UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

**ADERÊNCIA DE CHAPISCOS EM CONCRETOS
ESTRUTURAIS – MELHORIA DA MICROESTRUTURA
DA ZONA DE INTERFACE PELA ADIÇÃO DA SÍLICA
DA CASCA DE ARROZ**

VANESSA SILVEIRA SILVA

Tese apresentada à Área de Interunidades em
Ciência e Engenharia de Materiais, da
Universidade de São Paulo, como parte dos
requisitos para a obtenção do título de Doutor
em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Jefferson Benedicto Libardi
Liborio

São Carlos
2004

Silva, Vanessa Silveira

“Aderência de chapiscos em concretos estruturais – melhoria da microestrutura da zona de interface pela adição da sílica da casca de arroz” / Vanessa Silveira Silva – São Carlos, 2004

Tese (Doutorado) – Interunidades Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, 2004 – páginas: 229

Área: Ciência e Engenharia de Materiais

Orientador: Dr. Jefferson Benedicto Libardi Liborio

1. Aderência; 2. Concreto; 3. Chapisco; 4. Microestrutura; 5. Sílica da casca de arroz.

1. Título

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE VANESSA SILVEIRA SILVA APRESENTADA À ÁREA INTERUNIDADES CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM 09-02-2004.

COMISSÃO JULGADORA:

Prof. Dr. Jefferson Benedicto Libardi Libório (Orientador e Presidente) – EESC/USP

Profa. Dra. Mécia Maria Semensato Bottura de Barros – EP/USP

Profa. Dra. Sheyla Mara Baptista Serra – UFSCar

Prof. Dr. Vladimir Antônio Paulon – UNICAMP

Prof. Dr. Libânio Miranda Pinheiro – EESC/USP

**“NUNCA SE ENTREGUE
NASÇA SEMPRE COM AS MANHÃS,
DEIXA A LUZ DO SOL BRILHAR NO CÉU
DO TEU OLHAR,
FÉ NA VIDA, FÉ NO HOMEM
FÉ NO QUE VIRÁ
NÓS PODEMOS TUDO, NÓS PODEMOS MAIS
VAMOS LÁ PRA VER O QUE SERÁ...”
(GONZAGUINHA)**

***AOS MEUS PAIS, EDÉSIO E ROSINÉIA, AOS MEUS
IRMÃOS, CANDICE, GUSTAVO E GUILHERME, AO
MEU SOBRINHO, GUSTAVINHO, E AO MEU MARIDO,
ARNALDO, QUE JUNTOS REPRESENTAM O QUE
POSSUO DE MAIS VALIOSO: MINHA FAMÍLIA***

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Jefferson B.L. Liborio, por me proporcionar a oportunidade de realizar mais esta conquista na minha vida e pela competente orientação ao longo desses últimos sete anos, que se mostraram fundamentais à realização do mestrado e desta tese.

Aos Professores Mércia Barros e Osny Pelegrino, pelas importantes contribuições dadas no exame de qualificação.

Aos docentes e funcionários do Departamento de Engenharia de Estruturas e do Departamento de Arquitetura e Urbanismo da Escola de Engenharia de São Carlos, EESC/USP.

Aos técnicos do LCC/SAP, Paulo e Sérgio, e aos técnicos do LMABC/SET, Marcos e Marcelo, pela colaboração durante os ensaios laboratoriais.

Às secretárias da pós-graduação Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais, pelo auxílio e pela atenção.

À FAPESP, pela concessão da bolsa de estudo.

Às engenheiras Alessandra Almeida, Valdirene Maria Silva, Luana Marelli, e ao engenheiro George Akira Oda, pela amizade e valiosas contribuições que enriqueceram o conteúdo do trabalho.

Aos colegas e amigos do LMABC: Alessandra Lorenzetti de Castro, Fernanda Giannotti da Silva, Fernando Grande, José Américo Alves Salvador Filho e Samir Costa Fagury, com os quais compartilhei momentos importantes e que serão sempre lembrados.

Aos amigos que contribuíram de forma direta ou indireta na realização deste trabalho, em especial à arquiteta Paula Sardeiro e à engenheira Juzélia Santos.

Às arquitetas Maria Julia, Karla e Mônica e à engenheira Luz Marina, companheiras nos primeiros anos, pelo convívio, compreensão e amizade.

Ao Arnaldo, muito obrigado pelo amor, apoio, ensinamentos e principalmente pela compreensão durante minha ausência para realização deste trabalho.

A minha família, em especial, aos meus pais e a minha avó, pelo carinho e incentivo.

Agradeço principalmente a Deus, a graça de concluir esta pesquisa.

SUMÁRIO

Lista de tabelas	I
Lista da figuras	II
Lista de abreviaturas	VII
Resumo	VIII
Abstract	IX
INTRODUÇÃO	1

Revisão da literatura

1. ADERÊNCIA ENTRE ARGAMASSAS À BASE DE CIMENTO PORTLAND E SUBSTRATOS	6
1.1 Resistência de aderência	6
1.2 Mecanismo de aderência	9
1.2.1 Microestrutura da interface argamassa/substrato	10
1.3 Características dos substratos e argamassas que interferem na aderência	17
1.3.1 Capacidade de sucção de água do substrato	17
1.3.2 Pré-umedecimento do substrato	22
1.3.3 Rugosidade superficial do substrato	23
1.3.4 Características das argamassas	24
2. EFEITO DA SÍLICA ATIVA NA ADERÊNCIA E MICROESTRUTURA DAS ARGAMASSAS	28
2.1 Sílica ativa	28
2.2 Sílica ativa extraída da casca de arroz	30
2.3 Princípios básicos da ação da sílica ativa em concretos e argamassas	34
2.4 Reação do cimento Portland com a sílica ativa	36
2.5 Alterações na microestrutura da interface pasta/agregado provocadas pelo uso da sílica ativa	37
2.5.1 Zona de transição em argamassas e concretos	38
2.5.2 Alterações na microestrutura de argamassas e concretos devido ao uso da sílica	42
2.5.2.1 Influência da sílica ativa na porosidade	47
2.6 A influência dos materiais pozolânicos na aderência entre argamassas e substratos	48

Pesquisa experimental

3. ESTUDO DA ADERÊNCIA EM ESTRUTURAS DE CONCRETO ARMADO	52
3.1 Produção dos substratos de concretos estruturais	52
3.2 Preparo dos substratos de concreto estruturais	53
3.2.1 – Dosagem dos chapiscos e pastas	53
3.2.2 – Procedimento executivo	54
3.3 Produção, aplicação e cura das argamassas	55
3.4 Ensaio de resistência de aderência à tração	56
3.4.1 Preparo dos corpos de prova	56
3.4.2 Execução do ensaio	56
3.5 Apresentação dos resultados	58
3.6 Análise dos resultados	61
3.6.1 Relação entre o índice de consistência e a relação água/aglomerante dos chapiscos	61
3.6.2 Relação água/cimento X teor de sílica	62
3.6.3 Análise estatística da resistência de aderência à tração	63
3.6.3.1 Modelo estatístico empregado na avaliação da resistência de aderência	63
3.6.3.2 Resultados e discussões para os substratos na condição superfície seca (SS)	65
3.6.3.3 Resultados e discussões para os substratos na condição saturada superfície seca (SSS)	73
3.6.3.4 Avaliação do efeito da condição saturada superfície seca do substrato na resistência de aderência do revestimento	80
3.6.3.5 Considerações finais da análise estatística	80
3.6.4 Análise dos resultados quanto ao tipo de ruptura	82
3.6.4.1 Método de otimização dos quadrantes	82
3.6.4.2 Apresentação dos resultados	83
3.6.4.3 Análise dos resultados	94
 4. ESTUDO DA MICROESTRUTURA DA INTERFACE CHAPISCO/SUBSTRATO ATRAVÉS DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	 107
4.0 Microscopia eletrônica de varredura	107
4.1 Procedimento experimental adotado	108

4.1.1	Preparação de amostras	109
4.1.2	Carbonatação	111
4.2	Apresentação dos resultados – amostras polidas	112
4.3	Análise dos resultados - amostras polidas	132
4.4	Apresentação dos resultados – amostras fraturadas	138
4.4.1	Formação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H)	138
4.4.2	Formação da etringita e hidróxido de cálcio na interface chapisco/concreto	156
4.4.3	Formação da etringita no chapisco	159
4.4.4	Morfologia da etringita	161
4.4.5	Investigação microestrutural na superfície do concreto após separação da zona de contato	164
4.4.5.1	Imagens obtidas	164
4.5	Análise dos resultados – amostras fraturadas	166
4.6	Mapeamento químico e perfilagem química	167
 Considerações finais		
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	174
5.1	Conclusões	174
5.2	Considerações finais	180
5.3	Prosseguimento da pesquisa	181
 Anexos		
ANEXO A – CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS		182
ANEXO B – PRODUÇÃO DOS SUBSTRATOS DE CONCRETO		187
ANEXO C – RESULTADOS INDIVIDUAIS DE RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO		193
ANEXO D – ESTATÍSTICA		205
ANEXO E – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA		210
ANEXO F – FORMAÇÃO DA CAMADA DE CÁLCIO NA INTERFACE CHAPISCO/ARGAMASSA		213
 Bibliografia		
REFERÊNCIAS		216
BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR		227

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Grau de hidratação necessário para se conseguir a desconexão de poros em função da relação água/cimento e quantidade de sílica ativa	47
Tabela 2 - Características dos concretos	53
Tabela 3 - Proporção de mistura dos chapiscos e pastas	54
Tabela 4 - Dados referentes à média dos resultados de resistência de aderência, desvio padrão e coeficiente de variação para os substratos na condição superfície seca	59
Tabela 5 - Dados referentes à média dos resultados de resistência de aderência, desvio padrão e coeficiente de variação para os substratos na condição saturada superfície seca	60
Tabela 6 - Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência	69
Tabela 7 - Comparações múltiplas pareadas para as médias dos tipos de preparo	71
Tabela 8 - Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência	76
Tabela 9 - Comparações múltiplas pareadas para as médias dos tipos de preparo	78
Tabela 10 - Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência	80
Tabela 11 - Grau de hidratação necessário para se conseguir a desconexão de poros em função da relação água/cimento	94

LISTA DE FIGURAS

Capítulo 1

Figura 1 - Descolamento do revestimento do substrato de concreto tratado com chapisco de alta relação água/cimento	2
Figura 2 - Formas de ruptura	8
Figura 3 - Microestrutura da interface da pasta de cimento e o substrato cerâmico seco	14
Figura 4 - Microestrutura da interface da pasta de cimento e cal e o substrato cerâmico seco	14
Figura 5 - Microestrutura da interface da pasta de cimento e o substrato cerâmico saturado	15
Figura 6 - Microestrutura da interface da pasta de cimento e cal e o substrato cerâmico saturado	15
Figura 7 - Variação da resistência média da aderência em função da relação água/cimento	25
Figura 8 - Correlação entre a resistência de aderência na tração e a resistência à compressão aos 28 dias de idade	26

Capítulo 2

Figura 9 - Fases da produção da sílica	31
Figura 10 - Efeito da sílica ativa em pastas de cimento	35
Figura 11 - Microestrutura da zona de interface da pasta de cimento e areia quartzosa	39
Figura 12 - Variação da composição das fases na zona de interface	40
Figura 13 - Micrografia obtida no microscópio ótico, mostrando a distribuição das partículas de cimento em torno dos grãos de areia	41
Figura 14 - Micrografia obtida no microscópio eletrônico de varredura, mostrando a distribuição das partículas de cimento em torno dos grãos de areia	41
Figura 15 - Micrografia da argamassa sem sílica aos sete dias de idade	42
Figura 16 - Micrografia da argamassa sem sílica aos vinte oito dias de idade	42
Figura 17 - Micrografia da argamassa com sílica aos sete dias de idade	43
Figura 18 - Micrografia da argamassa com sílica aos vinte oito dias de idade	43
Figura 19a - Zona de transição entre a matriz e grão de areia	44
Figura 19b - Pasta de cimento com adição de sílica ativa	44
Figura 20a e 20b - Microestrutura da zona de transição	45
Figura 21a e 21b - Microestrutura da zona de interface	45

Figura 22a e 22b - Atuação da sílica ativa na zona de interface pasta/agregado ou pasta/substrato 46

Figura 23 - Desenvolvimento de aderência em função do tempo 49

Capítulo 3

Figura 24 - Chapiscos aplicados sobre o substrato de concreto 54

Figura 25 - Cura da argamassa 56

Figura 26 - Argamassa mista 56

Figura 27 - Equipamento de tração 57

Figura 28 - Execução do ensaio de aderência 57

Figura 29 – Índice de consistência em função da relação água/aglomerante 62

Figura 30 – Relação água/cimento em função do teor de sílica da casca de arroz 62

Figura 31 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados dos substratos de concreto 66

Figura 32 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados dos tipos de preparo do substrato 66

Figura 33 - Gráfico dos resíduos($\hat{e}_{ij}$) contra os valores estimados ($\hat{y}_{ij}$) 67

Figura 34 - Gráfico de probabilidade normal para os resíduos dos dados de resistência de Aderência 68

Figura 35 - Comparação gráfica das médias dos tipos e preparo dos substratos 72

Figura 36 - Gráfico da interação do tipo de preparo da base com o tipo de substrato 72

Figura 37 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados do substrato de concreto 73

Figura 38 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados do tipo de preparo do substrato 74

Figura 39 - Gráfico dos resíduos($\hat{e}_{ij}$) contra os valores estimados ($\hat{y}_{ij}$) 75

Figura 40 - Gráfico de probabilidade normal para os resíduos dos dados de resistência de Aderência 75

Figura 41 - Comparação gráfica das médias dos tipos e preparo dos substratos 79

Figura 42 - Gráfico da interação do tipo de preparo da base com o tipo de substrato 79

Figura 43 - Representação gráfica pelo método da otimização de quadrantes 83

Figura 44 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum 84

Figura 45 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum 84

Figura 46 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum	85
Figura 47 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA	85
Figura 48 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA	86
Figura 49 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA	86
Figura 50 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA	87
Figura 51 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA	87
Figura 52 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA	88
Figura 53 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica	88
Figura 54 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica	89
Figura 55 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica	89
Figura 56 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum	90
Figura 57 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum	90
Figura 58 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA	91
Figura 59 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA	91
Figura 60 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado	92
Figura 61 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado	92
Figura 62 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica	93
Figura 63 - Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica	93
Figura 64 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 20MPa na condição superfície seca	95

Figura 65 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 25MPa na condição superfície seca	95
Figura 66 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 30MPa na condição superfície seca	96
Figura 67 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 35MPa na condição superfície seca	96
Figura 68 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 45MPa na condição superfície seca	97
Figura 69 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 50MPa na condição superfície seca	98
Figura 70 - Relação entre a aderência e o tipo de substrato, na condição SS	100
Figura 71 - Relação entre a aderência e o tipo de substrato, na condição SS	100
Figura 72 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 20MPa na condição saturada superfície seca	101
Figura 73 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 25MPa na condição saturada superfície seca	102
Figura 74 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 30MPa na condição saturada superfície seca	102
Figura 75 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 35MPa na condição saturada superfície seca	103
Figura 76 - Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 40MPa na condição saturada superfície seca	104
Figura 77 - Relação entre a aderência e o tipo de substrato, na condição SSS	105
Figura 78 - Relação entre a aderência e o tipo de substrato, na condição SSS	105

