 4.16 - Coeficiente médio de alongamento dos grãos para cada fração analisada ____	57
Figura 4.17 – Imprimação do substrato _____	59
Figura 4.18 – Aplicação da argamassa no substrato com a formação dos cordões _____	59
Figura 4.19 – Posicionamento das 10 placas cerâmicas sobre a argamassa _____	59
Figura 4.20 – Resultado de resistência de aderência e tempo em aberto pela norma _____	60
Figura 5.1 – Relação entre a área BET e o teor de cimento da fração passante na peneira nº.200 _____	63

Figura 5.2 – Área superficial volumétrica da fração passante na peneira nº.200	64
Figura 5.3 – Foto do viscosímetro de Brookfield e dos acessórios de ensaio	65
Figura 5.4 – Foto do misturador das pastas	66
Figura 5.5 – Programação rotacional imposta ao viscosímetro de Brookfield para o ensaio de viscosidade das pastas	67
Figura 5.6 – Relação entre a viscosidade e a taxa de cisalhamento das pastas	67
Figura 5.7 – Relação entre a viscosidade de Casson e o teor de MHEC da pasta	68
Figura 5.8 – Relação entre a tensão de escoamento de Casson e a viscosidade de Casson com a área superficial volumétrica das partículas	69
Figura 5.9 – Monômero de um poli-naftaleno sulfonato de sódio linear (RAMACHANDRAN ; MALHOTRA, 1998)	70
Figura 5.10 – Curva de defloculação da pasta A com aditivo naftaleno sulfonato	71
Figura 6.1 – Representação esquemática dos componentes do ensaio “Squeeze flow”	74
Figura 6.2 – Detalhamento da curva carga vs tempo obtida no ensaio “Squeeze flow” e o detalhamento da programação de ensaio	76
Figura 6.3 – Determinação da carga de escoamento pelo gráfico carga vs deslocamento	77
Figura 6.4 – Perfil típico de carga vs deslocamento de um ensaio Squeeze Flow realizado com deslocamento controlado. Estágio I: pequeno deslocamento - deformação elástica; estágio II: deslocamento intermediário - deformação plástica ou fluxo viscoso; estágio III: grande deslocamento – enrijecimento por deformação(CARDOSO et al.,2005)	78
Figura 6.5 – Perfil das curvas carga vs deslocamento das argamassas colantes para deslocamento 3 mm, sem tempo de repouso, obtidas com o ensaio “Squeeze flow”	80
Figura 6.6 – Perfil da curva carga vs deslocamento das argamassas colantes, para os tempos de repouso 0, 10, 20 30 e 40 min de repouso, obtida no ensaio “Squeeze flow”	86
Figura 6.7 – Cargas máximas de compressão em função do tempo de repouso	87
Figura 6.8 – Relação entre a tensão de escoamento e a carga máxima de compressão das argamassas, para deslocamento 3 mm, obtida no ensaio “Squeeze flow”	88

Figura 6.9 – Desenho esquemático do estado de compressão da pasta e dos agregados no ensaio “Squeeze flow”: a) deslocamento de 3 mm; b) deslocamento de 7 mm _____	89
Figura 6.10 – Perfil da curva carga vs deslocamento para deslocamento 3 mm e 7 mm obtida no ensaio “Squeeze flow” _____	90
Figura 6.11 – Carga máxima de compressão em função do deslocamento aplicado no “Squeeze flow” : 3 mm e 7 mm _____	91
Figura 6.12 – Relação entre a carga de compressão máxima obtida no ensaio “Squeeze flow” e variáveis morfológicas dos agregados _____	92
Figura 6.13 – Representação da relação entre resistência de aderência e carga máxima de compressão no “Squeeze flow” para as argamassas colantes _____	93
Figura 6.14 – Relação entre a tensão de escoamento obtida pelo ensaio “Squeeze flow” e o ensaio de deslizamento da norma brasileira _____	96
Figura 6.15 – Perfil das curvas carga vs tempo das argamassas D, E e F, em função do tempo de repouso, obtidas no ensaio “Squeeze flow” _____	98
Figura 6.16 – Cargas máximas de tração em função do tempo de repouso _____	99
Figura 6.17 – Modelos hipotéticos de deslizamento: a) deslizamento da argamassa; b) deslizamento da placa cerâmica na interface com a argamassa _____	99
Figura 6.18 – Desempenho reológico das argamassas com e sem aditivo dispersante _____	101
Figura 6.19 – Comparativo entre as cargas máximas de compressão e os teores de ar incorporado, sem aditivo e com aditivo naftaleno _____	101
Figura 6.20 – Efeito do teor de aditivo naftaleno na redução das bolhas de ar dos sistemas _____	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Detalhamento dos dados preliminares das amostras _____	30
Tabela 3.2 – Métodos selecionados na pesquisa _____	35
Tabela 4.1 – Resultado percentual da análise química da fração passante na peneira n°.200 _____	37
Tabela 4.2 – Resultado percentual da análise química da fração retida na peneira n°.200 ____	37
Tabela 4.3 – Porcentagem da argamassa retida e passante na peneira n°.200 _____	38
Tabela 4.4 – Composição calculada da argamassa colante _____	39
Tabela 4.5 – Composição das espécies químicas identificadas na DRX _____	41
Tabela 4.6 – Perda de massa apresentada na curva TG das argamassas _____	43
Tabela 4.7 – Comparação qualitativa das características de arredondamento e alongamento dos grãos da fração grossa das argamassas _____	58
Tabela 5.1 – Proporção água/materiais secos da mistura das pastas _____	66
Tabela 5.2 – Resultados da viscosidade e tensão de escoamento de Casson _____	68
Tabela 5.3 – Teor de aditivo naftaleno para viscosidade mínima da pasta _____	71
Tabela 6.1 – Tabela geral de resultados dos ensaios de caracterização das argamassas _____	82
Tabela 6.2 – Resumo da análise qualitativa das argamassas _____	84
Tabela 6.3 – Cálculo da tensão aplicada pelo revestimento _____	95
Tabela 6.4 – Tensão de escoamento das argamassas pelo “Squeeze flow” e tensão aplicada no ensaio de deslizamento _____	97

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AC – I	Argamassa colante tipo I
AC – II	Argamassa colante tipo II
AC – III	Argamassa colante tipo III
MHEC	Polímero metil hidroxietil-celulose
MHPC	Polímero metil hidroxipropil-celulose
τ	Tensão de cisalhamento
γ	Taxa de cisalhamento
η	Viscosidade
τ_o	Tensão de escoamento
τ_c	Tensão de escoamento de Casson
η_c	Viscosidade de Casson
τ_y	Tensão de escoamento de Herschel e Bulkley
(B)	Boa qualidade
(M)	Qualidade média
(R)	Qualidade ruim
CO ₂	Anidrido carbônico
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
BET	Brunauer-Emett-Teller

1 INTRODUÇÃO

Panorama do setor

A indústria de argamassa colante é representada por centenas de empresas fabricantes distribuídas em todo o Brasil, e a preocupação com a busca da qualidade dessas argamassas torna-se primordial, tendo-se em vista o mercado expressivo de revestimentos cerâmicos a que a indústria das argamassas deve atender. Segundo dados apresentados por SILVA (2003), em 2001 o Brasil passou a ser o segundo maior consumidor mundial de cerâmica para revestimento, com consumo de 416 milhões de metros quadrados, movimentando a soma de R\$ 2,25 bilhões. Considerando-se um consumo médio de 5 kg de argamassa para cada metro quadrado de revestimento cerâmico aplicado, a produção de argamassa colante em 2003 no Brasil atingiu aproximadamente 517.500 toneladas.

Os tipos de argamassa colante fabricados atualmente no País são aqueles preconizados na normalização brasileira NBR 14081, classificados em função do deslizamento, da resistência de aderência à tração, e do tempo em aberto. A classificação estabelecida na norma está vinculada à indicação do local de utilização e ao desempenho desejado: argamassa tipo AC-I é utilizada para revestimento interior, a do tipo AC-II é utilizada para revestimento interior e exterior, e a do tipo AC-III tem a mesma aplicação que o tipo AC-II, mas com resistência superior.

Desde setembro/01, o SINAPROCIM – Sindicato Nacional da Indústria de Produtos de Cimento e o SINPROCIM – Sindicato da Indústria de Produtos de Cimento do Estado de São Paulo vêm implementando o "Programa de Garantia da Qualidade de Argamassas Colantes",

com o objetivo principal de garantir a conformidade com as Normas Técnicas das argamassas colantes comercializadas no Brasil, melhorando, desta forma, o desempenho destes produtos. O plano de avaliação de conformidade do Programa abrange os requisitos de desempenho do produto especificados na NBR 14081 (2004). Este programa contribuiu para a revisão normativa das argamassas colantes, concluída em 2004, com sugestões de ajustes de procedimento para os ensaios de tempo em aberto e resistência de aderência.

Estudos desenvolvidos na área

Os trabalhos científicos desenvolvidos na área de argamassas colantes começaram a surgir a partir de 1999 com o III Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas (SBTA), notadamente sobre a influência dos aditivos nas propriedades dessas argamassas, muitos deles com foco na microestrutura, assim como o trabalho desenvolvido por SILVA (2001) sobre a caracterização microestrutural de pastas de cimento aditivadas com polímeros HEC e EVA. Até então, apenas a resistência de aderência dessas argamassas foi debatida, com base em ensaios normativos de caracterização e levantamento de discussões sobre variáveis envolvidas na aderência dos revestimentos cerâmicos, sem foco científico. Sendo o estado endurecido sempre o foco das pesquisas, ficou o estado fresco delegado a um segundo plano. Como os produtos à base de cimento e aditivos, como é o caso das argamassas colantes, apresentam reatividade quando colocados em contato com a água de amassamento, o seu desempenho no estado fresco deve ser explorado e entendido para melhor prever e justificar o desempenho no estado endurecido.

Neste ínterim, uma avaliação crítica da especificação brasileira e de normas internacionais determinadas para as argamassas colantes foi feita por SILVA (2003), indicando deficiências e sugerindo ajustes de procedimento de ensaios. Em normas internacionais, no que se refere ao estado fresco, notou-se discordâncias na determinação do tempo em aberto, determinando

algumas pelo tempo de pega e outras pelo tempo de formação de película. Encontrou também grande variação nos resultados de deslizamento pela norma brasileira e indicou ajustes de procedimento do ensaio para reduzir essa variação. Uma das conclusões da dissertação foi a indicação da necessidade de estudo do comportamento reológico da argamassa para melhor avaliar o deslizamento.

O estudo do tempo em aberto da argamassa colante foi detalhado por PÓVOAS (2005) quanto ao tempo de formação de película, a sua influência sobre a adesividade da argamassa com um modelo teórico de comportamento.

Uma análise desses estudos realizados levou à conclusão de que o estudo do comportamento reológico da argamassa colante é uma lacuna tecnológica que precisa ser preenchida. Reologia é o estudo da deformação e escoamento da matéria. É aquele campo da ciência que procura descrever as deformações dos materiais dependentes do tempo, quando os mesmos são expostos a ações mecânicas, como uma função de sua composição e estrutura (NIELSEN, 1929). Tendo em vista que as argamassas são aplicadas no estado fluido, o seu desempenho reológico é fundamental para possibilitar facilidade de aplicação e formação de cordões na execução de revestimentos cerâmicos e evitar problemas de descolamento no estado endurecido.

Objetivo e Justificativa do tema

Para isso, **o objetivo estabelecido foi compreender o comportamento no estado fresco de argamassas colantes, com base na caracterização reológica e físico-química de diferentes composições comerciais. Adicionalmente, os resultados serviram de base para um melhor entendimento dos fenômenos envolvidos no ensaio de deslizamento.** A aplicação das argamassas se dá no estado fluido, logo o entendimento do seu comportamento reológico é a base para um avanço tecnológico.

O ensaio tradicional de consistência, empregado para caracterizar a trabalhabilidade das argamassas de revestimento em geral, através da mesa de fluidez (“flow table”) não as caracteriza reologicamente. Com relação às argamassas colantes, este ensaio também não mede a consistência, devido ao fato da sua adesividade influenciar o escorregamento na mesa durante o ensaio.

Por outro lado, a NBR 14081/04 – Argamassa colante industrializada para assentamento de placas de cerâmica - Especificação, estabelece apenas o ensaio de deslizamento para a caracterização das argamassas colantes no estado fresco; este apresenta deficiências de procedimento, além de especificar o mesmo critério de qualidade para todas as classes de argamassa colante. Nesse ensaio, a argamassa é aplicada sobre um substrato padrão de formato retangular e os cordões são formados no sentido transversal do substrato. Placas cerâmicas são posicionadas sobre os cordões e o substrato é colocado logo em seguida na posição vertical para que seja observado o seu deslizamento. A Figura 1.1 ilustra o aparato deste ensaio. O deslizamento máximo especificado é de 0,7 mm.

Figura 1.1 – Aparato para o ensaio de deslizamento.(NBR 14085,2004)

O deslizamento medido neste ensaio pode ser proveniente do escoamento da argamassa ou do escorregamento da placa cerâmica na interface com a argamassa, neste caso, quando a tensão de escoamento da argamassa é elevada e a superfície se torna impermeável e pouca adesiva, devido à secagem por evaporação.

Portanto, a necessidade de preenchimento desta lacuna tecnológica na caracterização reológica das argamassas colantes motivou a proposição de um método adequado para medir separadamente a velocidade de escoamento e a tensão de escoamento. O ensaio é denominado “Squeeze Flow” (escoamento por compressão axial), o qual é usualmente utilizado internacionalmente na avaliação de diversos materiais heterogêneos, como os compósitos poliméricos. Neste ensaio, o escoamento do material decorre da aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra no estado fresco, a qual ocasiona deslocamentos no seu interior devido a esforços de cisalhamento radiais originados durante o fluxo.

A aplicação deste ensaio para o setor de argamassas está sendo desenvolvido no Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da Escola Politécnica da USP e já vem sendo utilizado na caracterização de argamassas de revestimento. O “Squeeze flow” mostra-se como uma ferramenta adequada para o desenvolvimento e controle de qualidade das argamassas. Mostrou-se também útil para relacionar a energia de mistura e o teor de ar incorporado com o desempenho reológico de argamassas de revestimento, e aplicável para ajuste da composição (ANTUNES, 2005).

O presente trabalho utilizou este ensaio como uma ferramenta de análise do comportamento das argamassas colantes tipo AC-I de mercado. Os resultados serão relacionados com os de deslizamento obtidos pelo ensaio normativo. Tendo em vista a importância de se introduzir conceitos reológicos para o setor e a revisão periódica da norma, é possível a normalização futura deste ensaio, uma vez que o equipamento utilizado é uma prensa universal, disponível em laboratórios comuns de controle tecnológico.

Importância da Reologia para o setor

O conhecimento do comportamento reológico de misturas, como as argamassas, é necessário no processo tecnológico de produção de edifícios. (KARIMOV, 2002)

O assentamento do revestimento cerâmico sobre um substrato é usualmente executado pela aplicação de uma camada intermediária de argamassa colante, como mostrado na Figura 1.2, na qual se observa que na presença da argamassa colante entre a placa cerâmica e o substrato, duas interfaces distintas se formam, sendo que cada uma deverá apresentar aderência para que o revestimento cerâmico, como um todo, tenha o desempenho desejado.

Figura 1.2 – Interfaces de aderência do revestimento cerâmico.

A aplicação da argamassa ocorre no estado fresco, durante os primeiros 30 minutos após o amassamento, exercendo neste estado as suas características reológicas grande influência no desempenho final endurecido, pois o cobrimento das superfícies de contato dependerá dessas características. Cobrimentos ineficientes das interfaces resultarão em descolamentos do revestimento.

Sob o ponto de vista reológico, a argamassa colante é um material multifásico formado pela pasta que envolve os agregados minerais. A pasta é representada pela fração reativa constituída por cimento e aditivos e pela fração inerte composta de partículas com dimensão inferior a 0,075 mm. Os agregados minerais representam as partículas com dimensão superior a 0,075 mm, denominada fração graúda da argamassa. Na Figura 1.3 está apresentada uma ilustração esquemática da microestrutura da argamassa colante.

Figura 1.3 – Representação ilustrativa da microestrutura da argamassa colante.

No estado fresco, a argamassa comporta-se como um conjunto de agregados imersos na matriz ou pasta, a qual assegura a coesão do sistema, além da lubrificação e o espaço disponível para a movimentação dos agregados. Portanto, se o volume de matriz não for suficiente, as características reológicas e as propriedades finais da argamassa são prejudicadas, devido à mútua interferência dos agregados (OLIVEIRA et al., 2001). À medida que se aumenta o teor de matriz, o fluido escoar com maior facilidade, pois diminui o contato entre os agregados e a fluidez passa a ser governada pela viscosidade da matriz. Com isso, para entender as propriedades reológicas do fluido, faz-se necessária a análise tanto dos fenômenos que ocorrem na matriz, como os que derivam dos agregados, para que se tenha uma visão global do seu comportamento reológico. (PILEGGI, 2001)

O “Squeeze flow” permite caracterizar o comportamento reológico através dos parâmetros característicos: viscosidade e tensão de escoamento. A viscosidade é definida como a constante de proporcionalidade que relaciona a taxa de cisalhamento com a tensão de cisalhamento aplicada no fluido e a tensão de escoamento é a tensão mínima para início do escoamento do fluido (OLIVEIRA et al., 2000). Assim sendo, a argamassa deve apresentar viscosidade adequada e desenvolver tensão de escoamento suficiente para suportar o seu peso e o peso da peça cerâmica sem escorregar.

A viscosidade determina a facilidade de formação dos cordões de argamassa, mas não irá garantir que os mesmos preencham totalmente o tardo de placa, pois dependerá da pressão exercida pela mão do aplicador sobre a placa, logo após a sua colocação sobre a argamassa. Uma viscosidade adequada irá facilitar esta ação e beneficiar o contato da argamassa com o tardo e, conseqüentemente, contribuir para a aderência da interface argamassa – placa cerâmica.

Na prática, o que se verifica é que algumas argamassas não apresentam a viscosidade ideal para garantir satisfatoriamente a resistência de aderência e, nem mesmo conseguem se manter sem escorregamento da placa cerâmica. Esses casos se verificam quando da utilização de argamassas colantes muito ou pouco viscosas.

Tratando-se de uma argamassa colante tipo AC-I, cuja composição é mais simples que as demais, não seria de se esperar tanta variação na sua composição quando se procura justificar os comportamentos distintos de viscosidade observados com certa frequência. Hipóteses para essa variação são, entre outras, diferenças de composição e granulometria, diferenças no tipo e teor de aditivos, diferenças na morfologia dos grãos, e outros, que serão discutidos no programa experimental da tese a partir da análise da composição das argamassas.

As Figuras apresentadas na sequência exemplificam as interfaces de contato, para o caso de argamassas muito ou pouco viscosas e para o caso de viscosidade adequada.

Figura 1.4 – Eficiência do contato da argamassa colante nas interfaces em função da sua viscosidade: (I) Argamassa muito viscosa; (II) Argamassa com viscosidade adequada; (III) Argamassa muito fluida.

Na Figura 1.4 (I), pode-se observar que a argamassa muito viscosa não preenche totalmente as reentrâncias do substrato e não proporciona área total de contato com o tardo da placa cerâmica. A argamassa mais fluida apresentada na Figura 1.4 (III), por sua vez, preenche as reentrâncias do substrato, mas ao entrar em contato com o tardo da placa cerâmica tende a deslizar.

O comportamento reológico ideal da argamassa colante é aquele mostrado na Figura 1.4 (II), no qual a viscosidade é suficiente para preencher as reentrâncias do substrato e proporcionar cordões bem formados que, ao entrarem em contato com a placa cerâmica pela pressão comumente praticada na execução do revestimento, proporciona uma área de contato completa com o tardo da placa. A tensão de escoamento é superior à tensão resultante do seu peso próprio e do peso da placa cerâmica, evitando com isso o escorregamento da placa.

Em resumo, estas idéias básicas que envolvem a tecnologia de aplicação das argamassas colantes motivaram a estruturação do programa experimental detalhado no capítulo 4.

Estrutura da tese

Após a introdução apresentada, segue o capítulo 2 com a revisão bibliográfica sobre aspectos básicos de reologia: conceito de reologia, tipos de comportamento reológico, técnicas de caracterização reológica e parâmetros que influenciam o comportamento reológico.

O capítulo 3 detalha o planejamento do programa experimental distribuído em conjuntos de ensaios : A) Caracterização da composição; B) Separação da fração fina na peneira n°.200; C) Caracterização reológica. Descreve o critério de seleção das argamassas pelo ensaio de deslizamento.

O capítulo 4 descreve a composição química e física das argamassas colantes, por análise química, análise por difração por raios X, análise termogravimétrica, calorimetria, densidade de massa, análise granulométrica e análise morfológica. No estado endurecido, as argamassas foram caracterizadas pelos ensaios de norma: tempo em aberto e resistência de aderência.

No capítulo 5, está descrita a caracterização da fração passante na peneira n°.200, admitida como a fração contendo cimento, aditivo, fíler calcário e a fração fina do agregado, pelo ensaio de viscosidade no viscosímetro de Brookfield.

No capítulo 6, está apresentada a caracterização do comportamento reológico das argamassas colantes pelo ensaio “Squeeze flow” e a relação entre este resultado e a composição das argamassas e a viscosidade da fração passante na peneira n°.200

No capítulo 7, estão apresentadas as conclusões e as propostas para trabalhos futuros.

Do texto constam ainda a relação de referências bibliográficas citadas e os anexos com resultados complementares do programa experimental.

2 ASPECTOS BÁSICOS DE REOLOGIA

2.1 Conceito de Reologia

Com base nos conceitos encontrados na pesquisa bibliográfica, pode-se resumir dizendo que a reologia é a ciência que estuda o fluxo e a deformação dos materiais quando submetidos a uma determinada tensão ou solicitação mecânica externa. Em sólidos e líquidos perfeitos, a relação entre a tensão aplicada e deformação resultante é linear. No caso dos sólidos elásticos, estes se deformam proporcionalmente à carga aplicada. Grande parte dos sólidos e fluidos de interesse tecnológico apresenta características reológicas intermediárias mais complexas. Independente do grau de complexidade envolvido, o comportamento reológico dos materiais é usualmente descrito através de relações matemáticas entre a tensão aplicada (τ) e sua respectiva deformação (γ), além de variações com o tempo (BANFILL,2005).

De um modo geral, a reologia, como ciência, aborda o comportamento de fluidos homogêneos, dentre os quais se destacam os líquidos, suspensões de partículas e emulsões (misturas líquido-líquido). As argamassas colantes e as pastas se enquadram no grupo das suspensões de partículas.

Isaac Newton foi quem primeiro correlacionou a taxa de deformação de um fluido com a tensão externa ao qual é submetido. No caso dos fluidos, não há sentido se realizar esta correlação, pois os mesmos se deformam continuamente até se depararem com alguma barreira física que impeça o seu escoamento. Com o objetivo de investigar a relação entre a tensão e a taxa de deformação dos fluidos, Newton propôs um modelo composto por duas lâminas paralelas de fluido de área igual a “a”, separadas por uma distância infinitesimal “dx” e movidas na mesma direção com velocidades distintas “V1” e “V2” conforme mostrado na

Figura 2.1. Neste modelo, a diferença de velocidade entre as lâminas ($dv = V_2 - V_1$) é mantida através da aplicação de uma força externa (F) a uma das lâminas de fluido (FERRARIS, 1999; OLIVEIRA et al., 2000).

Figura 2.1 – Modelo de Newton para definir a viscosidade: duas lâminas de fluido paralelas de área igual a “a”, separadas por uma distância infinitesimal “dx”, movendo-se na mesma direção com velocidades distintas “V1” e “V2” (OLIVEIRA et al., 2000).

A partir deste modelo, Newton verificou que há uma relação direta de proporcionalidade, para diversos fluidos, entre a taxa de cisalhamento (γ) e a tensão de cisalhamento (τ). A constante de proporcionalidade entre estas duas variáveis é conhecida como a viscosidade do fluido (η), conforme descrito pela equação a seguir. Todos os fluidos que obedecem à equação estabelecida por Newton são denominados fluidos newtonianos (FERRARIS, 1999).

$$\tau = F/a = \eta \, dv/dx = \eta \, \gamma$$

sendo:

$\tau \Rightarrow$ tensão de cisalhamento, em $\text{Pa} = \text{N/m}^2$;

$\gamma \Rightarrow$ taxa de cisalhamento, em s^{-1} ;

$\eta \Rightarrow$ viscosidade, em Pa.s .

A viscosidade é definida como a tendência do líquido em resistir ao escoamento como resultado da fricção interna provocada pela tensão de cisalhamento. Durante o fluxo viscoso, a energia mecânica é dissipada na forma de calor e a tensão que se desenvolve depende da taxa de deformação aplicada. Quanto menor a viscosidade de um fluido, menor será a tensão de cisalhamento necessária para submetê-lo a uma determinada taxa de cisalhamento constante.

Pode-se dizer que a viscosidade é um indicativo da coesão entre as moléculas que constituem as lâminas adjacentes do fluido. Fluidos mais viscosos apresentam maior coesão entre as moléculas do que fluidos menos viscosos como a água (HACKLEY; FERRARIS, 2001).

A grande maioria dos fluidos utilizados em tecnologia apresenta uma correlação entre a tensão e a taxa de cisalhamento que difere da relação de proporcionalidade encontrada por Newton. A adição de partículas a um líquido para a formação de uma suspensão pode afetar significativamente as propriedades reológicas do fluido, desviando-o do comportamento newtoniano (OLIVEIRA et al., 2000).

2.2 Tipos de comportamento reológico

Para suspensões concentradas, a relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento não segue a expressão descrita por Newton, e outras equações de estado reológico são necessárias para descrever o comportamento dessas suspensões. A complexidade associada à reologia aumenta no caso das pastas e argamassas, onde o comportamento do fluido passa a ser também dependente da cinética de hidratação do cimento (PILEGGI et al., 2003).

A diferença fundamental entre um fluido não Newtoniano e um fluido Newtoniano está na relação existente entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Para um fluido Newtoniano a relação é linear e para um fluido não Newtoniano esta relação não é linear.

De acordo com TANNER (1992), os fluidos não Newtonianos podem ser divididos em:

- Fluidos não dependentes do tempo: a taxa de deformação em qualquer ponto é somente função da tensão daquele ponto. São também separados por grupos:
 - Fluidos binghamianos (plásticos)¹: o retículo estrutural tem que ser rompido (tensão de escoamento) para permitir algum fluxo;

¹ As argamassas colantes apresentam comportamento binghamiano.

- Fluidos pseudoplásticos²: a viscosidade decresce com o aumento da taxa de deformação;
- Fluidos dilatantes: a viscosidade aumenta com o aumento da taxa de deformação.
- Fluidos dependentes do tempo: sistemas mais complexos, onde a relação da taxa de deformação com a tensão aplicada depende do tempo em que o fluido foi agitado.

O gráfico apresentado na sequência mostra as formas comuns de comportamento ao escoamento das suspensões coloidais.

Figura 2.2 – Formas comuns do comportamento ao escoamento das suspensões coloidais. (1) Newtoniano; (2) Pseudoplástico; (3) Dilatante; (4) Plástico Binghamiano; (5) Plástico não ideal (HUNTER, 2001).

Em alguns dos comportamentos reológicos apresentados, as suspensões exigem a aplicação de uma tensão mínima de escoamento, denominada tensão de escoamento, para que o escoamento seja iniciado. Se submetidas a tensões inferiores à tensão de escoamento, tais suspensões se comportam como sólidos elásticos rígidos. A aglomeração das partículas da suspensão originada pela atração entre as mesmas, determina a formação de uma estrutura espacial rígida de partículas, cuja ruptura ocorre somente com a aplicação da tensão de escoamento, momento a partir do qual há o escoamento da suspensão (FERRARIS, 1999).

² As pastas apresentam comportamento pseudoplástico.

Os fluidos com tensão de escoamento mais simples são denominados “fluidos de Bingham” e obedecem à seguinte equação:

$$\tau = \tau_o + \eta\gamma$$

sendo:

τ_o = tensão de escoamento;

η = viscosidade;

$\gamma \Rightarrow$ taxa de cisalhamento.

A tensão de escoamento dos fluidos de “Bingham” equivale à tensão aplicada em condições muito próximas a taxas nulas de cisalhamento. Outras equações foram desenvolvidas para descrever o comportamento de fluidos mais complexos que os fluidos de “Bingham”, pois a maioria dos fluidos utilizados em processos industriais, e que apresentam tensão de escoamento, são caracterizados por comportamentos reológicos mais complexos. Dentre as equações mais complexas de estado reológico destacam-se as seguintes propostas por Casson e por Herschel e Bulkley (NEHDI; RAHMAN,2004; HACKLEY; FERRARIS,2001).

$$\text{Equação proposta por Casson: } \tau^{1/2} = \tau_c^{1/2} + (\eta_c \gamma)^{1/2},$$

$$\text{Equação proposta por Herschel e Bulkley: } \tau = \tau_y + k(\gamma)^p$$

Onde:

τ_c : tensão de escoamento de Casson;

η_c : viscosidade de Casson;

τ_y : tensão de escoamento de Herschel e Bulkley;

k : constante;

p : índice de consistência do fluido obtido pelo ajuste dos dados experimentais de τ_y e γ .

Em trabalhos publicados, sugere-se que a pasta de cimento apresente um comportamento próximo a um fluido de Bingham, mas podendo mostrar um comportamento que varia desde um fluido Newtoniano viscoso até um sólido pseudoplástico, sendo o comportamento reológico dependente do procedimento de ensaio, da composição química e das mudanças

promovidas pela incorporação de outros elementos à pasta de cimento (RAGO; CINCOTTO,1995; TATTERSALL,1978).

Resultados obtidos em pesquisa indicam que a argamassa fresca segue o modelo de “Bingham” e que necessita de 2 parâmetros para definir suas propriedades reológicas: tensão de escoamento e viscosidade (BANFILL,1991) ; (FERRARIS; DE LARRARD, 1998).

2.3 Técnicas de caracterização reológica

Para definir o comportamento reológico de fluidos não newtonianos, como concretos, argamassas e pastas, deve ser obtida a curva de comportamento reológico e os parâmetros reológicos fundamentais: a viscosidade e a tensão de escoamento. A maioria das técnicas aplicadas atualmente medem apenas um dos parâmetros, e como a relação entre os mesmos não é óbvia e um parâmetro não pode ser calculado em função do outro, a caracterização reológica fica comprometida (FERRARIS,1999).

O comportamento das argamassas no estado fresco é freqüentemente caracterizado através da relação com a consistência. Essa consistência é normalmente medida pelos ensaios de mesa de espalhamento (“flow table”) e de penetração de uma esfera padrão (“dropping ball”) (SILVA et al., 2005) ; (BANFILL, 2005).

O ensaio de consistência pela mesa de espalhamento (“flow table”), no qual a amostra é moldada na forma de um cone padrão e, após a retirada do cone, o material é submetido a sucessivos impactos, é o resultado dos dois parâmetros fundamentais que variam com o teor de água, procedimento de mistura, temperatura e aditivos. Assim sendo, não possibilita a distinção entre a contribuição da tensão de escoamento e da viscosidade, não sendo, portanto, uma técnica eficiente a ser empregada na caracterização reológica de misturas como as argamassas (PILEGGI, 2001) ; (CAVANI et al.,1997) ; (CARDOSO et al., 2005).

O ensaio “dropping ball” é baseado na queda livre de uma esfera (com tamanho, peso e altura da queda padronizados) sobre uma argamassa moldada em um cilindro metálico. O resultado do ensaio é o índice de penetração expresso em milímetros, dado pela profundidade de penetração da esfera após a queda livre. É um ensaio relacionado com a tensão de escoamento, mas não considera a influência do impacto da bola no material e a densidade da argamassa (CARDOSO et al., 2005) ; (SILVA et al., 2005).

Os referidos ensaios amplamente utilizados para caracterizar as argamassas, apesar da facilidade de execução, apresentam limitações conceituais e não refletem adequadamente o seu comportamento reológico.

As técnicas de ensaio se desenvolveram para a reometria rotacional em equipamentos chamados reômetros, pois caracterizam a viscosidade e a tensão de escoamento de fluidos simultaneamente, pelo cisalhamento do fluido entre duas superfícies submetidas à rotação simultânea ou não. Nos reômetros, o torque aplicado ao fluido pode ser controlado para obter o cisalhamento resultante ou o cisalhamento aplicado é controlado e a força é registrada, e permite o monitoramento do comportamento do material em função do tempo. Reômetros como “BTRHEOM” desenvolvido por DE Larrard com o sistema placa-placa, e o IBB por Beaupré, com sistema planetário, são exemplos do desenvolvimento de equipamentos adequados à caracterização reológica de fluidos. O reômetro brasileiro para concreto (RCB-01) desenvolvido por Pillegi e Pandolfelli apresentou um avanço tecnológico sobre os demais, pois é o único reômetro capaz de analisar desde o comportamento de mistura, até a natureza reológica dos materiais no estado fluido. Um reômetro comumente utilizado na caracterização reológica de pastas é o viscosímetro de “Brookfield”, o primeiro viscosímetro comercial com rotação controlada. Este equipamento mede a viscosidade da pasta pela velocidade fixa de rotação de uma ferramenta chamada “spindle” que fica imersa no fluido (PILEGGI et al., 2003) ; (FERRARIS; BROWER, 2004) ; (HACKLEY; FERRARIS, 2001).

O método de ensaio reológico denominado “Squeeze Flow” (escoamento por compressão axial) é usualmente utilizado na avaliação de diversos materiais heterogêneos, como os compósitos poliméricos. Neste ensaio, o escoamento do material decorre da aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra no estado fresco, a qual ocasiona deslocamentos no seu interior devido aos esforços de cisalhamento radiais originados durante o fluxo (KOLENDA et al., 2003) ; (MATSOUKAS; MITSOULIS, 2003) ; (SHERWOOD, 2002) ; (MEETEN, 2000).

No “Squeeze flow”, o conjunto molde e corpo de prova se move e consegue-se analisar o efeito de heterogeneidade, aproximando-se mais as condições de ensaio da situação de aplicação da argamassa na prática de obra. Os ensaios de reometria rotacional (reômetros) não consideram o efeito do atrito dos agregados em argamassas, pois a haste que aplica o torque fica fixa e mantém a distância fixa com a parede da cuba de ensaio. Em reometria rotacional, relaciona-se torque com a rotação e no “Squeeze” a carga com o deslocamento.

Dentre todas as técnicas de caracterização reológica pesquisadas, o ensaio “Squeeze Flow” é o mais indicado para a caracterização reológica das argamassas colantes frente à sua versatilidade de adaptação de geometrias de ensaio e formas de aplicação de carga, possibilitando a simulação de esforços semelhantes àqueles sobre os quais estão sujeitas as argamassas colantes na prática de revestimento de paredes. No levantamento bibliográfico realizado, não foi encontrada a aplicação deste ensaio para argamassas, apenas para pasta (MIN et al., 1994), sendo, portanto, inovador o desenvolvimento deste ensaio no setor de argamassas.

Apresenta-se na Figura 2.3 uma foto do equipamento utilizado no ensaio.

Figura 2.3 – Foto do equipamento Instron 5569 utilizado no ensaio “Squeeze flow”, no laboratório de microestrutura da EPUSP.

2.4 Parâmetros que influenciam o comportamento reológico

Os parâmetros que influenciam o comportamento reológico de suspensões dependem da concentração de sólidos. Para baixa concentração ($< 5\%$ em volume), onde se verifica baixa frequência de colisões entre as partículas, a viscosidade é relativamente constante e a suspensão comporta-se como um fluido newtoniano. Neste caso, os principais fatores que afetam a viscosidade são a concentração volumétrica de sólidos, as características do meio líquido e a temperatura. À medida que a concentração de sólidos na mistura é aumentada, fatores relacionados com forças de interação química entre as partículas, e com suas características físicas, começam a interferir nas características reológicas da suspensão, destacando-se os seguintes fatores: forças de repulsão e atração, tamanho, distribuição granulométrica, densidade, área específica e características morfológicas das partículas. A umidade ambiente e a condição de mistura também são parâmetros indicados como influentes sobre o desempenho reológico de suspensões (FERRARIS ; DE LARRARD, 1998) ; (PILEGGI, 2001).

Alguns pesquisadores reportam o comportamento reológico das misturas a três parâmetros fundamentais: coesão, fricção e viscosidade. Estes parâmetros são dependentes das forças resultantes da mistura, tais como, forças de fricção, forças capilares, forças de coagulação e interação coloidal. O grau de importância destas forças é determinado, por sua vez, pelo tamanho do grão de cimento e pela distância entre eles. Uma excessiva redução destes parâmetros resulta na exsudação da água e segregação da mistura (KARIMOV, 2002). Esses parâmetros estão diretamente relacionados aos fatores mencionados anteriormente, pois para reduzir a coesão há necessidade de se reduzir as forças de atração e para reduzir a fricção, tanto a granulometria das partículas quanto à sua morfologia devem ser consideradas. Todas essas ações conduzem à redução da viscosidade (OLIVEIRA et al., 2000) ; (PILEGGI et al., 1996).

2.4.1 Concentração de sólidos

Suspensão é uma mistura do tipo sólido/líquido na qual as partículas se distribuem de forma relativamente uniforme através do meio líquido. O sólido introduzido entre os planos modifica o perfil de escoamento, pois representa uma barreira ao escoamento do líquido ao seu redor, conforme ilustrado na Figura 2.4.

Figura 2.4 – Desenho esquemático indicando o efeito da presença de uma partícula esférica sobre as linhas de fluxo de um fluido submetido ao cisalhamento: fluido (a) isento e (b) contendo partícula (OLIVEIRA et al., 2000).

A alteração das linhas de fluxo, devido à presença do sólido, determina um aumento da viscosidade da suspensão, já que a viscosidade é uma medida da resistência que o fluido oferece ao escoamento. A viscosidade da suspensão vai sendo alterada à medida que a concentração de sólidos aumenta.

A quantidade de sólidos na mistura aumenta a perturbação das linhas de fluxo, aumentando a sua viscosidade. Quanto maior a proporção de sólidos da mistura relativa à quantidade de água, maior será a interferência entre as partículas, dificultando a fluidez. Esse raciocínio cabe tanto para a pasta de cimento, na qual o cimento está em contato com a água de mistura, quanto para a argamassa, na qual os agregados da areia estão envoltos pela pasta de cimento. Em ambas as situações, a influência da concentração de sólidos sobre o desempenho reológico se faz presente, pois tratam-se de misturas granulares em suspensão na água.

A aglomeração das partículas do cimento ocorre antes do início da mistura com a água, devido à presença da umidade do ar. Com o início da adição da água de amassamento, outros aglomerados tendem a se formar, devido ao aumento das forças de atração de *van der Waals*, e à formação de um filme líquido na superfície das partículas (camada adsorvida de ligação) que aumenta o diâmetro das mesmas. À medida que mais água vai sendo adicionada à mistura, aumenta o número de partículas envolvidas por esta camada e, somente quando o teor de água for suficiente para recobrir a superfície das partículas e preencher os seus vazios (porosidade), o teor crítico de água é atingido e o acréscimo de água a partir deste estágio tende a reduzir a viscosidade da suspensão (PILEGGI, 2001) ; (YOSHIOKA et al., 2002).

Quanto mais concentrada se apresentar a suspensão e quanto maior a área superficial das partículas, maior será a quantidade de água necessária para distanciá-las e tornar a mistura menos viscosa. Portanto, a relação água/cimento influencia a viscosidade da suspensão, pois altera o distanciamento entre as partículas para teor de água superior ao crítico. Cabe destacar que em algumas situações a adição de água não é suficiente para atingir a viscosidade

requerida, sendo necessário o emprego de aditivos dispersantes (FERRARIS ; DE LARRARD, 1998 ; OLIVEIRA et al., 2000).

2.4.2 Distribuição granulométrica das partículas

As partículas influenciam as propriedades reológicas de suspensões de acordo com sua quantidade e tamanho. A distribuição granulométrica indica as variações dimensionais e quantitativas das partículas que compõem a mistura. No caso das argamassas, existe a fração fina, representada na sua maioria pelas partículas de cimento, e a fração graúda representada pela areia.

Sob o ponto de vista reológico, as partículas finas formam a matriz que envolve a fração grossa (agregados), devendo-se, portanto, analisar os fenômenos que ocorrem em ambos os grupos de partículas para entender as propriedades reológicas das argamassas. Distingue-se, portanto, a ação de dois grupos de forças com naturezas distintas: forças de superfície que atuam na fração fina (partículas micrométricas) com área superficial elevada e forças de natureza mássica ou gravitacional que atuam na fração graúda (PILEGGI, 2001).

A quantidade de matriz e as suas características reológicas (viscosidade e tensão de escoamento) influenciam o fluxo da mistura. Para um fluxo adequado, a quantidade de matriz deve ser suficiente para envolver os agregados. Matriz em excesso e muito viscosa dificultará o fluxo da mistura, e a mesma somente escoará se tensões superiores à tensão de escoamento da matriz forem aplicadas. Matriz em pequena quantidade e muito fluida possibilitará o choque entre os agregados da fração graúda, tornando a mistura muito fluida, com baixa tensão de escoamento e inadequada à utilização.

Quanto à fração graúda, a sua influência na mistura está relacionada com a dificuldade espacial de movimentação entre os agregados. Essa dificuldade é função da proporção matriz/agregado e do atrito entre os grãos. Logo, deverá haver um equilíbrio quantitativo entre

matriz e agregado que possibilite um equilíbrio das forças internas (de superfície e mássicas) que atuam na mistura, resultando no desempenho reológico adequado à sua aplicação prática. Somente quando a tensão de cisalhamento for suficiente para vencer simultaneamente os efeitos de superfície da fração fina (tensão de escoamento) e os efeitos de massa da fração graúda (atrito), a mistura escoará (OLIVEIRA et al., 2000; RAMAL et al., 2002).

Outra questão relacionada com a influência da granulometria das partículas no comportamento reológico de suspensões é o grau de empacotamento das partículas. O conjunto da fração fina e da fração graúda determina um grau de empacotamento à mistura; deverá haver um preenchimento gradual entre os vazios deixados pelas partículas, de forma que vazios maiores sejam preenchidos por partículas menores e vazios menores por partículas ainda menores e assim sucessivamente.