Capítulo 4

Figura 79 - Corpos-de-prova retirados dos substratos de concreto	109
Figura 80 - Serra de copo diamantada acoplada a um equipamento de extração de testemunhos, fixado a um suporte metálico	109
Figura 81 - Amostra com dimensões reduzidas (2cm x 2cm), e=1cm	109
Figura 82 - Detalhe da amostra da figura 81, mostrando o sistema revestimento	109
Figura 83 - Amostra embutida na resina (a); amostra fraturada recoberta com fina camada de ouro (b)	110
Figura 84 - Corpo-de-prova retirado do substrato V ₁ (20MPa). Observa-se a região do substrato bastante carbonatada	111
Figura 85 - Detalhe da região carbonatada da superfície de concreto onde foi aplicado o revestimento (a); detalhe do revestimento, ilustrando a região carbonatada (b)	111

Figura 86 - Corpo-de-prova retirado do substrato V_3 (30MPa). Observa-se menor profundidade carbonatada no substrato	112
Figura 87 - Corpo-de-prova do chapisco com SCA aplicado no substrato V_3 (a); Corpo de prova do chapisco com SCA aplicado no substrato V_1 (b)	134
Figura 88 - Zona de interface chapisco/concreto	136
Figura 89 - Zona de interface chapisco/concreto	137
Figura 90 - Separação da zona de contato entre o revestimento e o concreto	164
Figura 91 - Interface do chapisco comum e concreto.(a) imagem BSE; imagens de Raios X da distribuição de:(b) todos elementos, (C) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h)Fe	169
Figura 92 - Interface do chapisco com SCA e concreto.(a) imagem BSE; e imagens de Raios X da distribuição de: (b) todos elementos, (C) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h) Fe	170
Figura 93 - Interface chapisco aditivado/pasta com SCA e concreto.(a) imagem BSE; e imagens de Raios X da distribuição de: (b) todos elementos, (C) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h) Fe	171
Figura 94 - Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco comum com o substrato de concreto	172
Figura 95 - Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco com sílica e o substrato de concreto	172
Figura 96 - Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco aditivado com o substrato de concreto	173

LISTA DE ABREVIATURAS

a/c - Relação água/cimento

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS

AFm - Monosulfoaluminato de cálcio

AFt - Trissulfoaluminato de cálcio (etringita)

BET - (Brunauer, Emmett e Teller)

CH, Ca(OH)₂ - Hidróxido de cálcio ou portlandita

C-S-H - Silicato de cálcio hidratado

C₃A - Aluminato Tricálcico

C₃S - Alita ou Silicato Tricálcico

CaCO₃ - Carbonato de cálcio

CP II F 32 - Cimento Portland composto (filler calcário)

CP II E 32 - Cimento Portland composto com escória

CV – Coeficiente de variação

EDS – Espectrografia por dispersão de energia

f_{ck} - Resistência característica do concreto à compressão simples

IRA – Índice de absorção inicial

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

RILEM - Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de Recherches sur les Matériaux et les Constructions

SCA – Sílica ativa da casca de arroz

SS – Superfície seca

SSS – Saturada superfície seca

SP – Superplastificante

RESUMO

SILVA, V.S. (2004). Aderência de chapiscos em concretos estruturais – melhoria da microestrutura da zona de interface pela adição da sílica da casca de arroz.

Avaliação da aderência de chapiscos em substratos de concretos estruturais. Com o objetivo de aprimorar a microestrutura da zona de interface argamassa/concreto e aumentar a resistência de aderência do revestimento, utilizou-se chapisco com baixa relação água/aglomerante e adição da sílica ativa extraída da casca de arroz como tratamento da zona de interface da argamassa e substrato. Para avaliar a aderência do revestimento realizaram-se ensaios de determinação da resistência de aderência à tração. Utilizou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura associada à espectrografia por dispersão de energia para analisar a microestrutura da zona de interface do chapisco e concreto. Os resultados do programa experimental evidenciaram que, quando se utiliza a sílica extraída da casca de arroz no chapisco, em teores de 5% em relação à massa de cimento, há aumentos significativos de resistência de aderência do revestimento. Nos estudos microestruturais, foi possível observar que devido às ações físicas e químicas da sílica da casca de arroz, formou-se uma microestrutura densa, de baixa porosidade e com a presença de produtos hidratados pouco cristalinos na interface chapisco/concreto. A implementação de uma ponte de ligação constituída por chapiscos com sílica ativa, entre os substratos e as argamassas de revestimento, mostrou-se eficiente em superfícies muito lisas ou em materiais pouco porosos, como no caso das estruturas de concreto armado.

Palavras-chave: aderência, concreto, chapisco, microestrutura, sílica ativa da casca de arroz.

ABSTRACT

SILVA, V.S. (2004). Adherence of slurry mortars in structural concretes – microstructure improvement of the interfacial transition zone through addition of silica obtained from rice husk

The present thesis evaluates the adherence of slurry mortars in substrates of structural concretes. To optimize the microstructure of the interfacial transition zone of mortar and concrete and to improve the adherence of mortar renderings, slurry mortars of lower water/cement ratio with silica obtained from rice husk were used as treatment of interfacial transition zone. In order to evaluate adherence, bond strength tests were realized. The microstructural characterization of the interfacial transition zone of slurry mortars and concrete was performed by scanning electronic microscopy. The results indicate that adding silica obtained from rice husk into the slurry mortars increases the bond strength. Moreover, the formation of a dense microstructure is observed in the interfacial transition zone of slurry mortar and concrete due to the microfiller effect and high pozzolanic activity of the silica obtained from rice husk. The implementation of a connection bridge constituted by slurry mortars with the addition of the silica obtained from rice husk between the substrate and the mortar rendering showed to be efficient in the substrates with low porosity, as in the case of concrete structures.

Key words – Adherence, concrete, slurry mortars, microstructure, and silica obtained from rice husk

INTRODUÇÃO

FORMULAÇÃO DO PROBLEMA

Nos últimos anos, os avanços da tecnologia de materiais permitiram a produção de concretos de alta resistência, que apresentam resistência superior a 40MPa e uma porosidade extremamente reduzida. Uma característica decorrente desses concretos é por serem mais compactos e com menor porosidade aberta apresentam maior dificuldade de aderência das argamassas. Assim, a simples adoção de revestimento de argamassa diretamente aos elementos estruturais de concreto (pilares ou vigas), sem aplicação prévia do chapisco, não proporciona boa aderência.

A este respeito, CÂNDIA (1998), ao analisar a influência do preparo da base nas resistências de aderência, concluiu que para estruturas de concreto é imprescindível efetuar o preparo da base com chapisco para assim, melhorar tanto as características superficiais como as resistências de aderência.

No entanto, os chapiscos convencionalmente utilizados nos outros substratos (cerâmico e bloco de concreto) são inadequados para aplicação em substratos com baixa porosidade, como no caso das estruturas de concreto armado. A proporção da água de amassamento comumente utilizada em relação ao cimento Portland varia da ordem de $1\text{kg/kg} < a/c < 3\text{kg/kg}$ (BORTOLUZZO, 2000), o que pode ocasionar um efeito parede^a na interface chapisco/base, prejudicando a aderência nas estruturas de concreto.

^a BASTOS (1982) definiu o efeito parede como: “No concreto, nas regiões de contato com as formas, armaduras e inertes, há um aumento dos vazios em decorrência dos agregados, nesses contatos, não poderem embricar. Esse fato é denominado efeito parede, que não é um problema apenas dos concretos, mas dos materiais granulares em geral”.

Na sequência de fotos a seguir, é possível observar esta situação, pois é possível identificar o descolamento total do chapisco (de alta relação água/cimento) e da argamassa do substrato de concreto estrutural.

Figura 1 – Descolamento do revestimento do substrato de concreto tratado com chapisco de alta relação água/cimento (LIBORIO, J.B.L. (2000/2001). *Estudo da aderência de chapisco modificado com adição de sílica ativa de ferro-silício em elementos estruturais de concreto armado*. Estudo não divulgado – Relatório Interunidades EESC-IFSC-IQSC).

Desta forma, este trabalho pretende definir traços para chapiscos e pastas com menor relação água/cimento e com adições de sílica ativa de casca de arroz (SCA). Buscou-se verificar se a adição da SCA possibilitaria executar um chapisco com uma compacidade mais adequada, o que permite ligações mais efetivas com os substratos de concretos estruturais.

A sílica ativa da casca de arroz além de apresentar um comportamento análogo às sílicas de ferro-silício e silício-metálico, também possui superfície específica e pureza bem superior, o que acarreta em reatividade muito maior.

Apesar da literatura citar vários benefícios decorrentes da utilização da sílica ativa de ferro-silício e de silício-metálico, não existem estudos sobre o efeito dessas adições no mecanismo de aderência e microestrutura da interface argamassa/substrato.

Vários pesquisadores (BENTUR & COHEN, 1987; METHA & MONTEIRO, 1994; CAO & DETWILER, 1995; DAL MOLIN, 1995; entre outros) demonstraram anteriormente que a introdução de sílica ativa de ferro-silício e silício-metálico em concretos e argamassas geralmente provocam várias alterações em suas características, tanto no estado fresco quanto no endurecido. Isto se deve ao fato de que a sílica ativa modifica a microestrutura da pasta de cimento, principalmente da zona de transição pasta/agregado. Essas modificações melhoram a resistência mecânica e reduzem a permeabilidade e a porosidade, já que a ação da sílica ativa

se dará tanto por efeito pozolânico (através da reação com o hidróxido de cálcio, formando produtos resistentes do tipo C-S-H) como por efeito microfiller (preenchimento dos vazios existentes e interrupção da rede capilar).

Assim, a implementação no chapisco da sílica ativa da casca de arroz teve como objetivo *o desenvolvimento, através da reação pozolânica, de silicatos de cálcio hidratados (C-S-H) com excelentes características de aderência, como também aprimorar a microestrutura da interface chapisco/concreto (mais densa e com baixa porosidade) através do efeito microfiller.*

RELEVÂNCIA DO TEMA

Esta pesquisa teve como meta contribuir para o desenvolvimento dos estudos que tem como tema principal a aderência de argamassas e chapiscos aplicados em substratos de concretos estruturais, principalmente no que se refere à microestrutura da interface chapisco/substrato. A maior parte de trabalhos com este tema refere-se a substratos cerâmicos e blocos de concreto. Além disso, outro item que merece destaque como justificativa desta pesquisa é que trabalhos anteriores, que tratam sobre o mecanismo de aderência entre argamassas e substratos, abordaram principalmente a questão das argamassas de assentamento. Desta forma, a proposta deste trabalho é buscar elementos que permitam complementar estes estudos com materiais ainda não estudados.

No que diz respeito à diminuição do impacto ambiental, a extração de sílica da casca de arroz traz benefícios ao meio ambiente. A casca corresponde a 20% da massa do arroz (1,88 milhões de toneladas), e como ela é rejeitada, cria-se assim um problema ambiental e de saúde, principalmente nas regiões onde o cultivo do arroz é realizado em larga escala.

Desenvolveu-se no Laboratório de Materiais Avançados à Base de Cimentos (LMABC), do Departamento de Engenharia de Estruturas da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, vários métodos para a extração de sílica ativa da casca de arroz, apresentando características adequadas para a utilização em concretos de alto desempenho. Com esta tecnologia aplicada, o problema ambiental pode ser minimizado, gerando uma fonte adicional de renda para produtores de arroz e possibilitando o desenvolvimento e emprego de materiais compósitos de alto desempenho, o que ocorre no caso dos chapiscos e pastas desenvolvidos nesta pesquisa.

OBJETIVOS

Objetivos gerais: aumentar a aderência das argamassas de revestimento em substratos de concretos estruturais através da melhoria da microestrutura da zona de interface chapisco/concreto estrutural. Para isto, utilizou-se um chapisco com propriedades especiais em função da baixa relação água/cimento e utilização da sílica ativa da casca de arroz (em substituição volumétrica ao cimento Portland).

Por meio desse estudo, pretende-se disponibilizar às empresas de construção civil, especificamente às de revestimentos, um chapisco com características e propriedades diferenciadas, como também indicar ao meio científico uma rotina de ensaios microestruturais da interface revestimentos/substratos de concretos estruturais.

Além destes objetivos, também são propostos **objetivos específicos** e inter-relacionados, que podem ser assim resumidos:

- Definir traços para chapiscos e pastas com baixa relação água/cimento e adição da sílica ativa da casca de arroz;
- Avaliar o desempenho da utilização de uma ponte de aderência, no caso pasta de cimento Portland com adição da sílica da casca de arroz na ligação entre os diferentes concretos avaliados e o chapisco aditivado;
- Estudar a influência na aderência dos demais tipos de preparo do substrato estudados: chapisco comum, chapisco com 5% de sílica da casca de arroz, chapisco com 10% de sílica da casca de arroz e chapisco aditivado com superplastificante;
- Estudar a influência na aderência do tipo de substrato. Foram avaliados substratos de concretos estruturais de resistência característica de 20MPa, 25MPa, 30MPa, 35MPa, 40MPa, 45MPa e 50MPa;
- Avaliar o efeito da condição saturada superfície seca do substrato na resistência de aderência do revestimento;
- Verificar o desenvolvimento da microestrutura da interface chapisco/concreto e sua relação com a resistência de aderência a partir da análise da influência da sílica ativa da casca de arroz na aderência.

METODOLOGIA

Para a realização deste trabalho, foram utilizados os seguintes métodos de avaliação:

- Ensaios de resistência de aderência à tração para avaliação da aderência dos chapiscos em substratos de concretos estruturais.
- Utilização de um modelo estatístico para verificação da existência de uma diferença significativa entre as médias dos efeitos dos tipos de substratos e os tipos de preparo do substrato na resistência da aderência, como também verificar a possível interação destas variáveis.
- Análise microestrutural da interface chapisco/concreto com o uso da técnica de microscopia eletrônica associada à espectrografia por dispersão de energia (EDS).

ESTRUTURA DA TESE

Para a exposição da pesquisa realizada, estruturou-se a tese em cinco capítulos.

No primeiro capítulo estão as discussões dos principais aspectos da bibliografia que aborda o tema aderência de argamassas a substratos, com principal destaque para os aspectos relacionados à microestrutura da interface argamassa/substrato. O segundo capítulo traz uma exposição sobre as principais características da sílica ativa e sua ação na microestrutura das argamassas e concretos, principalmente na microestrutura da interface pasta/agregado. Ao final, mostra-se o efeito dos materiais pozzolânicos na resistência de aderência.

O terceiro capítulo trata da parte experimental da pesquisa, onde é apresentado o método adotado para determinação da resistência de aderência à tração, bem como os resultados obtidos com as respectivas análises.

No quarto capítulo são apresentados e discutidos os aspectos observados no microscópio eletrônico de varredura. Foi verificado o desenvolvimento da microestrutura da interface chapisco/concreto e seu relacionamento com a resistência de aderência, analisando-se a influência da sílica ativa da casca de arroz.