Quando um grupo de partículas finas se diferencia das demais, tende a tornar um empacotamento denso, desejável na obtenção de concretos e argamassas. Entretanto, a inclusão excessiva de finos poderá acarretar um elevado aumento na área superficial e, conseqüentemente, maior quantidade de água necessária para recobrir as partículas, o que diminuiria a água livre para o afastamento das mesmas, aumentando a viscosidade da suspensão. Portanto, para um mesmo volume de argamassa não é indicado o aumento excessivo da área superficial do sistema e a adição de partículas maiores pode aumentar a fluidez do sistema (PILLEGI, 1996). A Figura 2.5 apresenta alguns exemplos de empacotamento de partículas.

A distribuição granulométrica influencia também o procedimento de mistura a ser adotado e, conseqüentemente, o desempenho reológico. Quanto menor a dimensão das partículas maior será a energia de dissipação por fricção entre as mesmas. No caso de redução do tamanho das partículas e aumento da sua quantidade, a eficiência de mistura torna-se preponderante sobre o desempenho reológico do material, pois há necessidade de uma energia maior de mistura

para vencer o esforço de fricção entre as partículas e, conseqüentemente, reduzir a viscosidade. A lubrificação dessas interfaces se faz necessária para o fluxo do material, sendo que a mesma é obtida através do acréscimo de água. O acréscimo excessivo de água comprometerá as propriedades no estado endurecido, pois gera poros no interior do material, e neste caso o emprego de aditivo dispersante pode ser indicado (BAROIS et al., 1999).

Figura 2.5 – Efeito da quantidade e do tamanho das partículas sobre a eficiência de empacotamento: a) monodispersão; b) máxima densidade de empacotamento; c) deficiência de partículas pequenas; d) deficiência de partículas grandes; e) distribuição inadequada de partículas (ROY et al., apud PILEGGI, 2001).

2.4.3 – Efeito da morfologia das partículas

A morfologia das partículas é outro fator influente no desempenho reológico de suspensões, devido à interação entre as partículas. Quanto maior for a irregularidade de forma, maior será a viscosidade, devido à fricção interparticular que surge pelo contato das superfícies

irregulares. Esse efeito aumenta com a área específica. Partículas rugosas e alongadas tendem a dificultar o fluxo devido ao imbricamento, e partículas com textura arredondada e pouco alongada beneficiam o fluxo (OLIVEIRA et al., 2000).

Medidas que lubrifiquem a superfície das partículas da mistura possibilitam a redução da interferência da sua morfologia das partículas na viscosidade e tensão de escoamento. Uma forma de reduzir a fricção entre as partículas é pela adição de polímeros lubrificantes na mistura. O teor de ar incorporado possibilita também a redução desse atrito, reduzindo a influência da morfologia no desempenho reológico da argamassa (KENDALL, 1987).

2.4.4 – Efeito da inclusão de aditivo dispersante

Para se obter suspensões dispersas, as forças repulsivas entre as partículas devem exceder as forças atrativas. Desta forma, é necessário que sejam originadas forças de repulsão nas suspensões. OLIVEIRA et al. (2000) comentam que as forças de repulsão podem ser originadas basicamente através de estabilização eletrostática, estérica ou eletroestérica, ou seja:

- a) do desenvolvimento de cargas elétricas na partícula em decorrência da interação da sua superfície com o meio líquido (eletrostático);
- b) da adsorção superficial de polímeros de cadeias longas que dificultam a aproximação das partículas por impedimento mecânico (estérico);
- c) da adsorção específica de moléculas com grupos ionizáveis ou polieletrólitos na superfície das partículas (eletroestérico), no qual os íons provenientes da dissociação desses grupos ionizáveis somam uma barreira eletrostática ao efeito estérico.

Figura 2.6 – Ilustração dos mecanismos de estabilização de suspensões: (a) através de cargas nas superfícies das partículas, (b) da adsorção de polímeros e (c) da adsorção de moléculas ionizadas ou polieletrólitos (OLIVEIRA et al., 2000).

O aumento da quantidade de água na mistura pode ser indicado, até certo teor, para melhorar o seu desempenho reológico, pois o excesso de água poderá comprometer a durabilidade após endurecida, já que uma quantidade maior de poros será formada. A inclusão de aditivos dispersantes proporciona a redução da água e, conseqüentemente reduz a porosidade da argamassa determinando melhorias nas propriedades do estado endurecido.

Os aditivos dispersantes se adsorvem na interface sólido-líquido entre as partículas e a fase aquosa. Nesta região, eles imprimem uma força repulsiva entre partículas, reduzindo ou muitas vezes eliminando a adesão existente entre as mesmas. Fatores relacionados com a adsorção dos aditivos influenciarão também as características da suspensão, tais como: concentração de moléculas de dispersante no meio líquido, peso molecular e conformação espacial da molécula de dispersante e a espessura da camada de moléculas de dispersante adsorvida nas partículas (FLATT et al., 2004) ; (YOSHIOKA et al., 2002).

Os aditivos dispersantes podem apresentar cadeia longa ou cadeia curta, ou seja, massas moleculares distintas. O grau de dissociação das cadeias poliméricas determina a conformação que as moléculas adquirem na solução, podendo adquirir conformação estendida quando a dissociação aumenta ou conformação enovelada quando a dissociação diminui, neste caso funcionando como se o polímero estivesse em um solvente inadequado.

Os aditivos superplastificantes (dispersantes) são comumente utilizados para dispersar as partículas de cimento. Quando o superplastificante é adicionado, a tensão de escoamento da pasta decresce, mas a plasticidade não decresce significativamente. Um aditivo superplastificante comercialmente utilizado para melhorar a reologia de suspensões é o naftaleno sulfonato (TERMKHAJORNKIT; NAWA, 2003) ; (UCHIKAWA et al.,1996).

A interação do cimento com os superplastificantes necessita ainda ser mais estudada, pois podem apresentar incompatibilidades de interação, resultando em algumas situações de desempenhos reológicos insatisfatórios. Essa incompatibilidade pode ocorrer devido ao emprego de grandes quantidades de aditivo adicionado à suspensão ou muitas vezes devido ao curto efeito do fenômeno dispersivo proporcionado por este aditivo. Estas incompatibilidades influenciam na reatividade do cimento, em particular na fase aluminato de cálcio, que apresenta reação imediata em presença de água (FLATT et al., 2004).

3 – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

O programa experimental foi planejado com o objetivo de correlacionar dados da composição de argamassas colantes selecionadas do mercado — teor de aglomerante e de aditivo, granulometria e morfologia dos grãos —, com o comportamento reológico, a partir de parâmetros característicos, como viscosidade e tensão de escoamento, determinados pelo método “Squeeze flow”, recentemente introduzido para a caracterização de argamassas.

A análise conjunta desses resultados objetivou a identificação dos parâmetros influentes nas características reológicas das argamassas e o seu efeito no deslizamento no estado fresco, pretendendo-se contribuir para o desenvolvimento tecnológico das mesmas.

3.1 – Critério para a seleção das argamassas colantes

Foram inicialmente adquiridas 30 marcas de argamassa colante tipo AC-I nas revendas de materiais de construção de todo o Brasil, pela compra de um saco de cada marca. Cada uma foi submetida ao ensaio de deslizamento determinado pela NBR 14085 - Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas – Determinação do deslizamento, único ensaio no estado fresco preconizado na especificação, tendo sido tomado como parâmetro para a escolha das argamassas utilizadas na pesquisa, uma vez que o foco deste trabalho está no estado fresco das argamassas.

Com base nos resultados de deslizamento, foram escolhidas 6 marcas, sendo duas com resultado muito abaixo do limite especificado, duas com resultado próximo do limite e outras duas com resultado acima do mesmo. Essas marcas foram consideradas na pesquisa, correspondentemente, como marcas de boa qualidade, de qualidade média e de qualidade ruim, compondo assim o universo amostral do programa experimental. As amostras de cada

uma das 6 marcas foram obtidas a partir da homogeneização de 7 sacos, em homogeneizador com formato “y”, capacidade de 300 litros, localizado em local fechado para evitar o contato do material com a umidade.

Na Tabela 3.1, apresenta-se a codificação das amostras e os resultados do ensaio de deslizamento que nortearam a escolha do universo amostral da pesquisa. Adotando-se a prática de obra, as argamassas foram misturadas com a quantidade de água indicada pelo fabricante na embalagem.

Tabela 3.1 – Detalhamento dos dados preliminares das amostras.

Codificação das Argamassas Colantes tipo AC-I	Quantidade de água indicada pelo fabricante (ml / kg)	Resultado do ensaio de Deslizamento NBR 14085 (mm)
A ^(B)	230	0,5
B ^(B)	220	0,5
C ^(M)	200	0,7
D ^(R)	230	3,4
E ^(M)	230	1,1
F ^(R)	200	5,9

Obs: (B) boa qualidade, (M) qualidade média, (R) qualidade ruim.

3.2 – Metodologia aplicada aos ensaios

Apresenta-se na Figura 3.1, o fluxograma que resume a programação do planejamento experimental e, na seqüência, o detalhamento dos objetivos dos ensaios realizados.

A) Caracterização da composição

As formulações das argamassas não sendo conhecidas, por se tratarem de argamassas de mercado, a composição química e física foram caracterizadas com o objetivo de verificar diferenças entre as mesmas, e embasar a análise dos resultados. Na caracterização química, a difratometria e a termogravimetria foram realizadas no estado anidro. A difratometria identifica os tipos de agregado, a composição do cimento empregado, e eventualmente o tipo de aditivo, por ser normalmente adicionado em baixo teor. A termogravimetria quantifica a

fração volátil do produto como recebido: umidade, água de hidratação ocorrida no armazenamento, o anidrido carbônico do fíler calcário e o aditivo orgânico.

Foi realizada também a análise química da fração passante na peneira n°.200 utilizando o ataque por ácido clorídrico, para a separação da fração solúvel — o aglomerante e o fíler —, e da fração insolúvel — a fração fina do agregado. Esse resultado permitiu calcular quantitativamente as respectivas proporções presentes na mistura.

Figura 3.1 – Fluxograma do planejamento experimental.

A calorimetria da fração passante foi utilizada para ilustrar o efeito do tipo de cimento e do aditivo na cinética de hidratação. O teor de água empregado no ensaio foi proporcional à quantidade de água indicada pelo fabricante.

Na caracterização física, foi feita a análise da distribuição granulométrica para detalhamento da dimensão das partículas, tanto do cimento quanto do agregado, sendo para isso utilizado o ensaio de peneiramento com a série normal de peneiras da ABNT, e a caracterização granulométrica pelo granulômetro a laser do material passante na peneira n°.200 (abertura 0,075 mm). O resultado do ensaio de densidade de massa específica das argamassas no estado anidro em picnometria de hélio, juntamente com o resultado da densidade de massa no estado fresco, contribuíram para a determinação do teor de ar incorporado das misturas. Para completar a análise física da argamassa, as partículas de agregado retidas em cada peneira foram analisadas quanto à sua morfologia, com o objetivo de determinar diferenças de textura e de irregularidades de forma entre as partículas, uma vez que partículas mais rugosas e irregulares tendem a provocar maior atrito entre si, além de imbricamento, dificultando o escoamento da argamassa.

A Figura 3.2 resume as técnicas empregadas para a caracterização da composição das argamassas.

Figura 3.2 – Técnicas empregadas para a caracterização da composição das argamassas.

Com relação aos ensaios da norma, foram realizados o ensaio de deslizamento no estado fresco, e os ensaios no estado endurecido: tempo em aberto e resistência de aderência para cura normal. Os resultados de deslizamento e de resistência de aderência foram relacionados com o comportamento reológico da argamassa no estado fresco.

A análise global dos resultados da composição da argamassa pretendeu conduzir a conclusões consistentes do seu efeito nas propriedades estudadas.

B) Separação da fração fina na peneira n°.200

Como já apontado na introdução, sob o ponto de vista reológico, as argamassas no estado fresco são formadas por uma matriz composta pela pasta de cimento que envolve as partículas de agregado devendo, portanto, entre outros fatores, haver uma proporção adequada entre o volume de pasta e o volume de partículas para se obter uma viscosidade ideal da argamassa, que permita um desempenho reológico adequado na aplicação e formação de cordões.

A fração da argamassa que vai constituir a pasta, ou seja, a matriz, é a fração fina, isto é a passante na peneira n°.200. Esta fração foi separada com base na análise granulométrica das argamassas realizada com a série normal de peneiras da ABNT. Foi determinada a viscosidade pelo viscosímetro de Brookfield para embasar as justificativas de comportamento reológico das argamassas observadas no “Squeeze flow”. O resultado do ensaio BET e da densidade de massa específica possibilitaram a determinação da área superficial volumétrica para ser relacionada com a viscosidade da pasta.

Foi também observado o efeito de aditivo dispersante sobre a viscosidade das pastas com base em vários teores até atingir o teor de viscosidade mínima, denominado neste trabalho como teor ideal de aditivo. O aditivo empregado foi o naftaleno sulfonato.

C) Caracterização reológica

As argamassas foram então submetidas à caracterização reológica no estado fresco pelo ensaio “Squeeze flow” detalhado no capítulo 6. Dos dados da composição, a distribuição granulométrica, o teor de ar incorporado, a morfologia das partículas e a viscosidade da pasta foram analisados conjuntamente com os resultados desse ensaio para verificar a sua influência. Foi também avaliada a influência do tempo de repouso das argamassas na carga máxima de compressão e na tensão de escoamento, assim como o efeito da intensidade do deslocamento de compressão visando observar a influência da morfologia dos agregados. Uma análise comparativa com a resistência de aderência obtida pelo ensaio da norma foi realizada para verificar o impacto do comportamento reológico da argamassa nessa propriedade. Por fim, com o conjunto desses resultados foi realizada uma análise do fenômeno de deslizamento a partir dos resultados do “Squeeze flow”, com o objetivo de explicar o deslizamento apresentado pelas argamassas estudadas. Essa análise possibilitou a proposição de modelos hipotéticos de deslizamento, tendo em vista as limitações do método normativo. O efeito do aditivo dispersante no desempenho reológico das argamassas foi também observado.

Na Tabela 3.2, está mostrada a relação dos métodos selecionados na pesquisa e os laboratórios nos quais os ensaios foram conduzidos. O detalhamento dos procedimentos dos ensaios, bem como os resultados obtidos e discussões estão apresentados nos capítulos seqüentes.

Tabela 3.2 – Métodos selecionados na pesquisa.

Argamassa colante		
Condição da amostra	Métodos selecionados	Laboratórios de ensaio
ESTADO ANIDRO	Difração de raios X	Lactec – Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento – UFPR – Universidade Federal do Paraná
	Análise termogravimétrica	Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
	Análise morfológica das partículas	
	Densidade	
	Análise granulométrica	ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland
ESTADO FRESCO	Teor de ar incorporado	Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP
	“Squeeze flow”	
	Deslizamento	ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland
ESTADO ENDURECIDO	Tempo em aberto	ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland
	Resistência de aderência	
Fração passante na peneira nº.200		
Condição da amostra	Métodos selecionados	Laboratório de ensaio
ESTADO ANIDRO	Resíduo insolúvel	Laboratório de Química de Materiais do IPT – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo
	Análise termogravimétrica	Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP
	Densidade	
	Área específica BET	Laboratório de Materiais da Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP
ESTADO FRESCO	Viscosidade da pasta	Laboratório de Materiais da Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP
	Calorimetria	Laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP

4 – CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO DAS ARGAMASSAS COLANTES

4.1- Análise química

4.1.1 – Descrição do método

A composição química da argamassa foi obtida por cálculo, a partir dos resultados da análise química das frações percentuais passante e retida na peneira nº.200, separadas na análise granulométrica, tratada no item 4.6.

As diretrizes gerais do método foram estabelecidas por QUARCIONI (1998). Consistiu no ataque da amostra com ácido clorídrico diluído, que dissolve o aglomerante e o fíler calcário. A fração insolúvel é filtrada e seca em estufa a 100°C, pesada, representando o agregado de areia quartzosa identificada qualitativamente pela difratometria de raios X (item 4.2).

Os voláteis foram determinados por gravimetria, pela perda ao fogo, fracionada em faixas de temperatura, indicando: até 100°C a umidade do material, de 100°C a 500°C o teor de água combinada e o teor de matéria orgânica eventualmente presente, como aditivos, por exemplo, de 500 a 1000°C o material carbonático. Complementando a análise dos voláteis, o anidrido carbônico foi determinado pelo método gasométrico, por descarbonatação térmica. Estes resultados foram confrontados com os dados obtidos pela termogravimetria.

4.1.2 – Discussão dos resultados

Nas Tabelas 4.1 e 4.2, estão apresentados os resultados de cada fração. O teor de carbonato de cálcio (CaCO_3) foi calculado pelo teor de anidrido carbônico (CO_2) obtido pelo método gasométrico. O teor provável de cimento é a diferença entre a massa de argamassa analisada e

a soma do teor de carbonato e de resíduo insolúvel. Um esquema do procedimento adotado está apresentado na sequência.

Tabela 4.1 – Resultado percentual da análise química da fração passante na peneira n.º.200.

Fração passante na peneira n.º.200	Resíduo insolúvel (%)	Cimento (%)	Carbonato de cálcio (%)	Anidrido carbônico (%)	Umidade (%)	Perda ao fogo a 500°C (%)	Perda ao fogo a 1000°C (%)
A	6,78	60,99	32,23	14,20	0,32	1,11	14,10
B	9,18	79,47	11,35	5,00	0,25	1,13	5,36
C	16,00	68,09	15,91	7,01	0,31	1,27	6,30
D	9,82	58,40	31,78	14,00	0,38	2,04	12,50
E	12,00	79,78	8,22	3,62	0,52	1,67	3,54
F	6,89	72,54	20,57	9,06	0,44	1,25	8,48

Tabela 4.2 – Resultado percentual da análise química da fração retida na peneira n.º.200.

Fração retida na peneira n.º.200	Resíduo insolúvel (%)	Cimento (%)	Carbonato de cálcio (%)	Anidrido carbônico (%)	Umidade (%)	Perda ao fogo a 500°C (%)	Perda ao fogo a 1000°C (%)
A	93,70	3,28	3,02	1,33	0,08	0,31	1,23
B	93,40	5,17	1,43	0,63	0,06	0,33	0,63
C	92,00	2,92	5,08	2,24	0,11	0,50	2,66
D	93,40	2,76	3,84	1,69	0,07	0,55	1,83
E	96,70	2,96	0,34	0,15	0,07	0,38	0,41
F	93,10	4,74	2,16	0,95	0,07	0,28	1,27

Na Tabela 4.1, observa-se o teor de finos do agregado indicado pelo resíduo insolúvel da fração passante na peneira n.º.200. O teor de carbonato de cálcio é proveniente do fíler do cimento e do agregado calcário eventualmente presente. A perda ao fogo a 500°C indica a presença de hidróxido de cálcio (portlandita) procedente da cal livre do cimento ou de

hidratação parcial durante o processo de produção da argamassa, ou do armazenamento do cimento, como também matéria orgânica constituinte do aditivo adicionado. A difração de raios X, no entanto, não indica a presença de portlandita. É possível que a perda nesta faixa de temperatura seja contribuição do aditivo.

Na Tabela 4.2, o teor de resíduo insolúvel elevado indica a separação eficiente do agregado na peneira 200. A presença de carbonato de cálcio nesta fração ressalta a presença de uma fração grossa de material carbonático.

A Tabela 4.3 apresenta as porcentagens das frações obtidas no peneiramento da argamassa (item 4.6). Com estes dados e os resultados do resíduo insolúvel e de carbonato de cálcio das frações foi reconstituída a composição provável de cada argamassa, como indicado na equação abaixo. Admite-se que todo o carbonato de cálcio é procedente de calcário como fíler ou como agregado.

$$\text{Resíduo insolúvel} = (78,2\% \times (93,70\%)) + 21,8\% \times (6,78\%) = 74,75\%$$

Teor de R.I. da fração retida *Teor de R.I. da fração passante*
% material retido na #200 da argamassa A *% material passante na #200 da argamassa A*

Tabela 4.3 – Porcentagem de argamassa retida e passante na peneira n°.200.

Argamassas	% retida na peneira n°.200	% passante na peneira n°.200
A ^(B)	78,2	21,8
B ^(B)	79,1	20,9
C ^(M)	77,2	22,8
D ^(R)	72,8	27,2
E ^(M)	80,6	19,4
F ^(R)	78,2	21,8

Os resultados da composição calculada da argamassa colante estão apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Composição calculada da argamassa colante.

Argamassa	Agregado (%)	Cimento (%)	Fíler calcário (%)	Umidade (%)
A ^(B)	74,75	15,86	9,39	0,13
B ^(B)	75,80	20,70	3,50	0,10
C ^(M)	74,67	17,77	7,55	0,16
D ^(R)	70,67	17,90	11,44	0,15
E ^(M)	80,27	17,86	1,87	0,16
F ^(R)	74,31	19,52	6,17	0,15

Na Figura 4.1, está apresentado um gráfico que mostra a comparação da composição das argamassas, no qual ficam claras as diferenças quantitativas de areia, cimento e fíler calcário.

Figura 4.1 – Composição quantitativa da argamassa calculada pela análise química da fração passante e retida na peneira nº.200.

A proporção aglomerante/agregado das argamassas variou de 0,21 a 0,27. É importante ressaltar a seguinte ordem provável de teores para relacionar os resultados no estado fresco:

Teor de agregado: E > B > A = C = F > D

Teor de cimento : B > F > C = D = E > A

Teor de fíler : D > A > C > F > B > E

4.2 – Difração de raios X

4.2.1 – Descrição do método

A análise por difração de raios X (DRX) identifica qualitativamente os minerais constituintes dos agregados e as fases do cimento. As espécies químicas cristalinas, a partir da interação de raios X incidentes, resultam em raios X difratados característicos para cada ângulo de incidência.

O resultado é o difratograma que apresenta picos característicos para cada espécie química em ângulos 2θ característicos, com uma extensão de varredura de 5 a 60° , com passo de $0,020^\circ$, tempo por passo de 1,00 s e velocidade de varredura: $0,020^\circ/\text{s}$. A comparação dos difratogramas das argamassas com fichas padrão permite identificar picos característicos para cada espécie química. A amostra foi analisada em um equipamento PHILIPS, modelo X'PERT. As condições de operação do difratômetro foram as seguintes: radiação $\text{CuK}\alpha$, $\lambda=1,54184 \text{ \AA}$, tensão= 40 kV e corrente= 40 mA.

4.2.2 – Discussão dos resultados

Os resultados de difratometria das argamassas no estado anidro estão apresentados na sequência. A Figura 4.2 apresenta o difratograma de cada uma das argamassas sem sobreposição, de forma a facilitar a visualização das similaridades entre os picos característicos das espécies químicas existentes nas mesmas. Os picos identificados ocorreram na mesma posição 2θ , com diferença apenas na intensidade. A composição está apresentada na Tabela 4.5.

Figura 4.2 – Difratoograma das argamassas.

Tabela 4.5 – Composição das espécies químicas identificadas na DRX.

Composto	Fórmula química
Gipsita	$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
α - Quartzo	SiO_2
Calcita	CaCO_3
Dolomita	$\text{CaMg} (\text{CO}_3)_2$
Silicato dicálcico	C_2S
Silicato tricálcico	C_3S
Aluminato tricálcico	C_3A
Ferroaluminato tetracálcico	C_4AF

A análise qualitativa mostrou que todas as argamassas apresentam os mesmos picos em maior ou menor intensidade. Os compostos do cimento anidro são os esperados: silicato tricálcico, silicato dicálcico, aluminato tricálcico, ferro-aluminato tetracálcico e gipsita. O pico mais expressivo nas argamassas esteve com o quartzo existente na areia, seguido da dolomita. A

diferença encontrada entre as argamassas foi na dolomita, pois apenas os difratogramas das argamassas B e E não mostraram os picos desta espécie química.

Não foi identificada cinza volante e escória nas argamassas colantes, o que leva a crer que o cimento é do tipo CP II – F (com adição de fíler calcário), podendo ser também do tipo CP V – ARI, conforme indicado pelo ensaio de calorimetria. Não foram encontrados picos de compostos hidratados, o que indica que não houve hidratação no armazenamento ou estão presentes em baixo teor, não identificáveis pela difração de raios X.

4.3 Análise Termogravimétrica

4.3.1 – Descrição do método

A termogravimetria determina as variações de massa da amostra durante um aquecimento programado, indicando qualitativa e quantitativamente a fração volátil resultante da decomposição de espécies químicas inorgânicas e orgânicas e a umidade existente.

A análise termogravimétrica foi realizada na termo-balança de marca Netzsch-STA 409 PG LXXX, em cadinho de alumina, com pesagem contínua da amostra em função da temperatura, a uma taxa de aquecimento de 10°C/min até a temperatura final de 1000°C. O ensaio tem duração de aproximadamente uma hora e quarenta minutos. Como resultado são obtidos dados que permitem traçar um gráfico que relaciona as variações de massa em função da temperatura, resultando numa curva termogravimétrica (TG – Thermogravimetry). Pelas faixas de temperatura em que se dão as transformações, as espécies químicas são identificadas por comparação a curvas de referência. A termobalança também fornece a derivada primeira DTG (Differential termogravimetry) a qual detalha os resultados em picos, a partir dos quais identifica-se a faixa de temperatura característica das reações de decomposição térmica. Cada pico permite o cálculo do teor da espécie química correspondente à perda de massa da curva DTG.

4.3.2 – Discussão dos resultados

No anexo 1, estão apresentadas as curvas TG e DTG em detalhe e seus cálculos. Na Figura 4.3, estão reunidas as curvas TG nas quais é possível identificar as seguintes reações endotérmicas pelas faixas de temperatura nas quais ocorrem os picos de perda de massa:

- 1) Abaixo de 100°C a perda é devida à umidade;
- 2) Aproximadamente em 120°C ocorre o pico da gipsita presente no cimento, transformando-se em hemidrato pela liberação de 1,5 molécula de água; não é possível identificar a transformação de hemidrato em anidrita, em virtude do baixo teor de água liberada;
- 3) A perda de massa ocorrida entre 200°C e 500°C se deve à volatilização de aditivos existentes na argamassa, pois esta faixa de temperatura não é compatível com faixas de decomposição de espécies químicas identificadas na difração de raios X. Há também a possibilidade de volatilização nesta faixa de temperatura proveniente de matéria orgânica;
- 4) A faixa de temperatura de 500 °C a 800°C compreende a liberação do anidrido carbônico da dolomita no primeiro pico e da calcita no segundo pico, provenientes do dolomito ou do calcário em função da origem da matéria prima.

Na Tabela 4.6 estão apresentadas as perdas de massa das argamassas nessas faixas de temperatura.

Tabela 4.6 – Perda de massa apresentada na curva TG das argamassas.

Argamassa colante	Perda de massa (%)		
	0 a 200°C (umidade + gipsita)	200 a 500°C (aditivos)	500 a 800°C (carbonato)
A ^(B)	0,10	0,21	3,74
B ^(B)	0,07	0,30	1,17
C ^(M)	0,07	0,26	3,35
D ^(R)	0,19	0,27	4,88
E ^(M)	0,18	0,27	0,81
F ^(R)	0,13	0,18	2,16

Figura 4.3 – Curvas DTG de perda de massa das argamassas colantes no estado anidro.

As perdas de massa relativas ao carbonato apresentaram resultados próximos aos obtidos na análise química.

Sendo as argamassas colantes do tipo AC-I, foi suposto que o aditivo celulósico empregado tenha sido o polímero metil hidroxietil-celulose (MHEC), havendo a possibilidade de outros tipos também, como por exemplo o polímero metil hidroxipropil-celulose (MHPC). A fração fina da argamassa C foi submetida à análise termogravimétrica para verificar o teor de aditivo celulósico da argamassa que passou pela peneira n°.200, tendo em vista seu formato fibrilar, com comprimento que pode superar 250 μm , havendo, portanto, a possibilidade de retenção parcial do aditivo nessa peneira. Tomando-se como base os dados da TG de um aditivo MHEC e os dados da TG da fração fina da argamassa C, foi possível verificar que 62% deste aditivo passou pela peneira. Essa conclusão foi considerada também para as demais argamassas. As curvas TG e DTG do aditivo e da fração fina da argamassa C estão no anexo 1.

Pela curva TG do aditivo MHEC observou-se que 76,51% da massa é volatilizada à temperatura em torno de 350°C, logo o teor de aditivo indicado na Tabela 4.6 não se refere integralmente ao aditivo MHEC, pois a perda de massa mostrada abrange o intervalo de 200°C a 500°C, devendo, portanto, existir também outros tipos de aditivo nas argamassas e matéria orgânica não identificada nas análises realizadas. Considerando-se a temperatura de volatilização do aditivo MHEC e as curvas TG das argamassas, foi possível obter os seguintes teores prováveis de aditivo:

Teor de MHEC: $E = F = 0,20\%$; $A = C = 0,21\%$; $B = 0,22\%$; $D = 0,25\%$

4.4 – Calorimetria de condução

4.4.1 – Descrição do método

A calorimetria de condução ou isotérmica consiste na determinação do fluxo de calor liberado durante a hidratação do cimento, indicando a reatividade do cimento a partir da taxa de evolução de calor e do calor total liberado. O ensaio é realizado com 10 gramas de argamassa no estado anidro, com relação água/material seco entre 0,20 e 0,23 em função da argamassa, colocada no calorímetro de condução JAF96 - Wexham Developments, mantido à temperatura constante de 23°C durante 72 horas por um banho termostatzado, cuja célula de condução permite que o calor gerado não seja acumulado. A aquisição de dados foi feita a cada 3 minutos com auxílio do computador, sendo iniciada após cinco minutos do início do ensaio. O resultado do ensaio é a curva de liberação de calor em função do tempo, podendo indicar a influência de aditivos presentes e o tipo de cimento.

4.4.2 – Discussão dos resultados

Na Figura 4.4, estão apresentadas as curvas que mostram a evolução de calor da fração passante na peneira n^o.200, das argamassas colantes estudadas.

As curvas mostram que o cimento das argamassas B e C se diferencia das demais. A alta taxa de evolução de calor e o calor máximo obtido no ensaio em 24 horas, indicam que o cimento dessas argamassas é tipo ARI. As demais argamassas possuem provavelmente cimento tipo CP II F. Não foi possível identificar a influência de aditivos presentes.

Figura 4.4 – Curva de liberação acumulada de calor de hidratação da fração passante na peneira nº.200.

4.5 – Densidade de massa

4.5.1 – Descrição do método

A densidade de massa específica da argamassa no estado anidro foi calculada pela relação entre a massa da amostra e o seu volume determinado em picnômetro de hélio, de acordo com a NBR NM 23/2001 – Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação de massa específica. O equipamento empregado é o Multi Pycnometer – Quantachrome Instruments. A amostra é previamente seca em estufa a 105°C e resfriada em dessecador. O volume determinado não considera os vazios entre as partículas, mas os poros existentes no seu interior. Contribuem para este valor as proporções relativas dos constituintes da argamassa e as suas respectivas massas específicas, permitindo uma comparação entre elas.

A densidade de massa da argamassa no estado fresco foi determinada em recipiente de volume conhecido e massa também conhecida, possibilitando juntamente com a densidade específica o cálculo do teor de ar incorporado da argamassa. O ensaio seguiu o procedimento da NBR 13278/2005 – Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade da massa e do teor de ar incorporado. A argamassa é adicionada no recipiente em três frações aproximadas, aplicando-se golpes com um soquete, de forma a evitar falhas de preenchimento do recipiente. A relação água/materiais secos adotada no ensaio foi a mesma estabelecida pelo fabricante, variando de 0,20 a 0,23 dependendo da argamassa.

4.5.2 – Discussão dos resultados

Os resultados de densidade das argamassas no estado anidro e fresco estão apresentados na sequência.

Figura 4.5 – Densidade de massa específica da argamassa anidra e densidade de massa no estado fresco.

O gráfico mostra que as argamassas apresentam densidade de massa específica da argamassa anidra variando numa faixa muito estreita de valores compreendidos entre 2,63 e 2,67 g/cm³, cuja variação pode ser atribuída à variabilidade intrínseca ao método de ensaio (da ordem de

1,5%). As diferenças residem na densidade de massa específica no estado fresco, cujos resultados estão compreendidos entre 1,46 e 1,71 g/cm³.

As argamassas guardam algumas diferenças entre as proporções de sólidos da mistura, que inclui a fração solúvel e insolúvel, já discutida no item 4.1 – Análise química. O material anidro ao ser misturado com a água sofre transformações químicas e físicas originadas pela reatividade do cimento e aditivos e pelo procedimento de mistura, resultando em outra distribuição de constituintes diferente daquela presente no estado anidro. O cimento origina compostos hidratados, e os aditivos e o procedimento de mistura originam a incorporação de ar na mistura fresca. Apenas a fração insolúvel não é influenciada quimicamente pela água, ou seja, a areia. Na Figura 4.6, está mostrada a proporção dos constituintes da argamassa no estado fresco, enfatizando a relação água/material seco adotada para o ensaio de densidade de massa no estado fresco.

Figura 4.6 - Proporção dos constituintes da mistura da argamassa no estado anidro com água.

A partir das densidades obtidas, o teor de ar incorporado pôde ser calculado de acordo com a seqüência de cálculo exposta a seguir, apresentada na NBR 13278.

$$A = \text{Densidade da argamassa fresca}$$

$$B = (M_s + M_{\text{água}}) / [(M_s / y_s) + M_{\text{água}}]$$

$M_s =$ Massa da argamassa anidra
 $M_{\text{água}} =$ Massa da água
 $y_s =$ Densidade da argamassa anidra

$$\text{Teor de ar incorporado} = 100 \times [1 - (A/B)]$$

Os resultados obtidos estão apresentados no gráfico da Figura 4.7. Não se verifica uma correlação entre densidade no estado fresco e teor de ar incorporado.

Figura 4.7 – Resultado do teor de ar incorporado das argamassas.

4.6 – Análise granulométrica

4.6.1 – Descrição do método

A distribuição granulométrica foi detalhada de forma completa nas peneiras da série normal e separadas as frações retidas em cada peneira, desde abertura de 2,4 mm até 0,075mm (nº200) para a análise morfológica de algumas frações. A fração fina ou passante na peneira nº.200, por sua vez, foi caracterizada pelo granulômetro a laser para completar a análise da distribuição de diâmetro das partículas.

O método adotado para a caracterização granulométrica da fração fina consistiu em transferir para o porta-amostra do equipamento a laser CILAS – Modelo 1064 alguns gramas de

amostra, suficientes para atingir o intervalo de concentração recomendado pelo fabricante. A seguir, com álcool anidro e aplicação de ultra-som durante 60 segundos, foi efetuada a dispersão das partículas. Uma bomba peristáltica garante a circulação da amostra no porta-amostra. Um fotodiodo a laser emite um feixe de luz que é captado por um sistema óptico que ativa o líquido com o pó a ser analisado. Através de medidas de distribuição de energia dos anéis de difração do feixe, é possível a conversão dos sinais em diâmetro de partículas. Este ensaio foi executado com álcool anidro, para não haver hidratação do cimento durante o ensaio.

4.6.2 – Discussão dos resultados

Na Figura 4.8, estão apresentadas as quantidades relativas de fração graúda (dimensão $\geq 75 \mu\text{m}$) e de fração fina (dimensão $< 75 \mu\text{m}$) obtidas pelo ensaio de peneiramento, e na Figura 4.9 o detalhamento dos teores de grãos retidos em cada peneira para a fração graúda.

Figura 4.8 – Quantidade de fração graúda e fração fina das argamassas.

Figura 4.9 – Teor comparativo das partículas da fração graúda retida nas peneiras de abertura 0,15 , 0,3 e 0,6 mm.

Na Figura 4.10, está apresentada a distribuição granulométrica completa das argamassas e na Figura 4.11, a distribuição específica da fração fina (dimensão inferior a 75 μ m).

Figura 4.10 – Distribuição granulométrica completa das argamassas colantes.

Figura 4.11 – Distribuição granulométrica para as partículas com dimensão inferior a 75 μm .

Pela análise granulométrica, pode-se concluir que as argamassas colantes são constituídas por uma fração graúda (72,8% a 80,6%) e por uma fração fina (19,4% a 27,2%). A distribuição granulométrica da fração graúda (dimensão $\geq 75 \mu\text{m}$) refere-se à areia em 60 a 80% do seu total, com uma pequena quantidade de cimento e fíler. A distribuição granulométrica da fração fina é representada em grande proporção pelo cimento. A constituição das frações foi identificada pela análise química, discutida no item 4.1 .

A distribuição granulométrica estreita reduz a distância média de separação entre as partículas (OLIVEIRA et al., 2000), importante parâmetro para a análise do comportamento reológico da argamassa. As argamassas A, C e D apresentaram esse tipo de distribuição. A distribuição granulométrica aberta beneficia o fluxo, pois grãos menores distanciam os maiores, reduzindo com isso o atrito entre os mesmos.

Tanto as partículas finas quanto as partículas graúdas são reologicamente importantes para o desempenho da argamassa, pois ambas alteram a movimentação das linhas de fluxo da mesma

no estado fresco. De um modo geral, o agrupamento das partículas finas de cimento forma uma estrutura no estado fresco, a matriz, que envolve as partículas graúdas da areia e que mantém a coesão do sistema. (PILLEGI, 1996; OLIVEIRA et al., 2000).

A partir dos dados obtidos da análise granulométrica pode-se afirmar que as argamassas colantes de mercado, caracterizadas neste trabalho, apresentam distribuição granulométrica com diferenças na faixa de 100 a 1000 μm , representada pela fração graúda. Apresentam também diferenças entre os teores de material retido em cada peneira. A fração fina, por sua vez, apresentou distribuição semelhante, com pequenas diferenças.

4.7 - Análise morfológica das partículas

4.7.1 – Descrição do método

A análise morfológica das partículas da fração graúda das argamassas objetivou a determinação do tamanho, formato e irregularidades superficiais. As variáveis morfológicas dizem respeito ao tamanho, forma e rugosidade do agregado, servindo de base para analisar, no capítulo 6, a influência das partículas sobre o comportamento reológico das argamassas.

O estudo foi realizado nas imagens adquiridas no estereoscópio marca Zeiss, modelo Stemi 2000-C. Para cada argamassa, foram fotografados pelo menos 100 grãos das frações retidas nas peneiras de abertura 0,6 mm, 0,3 mm e 0,15 mm separadas na análise granulométrica pela série normal de peneiras. A análise morfológica do agregado foi feita com o programa de apoio IMAGO versão 2.2.4 cedido pela empresa catarinense ESSS - *Engineering Simulation and Scientific Software* para o desenvolvimento do trabalho (ESSS,2005). Este programa permite as medidas de área, perímetro e comprimento do maior e menor eixo dos grãos, possibilitando a determinação dos coeficientes de arredondamento e de alongamento de cada fração. A seguir são definidas as variáveis analisadas (OLSZEVSKI et al., 2004):

- Área (A): corresponde ao número de pixels no polígono formado pelo grão;
- Perímetro (Pm): comprimento da projeção do limite exterior do grão;
- Comprimento do maior eixo: comprimento de uma linha traçada na maior distância no grão, denominado de corda máxima;
- Comprimento do menor eixo: comprimento de uma linha traçada perpendicularmente ao maior eixo do grão, denominado de corda mínima;
- Coeficiente de arredondamento (Ar): medida dependente da rugosidade da superfície externa do grão. Fornece o resultado entre 0 e 1 e, quanto maior o valor, maior o grau de arredondamento;
- Coeficiente de alongamento: relação entre o comprimento do menor eixo e o comprimento do maior eixo. O resultado será um valor entre 0 e 1. Quanto maior o valor, menor será a diferença entre os comprimentos dos eixos perpendiculares e menor o alongamento.

A técnica empregada não pôde ser aplicada à fração retida na peneira de abertura 0,075 mm, pois a aglomeração natural desses grãos, devido à sua pequena dimensão, impede que os mesmos apareçam individualizados nas fotos, prejudicando a interpretação pelo programa de apoio e comprometendo a análise. Para a análise morfológica desta faixa granulométrica, há a necessidade da aplicação de técnicas adequadas a esta dimensão de partícula.

4.7.2 – Discussão dos resultados

A forma das partículas influencia a fluidez de suspensões aquosas de partículas sólidas, sendo que, quanto maior a irregularidade de forma, maior será a viscosidade. Devido aos efeitos de massa e à baixa área específica, a movimentação das partículas mais grossas tende a influenciar a facilidade ao espalhamento da argamassa. A presença de partículas com elevada

rugosidade superficial e formato assimétrico acentua o atrito durante as colisões, dificultando também o fluxo. (OLIVEIRA et al., 2000)

No anexo 2, estão mostrados os resultados de área, perímetro, comprimento do maior e menor eixo obtidos a partir do software IMAGO para cada grupo de grãos retidos nas peneiras de abertura 0,6 mm, 0,3 mm e 0,15 mm. Como exemplo dos resultados apresentados no anexo, no gráfico da Figura 4.12 estão mostrados os resultados da corda máxima dos grãos 0,6 mm das 6 argamassas colantes. As fotos dos grãos das argamassas B e C se encontram neste anexo como ilustração.

Figura 4.12 – Resultado das variações de corda máxima das partículas retidas na peneira de abertura 0,6 mm.

Nas Figuras 4.13 a 4.16, estão apresentados os resultados médios das variáveis morfológicas para cada faixa granulométrica de cada argamassa colante, onde se observam, por exemplo, os resultados médios da corda máxima dos grãos 0,6 mm, cujo gráfico de variação está mostrado na Figura 4.12 .

O coeficiente de arredondamento é uma medida dependente da rugosidade da superfície externa das partículas e, quanto maior o valor apresentado, maior o grau de arredondamento das mesmas. Partículas rugosas dificultam o escoamento da argamassa, pois aumentam a força de atrito entre as partículas. Pelos resultados, observa-se que as argamassas apresentam

as partículas retidas nas peneiras 0,6, 0,3 e 0,15 mm com arredondamento semelhante, com exceção da fração 0,3 mm da argamassa F que se apresentou com arredondamento bem superior às demais. As partículas apresentaram coeficiente de arredondamento na faixa de 0,474 a 0,521, ficando a fração 0,3 mm da argamassa F com o valor de 0,792, mais próximo de 1.

Figura 4.13 – Área média dos grãos para cada fração analisada.

Figura 4.14 – Corda máxima dos grãos para cada fração analisada.

Figura 4.15 – Coeficiente médio de arredondamento dos grãos para cada fração analisada.

Figura 4.16 - Coeficiente médio de alongamento dos grãos para cada fração analisada

Quanto menor o coeficiente de alongamento, mais alongadas se apresentam as partículas, dificultando o escoamento da argamassa, pois as arestas provocam maior choque e atrito entre os agregados, influenciando a sua movimentação. Pelos resultados é possível observar que os agregados das argamassas apresentam coeficiente de alongamento semelhante, com resultados variando de 0,662 a 0,755.