No quinto e último capítulo, são descritas as conclusões e o prosseguimento da pesquisa.

CAPÍTULO 1

ADERÊNCIA ENTRE ARGAMASSAS À BASE DE CIMENTO PORTLAND E SUBSTRATOS

Neste capítulo são apresentados os aspectos mais relevantes da literatura sobre a aderência entre argamassas à base de cimento Portland e substratos. Inicialmente se discute o mecanismo básico de aderência e as características mais importantes da microestrutura da zona de interface argamassa/substrato. Além disso, são apresentadas as propriedades dos substratos e das argamassas que mais interferem na aderência.

1.1 RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA

A aderência da argamassa ao substrato deriva da conjugação de três propriedades: a resistência de aderência à tração (objeto desta pesquisa), a resistência de aderência ao cisalhamento e a extensão de aderência. (SELMO, 1989)

Resistência de aderência ao cisalhamento

A importância da avaliação da resistência de aderência ao cisalhamento está relacionada com a capacidade do revestimento resistir às tensões de cisalhamento que se produzem na interface substrato/argamassa.

A RILEM (REUNION INTERNATIONALE DES LABORATOIRES D'ESSAIS ET MATERIAUX) propõe dois métodos para avaliação da resistência de aderência ao cisalhamento: por torção (MR-20) e por corte (MR-14).

No método MR-20 o revestimento é submetido a um esforço de torção, mediante a rotação de um anel metálico colado sobre a sua superfície previamente

cortada perpendicularmente ao seu plano. De acordo com o esforço de torção que leva à ruptura pode se calcular a sua respectiva tensão de cisalhamento máxima.

No outro método (MR-14) o corpo-de-prova é composto por dois blocos de alvenaria revestidos nas duas faces opostas. Duas placas metálicas são coladas, após a cura dos corpos-de-prova, sobre ambas as faces dos blocos revestidos, ligando-os, porém, deixando entre eles um espaço livre. Esses são então submetidos a um carregamento na direção paralela ao plano dos revestimentos até a ruptura.

Extensão de aderência

A extensão de aderência corresponde a razão entre a área de contato efetivo e a área total possível de ser unida (SELMO, 1989). Conforme LUCAS^b apud CARASEK (1996), quando a aderência é pobre em extensão, os revestimentos ficam mais propícios a perder a aderência com as variações volumétricas diferenciais entre a argamassa e o substrato, pelas tensões geradas na interface.

Para avaliar a extensão de aderência CARASEK (1996) utilizou um microscópio estereoscópio trinocular (lupa) com capacidade máxima de ampliação de 240 vezes, dotado de escala micrométrica e de equipamento fotográfico. Foi possível obter, usando esse equipamento, medidas precisas da extensão de contato e a documentação fotográfica dos aspectos mais representativos.

Resistência de aderência à tração

A avaliação da resistência de aderência à tração pode ser realizada através de procedimento prescrito na norma brasileira NBR 13528/95 – “Revestimento de paredes e tetos em argamassas inorgânicas – determinação da resistência de aderência à tração”. Essa resistência é a tensão máxima suportada por um corpo-de-prova de revestimento, quando submetido a um esforço normal de tração.

Segundo o método de ensaio da ABNT, o corpo-de-prova é obtido cortando-se o revestimento perpendicularmente ao seu plano, que pode ser feito de forma circular com serracopo diamantada com diâmetro de 50mm, ou de forma quadrada com lado igual a 10cm. Sobre o mesmo é colada, com cola à base de epóxi, uma

^b LUCAS, J.A.C. Revestimentos para paramentos interiores de paredes de alvenaria de blocos de betão celular autoclavado. Lisboa, 1987. v.1: Classificação, descrição geral e exigências funcionais de revestimentos de paredes. (LNEC-Proc. 83/11/7334).

pastilha metálica, na qual é afixado um equipamento de tração. Através deste equipamento aplica-se a carga de tração até produzir a ruptura.

Após a ruptura, anota-se o peso que causou a ruptura e o tipo de ruptura, considerando as porcentagens correspondentes a cada parte do corpo-de-prova, tomando como referência os tipos de ruptura definidos pela norma NBR 13528/95, conforme figura a seguir:

Figura 02 – Formas de ruptura

Apenas no caso da ruptura (a), o valor da resistência de aderência é igual ao valor obtido no ensaio. Nos casos das rupturas (b), (c) e (d), a resistência de aderência não é precisamente determinada, sendo maior que o valor obtido no ensaio. A ruptura tipo (e) indica imperfeições na colagem e o resultado deve ser desprezado. Como podem ocorrer rupturas mistas em um mesmo corpo de prova, é importante anotar as porcentagens do tipo de ruptura do corpo de prova durante o ensaio.

Segundo a NBR 13528/95, o cálculo da média e do coeficiente de variação dos resultados obtidos no ensaio de resistência de aderência deve ser realizado somente para os corpos-de-prova que apresentam o mesmo tipo de ruptura.

De acordo com CARASEK (1996), os resultados obtidos no ensaio de resistência de aderência à tração apresentam alta variabilidade, cujos coeficientes de variação são da ordem de 10 a 35%. Segundo CARASEK (1996), a resistência de aderência à tração depende tanto das características da argamassa quanto das características do substrato, as quais variam bastante, e ainda depende da forma de aplicação do revestimento, que não é constante ao longo da execução.

Dessa forma, espera-se elevada variação nos resultados obtidos nos ensaios de resistência de aderência à tração.

1.2 MECANISMO DE ADERÊNCIA

Quando a argamassa no estado plástico entra em contato com a superfície absorvente, o substrato, parte da água de amassamento, que contém em dissolução ou estado coloidal os componentes do aglomerante, penetra pelos poros e cavidades do substrato. No interior destes, ocorrem fenômenos de precipitação, seja de géis de silicato do cimento, seja de hidróxido de cálcio da cal, e, transcorrido algum tempo, com a cura, esses precipitados intracapilares exercem a ação de ancoragem da argamassa à base (VALDEHITA ROSELO, 1976).

Diversos autores corroboram com a descrição supracitada e afirmam (CHASE, 1984; LAWRENCE & CAO, 1988; CARASEK, 1996; LANGE et al., 1999) que o mecanismo de ligação entre argamassas inorgânicas e substratos porosos é essencialmente mecânico, com a resistência de aderência derivada do entrelaçamento dos produtos hidratados nos poros e na superfície do substrato. De acordo com esses autores, a parcela de adesão superficial devida às forças de atração entre a superfície da argamassa inorgânica e substrato não é significativa.

A esse respeito, KAMPF (1963) mostrou em seus trabalhos que a contribuição da ligação mecânica para a resistência de aderência é muito maior do que a contribuição da ligação química.

KAMPF (1963) realizou uma série de experimentos onde foram unidas duas placas de vidro através de uma camada de argamassa de cimento, de modo a simular a preparação de corpos de prova de alvenaria para o ensaio de tração direta. Uma vez que a superfície do vidro é muito lisa, o efeito de travamento mecânico é desprezível, podendo-se avaliar a parcela de aderência polar covalente. Independentemente do tipo de argamassa de cimento testada, a resistência obtida em tais experimentos representa menos do que 10% das resistências de aderência à tração normalmente encontradas com corpos de prova com substratos cerâmicos, onde prevalece a aderência mecânica. KAMPT ressalta que para as argamassas orgânicas, ao contrário das argamassas apenas de cimento, a resistência de aderência resulta principalmente das forças intermoleculares.

CHASE (1984) e LAWRENCE & CAO (1988) avaliaram a aderência entre pastas de cimento e pastas mistas de cimento e cal em substratos cerâmicos, usando o microscópio eletrônico de varredura. Esses autores verificaram se ocorriam reações químicas na superfície do substrato. Contudo, eles não

conseguiram identificar produtos formados na interface que indicassem a presença de reações químicas entre a superfície do substrato e a pasta aglomerante.

Tendo em vista os resultados das pesquisas supracitadas, não existe uma reação química importante entre substratos cerâmicos e as argamassas inorgânicas. A aderência é controlada pelas características do substrato e argamassa, pela penetração da pasta no interior dos poros do substrato e pela natureza dos produtos de hidratação formados na interface.

1.2.1 Microestrutura da interface argamassa/substrato

Os estudos sobre o mecanismo de aderência entre argamassas à base de cimento e substratos porosos, os quais deram os primeiros indícios da morfologia dos produtos hidratados na interface, começaram a ser desenvolvidos na década de 30.

VOSS, em 1933, e mais tarde STALEY, em 1940, examinaram através da análise petrográfica a interface do substrato cerâmico e argamassas mistas de cal, cimento e areia. Eles constataram que a aderência era profunda e contínua, e que havia uma fina camada de material, possivelmente composta de cal, entre o substrato e a argamassa. Essa camada adjacente ao substrato foi denominada “camada de aderência” e sua espessura, segundo os referidos autores, variava com o teor de cal na argamassa. De acordo com as análises obtidas por esses autores, o movimento de água através da sucção do substrato conduzia a cal para a sua superfície, formando assim a camada de aderência.

Após as pesquisas de VOSS e STALEY, outros autores (ANDEREGG, em 1942, e KAMPT, em 1963) desenvolveram trabalhos para avaliar a aderência entre substratos e argamassas, sem, no entanto, avaliar a microestrutura da interface. Até os anos 70 poucos estudos foram desenvolvidos para elucidar o mecanismo físico e químico da ligação entre o substrato e a argamassa. A partir dessa época, técnicas mais sofisticadas foram utilizadas para estudar a microestrutura da interface. No entanto, parece ainda não existir um consenso geral sobre as características microestruturais da interface, conforme será visto a seguir.

Formação de etringita na interface

GRANDET (1973) usou técnicas de difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura para investigar a interface do substrato cerâmico e a argamassa de cimento. Nesse estudo se observou a formação de uma camada de

etringita na interface, cuja concentração variava a diferentes distâncias da superfície do tijolo. Ela era máxima na interface e diminuía à medida que se afastava do substrato. Esse gradiente de concentração, explica GRANDET (1973), é devido à sucção do substrato. Os íons sulfatos, os quais são liberados quando a gipsita se dissolve em contato com a água, são os primeiros a entrar em solução e devido à sucção do substrato são conduzidos para a interface, formando a camada de etringita. Desta forma, os outros produtos de hidratação, como o Ca(OH)_2 não podem se precipitar na região da interface com o substrato em quantidades significativas.

Para GRANDET a aderência entre a pasta de cimento e o substrato cerâmico é proveniente do intertravamento mecânico da etringita nos poros da base, uma vez que ela foi o principal produto de hidratação do cimento cristalizado na interface.

No entanto, ainda segundo esses estudos, a adesão da camada de etringita não é freqüentemente o fator mais importante. Para os substratos cerâmicos com alta sucção, onde o cimento não foi totalmente hidratado, as rupturas normalmente ocorrem atrás da camada de etringita, dentro da argamassa próxima à interface. Dessa forma, o grau de hidratação do cimento próximo à interface é determinado pela sucção do substrato. Nesse processo de sucção, parte da água de amassamento da argamassa próximo ao substrato cerâmico é retirada, não deixando água suficiente para completar a hidratação da pasta aglomerante, criando uma região de menor aderência.

A esse respeito, CARASEK (1996) em estudos mais recentes, também concluiu que a ruptura macroscopicamente identificada como decorrente da falta de aderência não acontece na região rica em etringita, mas sim no interior da camada da argamassa em uma região próxima à interface. Essa camada de argamassa, onde ocorre a ruptura, é constituída provavelmente por gel de C-S-H e hidróxido de cálcio, às vezes carbonatado.

De acordo com CARASEK (1996), no *Institut National de Sciences Appliquées* de Toulouse (INSA), foram desenvolvidos estudos sobre o mecanismo de aderência entre pasta de cimento e substrato cerâmico. A partir dos resultados obtidos no MEV, difratometria de Raios-X e termogravimetria, observou-se que a zona de contato da pasta de cimento com o substrato cerâmico é composta principalmente por cristais de etringita. Conforme CARASEK (1996), os pesquisadores do INSA concluíram que a aderência é um fenômeno

essencialmente mecânico decorrente do intertravamento desses cristais de etringita no interior dos poros do substrato.

Da mesma forma, nas pesquisas desenvolvidas por CARASEK (1996) foram identificadas estruturas em forma de hastes pontiagudas, identificadas como cristais de etringita, que parecem nascer no interior dos poros dos substratos evidenciando a penetração. Identificou-se também três produtos de hidratação através do estudo ao MEV (microscópio eletrônico de varredura), que foram identificados como sendo gel de C-S-H, hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio, os quais parecem estar apenas depositados na superfície do substrato, sem evidências de penetração deles no interior dos poros do substrato.

Formação da rede fibrosa de C-S-H e da camada de cálcio na interface

CHASE (1984) analisou amostras de pastas de cimento e pastas mistas de cimento e cal, as quais foram aplicadas sobre fatias de substratos cerâmicos. Nesse trabalho variou-se o tempo de cura (7 e 42 dias) e a condição do substrato no instante da aplicação da pasta (seco e pré-umedecido). De acordo com os resultados da pesquisa, os quais foram obtidos através da microscopia eletrônica de varredura, o mecanismo básico de aderência entre substrato cerâmico e as pastas avaliadas é proveniente do crescimento de cristais de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e entrelaçamento de suas fibras sobre o substrato. Segundo esse autor, há a deposição desses produtos hidratados na superfície do substrato, não sendo observada penetração significativa no interior dos poros do substrato. Nas regiões do substrato adjacentes à argamassa foram identificados altos teores de cálcio, indicando algum tipo de cobertura superficial ou absorção de cálcio no interior do substrato.

Nos experimentos realizados por CHASE verificou-se também que existe uma evolução do C-S-H tipo I aos 7 dias para um C-S-H mais denso, do tipo II^c, após 42 dias de cura. Quanto ao pré-umedecimento, identificou-se um efeito positivo, com o aumento do grau de hidratação dos materiais cimentícios na região da interface, e crescimento de C-S-H na superfície do substrato cerâmico. Comparando a pasta mista de cimento e cal com a pasta pura de cimento, ele observou que a pasta mista apresenta uma estrutura de partículas mais finas e com maior grau de

^c O C-S-H tipo I é encontrado principalmente nas primeiras idades. É formado por partículas que se lançam para fora dos grãos de cimento. Este tipo de C-S-H cresce nos vazios capilares da pasta. O C-S-H tipo II ocorre em conjunto com o C-S-H tipo I. Sua estrutura é conhecida como reticular ou favo de mel (DIAMOND, 1976; SILVA, 2000; MELO, 2000).

preenchimento dos poros do substrato cerâmico, isto é, maior extensão de aderência.