Para a área e a corda máxima, a faixa de resultados foi mais extensa, variando de 0,066 a 0,769 mm² para área e de 0,332 a 1,207 mm para a corda máxima. A argamassa C merece destaque por ter apresentado as frações 0,3 e 0,6 mm com as maiores áreas, mostrando que os

agregados são maiores. A argamassa E se destacou na fração 0,15 mm com a maior área e esteve próxima da argamassa C para as demais frações. A argamassa B, por outro lado, apresentou característica inversa, ou seja, os agregados mostraram as menores áreas. Na corda máxima, o resultado da caracterização foi semelhante, com destaque para as mesmas argamassas B, C e E. Dependendo da quantidade de partículas retidas em cada peneira em questão, a argamassa será mais ou menos influenciada reologicamente pelas características morfológicas das mesmas. Na Tabela 4.7, apresentam-se os resultados médios dos coeficientes de alongamento e de arredondamento de cada argamassa. De um modo geral, as argamassas não apresentam diferenças significativas de morfologia, com exceção do arredondamento dos agregados da argamassa F.

Tabela 4.7 – Comparação qualitativa das características de arredondamento e alongamento dos grãos da fração grossa das argamassas.

Argamassa	Coefficiente de alongamento	Coefficiente de arredondamento
A^(B)	0,728	0,518
B^(B)	0,717	0,515
C^(M)	0,715	0,504
D^(R)	0,683	0,495
E^(M)	0,701	0,492
F^(R)	0,745	0,616

4.8 – Caracterização da composição no estado endurecido segundo a NBR 14081

A NBR 14081 estabelece dois ensaios para a argamassa colante no estado endurecido: tempo em aberto (segundo a NBR 14083) e resistência de aderência (segundo a NBR 14084) para cura normal e submersa. A NBR 14082 estabelece o procedimento de aplicação da argamassa. Segundo esta norma, a argamassa colante é estendida na direção longitudinal de um substrato-padrão de concreto, que tem espessura mínima de 20 mm e dimensões mínimas de 25 cm x 50 cm. Inicialmente é feita a imprimação do substrato, ou seja, a aplicação da argamassa colante com o lado liso da desempenadeira apoiado firmemente sobre a sua superfície. Após a

imprimação do substrato, a argamassa colante é aplicada sobre o mesmo com o lado liso da desempenadeira e, em seguida, realizada a formação dos cordões de argamassa com o lado denteado da mesma. No ensaio de resistência de aderência, aguardam-se 5 minutos e colocam-se as 10 placas cerâmicas de dimensões 5 x 5 cm sobre os cordões de argamassa. No ensaio de tempo em aberto, a exposição da argamassa ao meio, antes do posicionamento das placas, é de 15 minutos. Cada placa é submetida à pressão de uma massa-padrão de aproximadamente 2,0 kg, durante 30 s.

Apresenta-se nas Figuras 4.17, 4.18 e 4.19 uma ilustração da sequência de aplicação da argamassa sobre o substrato e do posicionamento das placas cerâmicas sobre a argamassa colante.

Figura 4.17 – Imprimação do substrato.

Figura 4.18 – Aplicação da argamassa no substrato com a formação dos cordões.

Figura 4.19 – Posicionamento das 10 placas cerâmicas sobre a argamassa.

O conjunto deve passar por 28 dias em cura nas condições ambientais do laboratório, submetendo-se as placas cerâmicas após este período, ao ensaio de arrancamento por tração,

na velocidade uniforme de (250 ± 50) N/s até a ruptura. A norma estabelece também a cura submersa para o ensaio de resistência de aderência, no qual o conjunto deve ficar imerso em água, ao invés da cura em ambiente laboratorial.

Os resultados de tempo em aberto e de resistência de aderência para cura normal estão apresentados na Figura 4.20.

Figura 4.20 – Resultado de resistência de aderência e tempo em aberto pela norma.

Os resultados mostram que as argamassas colantes apresentaram resistência de aderência praticamente igual, com exceção da argamassa F que apresentou resistência mais baixa. Os resultados de tempo em aberto apresentaram maior diferença entre as argamassas. Neste ensaio, as cargas de arrancamento por tração das placas se apresentaram reduzidas quando comparadas com a resistência de aderência, pois a exposição da argamassa ao meio antes do posicionamento das placas é maior. Apenas a argamassa D manteve o mesmo desempenho na resistência de aderência e no tempo em aberto. Não foi identificada correlação entre as diferenças de composição das argamassas e os resultados desses ensaios.

4.9 – Conclusão sobre a composição das argamassas colantes

As argamassas colantes de mercado puderam ser diferenciadas pela análise da composição química e física apresentada neste capítulo. Na composição química as diferenças residem na quantidade de dolomita e calcita e no tipo de cimento. Pela calorimetria foi identificado que algumas argamassas possuem cimento do tipo ARI, devido à velocidade de hidratação e alto calor de hidratação. A areia utilizada nas argamassas é do tipo quartzosa, conforme pôde ser identificado pela difratometria. O tipo de aditivo empregado não foi identificado com a análise da argamassa, apesar de se supor que o aditivo é do tipo celulósico comumente empregado na formulação por se tratar da argamassa colante tipo AC-I. Quanto à composição física, as argamassas apresentaram pequenas diferenças na morfologia das partículas. As mesmas se diferenciam no teor de ar incorporado e na distribuição granulométrica; algumas argamassas apresentam agregados com distribuição aberta e outras com distribuição fechada. As diferenças e semelhanças de composição química e física aqui identificadas auxiliaram na análise do comportamento reológico das argamassas, discutida no capítulo 6.

5 – CARACTERIZAÇÃO DA FRAÇÃO PASSANTE NA PENEIRA Nº.200

5.1 Caracterização da composição da fração passante na peneira nº.200

A fração passante na peneira nº.200, isto é, a fração fina relativa a cada uma das argamassas colantes, foi submetida a ensaios de caracterização química e física, para a determinação da sua composição. A caracterização química da fração passante auxiliou na caracterização da argamassa, já discutida. A análise granulométrica complementou a caracterização granulométrica da argamassa, com o ensaio no granulômetro a laser, e foi apresentada no capítulo anterior. Para a caracterização física da fração passante foi ainda determinada a área específica das partículas pelo ensaio BET (Brunauer-Emmett-Teller) para a análise conjunta com a viscosidade, pois é de conhecimento que suspensões contendo partículas de elevada área superficial são mais susceptíveis aos fenômenos de superfície que poderão ocasionar aglomeração entre as partículas e, conseqüentemente, aumentar a viscosidade.

No ensaio BET, os equipamentos utilizados para a preparação das amostras e para análise foram, respectivamente, o VacPrep 061 e o Gemini III 2375. O gás usado na adsorção foi o nitrogênio e os ensaios foram efetuados na temperatura de 77K. A amostra foi tratada em vácuo (100 mm de Hg) e aquecida a uma temperatura de 200 °C durante no mínimo 8h para degaseificação e eliminação de possíveis contaminantes superficiais.

A densidade de massa específica no estado anidro, a partir da relação entre a massa da amostra e o seu volume determinado em picnometria de hélio, foi calculada para possibilitar a obtenção da área superficial volumétrica. A área superficial volumétrica é calculada pela relação entre a área BET e a densidade. Este parâmetro mostra a área superficial em relação

ao volume. Quanto maior a área, maior será a tendência à aglomeração do material, pois o sistema se encontra mais concentrado, o que se refletirá na viscosidade.

Considerando-se a composição das frações, a Figura 5.1 mostra que a área BET não apresentou relação direta com o teor de cimento, pois a fração passante é composta não apenas por cimento, mas também pela fração fina do agregado e fíler calcário, conforme apresentado no capítulo 4. A textura superficial dessas partículas está influenciando as diferenças observadas na área BET das frações passantes. A análise da morfologia das partículas da fração passante não foi objetivo deste trabalho.

Na Figura 5.2, está apresentada a área superficial volumétrica. A fração passante da argamassa C se destacou pela maior área superficial volumétrica quando comparada com as demais, indicando um sistema mais concentrado de partículas. As densidades de massa específica no estado anidro das frações variaram pouco (2,8 a 3,0 g/cm³), refletindo-se as diferenças observadas entre as áreas BET nas diferenças de área superficial volumétrica.

Figura 5.1 – Relação entre a área BET e o teor de cimento da fração passante na peneira nº.200.

Figura 5.2 – Área superficial volumétrica da fração passante na peneira n°.200.

5.2 – Caracterização da viscosidade

Sendo a fração passante na peneira n°.200 responsável por grande parte da fração solúvel da argamassa, conforme já identificado na análise química, o conhecimento da sua viscosidade se faz necessária para se determinar a influência sobre o desempenho reológico das argamassas quando em contacto com a fração graúda.

5.2.1 – Descrição do método

O ensaio de viscosidade foi realizado no equipamento Programmable Viscometer Brookfield DV-II+ Version 5.0. do Laboratório de Materiais da Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. O viscosímetro é um reômetro rotacional utilizado para a caracterização reológica de suspensões, atua em faixas limitadas de torque, sendo, portanto, incapaz de aplicar os esforços requeridos para o cisalhamento de materiais como argamassas, tendo sido utilizado apenas para as pastas. Com este equipamento, há a aplicação do torque ao fluido e ocorre, conseqüentemente, a medida do cisalhamento resultante. Uma foto do equipamento e dos acessórios de ensaio estão apresentados na Figura 5.3, onde se observa o copo metálico que

recebe a amostra e o “spindle” que rotaciona dentro do mesmo, mergulhado na amostra. O copo metálico é inserido dentro do suporte que é acoplado no equipamento.

Figura 5.3 – Foto do viscosímetro de Brookfield e dos acessórios de ensaio.

A pasta foi obtida pela mistura da fração fina com o teor de água indicado pelo fabricante para a argamassa, conforme procedimento de mistura apresentado no anexo 3, respeitando a proporção de fração fina de cada argamassa para a determinação do teor de água. Por exemplo, a quantidade de água indicada pelo fabricante para a argamassa A foi 230 ml/kg e a fração fina representa 21,8% da massa desta argamassa, logo a proporção água/materiais secos para a pasta A foi igual a 1,1, ou seja, 230 ml / 218 g. A relação água/materiais secos de cada pasta está apresentada na Tabela 5.1. A mistura da pasta foi feita com o misturador apresentado na Figura 5.4., cuja haste de mistura foi desenvolvida especificamente para a pasta com o objetivo de se obter maior homogeneidade na mistura.

Figura 5.4 – Foto do misturador das pastas.

Tabela 5.1 – Proporção água/materiais secos da mistura das pastas.

Pasta	Proporção água / materiais secos
	(ml/g)
A	1,1
B	1,1
C	0,9
D	0,9
E	1,2
F	0,9

O gráfico da Figura 5.5 apresenta a programação de ensaio adotada para a pasta. A viscosidade é medida a partir da dificuldade que o “spindle”, mergulhado na pasta, apresenta de girar conforme as rotações por minuto impostas pela programação de ensaio; as rotações decrescem depois evoluem até o estágio inicial de rotação máxima. O viscosímetro utilizado apresenta limitações, pois dependendo da viscosidade da pasta, a capacidade máxima de rotação do equipamento não foi suficiente para vencer a programação completa do ensaio, ou seja, dependendo do nível de rotação aplicada, o “spindle” necessitou de um torque superior à capacidade do equipamento em questão, para se movimentar dentro da pasta. Esse fato ocorreu com as pastas ensaiadas.

Figura 5.5 – Programação rotacional imposta ao viscosímetro de Brookfield para o ensaio de viscosidade das pastas.

5.2.2 – Resultados de viscosidade das pastas

O gráfico da Figura 5.6 apresenta a viscosidade das pastas em função da taxa de cisalhamento.

No anexo 3, apresentam-se as tabelas com os resultados de tensão de cisalhamento, taxa de cisalhamento, viscosidade e os torques aplicados durante a execução do ensaio.

Figura 5.6 – Relação entre a viscosidade e a taxa de cisalhamento das pastas.

Os dados obtidos no ensaio mostram que todas as pastas apresentaram comportamento pseudoplástico, ou seja, decréscimo da viscosidade com acréscimo da taxa de cisalhamento. A equação estabelecida por Casson (citada no capítulo 2 - item 2.2) para descrever o comportamento de fluidos apresentou boa correlação com os resultados obtidos com as pastas. Na Tabela 5.2, estão apresentadas as viscosidades de Casson e as tensões de escoamento de Casson que caracterizam as pastas em estudo.

Tabela 5.2 – Resultados da viscosidade e tensão de escoamento de Casson.

Pasta	Viscosidade de Casson (mPa.s)	Tensão de escoamento de Casson (N/m ²)	Coefficiente de correlação (R ²)
A	64	36	92,2
B	66	104	84,1
C	45	151	85,6
D	21	239	84,4
E	66	29	93,0
F	87	57	91,3

Obs: Resultados obtidos pelo próprio equipamento: viscosímetro de Brookfield

Na figura 5.7 apresenta-se a relação entre a viscosidade de Casson e o teor de aditivo MHEC provavelmente existente nas pastas. A termogravimetria da fração fina da argamassa C indicou que aproximadamente 61% do aditivo existente na argamassa C passou pela peneira n^o.200. Portanto, para as demais argamassas foi considerada esta aproximação para o cálculo do teor de aditivo das pastas.

Figura 5.7 – Relação entre a viscosidade de Casson e o teor de MHEC da pasta.

O gráfico mostra que não há relação entre a viscosidade de Casson e o teor de aditivo. Cabe destacar que a análise do teor de MHEC foi realizada assumindo-se que não há diferença entre os tipos utilizados nas argamassas. É provável que como o aditivo MHEC está em pequena proporção nas pastas, o seu efeito de adsorção das moléculas de água seja pequeno, conseqüentemente a viscosidade da água se torna pouco alterada pela formação de gel. Neste caso, o impacto sobre a viscosidade da pasta acaba se tornando imperceptível. Portanto, o aprofundamento no estudo do efeito das características e teores de aditivos celulósicos na viscosidade das pastas se faz importante para trabalhos futuros.

A área superficial volumétrica das partículas não demonstrou relação com a viscosidade e a tensão de escoamento das pastas, conforme pode ser observado na Figura 5.8.

Figura 5.8 – Relação entre a tensão de escoamento de Casson e a viscosidade de Casson com a área superficial volumétrica das partículas.

5.2.3 – Resultados com o emprego de aditivo dispersante

Admitindo-se a aglomeração das partículas, a formulação das pastas foi alterada com o emprego de aditivo dispersante, visando determinar o efeito sobre a viscosidade. Foram testados vários teores de aditivo até que fosse obtido o teor que resultasse na menor viscosidade da pasta. O aditivo dispersante tem a função de desaglomerar as partículas, resultando em alteração da viscosidade, pois haverá um número maior de partículas pequenas

dispersas no sistema, devido à redução dos aglomerados de partículas que dificultam o fluxo do sistema.

O aditivo utilizado foi o naftaleno sulfonato em pó, de alto grau de condensação. É uma resina obtida por meio da polimerização do ácido naftalenossulfônico com formaldeído (HARTMANN, 2002). Na Figura 5.9 é apresentada a estrutura molecular do aditivo base naftaleno.

Figura 5.9 – Monômero de um poli-naftaleno sulfonato de sódio linear (RAMACHANDRAN ; MALHOTRA, 1998).

Como exemplo do efeito do aditivo naftaleno sulfonato sobre a viscosidade das pastas, na Figura 5.10 apresenta-se a curva de defloculação da pasta A, cujo teor que determinou sua viscosidade mínima foi considerado igual ou superior a 0,40%. Para as demais pastas, o teor de aditivo foi obtido no ponto de inflexão da curva de defloculação, ou seja, no ponto a partir do qual a viscosidade deixou de ser reduzida e começou a aumentar com o aumento do teor de aditivo, efeito não observado com a pasta A com os teores de aditivo testados.

Na Tabela 5.3, estão mostrados os teores que determinaram a viscosidade mínima das 6 pastas, indicando que os sistemas necessitaram de teores diferentes de aditivo dispersante, em função do grau de aglomeração das partículas. O teor de aditivo foi adicionado na argamassa para verificar se o efeito de redução da viscosidade da pasta será observado também na argamassa, tendo em vista que neste caso a pasta estará no sistema juntamente com a fração

graúda, e os efeitos do teor de ar incorporado devem ser considerados. Essa discussão será conduzida no capítulo 6.

Figura 5.10 – Curva de defloculação da pasta A com aditivo naftaleno sulfonato.

Tabela 5.3 – Teor de aditivo naftaleno para viscosidade mínima da pasta.

Pasta	Teor de aditivo naftaleno(%)
A	$\geq 0,40$
B	0,20
C	0,20
D	0,05
E	0,25
F	0,10

O teor de aditivo foi adicionado na argamassa para verificar se o efeito de redução da viscosidade da pasta será observado também na argamassa, tendo em vista que neste caso a pasta estará no sistema juntamente com a fração graúda, e os efeitos do teor de ar incorporado devem ser considerados. Essa discussão será conduzida no capítulo 6.

5.2.4 – Conclusão sobre a caracterização da fração passante na peneira nº.200

As pastas apresentam comportamento pseudoplástico com viscosidades diferentes nas taxas de cisalhamento aplicadas pelo equipamento. O teor de aditivo MHEC não apresentou relação com a viscosidade de Casson da pasta, devido aos baixos teores apresentados. Os sistemas se diferenciaram na área BET e na área superficial volumétrica, mas essas diferenças de características físicas não se refletiram diretamente na viscosidade e na tensão de escoamento das pastas. Os sistemas necessitaram de teores diferentes de aditivo dispersante, em função do grau de aglomeração das partículas. Cabe destacar a importância do estudo do efeito dos tipos e teores de MHEC na viscosidade das pastas, para corroborar as análises realizadas.

6 – CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS ARGAMASSAS COLANTES

Neste capítulo apresenta-se a caracterização do comportamento reológico das argamassas colantes de mercado pelo ensaio “Squeeze flow”. Os dados de composição química e física das argamassas, assim como a viscosidade das pastas, itens já discutidos em capítulos anteriores, embasarão a análise do comportamento reológico das argamassas.

6.1 Descrição do ensaio “Squeeze flow”

Na caracterização do comportamento reológico das argamassas colantes pelo ensaio “Squeeze flow”, o escoamento do material decorre da aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra no estado fresco, a qual ocasiona deslocamentos no seu interior devido aos esforços de cisalhamento radiais originados durante o fluxo.

O equipamento utilizado é uma máquina universal de ensaios (Instron 5569) comumente existente nos laboratórios de materiais de construção para a aplicação de carga em corpos-de-prova. A Figura 6.1 detalha os componentes do ensaio “Squeeze flow” adaptado para as argamassas colantes. A geometria do porta-amostra e do punção móvel responsável pela aplicação da carga foram adaptadas para as argamassas colantes visando representar a forma como as argamassas são aplicadas na prática, ou seja, com esforços de compressão sobre uma área de pequena espessura, simulando o esforço feito com a desempenadeira quando da aplicação da argamassa para o assentamento do revestimento cerâmico.

Figura 6.1 – Representação esquemática dos componentes do ensaio “Squeeze flow”.

O princípio do método reside no fato de que a deformação efetiva do material ocorre por cisalhamento radial quando a razão entre o diâmetro e a espessura da amostra for elevada ($D/h \gg 5$), tendo sido definido um porta-amostra com geometria cilíndrica de 1 cm de altura e 5 cm de diâmetro (MEETEN, 2000) ; (KOLENDA et al., 2003). O porta-amostra é feito de PVC e é dividido em quatro partes que se deslocam juntamente com a argamassa durante o ensaio. O PVC utilizado para o porta-amostra foi adotado num primeiro momento para o desenvolvimento do método, mas a característica adesiva da argamassa colante requer um material que amenize ainda mais a interferência do molde no ensaio, segundo a experiência adquirida no laboratório de Microestrutura do CPqDCC da EPUSP.

O punção móvel foi desenvolvido com o mesmo diâmetro da amostra, visando garantir a aplicação de carga sobre toda a superfície da mesma. Foi estabelecido inicialmente o deslocamento máximo de 3 mm para todas as argamassas; a velocidade de deslocamento

adotada foi mantida constante e igual a 0,1 mm/s por tratar-se de uma velocidade intermediária de ensaio que, a partir dos testes realizados, mostrou-se representativa para as argamassas em estudo. O deslocamento de 3 mm simula, provavelmente, esforços próximos das solicitações que a argamassa colante está sujeita na prática. O deslocamento de 7 mm foi também aplicado para se determinar a interferência da morfologia do agregado no desempenho das argamassas, pois neste caso o sistema terá muito pouca pasta, devido ao amplo deslocamento aplicado, e os agregados terão maior contato entre si.

A versatilidade apresentada por este ensaio pela adequação da sua programação de carga, deslocamento e tempo, permite simular situações encontradas na prática de solicitação do material no estado fresco. A argamassa colante é submetida a esforços de compressão pela desempenadeira denteada e também pela pressão manual do oficial pedreiro quando do posicionamento da placa cerâmica. Para a aplicação da argamassa, a viscosidade é o parâmetro reológico que define a sua facilidade de manuseio. Após a aplicação, a tensão de escoamento da argamassa passa a ser o parâmetro principal, pois define o posicionamento das placas sem escorregamento. A Figura 6.2 apresenta a curva resultante da relação carga vs tempo e o detalhamento dos indicativos característicos das argamassas. No gráfico está detalhada também a programação do ensaio pelo deslocamento imposto pelo punção móvel sobre a amostra.