LAWRENCE & CAO (1987, 1988) investigaram a microestrutura da interface pasta/substrato cerâmico usando o microscópio eletrônico de varredura dotado de um detector de Raios-X por espectrômetro de dispersão de energia-EDS. A morfologia desenvolvida nas interfaces substrato/pasta, tanto para a pasta de cimento como para a pasta mista de cal e cimento, parece ser caracterizada por duas camadas distintas. A primeira camada, mais próxima da superfície porosa do substrato, é formada por um filme rico em cálcio onde há precipitação preferencial de cristais de hidróxido de cálcio em forma de placas. A segunda camada é constituída por alguns cristais de etringita e principalmente por C-S-H. Segundo esses autores, essa camada rica em cálcio, que foi mais predominante quando se utilizou a pasta mista de cimento e cal, foi depositada na superfície do substrato logo após o substrato entrar em contato com a pasta de cimento, através da sucção capilar.

Com relação ao filme rico em cálcio observado na interface, PAGE & LAWRENCE (1998) também afirmam que a sucção do tijolo é responsável pela sua formação e a sua espessura varia de 2mm a 3mm.

LAWRENCE & CAO (1988) também avaliaram os efeitos da cal e da umidade inicial do substrato na aderência. As microestruturas observadas nesses estudos, para a interface do substrato cerâmico seco/pasta de cimento e para a interface do substrato cerâmico seco/pasta de cimento e cal, são mostrados nas figuras 3 e 4. Os substratos cerâmicos secos promoveram altas resistências de aderência devido à formação de produtos hidratados mais finos e menor porosidade na interface.

Figura 3 - Microestrutura da interface da pasta de cimento e o substrato cerâmico seco, mostrando C-S-H fibroso, indicado pela seta amarela e etringita, indicada pela seta vermelha (LAWRENCE & CAO, 1988).

Figura 4 – Microestrutura da interface da pasta de cimento e cal e o substrato cerâmico seco, mostrando a grande quantidade de hidróxido de cálcio (LAWRENCE & CAO, 1988).

LAWRENCE & CAO (1988) afirmam que a extensão e continuidade da microestrutura da interface são muito influenciadas pela presença da cal. A estrutura da pasta mista de cimento e cal na interface é mais densa e contínua do que a estrutura da pasta apenas de cimento. No entanto, as resistências de aderência das argamassas com cal tendem a ser mais baixas, devido à maior demanda de água.

Ou seja, como a aderência deriva da conjugação da resistência de aderência à tração e a extensão de aderência, é possível obter uma boa aderência entre substratos e argamassas mistas de cal e cimento (devido à boa extensão de aderência), ainda que a resistência de aderência seja mais baixa do que quando se utilizam argamassas de cimento. Argamassas com alto teor de cimento em geral apresentam elevada resistência de aderência, mas possuem baixa extensão de aderência e são também menos duráveis, pois têm mais tendência de desenvolver fissuras.

Ainda sobre o trabalho de LAWRENCE & CAO (1988), uma maior quantidade de cristais de hidróxido de cálcio foram encontrados aderidos à superfície do substrato cerâmico com a pasta mista, como mostrado na figura 4, o que também pode explicar a menor resistência de aderência dessas amostras. O gel de C-S-H apresenta ser uma mistura dos tipos II e III^d na pasta mista, enquanto que na pasta

^d C-S-H tipo III é uma massa compacta e homogênea bem comum nas pastas de cimento endurecidas e parece constituir uma boa parcela dos produtos hidratados totais. É um material com morfologia difícil de ser definida, e forma-se em região onde não há muito espaço disponível para seu crescimento, geralmente adjacente a outros hidratos e a grãos anidros (DIAMOND, 1976; MELO, 2000; SILVA, 2000).

de cimento o C-S-H é do tipo I. A camada rica em cálcio também foi predominante nas amostras com a pasta mista.

A microestrutura da interface nos substratos cerâmicos saturados é mostrada nas figuras 5 e 6. Os produtos hidratados são maiores do que na interface com os substratos cerâmicos secos, indicando alta porosidade. Neste tipo de microestrutura espera-se que a resistência de aderência seja mais baixa.

Figura 5 – Microestrutura da interface da pasta de cimento e o substrato cerâmico saturado, mostrando grandes produtos hidratados (LAWRENCE & CAO, 1988).

Figura 6 – Microestrutura da interface da pasta de cimento e cal e o substrato cerâmico saturado, mostrando depósito massivo de hidróxido de cálcio (LAWRENCE & CAO, 1988).

SUGO et al. (2001) investigaram a microestrutura da interface argamassa/substrato, em amostras fraturadas e polidas, usando para tanto o microscópio ótico e o microscópio eletrônico de varredura. Esses autores empregaram argamassas de cimento no traço 1:6 e argamassas mistas no traço 1:1:6.

As imagens obtidas por SUGO et al. (2001) mostraram a presença de C-S-H e de pequenas quantidades de Ca(OH)_2 tanto na interface argamassa de cimento/bloco de concreto como na interface argamassa de cimento/bloco sílico-calcário. Na interface argamassa de cimento/substrato cerâmico formou-se C-S-H e grande quantidade de Ca(OH)_2 . Quando se utilizou argamassa mista de cimento, cal e areia, se formaram os mesmos produtos, com pouca variação na morfologia do C-S-H. Nos blocos de concreto, com baixa sucção, se constatou a presença na interface de um C-S-H menos denso e mais fibroso, devido à alta relação água/cimento que se formou nesta interface.

LANGE et al. (1996) avaliaram o mecanismo de aderência entre argamassas e substratos através da microscopia eletrônica de varredura, porosimetria por

intrusão de mercúrio e ensaios mecânicos. As variáveis do estudo foram: tipos de argamassas (argamassa com cimento de alvenaria, argamassa com cimento Portland e argamassa com cimento Portland e cal) e tipos de substrato (cerâmico, bloco de concreto e uma placa de vidro). A placa de vidro foi utilizada como referência para avaliar a sucção dos substratos. Eles observaram poucos cristais de hidróxido de cálcio para todas as interfaces avaliadas. A sucção dos substratos reduziu a região da zona de interface de alta porosidade e removeu a água livre necessária para o desenvolvimento deste agrupamento cristalino.

GRANDET (1973) observou que a concentração de Ca(OH)_2 é mais baixa próxima à interface pasta de cimento/substrato cerâmico, devido à formação dos cristais de etringita na interface, que impedem a precipitação do Ca(OH)_2 . Segundo esse autor a concentração de portlandita (Ca(OH)_2) é um importante indicador da hidratação do silicato tricálcico e da formação dos silicatos de cálcio hidratados, os quais são mais difíceis de serem distinguidos por causa da sua pobre cristalinidade. No entanto, ressalta-se que esse autor não faz menção no seu trabalho sobre o uso da cal, ao que parece ele usou pasta de cimento puro, o que pode explicar também a baixa concentração de Ca(OH)_2 na interface.

Por outro lado, LAWRENCE & CAO (1988), REDA & SHRIVE (2000), SUGO et al. (2001), através de análises por raios-X e microscopia eletrônica, observaram que há considerável quantidade de Ca(OH)_2 na interface do substrato cerâmico e quando se adiciona cal à mistura, a sua quantidade é substancialmente aumentada. Nos estudos desenvolvidos por LAWRENCE & CAO (1987, 1988) observou-se que o tipo de produtos hidratados formados na interface é muito importante, por exemplo, o gel de C-S-H contribui mais para as propriedades mecânicas do que o hidróxido de cálcio.

Percebe-se que há diferentes observações com relação à existência e função dos cristais de hidróxido de cálcio na interface argamassa/substrato. A quantidade deste agrupamento cristalino na interface vai depender da quantidade de cal na argamassa, taxa de sucção do tijolo e relação água/cimento.

Com base no que foi discutido anteriormente, afirma-se que a interface argamassa/substrato cerâmico é rica em etringita, no entanto, a aderência mecânica é proveniente do intertravamento da rede fibrosa de C-S-H na superfície do substrato.

1.3 CARACTERÍSTICAS DOS SUBSTRATOS E ARGAMASSAS QUE INTERFEREM NA ADERÊNCIA

A capacidade de sucção de água e a porosidade do substrato, o pré-umedecimento de sua superfície na execução do revestimento, os tratamentos superficiais e a rugosidade da superfície do substrato podem interferir na capacidade de aderência.

Os fatores relativos às argamassas que interferem na aderência estão relacionados aos materiais constituintes da argamassa, seu proporcionamento, e outras propriedades da argamassa, como retenção de água, trabalhabilidade e resistência mecânica.

1.3.1 Capacidade de sucção de água do substrato

Para LANGE et al. (1996), o movimento de água através da sucção capilar é dominante na interação da argamassa e a unidade de alvenaria, o qual depende em grande parte da microestrutura do material (tamanho efetivo, configuração e distribuição dos poros). Esse movimento da água controla a microestrutura da interface e também os vazios e porosidade da argamassa.

DETRICHÉ et al.(1985) explicam qualitativamente os movimentos de água quando a argamassa é colocada em contato com o substrato poroso, cujos capilares estão inicialmente vazios. Segundo esses autores, a água só é transportada na direção da argamassa para o substrato enquanto os raios médios dos capilares da argamassa são maiores do que os capilares do substrato:

A sucção capilar comprime mecanicamente as partículas sólidas da argamassa devido à ação da depressão dos capilares, que se traduz por uma retração quase imediata da camada de argamassa e uma aceleração da cristalização dos produtos hidratados consecutivos ao crescimento da concentração em íons dissolvidos. Como consequência desse processo, o raio médio dos capilares da argamassa é reduzido até ficar igual ao dos capilares do substrato. Nessas situações, quando o raio médio dos capilares da argamassa torna-se menor do que os capilares da base, o sentido do fluxo da água vira-se ao contrário, ou seja, da base para a argamassa (Teoria dos poros ativos).

Para as argamassas de revestimento, ocorre também um fluxo de água em direção ao meio ambiente, devido à evaporação. A tendência, nesses casos, é que os capilares da argamassa esvaziem progressivamente até que toda água intersticial seja evaporada. Enquanto o processo de hidratação continua, há uma redução da velocidade de evaporação, pois esse movimento de água em direção ao meio ambiente torna-se menor à medida que os capilares vão diminuindo de diâmetro.

Segundo LANGE et al. (1996, 1999), a perda de água da argamassa para o substrato resulta em dois mecanismos, os quais são descritos a seguir. Inicialmente, consolidam-se as fases sólidas e restringe-se a água drenada na interface, o que aliado à redução da relação água/cimento na argamassa pode melhorar a resistência à compressão da argamassa e à aderência com o substrato e também diminuir a porosidade, processo esse chamado de densificação. Por outro lado, se o substrato absorver uma quantidade elevada de água, não haverá água suficiente para completar o processo de hidratação, e também podem ser criados vazios de ar nos espaços antes ocupados pela água. Como resultado desse processo, o qual os autores denominam de dessecação, a resistência à compressão e a resistência de aderência serão baixas e a porosidade da argamassa será bem elevada.

LANGE et al. (1996, 1999) também analisaram quantitativamente imagens por computador para determinar a fração de área dos espaços vazios, agregados e matriz da argamassa. Essas análises foram usadas como auxílio para entender os mecanismos que acontecem quando a argamassa fresca é combinada com a unidade de alvenaria. A comparação entre as frações de área do agregado e vazios de ar forneceu um meio indireto para estudar o potencial de densificação e dessecação da argamassa. Nesse estudo verificou-se que esses mecanismos ocorreram quando argamassas foram aplicadas em tijolos com alto IRA^e (53 g/ 200 cm²/mim) e médio IRA (21,3 g/ 200 cm²/mim) e em blocos de concreto (o autor não especificou o IRA). Nenhum dos mecanismos ocorreu quando a argamassa foi aplicada em unidades de tijolo de baixo IRA (4,2 g/ 200 cm²/mim). Ao invés, a argamassa hidratada com alto teor de água resultou em uma matriz muito porosa.

^e IRA – índice de absorção inicial do substrato. Este ensaio consiste em se determinar a massa de água absorvida por uma face do tijolo após essa ser imersa em uma pequena profundidade de água durante um minuto.

Na opinião de LANGE et al. (1996, 1999), o mecanismo de densificação explica a relativa pequena zona de transição na interface pasta/tijolo. A remoção da água reduz a distância intergranular no interior da argamassa e comprime a argamassa contra a superfície do tijolo. Nesse estudo, a zona de transição foi muito pequena, menos do que 50 μ m, indicando que a sucção da unidade de alvenaria densifica a zona de transição, a qual é menor do que a observada na interface pasta/agregado nos concretos.

SUGO et al. (2001), ao avaliarem a resistência de aderência e microestrutura de amostras fraturadas e polidas da interface argamassa/substrato concluíram que a sucção capilar do tijolo causa o transporte de material cimentício para a interface e que a formação de uma camada aderente da pasta na interface garante o contato entre a argamassa e o tijolo. O processo de dessecação melhora o empacotamento das partículas, permitindo que os produtos de hidratação formem uma densa estrutura, aumentando a resistência de aderência da pasta na interface e no interior da argamassa.

GOODWIN & WEST (1982), a partir de uma extensa revisão da literatura sobre a ligação argamassa/substrato, concluíram que existe uma faixa de sucção ótima do substrato que proporciona altas resistências de aderência. Eles citam os valores de IRA ótimos e os valores de IRA mínimos e máximos definidos por diversos autores, os quais, para os substratos cerâmicos, oscilam entre 10 e 30 g/200 cm²/mim.

PALMER & PARSONS^f apud GOODWIN & WEST (1982) ao avaliarem seis tipos de tijolos cerâmicos e quinze variedades de argamassas encontraram relações bem definidas entre o IRA e a resistência de aderência à tração. No entanto, em seus experimentos também se observa o efeito significativo da retenção de água das argamassas.

HAN & KISHITANI (1984) avaliaram experimentalmente substratos de material cerâmico, empregando três traços de argamassas mistas de cal, cimento e areia (mantendo sempre a proporção de aglomerante e areia fixa e igual a 1:3). Eles concluíram que a faixa ótima de IRA situa-se entre 12 e 22 g/ 200 cm²/mim.

^f PALMER, L.A.; PARSONS, D.A. (1934). A study of the properties of mortars and brick and their relation to bond. *Bureau of Standards Journal of research*, v.12, p.609-644, May.

MCGINLEY (1990) avaliou tijolos, de material cerâmico, escolhidos aleatoriamente de 10 lotes diferentes, no entanto com rugosidade superficial semelhante, empregando dois tipos de argamassas com cimento de alvenaria. De acordo com os resultados obtidos, a faixa ótima de IRA está entre 5 e 15 g/ 200 cm²/mim.

Os autores supracitados defendem a existência de uma faixa de sucção de água intermediária que pode produzir melhores resistências de aderência, no entanto percebe-se que ainda existe uma discordância entre os pesquisadores sobre qual seria esse valor intermediário.

Segundo os autores GOODWIN & WEST (1982), MCGINLEY (1990) e HAN & KISHITANI (1984), em geral, ocorre nos tijolos de baixa absorção capilar pequena penetração da pasta aglomerante, não propiciando um bom intertravamento mecânico. No entanto, para os tijolos de alta sucção, há uma grande penetração de pasta, mas pode faltar água para completar o processo de hidratação dos componentes, e também podem se formar microfissuras na argamassa próxima à interface com o tijolo devido à retração resultante da rápida remoção de água. Dessa forma, nos casos em que se utiliza uma faixa de sucção de água intermediária, a argamassa é consolidada enquanto a água é absorvida pela unidade, seja tijolo ou bloco, criando poucos vazios de ar. Como resultado, obtém-se uma matriz de cimento densa com baixo teor de ar incorporado.