O trecho (I) apresenta a evolução da carga de compressão e do deslocamento correspondente. Desta curva, obtém-se a carga máxima de compressão de cada argamassa para o deslocamento máximo do pistão do equipamento, fixado em 3 mm e 7 mm para se determinar o comportamento das argamassas sob níveis de deslocamentos distintos. Cada argamassa apresenta uma curva característica e, comparativamente, é possível determinar as argamassas que apresentam a maior carga de compressão. Cargas de compressão altas indicam argamassas com maior viscosidade, já que foi necessário aplicar uma carga maior para obter-

se um mesmo deslocamento. Cargas de compressão mais baixas indicam, por sua vez, argamassa com menor viscosidade.

Legenda: F_{Cx} , F_{Cy} = força de compressão; $F_{Cmáx}$ = força de compressão máxima; $F_{tmáx}$ = força de tração máxima; F_{tx} , F_{ty} = força de tração

Figura 6.2 – Detalhamento da curva carga vs tempo obtida no ensaio “Squeeze flow” e o detalhamento da programação de ensaio.

De um modo geral, o comportamento reológico que se espera para as argamassas colantes ao longo do ensaio, é o aumento da carga de compressão à medida que se aumenta o deslocamento do punção móvel, devido à aproximação das partículas da fração graúda da argamassa. Na prática, a análise comparativa entre as argamassas possibilita identificar as de maior facilidade de aplicação e conformação pelos dentes da desempenadeira.

Outro parâmetro reológico obtido com este ensaio é a tensão de escoamento do material, que é a relação entre a carga absorvida pelo material no estado elástico antes de ocorrer o escoamento, ou seja, antes de entrar no estado plástico, e a área de aplicação da carga. A tensão de escoamento permite determinar a capacidade da argamassa colante absorver o seu peso próprio e o peso da placa cerâmica, sem resultar em escorregamento próprio ou escorregamento da placa.

A Figura 6.3 mostra como foram obtidas as cargas de escoamento pelo gráfico carga vs deslocamento, outra curva resultante deste ensaio quando se analisa a evolução do deslocamento. A carga de escoamento é obtida pela interseção de duas retas, sendo a primeira reta traçada no trecho elástico e a outra reta tangente à curva seguinte. A relação entre a carga e a área de aplicação expressa a tensão de escoamento da argamassa. A área de aplicação da carga é igual à área do punção móvel.

Figura 6.3 – Determinação da carga de escoamento pelo gráfico carga vs deslocamento.

O trecho (II) mostra a relaxação da argamassa após a aplicação da carga máxima de compressão, ou seja, o acomodamento do material após solicitação. Através desta medida é possível conhecer a estabilidade ao fluxo da argamassa após solicitação mecânica, ou seja,

após aplicação e posicionamento da placa cerâmica. Argamassas com patamar muito extenso de relaxação apresentam menor estabilidade ao fluxo e estarão mais sujeitas ao escorregamento ou movimentação da placa cerâmica. Este trecho do ensaio não foi objetivo deste trabalho. O trecho (III) mostra a adesividade da argamassa. Quanto maior a carga de adesão, maior será a capacidade da argamassa aderir sobre a superfície do substrato e sobre o tardo do da placa.

Visando observar a influência da evaporação da água da mistura nas cargas de compressão e na adesividade, as medidas com as argamassas foram registradas logo após a mistura (tempo zero) e para os tempos 10, 20 e 30 minutos de exposição ao ambiente laboratorial.

O perfil da curva carga *vs.* deslocamento obtida pelo ensaio “Squeeze flow” com o controle do deslocamento, apresenta três regiões bem distintas, conforme demonstrado na Figura 6.4 .

Figura 6.4 – Perfil típico de carga *vs.* deslocamento de um ensaio Squeeze Flow realizado com deslocamento controlado. Estágio I: pequeno deslocamento - deformação elástica; estágio II: deslocamento intermediário - deformação plástica ou fluxo viscoso; estágio III: grande deslocamento – enrijecimento por deformação (CARDOSO et al., 2005).

O estágio I do gráfico é relativo a pequenos deslocamentos, mostrando a deformação elástica do material, havendo nesta região uma relação linear entre carga e deslocamento. Argamassas

com trecho longo nesta região, provavelmente apresentam tendência à fissuração, devido à recuperação elástica após a retirada do esforço.

O estágio II é relativo a deslocamentos intermediários, na qual a compressão supera as forças que mantinham o material sob comportamento elástico, ocorrendo a deformação. Esta é a região adequada para que seja analisado o comportamento da argamassa para a aplicação e espalhamento, pois as deformações ocorrem sem aumento significativo da força de compressão, indicando a facilidade ou não de manuseio da argamassa em obra.

No estágio III, há a necessidade de um aumento expressivo de carga de compressão para o mesmo deslocamento, pois o sistema se encontra mais tensionado e ocorre a aproximação dos agregados, mostrando a influência do atrito entre os mesmos. O detalhamento das 3 regiões do gráfico permite analisar os resultados obtidos com o “Squeeze flow”.

A argamassa colante foi misturada com água com o auxílio de um misturador mecânico conforme procedimento apresentado no anexo 4, seguindo a relação água/material seco indicada pelo fabricante. Foi adotado o procedimento estudado por ANTUNES et al. (2005), onde concluíram que a adição progressiva de água no pó é mais recomendável que o pó na água, pois a argamassa apresenta menor variabilidade de comportamento reológico, além da maior tendência de apresentar melhor extensão de aderência e, conseqüentemente, maior resistência de aderência.

O estudo da influência da seqüência de adição da água no comportamento reológico de concretos refratários desenvolvido por PILEGGI (2001), concluiu que quanto maior o teor de finos presentes mais acentuada é a diferença entre dosar toda a água em uma única etapa ou dosá-la fracionadamente. A adição direta de água na mistura mostrou-se menos eficiente que a adição fracionada, pois o misturador não forneceu energia suficiente para romper os aglomerados de partículas (PILEGGI, 2001). Desta forma, no programa experimental deste

trabalho a água de amassamento foi adicionada fracionadamente ao pó, com auxílio de um funil tipo pêra com torneira dosadora, com a argamassadeira ligada em velocidade baixa.

6.2 – Análise dos resultados de “Squeeze flow”

O perfil das curvas obtido no ensaio “Squee flow” para as argamassas colantes, sem tempo de repouso, está apresentado na Figura 6.5 .

Figura 6.5 – Perfil da curva carga vs deslocamento das argamassas colantes para deslocamento 3 mm, sem tempo de repouso, obtidas com o ensaio “Squeeze flow”.

As curvas apresentadas na Figura 6.5 demonstram que as argamassas colantes apresentam características reológicas diferentes, pois cada argamassa mostrou capacidade distinta de absorção do carregamento de compressão imposto pelo punção móvel do equipamento. A argamassa C, que apresentou maior carga máxima de compressão que as demais, apresentará maior dificuldade ao espalhamento e deformação dos cordões. A argamassa F, por ter se apresentado muito fluida frente às demais, mostrará facilidade ao espalhamento e formação dos cordões, provavelmente até em excesso, com possível deslizamento da placa.

Como não foi possível obter um parâmetro do esforço aplicado pelo oficial pedreiro para o espalhamento e formação dos cordões de argamassa, não cabe afirmar que a argamassa C não proporcionará um espalhamento satisfatório e formação de cordões; provavelmente as seis argamassas estudadas são aplicáveis. A análise que está sendo colocada é comparativa e os resultados obtidos estão restritos para a relação água/materiais secos indicada pelo fabricante.

6.2.1 – Influência da composição

Na Tabela 6.1 estão agrupados os resultados de caracterização da composição das argamassas e das pastas e os resultados dos ensaios reológicos.

Analizando-se os resultados do ensaio “Squeeze flow” com os dados obtidos na análise da composição das argamassas, conclui-se que o principal parâmetro influente no desempenho das argamassas em estudo foi a distribuição granulométrica da fração graúda. No capítulo 5 (item 5.6) foi observado que as argamassas apresentam distribuição granulométrica diferente na fração graúda. As argamassas A, C e D apresentaram distribuição estreita, o que reduz a distância média de separação entre as partículas e dificulta o fluxo. Esse efeito foi observado no ensaio, onde essas argamassas apresentaram as maiores cargas de compressão.

Outros parâmetros influenciaram também o comportamento reológico das argamassas, como: teor de ar incorporado, morfologia dos agregados e viscosidade da pasta. O ar incorporado auxilia na redução do atrito entre os agregados da argamassa, beneficiando o seu fluxo. Grãos arredondados e pouco alongados possibilitam também este efeito. Ambos os fatores contribuem para a minimização da interferência do agregado na carga de compressão da argamassa. A viscosidade da pasta também é fator influente: pastas muito viscosas dificultam o fluxo da argamassa.

Tabela 6.1 – Tabela geral de resultados dos ensaios de caracterização das argamassas.

Resultados dos ensaios	Argamassa colante					
	A	B	C	D	E	F
Teor de água (ml/kg)	230	220	200	230	230	200
Ensaio NBR 14081:						
Deslizamento (mm)	0,5	0,5	0,7	3,4	1,1	5,9
Tempo em aberto 5 minutos (MPa)	0,6	0,5	0,5	0,8	0,5	0,2
Resistência de aderência cura normal	0,7	0,7	0,7	0,8	0,7	0,3
Caracterização da composição:						
% fração passante na peneira 200	21,8	20,9	22,8	27,2	19,4	21,8
% fração retida na peneira 200	78,2	79,1	77,2	72,8	80,6	78,2
% cimento - fração passante na peneira 200	60,99	79,47	68,09	58,40	79,78	72,54
% cimento - fração retida na peneira 200	3,28	5,17	2,92	2,76	2,96	4,74
% cimento	15,86	20,70	17,77	17,90	17,86	19,52
% agregado	74,75	75,80	74,67	70,67	80,27	74,31
% agregado $\varnothing \geq 0,6$ mm	0,5	2,5	5,0	0,6	1,1	2,8
% agregado $0,6 \text{ mm} > \varnothing \geq 0,3$ mm	4,3	28,1	13,0	5,4	22,9	32,8
% agregado $0,3 \text{ mm} > \varnothing \geq 0,15$ mm	42,0	35,8	47,0	51,2	24,8	33,1
% fíler calcário	9,39	3,50	7,55	11,44	1,87	6,17
% aditivo MHEC	0,12	0,13	0,12	0,15	0,12	0,12
% ar incorporado	28,2	21,9	22,9	15,7	15,5	26,6
Densidade de massa específica – estado anidro (g/cm ³)	2,66	2,67	2,64	2,65	2,63	2,64
Densidade de massa específica – estado fresco (g/cm ³)	1,46	1,60	1,60	1,71	1,70	1,52
Coeficiente de alongamento dos grãos	0,728	0,717	0,715	0,683	0,701	0,745
Coeficiente de arredondamento dos grãos	0,518	0,515	0,504	0,495	0,492	0,616
Distribuição granulométrica	estreita	aberta	+estreita	estreita	+aberta	aberta
Caracterização da fração passante na peneira nº200:						
Área BET da fração passante na peneira 200 (m ² /g)	0,65	0,69	1,31	1,06	0,88	1,16
Densidade de massa específica - estado anidro (g/cm ³)	2,92	2,95	2,83	2,85	2,90	2,87
Área superf. Volum. - fração pass. peneira 200 (m ² /cm ³)	1,90	2,04	3,71	3,02	2,55	3,33
Teor de água da pasta (ml/g)	1,1	1,1	0,9	0,9	1,2	0,9
Teor de aditivo naftaleno das pastas (%)	≥ 0,40	0,20	0,20	0,05	0,25	0,10
Caracterização do comportamento reológico:						
Viscosidade de Casson - pastas (mPa.s)	64	66	45	21	66	87
Tensão de escoamento de Casson - pastas (N/m ²)	36	104	151	239	29	57
Carga máxima de compressão-“Squeeze” desloc.3mm(N)	1,26	1,04	1,54	1,21	0,62	0,48
Carga máxima de compressão-“Squeeze” desloc.7mm(N)	3,02	3,56	4,35	3,56	2,60	1,50
Tensão de escoamento (N/m ²)	165	178	291	188	133	78,5

Analisando-se conjuntamente as argamassas com alta carga de compressão (A, C e D), verifica-se que a granulometria se diferencia das demais, por ser estreita. Para a argamassa C, cuja carga máxima de compressão superou as demais, a distribuição granulométrica estreita foi decisiva nesse desempenho, apesar do teor de ar incorporado relativamente alto e viscosidade intermediária da pasta. Na argamassa A, a distribuição granulométrica estreita juntamente com a alta viscosidade da pasta superaram o efeito do alto teor de ar incorporado, resultando numa carga de compressão inferior à C. Na argamassa D, o baixo teor de ar incorporado, juntamente com a distribuição granulométrica estreita, resultou em alta carga de compressão; não mais alta que a mostrada pela C, pois a argamassa D apresentou a pasta menos viscosa, indicando também a provável influência da viscosidade da pasta.

Apesar das similaridades de distribuição granulométrica entre essas argamassas, as cargas máximas de compressão foram diferentes, provavelmente devido ao efeito conjunto do alto teor de ar incorporado na argamassa A e ao efeito da baixa viscosidade da pasta na argamassa D, ambos os fatores que supostamente contribuíram para reduzir a carga de compressão. As características morfológicas dos agregados dessas argamassas foram semelhantes, não havendo, provavelmente, influência deste parâmetro na análise qualitativa apresentada.

As menores cargas de compressão foram apresentadas pelas argamassas E e F. Ambas as argamassas apresentaram distribuição granulométrica aberta, mas se diferenciaram quanto ao teor de ar incorporado e viscosidade da pasta. Para a argamassa E, a granulometria foi decisiva na carga de compressão, ou seja, teve seu efeito prevalecido sobre o baixo teor de ar incorporado e viscosidade intermediária da pasta. A baixa carga de compressão apresentada pela argamassa F foi resultante do alto teor de ar incorporado, da distribuição granulométrica aberta e das características morfológicas dos grãos que se destacaram pela baixa rugosidade. Todos esses fatores superaram o efeito da alta viscosidade da pasta apresentada por esta argamassa.

A argamassa B, por sua vez, apresentou uma situação intermediária de comportamento no “Squeeze flow”, no teor de ar incorporado e na viscosidade da pasta, que agiram em conjunto com a distribuição granulométrica aberta.

A Tabela 6.2 resume a análise qualitativa exposta. Os parâmetros influentes, cujos resultados são numéricos, estão indicados nessa tabela em alto (a), intermediário (a) ou baixo (a). A morfologia está classificada em irregular e regular. Quando a argamassa se destacou em algum parâmetro é utilizado o sinal de + ou –.

Tabela 6.2 – Resumo da análise qualitativa das argamassas.

Argamassa	Carga de compressão (N)	Viscosidade da pasta (mPa.s)	Distribuição granulométrica	Teor de ar incorporado (%)	Morfologia das partículas (coef.arred.)
A^(B)	Alta (1,26)	Intermediária (64)	estreita	+ Alto (28,2)	Irregular (0,518)
B^(B)	Intermediária (1,04)	Intermediária (66)	aberta	Intermediário (21,9)	Irregular (0,515)
C^(M)	+ Alta (1,54)	Interm/baixa (45)	+ estreita	Alto (22,9)	Irregular (0,504)
D^(R)	Alta (1,21)	Baixa (21)	estreita	Baixo (15,7)	Irregular (0,495)
E^(M)	Baixa (0,62)	Intermediária (66)	+ aberta	+ Baixo (15,5)	Irregular (0,492)
F^(R)	+ Baixa (0,48)	Alta (87)	aberta	Alto (26,6)	Regular (0,616)

Na Tabela 6.2 estão destacados os parâmetros que pela análise qualitativa, mostraram indicativos de maior influência no comportamento reológico das argamassas colantes estudadas. Provavelmente a distribuição granulométrica das argamassas foi o fator de maior influência na carga de compressão apresentada no “Squeeze flow”. O teor de ar incorporado veio na sequência como o segundo parâmetro com indicativos de maior influência. Em algumas situações a pasta se apresentou com comportamento viscoso contrário ao da

argamassa, mas é provável que a viscosidade da pasta tenha influenciado a carga máxima de compressão das argamassas, com impacto menor ao apresentado pela granulometria e pelo teor de ar incorporado.

A semelhança entre as morfologias dos agregados não permitiu a verificação da sua influência sobre o comportamento reológico, a menos da argamassa F, cujos grãos arredondados atuaram juntamente com o ar incorporado e com a distribuição granulométrica e reduziram a carga de compressão da argamassa.

Com a análise qualitativa dos resultados foi possível observar que é provável que tenha ocorrido uma ação sinérgica entre distribuição granulométrica, teor de ar incorporado, viscosidade da pasta e morfologia, sobre a carga máxima de compressão obtida no ensaio “Squeeze flow”.

6.2.2 – Influência do tempo de repouso

Os gráficos da Figura 6.6 mostram os perfis das curvas em função do tempo de repouso. O repouso foi mantido em ambiente laboratorial durante 10, 20, 30 e 40 minutos após mistura, anteriormente ao ensaio. Na Figura 6.7 estão apresentadas as cargas máximas de compressão em função do tempo de repouso.

As argamassas apresentaram aumento gradativo da carga ao longo do tempo, devido ao enrijecimento da superfície da amostra pela exposição ao ambiente. Considerando-se os tempos 0 e 40 minutos, as variações de carga estiveram entre 54%(argamassa D) e 74% (argamassa C). A argamassa F teve um aumento expressivo da carga após 40 minutos de repouso, com o valor sendo praticamente duplicado.

Quanto ao perfil das curvas, o estágio elástico (estágio I da Figura 6.4) mostrou-se curto para todas as argamassas e foi ultrapassado com tensões de escoamento aumentadas em função do tempo de repouso. As argamassas se tornaram mais viscosas com o tempo, de forma que, pelo

perfil das curvas, o estágio elástico foi se tornando mais pronunciado devido ao aumento da tensão de escoamento, principalmente após 40 minutos de repouso. Todas as argamassas colantes responderam à deformação de 3 mm com comportamento viscoso (estágio II da Figura 6.4) ao longo de todo o ensaio, após o estágio elástico.

Figura 6.6 – Perfil da curva carga vs deslocamento das argamassas colantes, para os tempos de repouso 0, 10, 20 30 e 40 min de repouso, obtida no ensaio “Squeeze flow”.

Figura 6.7 – Cargas máximas de compressão em função do tempo de repouso.

As argamassas B, D e E apresentaram uma sutil mudança no perfil da curva para os tempos de repouso de 30 e 40 minutos, mostrando enrijecimento interior (estágio III da Figura 6.4), necessitando com isso de cargas superiores para absorver o deslocamento imposto. Na prática, essas três argamassas apresentariam maior dificuldade ao espalhamento e formação de cordões após 30 minutos de mistura.

De um modo geral pode-se concluir que as argamassas colantes sofreram influência do tempo de repouso sobre a carga de compressão no “Squeeze flow” e se mantiveram no estágio II da curva durante os 40 minutos de repouso, ou seja, com comportamento viscoso, exceto as argamassas B, D e E que apresentaram enrijecimento por deformação após 30 e 40 minutos, atingindo o estágio III da curva (Figura 6.4).

A maior dificuldade ao esforço de compressão no ensaio “Squeeze flow” também se reflete em maiores tensões de escoamento das argamassas, como mostra o gráfico da Figura 6.8. Foi observada relação entre as tensões de escoamento e as cargas máximas de compressão obtidas para todos os tempos de repouso, entre todas as argamassas estudadas. A tensão de escoamento é uma medida indireta da capacidade coesiva da argamassa. Quanto maior a

tensão de escoamento maior será a coesão da argamassa e, para a argamassa colante, maior a carga de compressão.

Figura 6.8 – Relação entre a tensão de escoamento e a carga máxima de compressão das argamassas, para deslocamento 3 mm, obtida no ensaio “Squeeze flow”.

6.2.3 – Efeito da intensidade do deslocamento de compressão

Na Figura 6.9 está mostrada uma ilustração esquemática do estado de compressão no qual se encontra a argamassa para os dois deslocamentos utilizados no ensaio “Squeeze flow”: 3 mm e 7 mm de deslocamento, indicando o cisalhamento interno.

No deslocamento de 7 mm a quantidade de pasta é reduzida à medida que a compressão vai sendo intensificada. Os agregados se aproximam com a expulsão crescente de pasta do sistema e, conseqüentemente, a sua interferência na carga de compressão se torna mais pronunciada devido ao imbricamento.

Na Figura 6.10 mostra-se o perfil das curvas para ambos os deslocamentos. Na Figura 6.11 estão mostradas as cargas máximas de compressão apresentadas pelas argamassas para ambos os deslocamentos.

a)

b)

Figura 6.9 – Desenho esquemático do estado de compressão da pasta e dos agregados no ensaio “Squeeze flow”: a) deslocamento de 3 mm; b) deslocamento de 7 mm.

As cargas máximas de compressão das argamassas sofreram aumento com o deslocamento de 7 mm. As argamassas que apresentaram as maiores cargas máximas de compressão no deslocamento de 3 mm mantiveram este comportamento no deslocamento de 7 mm, atingindo-as com níveis distintos de dificuldade. As argamassas B, C e D necessitaram de maior carga (2,5 a 3N) para atingir o maior deslocamento. Para a argamassa F, 1 N foi suficiente. A maior ou menor carga indica maior ou menor interferência do atrito dos agregados no fluxo da argamassa.