Por outro lado, COPELAND & SAXER (1964) ao avaliarem a aderência em blocos de concreto utilizando argamassas com cimento de alvenaria e argamassas com cimento Portland e cal, não observaram em seus experimentos um comportamento bem definido entre a sucção inicial de água dos substratos e a resistência de aderência. Para eles há parâmetros que interferem mais significativamente na resistência de aderência, como por exemplo, o tipo de cimento.

RIBAR & DUBOVOY (1988) e IOPPI et al. (1995) encontraram resultados semelhantes aos de COPELAND & SAXER (1964), os quais contradizem a teoria da existência de uma relação entre a taxa de sucção e a resistência de aderência.

RIBAR & DUBOVOY (1988) estudaram dois tipos de tijolos cerâmicos que apresentaram o mesmo valor de IRA e texturas superficiais diferentes e aplicaram sobre eles argamassas produzidas com vinte variedades de cimento. Esses autores constataram que as resistências de aderência eram sempre maiores para um

mesmo tipo de tijolo, com todos cimentos testados. Para eles a textura superficial dos tijolos foi o parâmetro que mais interferiu na resistência de aderência.

IOPPI et al. (1995) avaliaram a absorção inicial de substratos de concreto (placas lisas, moldadas em formas de compensado plastificado, com chapisco; blocos de concreto, com e sem chapisco), os quais foram revestidos com argamassas mistas de traço 1:1:6. Esses autores constaram em seus experimentos que o índice de absorção inicial do substrato, isoladamente, não é um bom indicativo da aderência dos revestimentos argamassados. Outros fatores, como tratamento da base, também são importantes. Ou seja, de acordo com seus resultados, os componentes de baixa e alta absorção, sem um tratamento da base para melhorar a ancoragem mecânica, tiveram a aderência prejudicada. Nos substratos chapiscados, constatou-se que o de maior taxa de absorção apresentou maior aderência, ao contrário do que ocorreu nos substratos não chapiscados.

Em resumo, a sucção de água exercida pelo substrato não é o único parâmetro que deve ser levado em consideração no estudo da aderência; o movimento de água entre o substrato e a argamassa depende muito da distribuição dos tamanhos dos poros do substrato. Observa-se também a influência significativa da rugosidade da base e propriedades das argamassas, como por exemplo, a retenção de água. Ou seja, argamassas de alta retenção de água tornam a aderência menos susceptível à alta sucção do substrato.

Além disso, conforme GALLEGOS (1995), o IRA e seus ensaios similares podem não representar fielmente o comportamento absorvente da unidade frente à argamassa ao longo do tempo. O IRA além de não estar relacionado com a distribuição dos tamanhos dos poros e sim apenas com o conteúdo de poros capilares do substrato é medido com relação à água livre e não com relação à água restringida na argamassa. O ensaio também é determinado em um minuto e por estar limitado a esse curto espaço de tempo não mede a real capacidade de sucção de água, a qual na prática pode ser mais elevada, visto que as forças capilares poderão continuar atuando durante um período mais prolongado.

CARASEK (2001), ao se referir à teoria de poros ativos comenta que os poros dos substratos com diâmetros superiores a 5 μm não têm força capilar suficiente para vencer os poros da argamassa. Assim, poros capilares que contribuem para a remoção de água livre no ensaio de IRA podem não contribuir para a remoção de água da argamassa.

1.3.2 Pré-umedecimento do substrato

LAMANA et al. (1970) avaliaram a aderência para blocos de concreto, variando a umidade inicial dos blocos. Para todas as argamassas mistas aplicadas a esses substratos, as condições extremas de umidade inicial dos blocos (seco e saturado) produziram resistências de aderência mais baixas, indicando a existência de teores ótimos de umidade.

LAWRENCE & CAO (1988) investigaram a microestrutura da interface do tijolo cerâmico e pasta de cimento, variando a umidade inicial do mesmo tipo de tijolo. Essas investigações demonstraram que, quando o tijolo é saturado sua sucção é baixa e a penetração da pasta dentro do tijolo é mínima, sendo elevada a porosidade na interface devido a alta relação água/cimento. Isto foi confirmado pelo exame da microestrutura da interface, através de técnicas de microscopia, entre os tijolos saturados e a pasta de cimento, o qual mostra grandes cristais hidratados. Por outro lado, na interface dos tijolos secos e a pasta de cimento comum, os cristais são mais finos, e a porosidade na interface é menor devido à menor relação água/cimento. Foram encontrados produtos hidratados em maior profundidade em tijolos secos do que em tijolos saturados, o que já era esperado devido à diferença de sucção entre esses tijolos.

Portanto, na opinião desses autores, altas resistências de aderência podem ser obtidas com os tijolos secos, desde que os mesmos não apresentem elevada sucção, pois nesses casos, faltará água para completar o processo de hidratação e surgirão fissuras de retração por secagem na interface.

JUNG (1988) ao estudar quatro traços de argamassas aplicados sobre três diferentes tijolos cerâmicos constatou que o pré-umedecimento dos tijolos (IRA igual ou superior a $16 \text{ g}/200 \text{ cm}^2/\text{mim}$) contribuiu para o aumento das resistências de aderência à tração e ao cisalhamento. Esta melhora alcançou índices de 50 a 150% em relação à resistência de aderência obtida com os tijolos secos. Apenas nos tijolos de baixa taxa de sucção ($3 \text{ g}/200 \text{ cm}^2/\text{mim}$), o pré-umedecimento prejudicou a aderência.

PEREIRA et al. (1999) também estudaram o efeito do umedecimento do substrato nas resistências de aderência. Para tanto, foram avaliados 16 diferentes traços de argamassas, aplicados diretamente sobre blocos cerâmicos sem chapisco. De acordo com os resultados obtidos, o umedecimento dos blocos

cerâmicos (absorção média de 13,5%) não contribuiu para o ganho de resistência de aderência.

Pode-se notar que a influência do teor de umidade inicial na resistência de aderência varia em função das características do substrato.

1.3.3 Rugosidade superficial do substrato

ANDEREGG, em 1942, já ressaltava que à medida que se aumenta a rugosidade da superfície do substrato fica mais difícil obter-se uma boa extensão de aderência. O referido autor diz que, para se conseguir uma boa aderência em superfícies rugosas, além das características reológicas das argamassas serem apropriadas, deve-se tomar alguns cuidados durante a execução.

No entanto, há autores (HAN & KISHITANI, 1984; RIBAR & DUBOVOY, 1988) que defendem que uma base rugosa geralmente melhora a aderência quando comparada com a base lisa.

HAN & KISHITANI (1984) avaliaram o efeito da rugosidade superficial de três tipos de tijolos cerâmicos, na resistência de aderência à tração de argamassas de assentamento, empregando um equipamento denominado fotomicrômetro, que permite avaliar qualitativamente a rugosidade dos tijolos. Nesse trabalho, os tijolos cerâmicos possuíam rugosidade inversa à taxa inicial de sucção de água. Os resultados desse trabalho mostraram que os tijolos mais rugosos apresentaram as maiores resistências de aderência.

RIBAR & DUBOVOY (1988) quantificaram o efeito da rugosidade superficial na aderência. Nesse estudo, empregou-se tijolos cerâmicos com mesmos valores de IRA e com valores semelhantes de absorção e resistência à compressão. Com esses tijolos foram preparados prismas, variando-se a composição das argamassas, os quais foram ensaiados quanto à resistência de aderência à tração por flexão. Os autores mediram a rugosidade superficial dos tijolos através de um aparelho denominado “surface profilomete” e concluíram também que os tijolos mais rugosos propiciaram as melhores resistências de aderência.

Por outro lado, CARASEK (1990) verificou que a rugosidade superficial do substrato, por si só, não é um parâmetro adequado para explicar a capacidade de aderência, uma vez que essa autora encontrou para tijolos de menor rugosidade superficial as maiores resistências de aderência para todas as situações testadas. No entanto, como nesse trabalho o tijolo de maior rugosidade apresentava também

o maior IRA, é possível que a taxa de sucção de água tenha influenciado mais do que a rugosidade da base.

Corroborando com CARASEK, quanto à rugosidade isoladamente não ser um parâmetro adequado para avaliar a capacidade de aderência, e com ANDEREGG sobre a importância das características reológicas das argamassas e técnica de execução, afirma-se que aquelas argamassas que apresentam características adequadas de trabalhabilidade, coesão e tixotropia e boa capacidade de retenção de água, proporcionam boa aderência em superfícies rugosas. Em substratos com superfícies lisas, como no caso das estruturas de concreto, pode-se obter boa aderência com um tratamento da base com chapisco.

1.3.4 Características das argamassas

Com relação aos materiais constituintes das argamassas, CARASEK (1996) atribui fundamentalmente ao cimento a força de ligação da aderência, sendo portanto, o teor de cimento o fator que melhor explica as variações nas resistências de aderência.

Ainda existem dúvidas no meio científico quanto à influência que a relação água/cimento (a/c) exerce na resistência de aderência, pois alguns autores como SELMO (1989) e BORTOLUZZO (2000) ressaltam que quanto maior essa relação, menor a resistência de aderência. A figura 7 mostra os resultados obtidos por SELMO (1989).

Figura 7 – Variação da resistência média da aderência à tração de corpos-de-prova de revestimento sobre diferentes bases, em função da relação água/cimento (SELMO 1989).

Nos estudos experimentais realizados por BORTOLUZZO (2000), correlacionou-se a resistência de aderência com a resistência à compressão da argamassa, conforme figura 8. Para as argamassas mistas foram utilizados os seguintes traços em volume: 1:0,5:4,5; 1:1:6; 1:2:9 e 1:3:12. Para as argamassas aditivadas, foram utilizados os traços em volume: 1:3; 1:6; 1:9; 1:12. Todos os traços em volume foram transformados em massa para consecução da pesquisa.

Para esse autor, essa correlação é importante, pois a resistência à compressão uniaxial costuma ser empregada, na bibliografia corrente, para expressar as características mecânicas dos compósitos à base de cimento.

Figura 8 – Correlação entre a resistência de aderência na tração e a resistência à compressão aos 28 dias de idade (BORTOLUZZO, 2000)

Por outro lado, PEREIRA et al. (1999) desenvolveram um trabalho visando avaliar a influência da relação água/cimento e do teor de cimento na resistência de aderência de argamassas de cimento e areia. A partir dos resultados obtidos foi concluído que, para as argamassas estudadas a relação água/cimento, ao contrário do teor de cimento, não exerce influência na resistência de aderência. Para esses autores também não existe correlação entre a resistência à compressão e a resistência de aderência.

No trabalho de PEREIRA et al. (1999), as variações na resistência à compressão foram obtidas através da variação da quantidade de água, mantendo fixo o traço e os materiais constituintes; desta forma, os melhores resultados de aderência foram obtidos com as argamassas mais fluidas, com maior relação água/materiais secos, e, portanto, menores resistências à compressão. Já nas pesquisas desenvolvidas por BORTOLUZZO (2000), variou-se a resistência à compressão das argamassas através da alteração das proporções dos materiais constituintes, para uma mesma consistência. Assim, de um modo geral, as argamassas de maior resistência à compressão são as que possuem maior teor de cimento, que por sua vez apresentam maiores resistências de aderência.

No caso da cal, as argamassas contendo esse aglomerante preenchem melhor a superfície do substrato, promovendo maior extensão de aderência. O uso da cal também pode evitar o surgimento de minúsculas fissuras e preencher vazios através de sua carbonatação, que se desenvolve ao longo do tempo, proporcionando assim a durabilidade da aderência.

Segundo CARASEK (1996), as areias muito grossas não produzem argamassas com boa capacidade de aderir porque prejudicam a sua trabalhabilidade e conseqüentemente a sua aplicação ao substrato, reduzindo a extensão de aderência. Quanto às areias muito finas, estas também podem prejudicar a aderência e, neste caso, CARASEK (1996) explica que durante a sucção exercida pelo substrato, os grãos muito finos da areia podem penetrar no interior dos poros tomando assim o lugar de produtos de hidratação do cimento que se formariam na interface e produziram o encunhamento da argamassa.

Essas considerações realizadas por CARASEK (1996) dependem, no entanto, das características das argamassas, da sua composição – relação cimento x agregado miúdo x relação água/aglomerante.

Segundo a teoria dos poros ativos apresentada por DETRICHE (1985), uma areia com grãos muito finos produz uma argamassa com poros de raio médio pequeno, fazendo com que menor quantidade de poros do substrato sejam eficientes na sucção da pasta aglomerante da argamassa, podendo diminuir a aderência.

A retenção de água é necessária para evitar a perda de água da argamassa muito rapidamente, de forma que a execução do serviço e as reações de hidratação do aglomerante não sejam prejudicadas. A redução na perda de água da argamassa diminui os efeitos de retração, e conseqüentemente reduz o aparecimento de fissuras, influenciando, assim, na durabilidade da aderência.

LAMANA et al. (1970) testaram a influência de três consistências iniciais, seca, pastosa e fluida, na resistência de aderência de argamassas mistas de assentamento (traços: 1:3/1:2:9 / 1:1:6/1:6) quando aplicadas a blocos de concreto. Como resultado, eles obtiveram que as maiores resistências de aderência foram obtidas para as argamassas com consistência inicial pastosa.

HAN & KISHITANI (1984) também avaliaram o efeito da consistência da argamassa de assentamento na aderência, para vários traços aplicados a três tipos de tijolos cerâmicos. Foram empregadas argamassas de cimento Portland, argamassas mistas de cimento, cal e areia e argamassas de cimento de alvenaria. Esses pesquisadores constataram que a influência da consistência da argamassa é diferenciada para cada traço e para cada tipo de tijolo sobre a qual ela é aplicada. No entanto, existe uma tendência geral de crescimento da resistência de aderência com o aumento da consistência da argamassa até um ponto ótimo, após a qual há uma queda na aderência, sendo que esse ponto ótimo, oscilou entre 200 e 230mm.

CAPÍTULO 2

EFEITO DA SÍLICA ATIVA NA ADERÊNCIA E MICROESTRUTURA DAS ARGAMASSAS

Este capítulo apresenta as principais características da sílica ativa de ferro-silício, silício-metálico e da sílica ativa da casca de arroz, bem como uma discussão sobre o efeito dessas adições na microestrutura da pasta e da zona de interface das argamassas e concretos. Também serão abordados os efeitos da sílica ativa e de outros materiais pozolânicos na aderência.

2.1 SÍLICA ATIVA

A sílica ativa mais empregada no Brasil é um subproduto resultante do processo de produção do silício-metálico ou das ligas de ferro-silício. Dependendo da natureza do material e do processo de produção utilizado, pode-se obter variações nas características químicas e propriedades físicas da sílica ativa.

Em termos de composição química, a sílica ativa é quase pura, pois suas partículas em geral possuem altos teores de sílica amorfa (85% a 98% de SiO_2) na presença de pequenas quantidades de alumina, ferro, cálcio, álcalis, carbono entre outros, o que confere à sílica ativa um maior grau de pureza. Além desses materiais a sílica ativa pode apresentar na sua composição pequenos teores de impurezas ou resíduo insolúvel.

De acordo com ODA (2003), as variações da composição química da sílica ativa podem ocasionar efeitos não esperados na preparação de concretos e argamassas se não forem bem estudadas. Pode-se citar, como exemplo, a variação do teor de carbono, que interfere na quantidade de superplastificante adicionado no concreto. Devido à elevada finura do carbono, há um aumento significativo na demanda de água.

A presença do carbono na sílica também interfere na sua cor, a qual varia de branco acinzentado a cinza escuro. O carbono é muito fino, apresenta uma alta área específica e, portanto, quanto maior sua presença maior o escurecimento da sílica ativa. Assim, a cor da sílica é muitas vezes usada como um indicador inicial da presença em maior ou menor percentagem de carbono. O teor de carbono varia de 1,5% a 6% na sílica ativa.

A reatividade da sílica depende do teor, grau de pureza e grau de amorficidade do SiO_2 , o seu principal componente. Ressalta-se que a presença de sílica cristalina diminui o desempenho pozolânico do material.

Quanto à quantidade de álcalis presente na sílica ativa, ela varia em função da matéria-prima utilizada na sua produção. De acordo com VEIGA et al. (1997) a presença de hidróxidos alcalinos (provenientes do cimento, água de amassamento, agregados, pozolanas, agentes externos, etc), que estão dissolvidos na solução dos poros do concreto, podem reagir com determinados constituintes mineralógicos do agregado. O produto da reação é um gel higroscópico expansivo que leva a expansões volumétricas e fissuração na forma de “mapa”. Essas reações deletérias são conhecidas como reação álcali-agregado (RAA).

No que se refere às características físicas, a sílica ativa é um material extremamente fino, cujo tamanho das partículas apresenta um valor médio de cerca de $0,15\mu\text{m}$, com uma variação de $0,01\mu\text{m}$ a $1\mu\text{m}$.

As partículas de sílica ativa apresentam diâmetros médios de cerca de 50 a 100 vezes mais finos que os diâmetros médios das partículas de cimento Portland e, em geral, estão aglomeradas, formando flocos muito porosos. Os flocos produzidos pela aglomeração das partículas são provocados por forças de Van der Waals, aglomerados esses que variam de tamanho.

Um método muito utilizado para a determinação dos tamanhos das partículas é a granulometria a *laser*, cujo resultado não é da partícula (ou grão) individualizada, mas sim uma média total da amostra.

Como os grãos da sílica ativa são de pequeníssimos diâmetros, ela apresenta uma área específica elevada, sendo que a ordem de grandeza varia de acordo com o processo de medida utilizado. O método BET (Brunauer, Emmett e Teller) é atualmente o mais utilizado, quando se trata de um pó muito fino. A área específica medida pelo método BET mede a quantidade de uma camada simples de nitrogênio adsorvida pela superfície da sílica ativa. O nitrogênio penetra o aglomerante e produz um resultado confiável, independente da extensão de aglomeração das

partículas.

A elevada área específica da sílica pode causar problemas na reologia das argamassas e concretos, devido à necessidade de uma maior quantidade de água para envolver totalmente os grãos, o que elevaria a relação água/cimento. Para contornar esse problema, utilizam-se aditivos que garantam a consistência e trabalhabilidade dos concretos e argamassas.

A sílica ativa apresenta uma massa unitária muito baixa que se situa de uma forma geral entre 200kg/m^3 a 700kg/m^3 . A massa específica da sílica ativa é de cerca de $2,2\text{ g/cm}^3$.

2.2 SÍLICA ATIVA EXTRAÍDA DA CASCA DE ARROZ

Uma possibilidade de obtenção de uma sílica de boa qualidade, alternativa àquelas de ligas de ferro-silício, consiste em extraí-la da casca de arroz.

O arroz

No Brasil, segundo o INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (2003), a estimativa para a safra de 2003 de arroz é de aproximadamente 10,5 milhões de toneladas. A casca de arroz representa o maior volume entre os subprodutos derivados do grão de arroz no beneficiamento, atingindo em média 22%.

A casca de arroz

Segundo HOUSTON (1972) e GOVINDA RAO (1980), a casca de arroz é um material fibroso composto principalmente de celulose, lignina e resíduo orgânico. O resíduo, obtido pela decomposição da matéria orgânica, contém, aproximadamente, 95% de sílica. Dentre as plantas que possuem a sílica na sua estrutura, o arroz é o que contém maior teor de sílica na forma amorfa.

Atualmente a casca de arroz é queimada para geração de energia térmica. A queima produz muita cinza (resíduo negro), que contém alto teor de carbono, em torno de 12%, e impurezas como: o magnésio, o cálcio, o sódio e, principalmente, o potássio. O resíduo negro é de difícil degradação e com pouquíssimo nutriente para o solo. Desta forma, pesquisas vêm sendo desenvolvidas com a intenção de dar um destino proveitoso a casca de arroz e usá-la como fonte de sílica para possíveis usos na construção civil.

Obtenção da sílica ativa

Os pesquisadores do Laboratório de Materiais Avançados à Base de Cimentos (LMABC), do Departamento de Engenharia de Estruturas da Universidade de São Paulo, iniciaram pesquisas visando o desenvolvimento de processos para a produção da sílica ativa da casca de arroz, com área específica medida através da adsorção de nitrogênio (BET) de 200.000m²/kg.

Se for comparada a sílica em questão, com superfície específica de 200.000m²/kg, com a sílica ativa de ligas de Fe-Si ou silício metálico (20.000m²/kg), que são as mais utilizadas, verifica-se a extrema finura da sílica ativa da casca de arroz, que além de apresentar comportamento análogo ao de outros tipos de sílicas, ainda apresenta uma pureza bem superior permitindo uma reatividade muito mais intensa.

Quanto ao processo de produção, para extrair a sílica, a casca do arroz é previamente tratada e em seguida, queimada até obtenção de um resíduo negro (cinza) que logo depois é moído. Após isso, calcina-se o material até a eliminação do carbono. O produto final resultante (pó branco), o qual apresenta baixo teor de carbono e alto teor de SiO₂, é denominado sílica extraída da casca de arroz (SCA).

Na figura 9 estão apresentados os produtos das três etapas da produção da sílica: a casca, a cinza e a sílica.

Figura 9 – Fases da produção da sílica: casca (à esquerda), cinza (centro) e o produto final (Revista Fapesp N^o. 58).

Existem dois fatores que alteram sensivelmente as características da sílica obtida da casca de arroz, os quais interferem no grau de amorficidade, na área específica e no teor de impurezas: o tratamento prévio da casca e a temperatura de calcinação.

Segundo PAYÁ et al (2001), quando a sílica é produzida através da queima da casca em temperaturas não controladas, a cinza geralmente é cristalina, apresenta alto teor de carbono e baixa reatividade. O alto teor de carbono residual da sílica é devido ao tempo insuficiente para total eliminação do carbono. Por outro lado, se a casca for queimada sob temperatura controlada (abaixo de 700°C), se obtém uma sílica amorfa de altíssima reatividade.

YALÇIN & SEVINÇ (2001) avaliaram diversos tipos de tratamento químico da casca: lavagem com solução de ácido clorídrico, água destilada, solução de ácido sulfúrico e solução de hidróxido de sódio. Exceto a casca tratada com hidróxido de sódio, que apresentou um teor de SiO_2 de 39,8%, as demais cascas apresentaram um teor de sílica superior a 90%. As cascas que apresentaram melhores resultados foram lavadas com ácido, chegando a um teor de 99,66%, fato que demonstra a importância do tratamento químico.

YALÇIN & SEVINÇ (2001) também concluíram que o tratamento químico interfere na área específica da sílica da casca de arroz. Amostras tratadas quimicamente com ácido clorídrico, calcinadas a 500°C, apresentaram uma área específica de 200m²/g, contra 100m²/g das amostras que foram lavadas com água destilada.

Dessa forma, a sílica obtida através da casca previamente tratada e calcinada em temperatura controlada apresenta como características superiores à cinza, maior área superficial, maior porcentagem de sílica amorfa, e baixo nível de impurezas, o que garante à sílica da casca de arroz (SCA) uma reatividade superior à apresentada pela cinza da casca de arroz.

Pesquisas realizadas com a sílica ativa extraída da casca de arroz

No laboratório de Materiais Avançados à Base de Cimento foram desenvolvidos vários trabalhos experimentais com a sílica extraída da casca de arroz.

LIBORIO et al. (1998) produziram sílica da casca de arroz, cujas análises de BET apresentaram áreas específicas entre 100m²/g e 450 m²/g, de uso promissor em concretos de elevado desempenho e em outras áreas da Engenharia civil e setores industriais. Os estudos desenvolvidos por esses autores em pastas de cimento Portland com a adição da sílica obtida da casca de arroz, com área específica de 100 m²/g, mostraram uma melhoria na resistência mecânica mesmo

com os teores de 5% com relação à massa de cimento Portland, comparando-se com resultados obtidos com a sílica ativa de Fe-Si de área específica de 13 m²/g.

De acordo com LIBORIO et al.(1998), para que a sílica da casca de arroz (SCA) possa ser utilizada na confecção de concretos de elevado desempenho, são necessárias uma área específica elevada e uma baixa granulometria, proporcionando um melhor empacotamento dos grãos, e finalmente ser livre de impurezas que afetem a hidratação e a reologia do concreto ou promovam alterações no estado endurecido.

ODA (2003) estudou a atividade pozolânica da sílica ativa da casca de arroz, produzida no LMABC, em matrizes de cimento Portland. A primeira etapa desse trabalho consistiu na produção da sílica da casca de arroz conforme os procedimentos descritos por LIBORIO et al. (1998). Em seguida, procedeu-se à caracterização química e física, onde foram avaliadas a massa específica, composição química, pozolanicidade, área superficial e finalmente, a determinação do índice da atividade pozolânica da sílica da casca de arroz com cimento Portland. Os resultados obtidos nessa pesquisa foram:

- O tratamento químico da casca antes de calciná-la aumenta a área superficial da sílica e conseqüentemente a sua reatividade.
- Os ensaios de DRX revelaram que as sílicas da casca de arroz possuem alto grau de amorficidade, contribuindo para a alta reatividade da sílica com o hidróxido de cálcio;
- ensaios acessórios demonstraram que a ordem de colocação de materiais em betoneira é importante, pois pode favorecer a dispersão da sílica. Recomenda-se que seja realizada uma calda com a sílica, a qual deve ser introduzida inicialmente com os agregados graúdos, batidos por alguns minutos e, em seguida, adicionado os outros materiais;
- devido à elevada área superficial da sílica da casca de arroz, recomenda-se realizar ensaios que verifiquem a compatibilidade entre o aditivo superplastificante, a sílica da casca de arroz e o cimento Portland, a fim de se evitarem problemas na reologia do concreto fresco;
- a sílica da casca de arroz possui a mesma pozolanicidade que a sílica de ferro-silício, entretanto a elevada área superficial da sílica da casca de arroz acelera a evolução da resistência mecânica nas idades iniciais; em idades avançadas possui a mesma eficiência que a sílica de ferro-silício;

COSTENARO (2003) produziu misturas de cimento, cinza da casca do arroz e sílica extraída da casca do arroz, através da substituição em volume de parte do cimento Portland, avaliando a sinergia entre a cinza e a sílica com o cimento Portland. A maioria dos traços avaliados com adições minerais apresentou elevações dos valores obtidos nos ensaios de tração por compressão diametral e módulo de deformação, quando comparados aos valores obtidos com os concretos de referência (sem adição). Entretanto, a referida autora comenta que se deve considerar, na implementação dos traços, a cinética das reações químicas e a reologia dos materiais empregados, que têm por finalidade estabelecer um efetivo conhecimento tanto da evolução das resistências mecânicas quanto da necessidade de controle para sua consecução.

2.3 PRINCÍPIOS BÁSICOS DA AÇÃO DA SÍLICA ATIVA EM CONCRETOS E ARGAMASSAS

Em geral, a sílica ativa atua na fase pasta de cimento e também na interface ou ligação pasta/agregado, cuja ação pode se dar de duas formas: efeito *microfiller* e efeito *pozolânico*. Esses dois efeitos e suas ações levam a um aumento significativo da compacidade dos concretos e argamassas, reduzindo sensivelmente o volume de vazios, além de fortalecer a microestrutura e promover um refinamento dos poros.

Ação física: efeito microfiller e refinamento dos poros

Efeito Microfiller: como o diâmetro médio das partículas de sílica ativa é muito menor do que as partículas de grão de cimento, ocorre um preenchimento dos espaços entre os grãos de cimento pelas partículas da sílica, quando estas estão bem floculadas na presença de uma dosagem adequada de superplastificante. (figuras 10a e 10b). Este efeito também melhora o preenchimento dos vazios na interface pasta de cimento/agregado e minimiza a porosidade, conseqüentemente, reduz a velocidade do fluxo interno de líquidos para a interface (reduz o efeito parede). O efeito microfiller também é responsável pelo aumento da fluidez dos concretos com uma relação água/aglomerante muito baixa (AÏTCIN, 2000).

Figura 10 – Efeito da sílica ativa em pastas de cimento

Refinamento da estrutura de poros e dos produtos de hidratação do cimento: causado pelas pequenas partículas de sílica ativa que agem como pontos de nucleação para os produtos de hidratação do cimento. Assim, o crescimento dos cristais ocorrerá não somente a partir dos grãos de cimento mas também nos poros ocupados pela sílica ativa, gerando um grande número de pequenos cristais ao invés de poucos cristais de grande tamanho (DAL MOLIN, 1995). Além do efeito pronunciado no refinamento da estrutura dos poros, há também uma maior homogeneização na distribuição dos hidratos (CAO & DETWILER, 1995). Obtém-se assim uma pasta mais densa, o que resulta em um concreto ou argamassa mais uniforme.

Ação química

Efeito pozolânico: as partículas amorfas de sílica ativa apresentam uma área superficial extremamente alta e reagem quimicamente com o hidróxido de cálcio da pasta de cimento, formando silicatos de cálcio hidratado (C-S-H), que é o produto responsável pela resistência da pasta de cimento hidratado.

Para que a sílica ativa seja considerada um material altamente pozolânico, a sílica contida na pozolana deve estar no estado amorfo, isto é, no estado vítreo, pois quando cristalina a reatividade com o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é muito pequena. Portanto, um dos parâmetros para se avaliar a reatividade da sílica é a verificação do grau de cristalinidade, quanto mais amorfa mais reativa é a pozolana. O segundo parâmetro é a área específica, quanto mais fino maior a quantidade de material que será exposto para reação, aumentando assim a reatividade.

KIHARA & SHUKUZAWA (1982) colocam que a atividade pozolânica é devida a uma instabilidade do sistema composto por hidróxido de cálcio, pozolana e água,

que em condições adequadas, causam uma série de reações acompanhadas do endurecimento do sistema, assumindo alta resistência mecânica.