Analisando-se o perfil das curvas, observa-se alteração para todas as argamassas, pois os sistemas se apresentaram mais tensionados devido ao aumento do deslocamento. Para todas as argamassas, o trecho viscoso (região II) atingido com o deslocamento de 3 mm foi ultrapassado e a curva atingiu a região III com o deslocamento de 7 mm, no qual as deformações ocorrem sob aumento expressivo da carga de compressão. Pelo perfil das curvas para 7 mm de deslocamento foi possível observar que o imbricamento das partículas ocorre

em média a partir de 4 mm de deslocamento, momento a partir do qual o perfil da curva começa a ser alterado de côncavo para convexo indicando a necessidade de altas cargas para a deformação da argamassa, pois o esforço de compressão passa a ser aplicado sobre os agregados e não mais sobre a pasta que se encontra em pequena quantidade no sistema. Observa-se também que os resultados do ensaio “Squeeze flow” são repetitivos, pois a curva para deslocamento de 7 mm seguiu a orientação da curva para deslocamento de 3mm, ultrapassando-a com resultados bem próximos.

Figura 6.10 – Perfil da curva carga vs deslocamento para deslocamento 3 mm e 7 mm obtida no ensaio “Squeeze flow”.

Figura 6.11 – Carga máxima de compressão em função do deslocamento aplicado no “Squeeze flow”: 3 mm e 7 mm.

Para evidenciar a influência morfológica do agregado no comportamento reológico das argamassas, os resultados de carga de compressão com deslocamento de 7 mm foram relacionados com variáveis morfológicas: coeficiente de arredondamento, coeficiente de alongamento, corda máxima e corda mínima, conforme mostra a Figura 6.12. Cada variável está sendo representada nos gráficos pelo seu resultado médio, obtido à partir dos resultados proporcionais de cada fração de grãos, apresentados no capítulo 4.

Os resultados mostram que as variáveis morfológicas apresentadas estão relacionadas com o desempenho reológico das argamassas. As cordas máxima e mínima dos agregados apresentaram maior correlação com a carga máxima de compressão do ensaio “Squeeze flow”. Conforme esperado, agregados com maiores cordas resultam em maior dificuldade ao espalhamento da argamassa e formação de cordões. Essa tendência de comportamento se mostrou evidenciada para as argamassas A, B, C, D e F.

Figura 6.12 – Relação entre a carga máxima de compressão obtida no ensaio “Squeeze flow” e variáveis morfológicas dos agregados.

6.2.4 – Relação do ensaio “Squeeze flow” com a resistência de aderência da norma

Na Figura 6.13 estão apresentados os resultados de resistência de aderência das argamassas obtidos pelo ensaio normativo e as respectivas cargas máximas de compressão, com o objetivo de se identificar a existência de relação entre os resultados dos ensaios.

Com os resultados disponíveis não foi possível evidenciar uma boa relação entre as variáveis, pois argamassas com cargas de compressão diferentes apresentaram a mesma resistência de aderência. O que se espera em termos de comportamento é que argamassas com maior carga de compressão (maior viscosidade) apresentem menor resistência de aderência, tendo-se em vista a maior dificuldade de aplicação e de preenchimento da rugosidade responsável pela ancoragem da argamassa na interface.

Figura 6.13 – Representação da relação entre resistência de aderência e carga máxima de compressão no “Squeeze flow” para as argamassas colantes.

Uma hipótese é que a imprimação do substrato estabelecida no procedimento de ensaio normativo, executada anteriormente à aplicação da argamassa e formação dos cordões, tenha anulando o efeito das características reológicas da argamassa sobre a sua penetração no substrato. Desta forma, não é possível obter uma conclusão sobre o impacto da reologia na resistência de aderência, pois a imprimação não permite a observação do fenômeno que pode ocorrer na prática que é a ruptura na interface substrato/argamassa. Cabe destacar ainda que o método normativo prescreve este tipo de ruptura.

Um outra hipótese se relaciona ao fato de as tensões reais de aplicação da argamassa colante poderem ser maiores às verificadas para a deformação de 3 mm adotada no ensaio “Squeeze flow”. Os materiais em grandes deformações podem apresentar características diferentes das observadas em deformações menores. Esse comportamento não foi observado para as argamassas colantes que, com o deslocamento de 7 mm, apresentaram aumento proporcional da carga, ou seja, a relação das cargas máximas com a resistência de aderência é praticamente a mesma.

6.3 – Análise do fenômeno “deslizamento”

Em sistemas concentrados como no caso das argamassas colantes, maior carga de compressão está relacionada com maior tensão de escoamento, conforme mostrado na Figura 6.8, ou seja, menor possibilidade de deslizamento, no entanto, maior dificuldade de espalhamento e formação de cordões. O que se almeja na prática de obra é uma situação intermediária, na qual a argamassa apresente facilidade de formação de cordões e não deslize após a aplicação da placa cerâmica.

Na Tabela 6.3 estão calculadas as tensões que as argamassas colantes de mercado caracterizadas na pesquisa estarão sujeitas quando aplicadas no revestimento, considerando-se 3 dimensões de placa cerâmica passíveis de serem utilizadas em revestimentos de ambientes internos: 25 x 40 cm , 20 x 20 cm e 15 x 15 cm. A argamassa deverá suportar o seu peso próprio e o peso da placa cerâmica para que não ocorra o deslizamento. Para placas com área superior a 900 cm², os fabricantes indicam o emprego da desempenadeira denteada 8 x 8 mm e a aplicação da argamassa também no tardo da placa cerâmica. A tensão foi calculada com base na seguinte expressão:

$$\sigma = h \cdot \rho \cdot g, \text{ sendo:}$$

h = espessura de argamassa (cm);

ρ = densidade da argamassa no estado fresco acrescida da densidade da placa cerâmica (g/cm³);

g = aceleração da gravidade = 9,8 m/s².

A argamassa F apresentou-se inadequada para o uso, pois a tensão de escoamento é inferior inclusive a situação menos crítica de dimensão de placa (azulejo 15 x15 cm). Observa-se que as demais argamassas apresentaram tensão de escoamento suficiente para suportar as placas consideradas e o seu peso próprio. Argamassas com tensão de escoamento inferior à requerida no revestimento sofrerão deslizamento ao receberem a placa cerâmica e comprometerão a aderência do revestimento.

Tabela 6.3 – Cálculo da tensão aplicada pelo revestimento.

Argamassa colante	Tensão de escoamento da argamassa, obtida pelo “Squeeze flow” (N/m ²)	Tensão aplicada (N/m ²)		
		Placa 25 x 40 cm x 8 mm Peso da placa = 1326 g espessura _{arg} = 4mm	Placa 20 x 20 cm x 6,8 mm Peso da placa = 482 g espessura _{arg} = 3 mm	Placa 15 x 15 cm x 4,2 mm Peso da placa = 170,6 g espessura _{arg} = 3 mm
A^(B)	165	122	95	96
B^(B)	178	127	99	100
C^(M)	291	127	99	100
D^(R)	188	132	102	103
E^(M)	133	132*	102	103
F^(R)	78,5	125	97	98

Obs: as hachuras indicam que a argamassa não atenderá a tensão de escoamento necessária.

(*) resultado considerado próximo à tensão de escoamento da argamassa, portanto a mesma atende à solicitação da placa.

6.3.1 – Ensaio de deslizamento da norma brasileira

O ensaio de deslizamento preconizado na norma brasileira especifica o deslizamento máximo de 0,7 mm e foi adotado como parâmetro de qualidade para escolher as 6 argamassas colantes da pesquisa, conforme apresentado no detalhamento do programa experimental. Comparando os resultados obtidos neste ensaio com as tensões de escoamento determinadas no ensaio “Squeeze flow”, observa-se que os ensaios não apresentam boa relação, conforme mostra a Figura 6.14. O resultado do ensaio de deslizamento é uma dimensão em milímetros que não indica se o deslizamento ocorreu devido à baixa tensão de escoamento da argamassa ou se foi proveniente do escorregamento da placa cerâmica na interface com a argamassa, duas situações possíveis de ocorrer na prática. Na Tabela 6.4 está a tensão aplicada no ensaio de deslizamento e a tensão de escoamento obtida no ensaio “Squeeze flow”, com o objetivo de analisar e comparar as situações ocorridas com as argamassas estudadas.

Figura 6.14 – Relação entre a tensão de escoamento obtida pelo ensaio “Squeeze flow” e o resultado do ensaio de deslizamento da norma brasileira.

Analisando-se a Tabela 6.4 observa-se que as argamassas D, E e F apresentaram deslizamento superior ao limite máximo estabelecido pela NBR 14081 (0,7 mm). O deslizamento dessas argamassas deve ter sido proveniente de causas distintas, pois a argamassa D apresentou tensão de escoamento superior à tensão aplicada no ensaio da norma e as argamassas E e F apresentaram tensão de escoamento igual ou inferior, respectivamente, à tensão aplicada.

É provável que o deslizamento da argamassa D tenha ocorrido pelo escorregamento da placa cerâmica na interface com a argamassa, pois como a mesma apresentou pasta com a mais baixa viscosidade (Tabela 5.2), a pasta fluida deve ter provocado o deslizamento pelo escorregamento da placa. Um efeito da fluidez da pasta pode ser observado no perfil da curva da argamassa D (anexo 5), no trecho de adesividade, obtida no ensaio “Squeeze flow”, no qual a mesma apresentou um patamar mais longo para estabilizar a carga máxima de tração, mostrando provavelmente o efeito de forças capilares na superfície, devido à presença de pasta fluida.

Tabela 6.4 – Tensão de escoamento das argamassas pelo “Squeeze flow” e tensão aplicada no ensaio de deslizamento.

Argamassa colante	Tensão de escoamento da argamassa, obtida pelo “Squeeze flow” (N/m ²)	Tensão aplicada no Ensaio de Deslizamento Placa do ensaio 10 x 10 cm x 6,8 mm Peso = 195 g (N/m ²)	Deslizamento (mm)	Provável causa do deslizamento
A^(B)	165	127	0,5	*
B^(B)	178	132	0,5	*
C^(M)	291	132	0,7	*
D^(R)	188	135	3,4	Escorregamento da placa
E^(M)	133	134	1,1	Escoamento da argamassa
F^(R)	78,5	129	5,9	Escoamento da argamassa

Obs: * Argamassas com deslizamento muito pequeno, portanto não foram consideradas para a análise da causa do fenômeno; argamassas em conformidade com o limite de especificação da NBR 14081 para este ensaio.

As argamassas E e F apresentaram comportamento diferente da D. O deslizamento da argamassa F deve ter ocorrido devido à baixa tensão de escoamento, resultando no seu escoamento. A situação da argamassa E foi semelhante, ou seja, o deslizamento provavelmente ocorreu também pelo escoamento da argamassa. Como a tensão de escoamento da argamassa E foi superior à apresentada pela argamassa F e bem próxima da tensão aplicada no ensaio, o seu deslizamento foi inferior à F. Ambas as argamassas apresentaram pico de carga máxima de tração no ensaio “Squeeze flow”, mostrando o comportamento viscoso da argamassa, diferente do observado com a argamassa D. Na Figura 6.15 mostram-se os perfis das curvas das argamassas D, E e F, enfatizando-se a diferença de comportamento no trecho de adesividade (a partir de 90 segundos de ensaio).

Figura 6.15 – Perfil das curvas carga vs tempo das argamassas D, E e F, em função do tempo de repouso, obtidas no ensaio “Squeeze flow”.

Na Figura 6.16 estão resumidas as cargas máximas de tração em função do tempo de repouso, obtidas dos gráficos do anexo 5. A menos da argamassa C, todas as demais apresentaram adesividade progressiva até pelo menos 20 minutos após o repouso. De um modo geral, as argamassas com maior deslizamento (D, E e F) apresentaram carga máxima de tração inferior no “Squeeze flow”, mostrando indicativos da relação da adesividade das argamassas, obtida neste ensaio, com o seu deslizamento.

O ensaio “Squeeze flow” contribuiu para o entendimento dos resultados do ensaio de deslizamento estabelecido na norma brasileira. O resultado do ensaio da norma (NBR 14085) não permite o pleno entendimento das características de escoamento da argamassa e, portanto, não possibilita o ajuste do produto, pois não indica a causa do deslizamento. O “Squeeze flow”, pela tensão de escoamento e pelo comportamento à adesão das argamassas colantes estudadas, possibilitou explicar o deslizamento a partir de dois modelos hipotéticos

apresentados na Figura 6.17: deslizamento da placa cerâmica proveniente do escoamento da argamassa e deslizamento da placa cerâmica na interface com a argamassa devido à baixa viscosidade da pasta.

Figura 6.16 – Cargas máximas de tração em função do tempo de repouso.

Figura 6.17 – Modelos hipotéticos de deslizamento: a) deslizamento da argamassa; b) deslizamento da placa cerâmica na interface com a argamassa.

6.4 – Efeito do emprego de aditivo dispersante

No capítulo 5 foi determinado o teor de aditivo dispersante que resultou em menor viscosidade da pasta. Neste item é discutido o efeito deste aditivo sobre o desempenho reológico da argamassa, ou seja, se a redução de viscosidade observada na pasta se refletirá na redução da carga máxima de compressão da argamassa. O aditivo empregado foi o mesmo utilizado para a pasta, o naftaleno sulfonato, no mesmo teor, corrigido para a proporção de pasta na argamassa.

Nos gráficos da Figura 6.18 estão apresentadas as curvas que representam comparativamente o desempenho reológico das argamassas com e sem aditivo. O aditivo naftaleno não apresentou o efeito esperado de redução da carga de compressão das argamassas conforme pode ser visto nos gráficos, com exceção da argamassa A. A Figura 6.19 ilustra as diferenças de carga determinadas, com e sem dispersante, e os respectivos teores de ar incorporado das misturas. A adição do dispersante naftaleno reduziu o ar incorporado. Estes resultados ressaltam o efeito contrário de ambos os aditivos: enquanto o aditivo MHEC incorporou ar, o naftaleno sulfonato o eliminou, desestabilizando as bolhas de ar formadas na mistura.

Não era objetivo deste estudo a seleção de um aditivo dispersante, tendo sido escolhido o naftaleno sulfonato, comercializado como dispersante. Apresenta alto grau de condensação, portanto de massa molecular elevada, sendo esta possivelmente a causa do efeito negativo. Na Figura 6.20 está apresentada uma tentativa de relacionamento entre os teores de naftaleno e de MHEC, e a redução do teor de ar incorporado. Visualiza-se uma tendência de comportamento entre as argamassas: aumento da redução do teor de ar em função do aumento do teor de naftaleno. Assim sendo, é necessário um estudo detalhado da compatibilidade entre esses dois tipos de aditivos.

Figura 6.18 – Desempenho reológico das argamassas com e sem aditivo dispersante.

Figura 6.19 – Comparativo entre as cargas máximas de compressão e os teores de ar incorporado, sem aditivo e com aditivo naftaleno.

Figura 6.20 – Efeito do teor de aditivo naftaleno na redução das bolhas de ar dos sistemas.

6.5 – Conclusões sobre a caracterização reológica da argamassa

Pelos resultados apresentados é possível concluir que o “Squeeze flow” é um ensaio com repetibilidade e adequado para caracterizar o comportamento reológico das argamassas. As mesmas apresentam características reológicas diferentes, pois cada argamassa mostrou capacidade distinta de absorção do carregamento de compressão imposto pelo punção móvel do equipamento.

Quanto à influência da composição, com a análise qualitativa dos resultados foi observado que há uma ação sinérgica entre a distribuição granulométrica, teor de ar incorporado, viscosidade da pasta e morfologia, sobre a carga máxima de compressão da argamassa. A distribuição granulométrica se apresentou como parâmetro de maior influência para as argamassas estudadas.

As argamassas sofreram influência do tempo de repouso sobre a carga de compressão no “Squeeze flow”, mas se mantiveram com comportamento viscoso durante pelo menos 30 minutos de repouso. A maior dificuldade ao esforço de compressão neste ensaio também se refletiu em maiores tensões de escoamento das argamassas.

No comportamento sobre alto esforço de compressão (deslocamento de 7 mm), todas as argamassas praticamente triplicaram a carga máxima de compressão apresentada com o deslocamento de 3 mm.

A carga máxima de compressão e o resultado de resistência de aderência pelo método normativo não apresentaram relação, provavelmente devido à imprimação do substrato estabelecida no método que acaba anulando o efeito das características reológicas da argamassa sobre a sua penetração no substrato, e impedindo a verificação do impacto da reologia na resistência de aderência.

O ensaio “Squeeze flow”, através da tensão de escoamento, da carga máxima de tração e do perfil da curva no trecho indicativo de adesividade, possibilitou o entendimento do fenômeno de deslizamento através de dois modelos hipotéticos: deslizamento devido à baixa tensão de escoamento da argamassa ou deslizamento devido ao escorregamento da placa cerâmica na interface com a argamassa. O resultado de deslizamento da norma não possibilita ao fabricante de argamassa incidir sobre a melhoria do seu produto, pois o resultado do ensaio é uma dimensão em milímetros que não explica a causa do fenômeno.

O emprego do aditivo dispersante naftaleno sulfonato, por sua vez, não proporcionou redução na carga máxima de compressão das argamassas estudadas, devido à redução do teor de ar incorporado. Estes resultados ressaltam a necessidade de um estudo detalhado sobre os aditivos dispersantes em argamassas colantes, tendo em vista o efeito contrário entre os aditivos naftaleno e o MHEC.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

7.1 Conclusões

A pesquisa resultou em avanços no conhecimento do comportamento reológico de argamassas colantes comerciais. A partir da caracterização da composição físico-química foi possível estabelecer os fatores influentes nesse comportamento, indicando para o fabricante de argamassas subsídios para o seu ajuste. O entendimento do fenômeno de deslizamento, a partir do “Squeeze flow”, permitiu a indicação de modelos hipotéticos de comportamento das argamassas, contribuindo para o seu desenvolvimento tecnológico.

Os resultados da presente pesquisa permitem as seguintes conclusões:

“Squeeze flow” como ferramenta de ensaio

- O ensaio “Squeeze flow” se mostrou adequado para caracterizar o comportamento reológico das argamassas colantes. As curvas de carga *vs* deslocamento e carga *vs* tempo são suficientes para a compreensão do comportamento reológico das argamassas, através do seu perfil e dos níveis de carga atingidos.
- É um ensaio fácil de ser implantado em laboratórios, pois utiliza uma prensa universal de ensaios. Apresentou sensibilidade para diferenciar as argamassas colantes estudadas.

Desempenho reológico das argamassas colantes estudadas

- As argamassas apresentam diferenças de composição físico-química. A distribuição granulométrica é o fator de maior influência no comportamento reológico das argamassas. Outros parâmetros como: teor de ar incorporado, morfologia dos

agregados e viscosidade da pasta também se mostraram influentes. As diferenças de comportamento reológico das argamassas decorrem de ação sinérgica entre esses parâmetros da composição.

- O aditivo MHEC não mostrou relação com a viscosidade da pasta.
- A maior dificuldade apresentada pelas argamassas ao esforço de compressão no ensaio “Squeeze flow” também se refletiu em maiores tensões de escoamento, considerando-se inclusive a influência do tempo de repouso. As argamassas mantiveram comportamento viscoso após pelo menos 30 minutos de exposição ao ambiente laboratorial, apresentando enrijecimento por deformação após este tempo.
- As argamassas apresentaram comportamento reológico diferente em amplo deslocamento (7mm) no “Squeeze flow”, devido provavelmente ao imbricamento dos agregados. Atingiram este deslocamento ampliando a carga de compressão, em função da maior ou menor interferência do atrito dos mesmos no seu fluxo. A morfologia dos agregados, apesar de semelhante entre as argamassas, pôde ser relacionada com a carga máxima de compressão resultante do amplo deslocamento.
- A análise entre a resistência de aderência da norma e as cargas máximas de compressão obtidas pelo “Squeeze flow”, permitiu verificar que a imprimação do substrato estabelecida no método acabou anulando o efeito das características reológicas da argamassa sobre a sua penetração no substrato, e impedindo a verificação do impacto da reologia na resistência de aderência.
- A tentativa de observar o efeito de aditivo dispersante no desempenho reológico das argamassas, mostrou que o aditivo dispersante naftaleno sulfonato não proporciona redução na carga máxima de compressão das argamassas colantes, devido à redução do teor de ar incorporado. O efeito contrário entre o aditivo naftaleno e o MHEC

indicam a necessidade de um estudo detalhado sobre os aditivos dispersantes em argamassas colantes.

Entendimento do fenômeno de deslizamento

- O ensaio “Squeeze flow” possibilitou o entendimento do fenômeno de deslizamento e a proposição de dois modelos hipotéticos de comportamento: deslizamento da placa cerâmica proveniente do escoamento da argamassa e deslizamento da placa cerâmica na interface com a argamassa devido à baixa viscosidade da pasta. O ensaio reológico foi também representativo para explicar a relação do deslizamento com o comportamento adesivo da argamassa.

7.2 Transferência de tecnologia

Todo trabalho deve ter sua contribuição divulgada ao meio técnico e à indústria, através de publicações e palestras, para que o conhecimento adquirido possa contribuir para o avanço tecnológico. A divulgação para a comissão normativa da ABNT também se faz necessária, visando-se inserir conceitos de reologia na norma de especificação das argamassas colantes.

Pretende-se publicar trabalhos técnicos em congressos e simpósios nacionais e internacionais, tendo em vista que se trata de um trabalho de inovação tecnológica para o setor de argamassas. Dentre os eventos de maior importância na área, destaca-se o VII Simpósio de Tecnologia de Argamassas - SBTA que será realizado no início de 2007.