Sobre o mecanismo das reações pozolânicas, ZAMPIERI (1989) afirma que no meio fortemente alcalino das pastas hidratadas de cimento e nas misturas contendo hidróxido de cálcio, as pozolanas encontram-se em forte desequilíbrio físico-químico, proporcionando, na superfície das partículas, a dissolução do alumínio e do silício. Numa etapa posterior, em função da grande disponibilidade de cálcio desse meio, observa-se a cristalização de aluminatos, silicatos e aluminossilicatos e cálcio hidratados, que são produtos típicos da reação pozolânica. Esses produtos, que inicialmente formam uma película sobre as partículas das pozolanas, começam, após algum tempo, a se desenvolver também nos espaços vazios do material, unindo as várias partículas e possibilitando uma gradual densificação da estrutura e um ganho crescente de resistência mecânica.

Em resumo, METHA & MONTEIRO (1994) ressaltam três aspectos importantes da reação pozolânica:

- 1- a reação é lenta, portanto a taxa de liberação de calor, e de desenvolvimento da resistência serão conseqüentemente lentas;
- 2- a reação consome hidróxido de cálcio (ao invés de produzi-lo), o qual é transformado em silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Para explicar esta reação, METHA & MONTEIRO (1994) comparam a reação principal de formação de C-S-H entre o cimento Portland e o cimento Portland Pozolânico:

- 3- os produtos da reação são bastante eficientes no preenchimento dos espaços capilares grandes, melhorando a resistência e impermeabilidade do sistema.

2.4-REAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND COM A SÍLICA ATIVA

A sílica ativa apresenta uma velocidade de reação superior à das pozolanas tradicionais e desenvolve produtos de hidratação do cimento mecanicamente mais resistentes, menos deformáveis e quimicamente mais inócuos (KIHARA,1986).

Comparativamente com outros tipos de pozolanas, a sílica apresenta uma atividade pozolânica quantitativamente muito superior a longo prazo (acima dos 28 dias) e, o que é ainda mais importante, já nas idades iniciais (3 a 14 dias), essa atividade se manifesta significativamente.

A sílica ativa, quando adicionada em pastas de cimento Portland, começa a reagir, já no primeiro dia de idade, com o hidróxido de cálcio advindo da hidratação do cimento, embora que ainda de forma tênue, observando-se também uma grande parte inerte.

Para a idade de 7 dias de hidratação, a dissolução da sílica ativa é tão avançada que as partículas começam a perder sua morfologia esférica, formando uma aglomeração do tipo gel rico em sílica (SARKAR & AİTCIN & DJELLOULI, 1990).

À idade de 14 dias, muitas das partículas são envolvidas na reação pozolânica formando uma maior quantidade de gel de C-S-H, que parece ter uma estrutura interligada (SARKAR & AİTCIN & DJELLOULI, 1990).

Aos 28 dias de idade, grande parte das partículas de sílica ativa já foi consumida pela reação pozolânica. O produto da reação inicial é um gel rico em sílica que mais tarde se transforma em um tipo de C-S-H morfológicamente diferente, sendo mais compacto (SARKAR & AİTCIN, 1987).

Dados experimentais (DETWILLER & MEHTA, 1989) mostram que, até a idade de 7 dias, a influência da sílica ativa na resistência à compressão do concreto pode ser atribuída principalmente ao efeito físico (efeito filler), devido ao tamanho da partícula. Poder-se-ia, assim, observar-se comportamento análogo nas argamassas para revestimento com essa adição. Aos 7 e 28 dias, ambos efeitos, físico e pozolânico, tornam-se importantes.

2.5 ALTERAÇÕES NA MICROESTRUTURA DA INTERFACE PASTA/AGREGADO PROVOCADAS PELO USO DA SÍLICA ATIVA

Para efeito deste trabalho é importante discutir, primeiramente, os princípios básicos que regem a formação da zona de transição em argamassas e concretos, para em seguida entender como a sílica ativa interfere na microestrutura dessa zona de transição e nas demais fases da estrutura das argamassas, e qual a consequência do seu uso nas propriedades de aderência dos revestimentos.

2.5.1 - Zona de transição em argamassas e concretos

A zona de transição, que corresponde à região de contato entre a pasta e os agregados, é a região mais frágil dos concretos e argamassas. Essa zona de transição não é peculiar apenas em superfícies dos agregados, mas também está presente em outras interfaces em compósitos à base de materiais cimentícios, tais como a região da interface aço-pasta de cimento e argamassa-substrato.

MASO (1980) explica a formação da zona de transição entre a pasta de cimento e agregado:

Ocorre a formação de um filme de água, após a mistura, em torno dos agregados, impedindo a concentração dos grãos de cimento anidro na vizinhança mais próxima do agregado e originando uma relação água/cimento superior nesta. Em seguida, analogamente à matriz, forma-se a etringita, e hidróxido de cálcio e silicato de cálcio hidratado. Devido à relação água/cimento mais elevada na proximidade do agregado, os produtos cristalinos que se formam nessa região são relativamente grandes, e conseqüentemente, formam uma estrutura mais porosa e mais rica em hidróxido de cálcio e etringita do que a observada na matriz de cimento. Os cristais em placa de hidróxido de cálcio tendem a formar-se em camadas orientadas, por exemplo, com o eixo *c* perpendicular à superfície do agregado.

Vários pesquisadores, tais como, SCRIVENER & PRATT (1984), SCRIVENER et al. (1988), SHI & XIE (1998), KIM et al. (1999) e BROUGHT & ATKINSON (2000) ao investigarem a zona de interface pasta/agregado em argamassas de cimento Portland, observaram as mesmas características descritas por MASO (1980).

SHI & XIE (1998) avaliaram, através do microscópio eletrônico de varredura, amostras fraturadas de argamassas de cimento Portland com e sem adição de escória, com o objetivo de estudar a zona de interface da pasta de cimento e a areia quartzosa. Eles observaram através do microscópio, conforme figura 11, uma zona de interface porosa nas argamassas de cimento Portland e areia (sem adição).

Figura 11 – Microestrutura da zona de interface da pasta de cimento e areia quartzosa (SHI & XIE, 1998).

SHI & XIE (1998) constataram a presença de uma fina camada de cálcio, denominada “filme duplo”, aderida à superfície do grão de areia, sobre a qual foram observados cristais agrupados de Ca(OH)_2 , formando uma zona de interface porosa, com espessura de 40 a 60 μm . Contudo, de acordo com esses autores, nas argamassas de cimento Portland e areia, com adição de escória, formou-se uma estrutura mais densa e menos porosa na interface.

Segundo SCRIVENER & PRATT (1984) e SCRIVENER et al. (1988), quando as imagens obtidas por elétrons retroespalhados no microscópio eletrônico são transferidas para um analisador de imagens por computador, elas podem ser utilizadas para medir a quantidade de grãos anidros, de hidróxido de cálcio e da porosidade. As fases remanescentes não podem ser distinguidas com confiança, portanto um quarto constituinte (outros produtos hidratados) engloba o C-S-H, a porosidade fina e as fases AFt e AFm. Com essa técnica, SCRIVENER & PRATT (1984), SCRIVENER et al. (1988) e BROUGH & ATKINSON (2000) observaram a variação da composição das fases ao longo da zona de transição e obtiveram resultados semelhantes, os quais mostram que há um excesso de porosidade e um déficit de material anidro próximo à interface.

BROUGH & ATKINSON (2000) avaliaram a distribuição do material anidro e porosidade junto à interface, em argamassas de cimento Portland e areia (relação água/cimento de 0,5), através do microscópio eletrônico de varredura dotado de um detector de Raios-X por espectrômetro de dispersão de energia (EDS). As imagens foram obtidas através de sinais de elétrons retroespalhados (BSE), utilizando amostras polidas. Os resultados obtidos por esses autores estão apresentados na

figura 12, na qual se observa a variação da composição das fases ao longo da zona de transição. Adjacente à interface quase não existe grão de cimento anidro, porém a sua quantidade geralmente aumenta com a distância atingindo um máximo a aproximadamente 40 μ m da interface. Como resultado da falta de material anidro, a porosidade perto do agregado é muito superior à existente na matriz.

Figura 12 – Variação da composição das fases na zona de interface (BROUGH & ATKINSON, 2000)

KIM et al. (1999) compararam a zona de interface pasta/areia em argamassas de cimento Portland com e sem adição de polímero. A microestrutura dessas argamassas foi observada através do microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura com imagens obtidas através de elétrons retroespalhados.

Para esses ensaios de microscopia, as amostras foram cortadas por meio de uma serra de corte com disco diamantado e, em seguida, submetidas ao processo de impregnação a vácuo com embutimento a frio, utilizando resina epóxi. Após essa etapa, as amostras foram polidas com vários tipos de lixas de carbetto de silício e limpas, utilizando ultra-som, após a finalização do polimento em cada tipo de lixa. Após o polimento, as amostras receberam uma camada condutora de Ouro-Paládio, e foram mantidas em dessecador a vácuo por dois dias, quando então foram ensaiadas.

As figuras 13 e 14 mostram as micrografias obtidas nesse estudo. Para imagens obtidas no microscópio ótico, as partículas de cimento são os pontos pretos e para o microscópio eletrônico são os pontos brancos brilhantes. Na argamassa de cimento Portland e areia (sem adição) se constatou, em ambos os microscópios, que as partículas do cimento tendem a estar distribuídas não

uniformemente na pasta de cimento e concentradas na região rica da pasta entre os grãos de areia e longe da superfície destes grãos, ou seja, há um déficit de material anidro próximo à interface pasta/agregado. Nas imagens obtidas no microscópio eletrônico, se observam regiões escuras nos arredores dos grãos de areia. Devido ao brilho dos elétrons retroespalhados ser proporcional à densidade do material, a parte escura sugere alta porosidade dessas regiões.

Figura 13 – Micrografia obtida no microscópio óptico, mostrando a distribuição das partículas de cimento em torno dos grãos de areia. Tempo de hidratação: 28 dias; a/c de 0,5 (KIM et al., 1999)

Figura 14 - Micrografia obtida no microscópio eletrônico de varredura, mostrando a distribuição das partículas de cimento em torno dos grãos de areia. Tempo de hidratação: 28 dias; a/c de 0,5 (KIM et al., 1999)

Em resumo, conforme as informações levantadas na literatura, a microestrutura na zona de transição apresenta as seguintes características:

- apresenta maior quantidade de cristais de hidróxido de cálcio e de etringita, sendo esses materiais melhor formados e de maior tamanho do que aqueles presentes na matriz (região fora da zona de transição);
- os cristais de hidróxido de cálcio estão orientados, preferencialmente, de modo que seus planos basais de clivagem são, aproximadamente, perpendiculares à superfície do agregado;
- a porosidade da interface é maior do que na matriz. A elevada porosidade da zona de transição reduz a durabilidade dos materiais à base de cimentos, uma vez que forma caminhos de percolação no interior da pasta de cimento, permitindo a entrada e movimento de espécies agressivas (ex: Cl^- , CO_2 , etc).

Ressalta-se que a estrutura da zona de transição pode ser alterada e densificada de diversas formas. Dentre essas, a mais utilizada e efetiva mostra-se por meio da incorporação de adições minerais, como a sílica ativa, contribuindo

assim para um melhor desempenho das propriedades dos concretos e argamassas, conforme será apresentado no próximo item.

2.5.2 – Alterações na microestrutura de argamassas e concretos devido ao uso da sílica ativa

As ações físicas e químicas da sílica ativa geralmente provocam várias alterações na microestrutura dos concretos e argamassas.

Quando o cimento Portland é combinado com partículas ultrafinas de sílica amorfa, com baixa relação água/cimento (a/c), a microestrutura do sistema consiste principalmente em hidratos pouco cristalinos, formando uma matriz mais densa de baixa porosidade, isto é, com alta compactidade.

ROMAN et al. (2003) estudaram a microestrutura de argamassas de assentamento com e sem sílica, através da microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS). Para auxiliar na identificação das fases presentes na argamassa, foram realizados EDS de alguns pontos para estabelecer a relação Ca/Si , bastante explorada no meio científico. Nesses experimentos, foram analisadas amostras de duas argamassas: uma argamassa de referência na proporção 1:1:6 (cimento, cal e areia), com relação água/cimento de 1,85 e uma outra argamassa, na mesma proporção, no entanto, com substituição de 10% do cimento por sílica ativa. Nesta última, para manter a mesma relação água/cimento da argamassa de referência, foi necessária a utilização de um aditivo superplastificante.

De acordo com as figuras 15 e 16, nas argamassas sem sílica, observou-se C-S-H tipo III aos sete e vinte oito dias. Foram encontradas grandes placas de hidróxido de cálcio nestas idades (relação Ca/Si de 8,7).

Figura 15 – Argamassa sem sílica aos sete dias de idade (ROMAN et al., 2003)

Figura 16 –argamassa sem sílica aos vinte e oito dias de idade (ROMAN et al.,2003)

Na argamassa com sílica (figura 17), aos sete dias foi observada uma densa pasta composta de C-S-H (relação Ca/Si de 1,6), mas não foram observadas placas de hidróxido de cálcio. Aos 28 dias, conforme figura 18, observou-se a presença do C-S-H tipo III (relação Ca/Si de 2,0) e C-S-H tipo I (relação Ca/Si de 3,6). Estes autores não conseguiram detectar, através das imagens obtidas, a densificação da pasta devido ao efeito da sílica, no entanto, constatarem a redução da concentração de hidróxido de cálcio.

Figura 17 - Argamassa com sílica aos sete dias de idade (ROMAN et al., 2003)

Figura 18 – Argamassa com sílica aos vinte oito dias de idade (ROMAN et al., 2003)

As combinações dos diferentes modos de ação da sílica também alteram a microestrutura da zona de transição. A sílica ativa se posiciona ao redor dos agregados, interferindo na movimentação da água ao redor deste, podendo até eliminar o acúmulo de água livre (reduz exsudação). Além disso, a sílica ativa preenche os espaços deixados pelas partículas de cimento próximo aos agregados e também interfere no crescimento dos cristais (reduz concentração e orientação dos cristais de Ca(OH)_2).

Com relação à redução da concentração de Ca(OH)_2 , BENTUR & COHEN (1987) pesquisando o efeito da sílica ativa na microestrutura da zona de interface de argamassas com cimento Portland verificaram a efetiva melhoria daquela região pela reação pozolânica entre o hidróxido de cálcio e a sílica ativa, conforme figura 19. Observa-se a diminuição da quantidade de hidróxido de cálcio, na figura 19b.

Figura 19a– Zona de transição entre a matriz e grão de areia (BENTUR & COHEN, 1987).

Figura 19b – Pasta de cimento com adição de sílica ativa (BENTUR & COHEN, 1987).

Figura 19 – Zona de interface

Segundo METHA & MONTEIRO (1994), com o aumento da quantidade de sílica amorfa, grande parte do hidróxido de cálcio (CH) é transformado em silicato de cálcio hidratado (C-S-H), composto resistente que tende a preencher os grandes vazios capilares. O hidróxido de cálcio remanescente tende a formar pequenos cristais comparados àqueles da pasta de cimento pura.