Também está prevista a publicação em revistas técnicas nacionais e internacionais, procurando ampliar a divulgação do trabalho. Cabe destacar que já foi publicado um artigo técnico preliminar no VI SBTA, ocorrido em maio/2005.

7.3 Sugestões para estudos futuros

Com base nos resultados obtidos e discussões conduzidas ao longo do trabalho, são os seguintes os temas indicados para estudos futuros, para dar continuidade ao avanço de conhecimento em argamassas colantes:

- Ampliação do estudo reológico para as argamassas colantes tipo AC-II e AC-III;
- Estudo da influência de aditivos dispersantes no desempenho reológico de argamassas colantes e o seu efeito no estado endurecido;
- Estudo da variação da distribuição granulométrica dos agregados no desempenho reológico de argamassas colantes;
- Contribuição da morfologia das partículas da fração fina da argamassa colante no desempenho reológico;
- Efeito das características do aditivo HEC na viscosidade das pastas.

ANEXO 1

DETALHE DAS CURVAS TG E DTG

Argamassa A

Argamassa B

Argamassa C

Argamassa D

Argamassa E Argamassa F

Fração passante na peneira n^o.200 da argamassa C

Aditivo MHEC

RESULTADO DAS VARIÁVEIS MORFOLÓGICAS OBTIDAS PELO SOFTWARE IMAGO

Variáveis morfológicas - resultados médios	Arg A	Arg B	Arg C	Arg D	Arg E	Arg F
Área grãos retidos # 0,15 mm	0,234	0,239	0,259	0,254	0,376	0,066
Área grãos retidos # 0,3 mm	0,225	0,245	0,507	0,237	0,460	0,304
Área grãos retidos # 0,6 mm	0,518	0,423	0,769	0,516	0,667	0,441
Perímetro grãos retidos # 0,15 mm	2,353	2,395	2,461	2,505	3,062	1,252
Perímetro grãos retidos # 0,3 mm	2,295	2,381		2,356		2,142
Perímetro grãos retidos # 0,6 mm	3,570	3,218	4,462	3,499	3,990	3,321
Corda máxima grãos retidos # 0,15 mm	0,634	0,647	0,654	0,681	0,811	0,332
Corda máxima grãos retidos # 0,3 mm	0,616	0,644	0,943	0,637	0,914	0,708
Corda máxima grãos retidos # 0,6 mm	0,945	0,872	1,207	0,944	1,074	0,895
Corda mínima grãos retidos # 0,15 mm	0,461	0,457	0,478	0,462	0,581	0,244
Corda mínima grãos retidos # 0,3 mm	0,455	0,472	0,660	0,464	0,626	0,534
Corda mínima grãos retidos # 0,6 mm	0,689	0,609	0,799	0,680	0,787	0,623
Coef.arredondamento grãos retidos # 0,15 mm	0,518	0,509	0,508	0,492	0,492	0,506
Coef.arredondamento grãos retidos # 0,3 mm	0,521	0,525	0,502	0,522	0,490	0,792
Coef.arredondamento grãos retidos # 0,6 mm	0,500	0,504	0,474	0,516	0,521	0,496
Coef.alongamento grãos retidos # 0,15 mm	0,728	0,706	0,730	0,678	0,717	0,735
Coef.alongamento grãos retidos # 0,3 mm	0,738	0,734	0,700	0,729	0,685	0,755
Coef.alongamento grãos retidos # 0,6 mm	0,729	0,699	0,662	0,720	0,733	0,696

FOTO DOS GRÃOS DO AGREGADO – ARGAMASSA B e C

ARGAMASSA B

Grãos retidos na peneira 0,6 mm

Grãos retidos na peneira 0,3 mm

Grãos retidos na peneira 0,15 mm

ARGAMASSA C

Grãos retidos na peneira 0,6 mm

Grãos retidos na peneira 0,3 mm

Grãos retidos na peneira 0,15 mm

ANEXO 3

PENEIRAMENTO DA ARGAMASSA PARA A SEPARACÃO DA FRAÇÃO FINA

Procedimento adotado:

Para o peneiramento das argamassas foi utilizada a peneira n°.200 (abertura 0,075 mm) de formato quadrado, em equipamento sobre vibração mecânica, para proporcionar o peneiramento do material.

Foi peneirado 1 kg de argamassa durante 15 minutos: em média são obtidos 200 g de material passante nesta peneira.

A peneira é tampada na parte superior com um plástico para garantir a vedação e evitar que o material seja jogado para fora devido à vibração da peneira.

A cada nova argamassa peneirada, a peneira foi submetida à limpeza para evitar contaminação entre as mesmas. Para a limpeza da peneira foi utilizado ar sob pressão. Os materiais passantes e retidos foram acondicionados em sacos plásticos devidamente codificados e fechados para evitar o contato com a umidade.

PROCEDIMENTO DE MISTURA DA PASTA

- ☐ 1º - Coloca a água no recipiente
- ☐ 2º - Liga o misturador na velocidade baixa (390)
- ☐ 1:00 3º - Adiciona o pó lentamente durante 1 minuto
- ☐ 1:10 4º - Altera o misturador para velocidade maior (572)
- ☐ 2:10 5º - Mistura durante 1 minuto nessa velocidade
- ☐ 2:25 6º - Desliga o misturador e aproxima a hélice do fundo do recipiente
- ☐ 7:25 7º - Liga o misturador na velocidade máxima durante 5 minutos (950)

O repouso da mistura no recipiente foi realizado com o auxílio de uma flanela úmida para evitar a perda de água por evaporação. A cápsula e o “spindle” do viscosímetro foram lavados e secos para que não contaminassem as amostras seguintes.

TABELA DE RESULTADOS DO ENSAIO DAS PASTAS NO VISCOSÍMETRO DE BROOKFIELD

Pasta A		Quantidade: 100g - 106mL Ph: 12,96			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200,0	86,1	137,8	363,7	264,0
2	160,0	75,6	151,2	319,3	211,2
3	120,0	65,2	173,9	275,4	158,4
4	70,0	48,4	221,3	204,4	92,4
5	45,0	38,2	271,6	161,4	59,4
6	25,0	27,4	350,7	115,7	33,0
7	10,0	15,5	496,0	65,5	13,2
8	10,0	15,6	499,2	65,9	13,2
9	25,0	27,7	354,6	117,0	33,0
10	45,0	38,4	273,1	162,2	59,4
11	70,0	47,9	219,0	202,3	92,4
12	120,0	60,5	161,3	255,6	158,4
13	160,0	66,6	133,2	281,3	211,2
14	200,0	79,4	127,0	335,4	264,0

Pasta B		Quantidade: 100g - 105mL Ph: 13,11			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200,0				
2	160,0				
3	120,0				
4	70,0				
5	45,0	75,6	537,6	319,3	59,4
6	25,0	51,6	660,5	218,0	33,0
7	10,0	28,8	921,6	121,7	13,2
8	10,0	28,6	915,2	120,8	13,2
9	25,0	50,7	649,0	214,2	33,0
10	45,0	72,6	516,3	306,7	59,4
11	70,0	94,2	430,6	397,9	92,4
12	120,0				
13	160,0				
14	200,0				

Pasta C		Quantidade: 100g - 88mL Ph: 12,75			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200,0				
2	160,0				
3	120,0				
4	70,0				
5	45,0	84,1	598,0	355,2	59,4
6	25,0	62,2	796,2	262,7	33,0
7	10,0	37,2	1190,4	157,1	13,2
8	10,0	37,0	1184,0	156,3	13,2
9	25,0	61,1	782,1	258,1	33,0
10	45,0	81,8	581,7	345,5	59,4
11	70,0				
12	120,0				
13	160,0				
14	200,0				

Pasta D		Quantidade: 100g - 85mL Ph: 13,01			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200				
2	160				
3	120				
4	070				
5	045				
6	025	082	1.053	348	033
7	010	048	1.533	202	013
8	010	047	1.517	200	013
9	025	080	1.027	339	033
10	045				
11	070				
12	120				
13	160				
14	200				

Pasta E		Quantidade: 100g - 119mL Ph: 12,91			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200,0	81,0	129,6	342,1	264,0
2	160,0	71,1	142,2	300,3	211,2
3	120,0	61,6	164,3	260,2	158,4
4	70,0	45,5	208,0	192,2	92,4
5	45,0	34,9	248,2	147,4	59,4
6	25,0	24,3	311,0	102,6	33,0
7	10,0	13,7	438,4	57,9	13,2
8	10,0	13,9	444,8	58,7	13,2
9	25,0	24,5	313,6	103,5	33,0
10	45,0	34,8	247,5	147,0	59,4
11	70,0	44,5	203,4	188,0	92,4
12	120,0	59,5	158,7	251,3	158,4
13	160,0	68,1	136,2	287,7	211,2
14	200,0	73,7	117,9	311,3	264,0

Amostra F		Quantidade: 100g - 92mL Ph:12,84			
	RPM	TORQUE(%)	VISCOSITY(cP)	STRESS(d/cm ²)	RATE (sec ⁻¹)
1	200,0				
2	160,0				
3	120,0	92,1	245,6	389,0	158,4
4	70,0	70,4	321,8	297,4	92,4
5	45,0	56,0	398,2	236,5	59,4
6	25,0	40,4	517,1	170,6	33,0
7	10,0	23,1	739,2	97,6	13,2
8	10,0	23,0	736,0	97,2	13,2
9	25,0	40,7	521,0	171,9	33,0
10	45,0	56,4	401,1	238,2	59,4
11	70,0	70,8	323,7	299,1	92,4
12	120,0	91,2	243,2	385,2	158,4
13	160,0				
14	200,0				

PROCEDIMENTO DE MISTURA E MOLDAGEM DAS ARGAMASSAS PARA O ENSAIO “SQUEEZE FLOW”

Procedimento adotado: “Água no pó”

Foram misturados mecanicamente no equipamento HOBART, durante 5 minutos, 1,5 kg de argamassa em velocidade baixa, seguindo os passos seguintes:

- adiciona todo o pó na cuba e liga o aparelho;
- coloca dois terços da água, de modo contínuo, utilizando o balão volumétrico no tempo de 1 min;
- desliga o equipamento e retira a pá raspando toda a superfície interna do recipiente e da pá; reunifica a argamassa em um intervalo de 2 min;
- coloca o restante da água no tempo de 1 min, com o aparelho ligado e mistura por mais 1 min;

O primeiro ensaio “Squeeze flow” foi realizado ao completar 10 min contados desde o início da mistura e este é o tempo “zero”, ou seja, sem tempo de repouso da argamassa; os demais ensaios foram realizados seqüencialmente em intervalos de 10 min, ou seja, considerando os tempos de repouso até 40 minutos. Os corpos de prova foram rasados logo após a mistura e deixados em ambiente laboratorial para serem submetidos ao ensaio “Squeeze flow”. Para misturas com aditivo, este foi pesado e misturado na água por um minuto, no equipamento HOBART com rotação de aproximadamente 650 rpm.

Cuidados com a homogeneização da argamassa anidra: As amostras foram retiradas das caixas de armazenamento e o material foi homogeneizado dentro do saco plástico até ficar solto.

Cuidados com a moldagem dos corpos de prova: Na hora de rasar os corpos de prova utilizou-se a espátula e os acessórios para centralizar o molde de pvc. Retira a argamassa da cuba e coloca dentro dos moldes, aplicando golpes contra a superfície para garantir que não fiquem vazios. Começa a rasar do centro para a direita e depois do centro para esquerda do molde de pvc, fazendo movimento de vaivém para garantir que a argamassa fique com a superfície lisa. Em seguida, retiram-se os acessórios.

ANEXO 5

PERFIL DAS CURVAS CARGA vs TEMPO, EM FUNÇÃO DO TEMPO DE REPOUSO, OBTIDAS NO ENSAIO “SQUEEZE FLOW”.

Argamassa B

Argamassa C

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ANTUNES, R. P. N.; JOHN, V.; PILEGGI, R.G. Influência da sequência de mistura nas propriedades reológicas de argamassas avaliada por squeeze-flow. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 6^o., Florianópolis, 23 a 25 de maio de 2005. Anais. Florianópolis, 2005. p.158-179.

[2] ANTUNES, R. P. N. Influência da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimento de argamassa. São Paulo, 2005. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

[3] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Argamassa Colante Industrializada para assentamento de placas de cerâmica – Especificação - NBR 14081. Rio de Janeiro, 2004.

[4] _____. Argamassa Colante Industrializada para assentamento de placas de cerâmica – Execução do substrato-padrão e aplicação de argamassa para ensaios – NBR 14082. Rio de Janeiro, 2004.

[5] _____. Argamassa Colante Industrializada para assentamento de placas de cerâmica – Determinação do tempo em aberto – NBR 14083. Rio de Janeiro, 2004.

[6] _____. Argamassa Colante Industrializada para assentamento de placas de cerâmica – Determinação da resistência de aderência – NBR 14084. Rio de Janeiro, 2004.

[7] _____. Argamassa Colante Industrializada para assentamento de placas de cerâmica – Determinação do Deslizamento – NBR 14085. Rio de Janeiro, 2004.

[8] _____. Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade da massa e do teor de ar incorporado – NBR 13278. Rio de Janeiro, 2005.

[9] _____. Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica – NBR NM 23. Rio de Janeiro, 2001.

- [10] BANFILL, P.F.G. A coaxial cylinders viscometer for mortar: Design and experimental validation. In: Proceedings of the international conference organized by the British Society of Rheology. University of Liverpool, UK. E. & F.N.Spon, 1991. p. 217-26.
- [11] BANFILL, P.F.G. The rheology of fresh mortar – a review. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 6^o, Florianópolis, 23 a 25 de maio de 2005. Anais. Florianópolis, 2005.
- [12] BAROIS-CAZENAVE, A.; MARCHAL, P.; FALK, V.; CHOPLIN, L. Experimental study of powder rheological behaviour. Powder technology, 103. p.58-64, 1999.
- [13] CARDOSO, F. A.; PILLEGI, R.G.; JOHN, V.M. Caracterização reológica de argamassas pelo método Squeeze-flow. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 6^o, Florianópolis, 23 a 25 de maio de 2005. Anais. Florianópolis, 2005. p.121-143.
- [14] CAVANI, G.R.; ANTUNES, R.P.N.; JOHN, V.M. Influência do teor de ar incorporado na trabalhabilidade de argamassas mistas. In: Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, II. In: Anais, Salvador, ANTAC, Salvador, 1997. p.110-119.
- [15] ESSS - Engineering Simulation and Scientific Software: Fatores de forma – Descrição e usabilidade dos fatores de forma na plataforma IMAGO. Florianópolis, 2005. 19 p. Relatório.
- [16] FERRARIS, C.F.; LARRARD, F. Testing and modeling of fresh concrete rheology – NISTIR 6094. National Institute of Standards and Technology, February, 1998.
- [17] FERRARIS, C.F. The rheological properties of high performance concrete: state of the art report. Journal of research of the national institute of standards and technology, v.104, n.5, 1999. p.461-478.
- [18] FERRARIS, C.F.; BROWER, L.E. Comparison of concrete rheometers: International tests at MB (Cleveland OH, USA) in May, 2003 – NISTIR 7154. National Institute of Standards and Technology, September, 2004.
- [19] FLATT, R.J.; MARTYS, N.; BERGSTROM L. The rheology of cementitious materials. Materials Research Society, vol.29, n^o.5, 2004. p.314-318.

- [20] HACKLEY, V.A.; FERRARIS, C.F. Guide to rheological nomenclature: measurements in ceramic particulate systems – NIST Special Publication 946. National Institute of Standards and Technology, January, 2001.
- [21] HARTMANN, C.T. Avaliação de aditivos superplastificantes base carboxilatos destinados a concretos de cimento portland. São Paulo, 2002. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- [22] HUNTER, R.J. Foundations of colloid science. 2.ed. New York, Oxford University Press, 2001.
- [23] KARIMOV, I. Rheological problems related to the use of Portland cement paste and concrete – The review of literature. Bashkir State Agrarian University, Department of Theoretical and Applied Mechanics, Ufa, Russia, 2002.
- [24] KENDALL, K. Interparticle in slurries. In: BRISCOE, B.J. ; ADAMS, M.J. Tribology in particulate technology. USA: Adam Hilger, 1987. p.91–103.
- [25] KOLENDA, F., RETANA, P., RACINEUX, G., POITOU, A. Identification of rheological parameters by the squeezing test. In: POWDER TECHNOLOGY, v.130, 2003. p.56-62.
- [26] MATSOUKAS, A., MITSOULIS, E. Geometry effects in squeeze flow of Bingham plastics. In: JOURNAL OF NON-NEWTONIAN FLUID MECHANICS, v.109, 2003. p.231-240.
- [27] MEHTA, P.K., MONTEIRO, P.J.M. Concreto – estrutura, propriedades e materiais. 1^a. ed. São Paulo, Editora Pini, 1994.
- [28] MIN, B.H.; ERWIN, L.; JENNINGS, H.M., Rheological behaviour of fresh cement paste as measured by squeeze flow. Journal of materials science, v.29, 1994. p.1374-1381.
- [29] MEETEN, G.H. Yield stress of structured fluids measured by squeeze flow. Rheol Acta, v.39, 2000. p.399-408.
- [30] NEHDI, M.; RAHMAN, M.A. Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction. Cement and concrete research, vol.34, n^o.11, 2004. p.1993-2007.

[31] NIELSEN A.. Rheology of building materials . National Swedish building research. Document D6, 1929.

[32] OLIVEIRA, I.R. ; STUDART, A.R. ; PILLEGI, R.G. ; PANDOLFELLI, V.C. Dispersão e empacotamento de partículas : princípios e aplicações em processamento cerâmico. 18 ed. Fazendo arte editorial, 195 p, 2000.

[33] OLSZEWSKI, N. ; COSTA, L.M. ; FERNANDES, E. I. ; RUIZ, H.A ; ALVARENGA, R.C. ; CRUZ, J.C. Morfologia de agregados do solo avaliada por meio de análise de imagens. R.Bras.Ci.Solo, 28, 2004. p.901–909.

[34] PILEGGI, R.G. Efeito da distribuição granulométrica sobre o comportamento reológico de concretos refratários. 1996. 210p. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Carlos, 1996.

[35] PILEGGI, R.G. ; PANDOLFELLI, V.C. ; RODRIGUES, J.A. Concreto refratário auto-escoante: metodologia de formulação e correlações entre distribuição granulométrica e reologia. Cerâmica industrial, 01 (03), 1996. p.7-12.

[36] PILEGGI, R.G. Ferramentas para o estudo e desenvolvimento de concretos refratários. 2001. 187p. Tese (Doutorado) – Universidade de São Carlos, 2001.

[37] PILEGGI, R.G., PANDOLFELLI, V.C. Reometria de concretos: Uma realidade brasileira para uma proposta internacional. In: Simpósio EPUSP sobre Estruturas de Concreto, V. In: Anais, São Paulo, 2003. p.1-20.

[38] PÓVOAS, Y.V. Avaliação da formação de “película” na argamassa colante e sua influência na adesão. São Paulo, 2005. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

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

[40] RAGO, F. ; CINCOTTO. M.A. A reologia da pasta de cimento e a influência da cal. I Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, 1995, p.25-32.

[41] RAMACHANDRAN, V.S.; MALHOTRA, V.M. Superplasticizers IN: RAMACHANDRAN, V.S. Concrete admixture handbook: properties science and technology. Canada: Noyes Publication, 1998. p.410-517.

- [42] RAMAL, F.T ; PILEGGI, R.G. ; GALLO, J.B. ; PANDOLFELLI, V.C. A curva de distribuição granulométrica e sua influência na reologia de concretos refratários. *Cerâmica* 48 (308), out/nov/dez, 2002. p. 212-216.
- [43] SHERWOOD, J.D. Liquid-solid relative motion during squeeze flow of pastes. In: *JOURNAL OF NON-NEWTONIAN FLUID MECHANICS*, v.104, 2002. p.1-32.
- [44] SILVA, D.A. Efeitos dos polímeros HEC e EVA na microestrutura de pastas de cimento portland. Florianópolis, 2001. 263p. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Santa Catarina.
- [45] SILVA, C.O. Análise crítica dos requisitos e critérios de qualidade da argamassa colante. São Paulo, 2003. 186p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- [46] SILVA, R., BARROS M. ; PILEGGI, R.G. ; JOHN, V. Avaliação do comportamento da argamassa no estado fresco através dos métodos de mesa de consistência, dropping ball e Squeeze flow. In: *SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS*, 6º., Florianópolis, 23 a 25 de maio de 2005. Anais. Florianópolis, 2005. p.106-120.
- [47] TANNER, R.I. *Engineering Rheology*. Oxford Science Publications, New York, 1992. p.1-19.
- [48] TATTERSALL, G.H.. *The workability of concrete*. 2ed. London, Viewpoint publications, 1978.
- [49] TERMKHAJORNKIT, P. ; NAWA, T. The fluidity of fly ash – cement paste containing naphthalene sulfonate superplasticizer. *Cement and concrete research*, 34, 2003. p.1017-24.
- [50] UCHIKAWA, H. ; HANEHARA, S. ; SAWAKI, D. The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture. *Cement and concrete research*, 27, 1997. p.37-50.
- [51] YOSHIOKA, K. ; TAZAWA, E.C. ; KAWAI, K. ; ENOHATA, T. Adsorption characteristics of superplasticizers on cement component minerals. *Cement and concrete research*, 32, 2002. p.1507-1513.