LARBI & BIJEN (1990) e BIJEN & SELST (1993) também relatam que uma maior compacidade na interface pasta-agregado é obtida com esse decréscimo do teor de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$).

GOLDMAN & BENTUR (1989) estudaram o efeito da sílica na resistência, porosidade e microestrutura da interface, em pasta e concretos. Os concretos foram produzidos com relação água cimento de 0,32 e teor de sílica variando de 5, 10 e 15%, sempre utilizando aditivo superplastificante. Os dois concretos de referência foram produzidos com mesma consistência daqueles com sílica (100 a 130mm) e relações água/cimento de 0,40 e 0,33 respectivamente. As figuras 20 e 21 mostram as imagens obtidas neste estudo, a partir das quais se pode comparar a microestrutura da zona de interface do sistema com e sem sílica.

Na figura 20b observam-se menos poros na zona de transição no sistema com sílica ativa, o que já é evidente no primeiro dia. Nesse estágio, a interface no sistema sem sílica contém grandes poros (figura 20a), e há a presença de partículas individuais de cimento.

Figura 20a e 20b – Microestrutura da zona de transição, onde C é a superfície do agregado (GOLDMAN & BENTUR, 1989).

Aos 28 dias (figura 21a), a zona de transição do sistema sem sílica torna-se menos porosa, mas a presença de vazios pode ainda ser observada, e a microestrutura tende a ser heterogênea, com uma borda de Ca(OH)_2 freqüentemente vista em contato com a partícula do agregado. Algumas das cavidades porosas contém etringita.

A microestrutura da zona de transição no sistema com sílica no primeiro dia e aos vinte oito dias de idade (figura 20b e figura 21b) apresenta uma porosidade menor, sendo mais homogênea, com a presença de poucas cavidades porosas ou uma borda de Ca(OH)_2 .

Figura 21a e 21b – Microestrutura da zona de interface, onde C é a superfície em contato com o agregado.(GOLDMAN & BENTUR, 1989).

PAULON (1991) ao avaliar a zona de transição de pasta de cimento puro e agregado, ressalta que a espessura da zona de transição aumentou com a idade, independentemente do tipo de agregado utilizado (quartzo ou mármore). Já nas pastas com adições de materiais pozolânicos, a espessura da zona de transição diminuiu com a idade, o que se explica pelos efeitos da reação pozolânica (reação com o $\text{Ca}(\text{OH})_2$) e também pelo efeito filler (melhor preenchimento dos vazios). PAULON (1991) também constatou que existe uma grande concentração de etringita na região próxima à superfície do agregado, o que vem apoiar a teoria da hidratação através da solução, pela qual os íons de cálcio, sulfatos e aluminatos podem facilmente difundir-se em direção à superfície do agregado devido à maior concentração de água na interface, ocasionando maior precipitação de etringita.

Todas as alterações supracitadas provocadas pelo uso da sílica contribuem para uma melhora significativa da zona de transição, promovendo substancial redução de sua espessura, o que permite que os agregados fiquem em contato direto com uma fase pasta mais resistente, melhorando a aderência. Portanto, ao se introduzir sílica ativa em argamassas e concretos se estará propiciando uma ligação mais efetiva pela melhoria da zona de interface pasta x agregado ou da mesma forma pasta x substrato (região mais frágil), conforme figura 22.

Figura 22 – Atuação da sílica ativa na zona de interface pasta/agregado ou pasta/substrato

Na figura 22a observa-se, no sistema sem sílica ativa, um grande espaço preenchido pela água em torno do agregado, devido à exsudação da água e ao empacotamento deficiente dos grãos de cimento na interface. Na figura 22b

observa-se o sistema com sílica, cujas partículas preenchem o espaço em torno dos agregados e entre os grãos de cimento, os quais estavam ocupados antes pela água.

2.5.2.1 Influência da sílica ativa na porosidade

De acordo com FELDMAN & CHENG-YI (1985) e KHALIL (1996), o aumento da adição de sílica ativa causa um aumento no volume total dos poros em função da substituição dos grandes cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pelo denso C-S-H, que leva a um aumento na quantidade total de poros, entretanto, devido a descontinuidade da estrutura porosa, ocorre uma diminuição na permeabilidade do concreto. Porém, essa maior porosidade é evidenciada somente nas primeiras idades e diminui com o progresso da hidratação.

Segundo BENTZ & GARBOCZI (1992), o valor da hidratação α necessário para se conseguir a primeira descontinuidade no sistema de poros pode ser prevista através de uma formulação matemática em função da relação água/cimento e a porcentagem de sílica em relação à massa de cimento, cujos resultados foram resumidos e estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Grau de hidratação necessário para se conseguir a desconexão de poros em função da relação água/cimento e quantidade de sílica ativa (BENTZ & GARBOCZI, 1992).

Relação	Quantidade de sílica ativa (%)									
A/C	0	2,5	5	7,5	10	12,5	15	20	25	30
0,225	0,31	0,27	0,23	0,22	0,22	0,22	0,21	0,20	0,20	0,19
0,250	0,36	0,32	0,27	0,26	0,26	0,25	0,25	0,24	0,24	0,23
0,275	0,41	0,37	0,32	0,30	0,29	0,29	0,29	0,28	0,27	0,26
0,300	0,46	0,42	0,37	0,33	0,33	0,32	0,32	0,32	0,31	0,30
0,325	0,51	0,47	0,42	0,37	0,37	0,36	0,36	0,35	0,35	0,34
0,350	0,56	0,52	0,47	0,42	0,41	0,40	0,40	0,39	0,38	0,38
0,375	0,61	0,57	0,52	0,47	0,44	0,44	0,44	0,43	0,42	0,41
0,400	0,66	0,62	0,57	0,52	0,48	0,47	0,47	0,47	0,46	0,45
0,425	0,71	0,67	0,62	0,57	0,53	0,51	0,51	0,50	0,50	0,49
0,450	0,76	0,72	0,67	0,62	0,58	0,55	0,55	0,54	0,53	0,53
0,475	0,81	0,77	0,72	0,67	0,63	0,59	0,59	0,58	0,57	0,56
0,500	0,86	0,82	0,77	0,72	0,68	0,63	0,62	0,62	0,61	0,60
0,525	0,91	0,87	0,82	0,77	0,73	0,68	0,66	0,65	0,65	0,64
0,550	0,96	0,92	0,87	0,82	0,78	0,73	0,70	0,69	0,68	0,68
0,600	--	--	0,97	0,92	0,88	0,83	0,78	0,76	0,76	0,75
0,650	--	--	--	--	0,98	0,93	0,88	0,84	0,83	0,82
0,700	--	--	--	--	--	--	0,98	0,91	0,91	0,90

Portanto, com base nos dados da tabela 1, quanto maior a relação água/cimento, maior o grau de hidratação^g necessário para que a porosidade seja desconectada. Dependendo do caso, nem sempre a desconectividade dos poros ocorre, como por exemplo, nas pastas de cimento com relação a/c > 0,7 e com teor de sílica de 0% a 12,5%.

BENTZ & GARBOCZI (1992) também mostraram que para menor relação água/aglomerante, a adição de sílica ativa provoca uma grande redução no grau de hidratação crítica, valor este que ocasiona a desconectividade dos poros. Conforme tabela 1, o grau de hidratação em pastas de cimento com relação a/c < 0,225 necessário para se desconectar os poros é de 22%.

2.6 A INFLUÊNCIA DOS MATERIAIS POZOLÂNICOS NA ADERÊNCIA ENTRE ARGAMASSAS E SUBSTRATOS

As propriedades macroscópicas de argamassas com materiais pozolânicos são amplamente estudadas e divulgadas na literatura (SILVA, 1998; SILVA & LIBORIO, 2001; LENZI & ROCHA, 2001; ROMAN et al., 2003; MARGON & ROCHA, 2003; GONÇALVES et al., 2003, entre outros). Entretanto, são raros os estudos sobre o efeito dessas adições pozolânicas, principalmente da sílica ativa, no mecanismo de aderência e microestrutura da interface argamassa/substrato.

SUGO (2001)^h apud REDA & SHRIVE (2001) sugeriu o uso da sílica ativa em argamassas de assentamento para aumentar a resistência de aderência, mas não provou essa proposta experimentalmente.

REDA & SHRIVE (2000, 2001) mostraram que a resistente rede fibrosa de C-S-H pode aumentar significativamente a resistência de aderência quando se incorpora cinza volante à argamassa. Esses autores adicionaram dois tipos de cinza volante e um tipo de escória de alto forno nas argamassas, com a intenção de aumentar a resistência de aderência através da alteração da microestrutura da interface entre a argamassa e o tijolo cerâmico.

^g Grau de hidratação: é a fração de cimento que reagiu com a água, e é freqüentemente denotada por α . (BENTZ & GARBOCZI, 1992).

^h SUGO, H.O. (2001). Strength and microstructural characteristics of brick/mortar bond. Dissertation - Department of Civil, Surveying and Environmental Engineering, the University of Newcastle, Australia.

Nas argamassas com escória não foram observados aumentos na resistência de aderência. Ressalta-se que os referidos autores não utilizaram cimento nas argamassas de escória, o que poderia explicar os valores mais baixos de resistência de aderência para esse tipo de argamassa. Na figura 23 são apresentados os resultados dessa pesquisa.

Figura 23 - Desenvolvimento de aderência em função do tempo
(REDA & SHRIVE, 2000, 2001)

Devido ao complexo mecanismo de aderência, os diferentes desempenhos das pozolanas observadas no estudo supracitado não podem ser atribuídos apenas a atividade pozolânica (por exemplo, transformação dos frágeis cristais de Ca(OH)_2 no resistente gel de C-S-H). Para REDA & SHRIVE (2000, 2001), a resistência dos produtos hidratados não foi o único fator que governou a resistência de aderência na interface, uma vez que o efeito das pozolanas na resistência de aderência é controlado por vários fatores inter-relacionados, os quais incluem: a habilidade das pozolanas em aumentar a trabalhabilidade e retenção de água da argamassa, o tamanho das partículas das pozolanas e a sua capacidade de reduzir o efeito parede entre as partículas da argamassa e a unidade de alvenaria e finalmente o grau de reatividade das pozolanas.

De acordo com REDA & SHRIVE (2000, 2001), se o material pozolânico pode aumentar a trabalhabilidade da argamassa, na prática é possível reduzir a água necessária para conseguir uma trabalhabilidade específica, dessa forma, reduzindo a relação água/cimento na interface.

O emprego de materiais pozolânicos moderadamente reativos (como a cinza volante utilizada por REDA & SHRIVE) aumentam a quantidade de finos na argamassa e, conseqüentemente, a retenção de água pode ser melhorada de

forma que as reações de hidratação do aglomerante não sejam prejudicadas. Por outro lado, o emprego de materiais com alta reatividade (como é o caso da sílica ativa) envolve um consumo elevado de água devido à sua finura, dessa forma induz nas primeiras idades fissuras de retração por secagem, tendendo a reduzir a resistência de aderência. No entanto, este fato não inviabiliza o seu uso em argamassas, pois a quantidade de água pode ser reduzida a valores mínimos através da utilização de aditivos superplastificantes.

Além disso, o uso de um material altamente reativo permitirá a formação nas primeiras idades do gel resistente de C-S-H, o qual propiciará o entrelaçamento mecânico da unidade e a argamassa, aumentando a resistência de aderência.

JUNG (1988) avaliou, macroscopicamente, a influência da sílica ativa na resistência de aderência de argamassas aplicadas sobre tijolos cerâmicos. Ele observou, em seus experimentos, que as argamassas produzidas numa proporção de 1:0,1:4 (cimento:cal:areia), em volume, com substituição de 10% em massa do cimento por sílica ativa, obtiveram aumentos da resistência de aderência ao cisalhamento e à tração.

A sílica ativa também vem sendo usada em argamassas de reparo e reforço de estruturas de concreto, cujo desempenho tem sido satisfatório no que tange a ligação dessas argamassas aos concretos.

SCHULER & DAL MOLIN (1993) estudaram o desempenho de argamassas com sílica para reforço em vigas de concreto armado. Avaliou-se a aderência das argamassas com 10% de sílica e das argamassas sem sílica sobre substratos de concreto endurecido. A resistência de aderência à tração foi avaliada através do ensaio de arrancamento de revestimentos sobre paredes. Os resultados obtidos foram satisfatórios se comparados às resistências de aderência à tração recomendadas para revestimentos em geral. Esses autores também realizaram ensaios em modelos estruturais, cujos resultados demonstraram que a aderência entre o elemento estrutural e o reparo ou reforço executado com a argamassa com sílica é adequada, resistindo integralmente aos esforços até bem próximo do colapso total da peça.

Em um estudo desenvolvido por TARALLO JUNIOR (1994) sobre reparos em estruturas de concreto, a ligação da argamassa com sílica ativa ao concreto foi bastante resistente, ou seja, não houve o descolamento da argamassa do concreto velho. Essa adesividade foi comprovada nos ensaios de laboratório e nos testes “in loco”. Segundo esse autor, quando as argamassas são utilizadas em reparos

superficiais no concreto, estão sujeitas a esforços mecânicos, assim, é importante avaliar a eficiência quanto à aderência da argamassa no concreto existente.

FAGURY (2002) desenvolveu um trabalho, cujo objetivo foi analisar o comportamento de um sistema de reparos aplicados à recuperação de estruturas, ligações concretos velhos x concretos novos e continuidades de concretagens. O resultado da investigação daquele autor indica que, o comportamento do sistema de ligação utilizado foi muito eficiente no que se refere à aderência aos diversos substratos de concreto. A pasta de cimento Portland com adição de sílica ativa, utilizada como ponte de ligação entre concreto novo x concreto velho, mostrou-se eficaz.

Pode-se afirmar, devido ao bom desempenho quanto à aderência das argamassas com sílica para reparos de estruturas, que essa seja também uma solução adequada para melhorar a aderência dos revestimentos em substratos de concretos estruturais.

CAPÍTULO 3

ESTUDO DA ADERÊNCIA EM ESTRUTURAS DE CONCRETO ARMADO

Neste capítulo são apresentadas as principais características, os resultados e as análises do programa experimental realizado. Nesse programa avaliou-se a resistência de aderência à tração das argamassas aplicadas sobre concretos estruturais. Para aumentar a resistência de aderência, utilizou-se chapiscos e pastas com baixa relação água/cimento e adição da sílica extraída casca de arroz, como tratamento da interface argamassa/concreto estrutural.

Nos anexos A, B e C, constam a caracterização dos materiais utilizados, o processo de produção dos concretos e os resultados individuais de resistência de aderência à tração com as respectivas formas de ruptura.

3.1 – PRODUÇÃO DOS SUBSTRATOS DE CONCRETOS ESTRUTURAIS

Para estudar a aderência em substratos de concretos estruturais, foram construídos módulos com dimensões de 100 cm de largura, 20 cm de espessura – representando segmentos de pilares – e com altura de 120 cm. Esses modelos foram executados em concreto, projetados com resistências características (f_{ck}) de 20MPa, 25MPa, 30MPa, 35MPa, 40MPa, 45MPa e 50MPa.

Os substratos de concreto foram executados conforme o roteiro prático para dosagem dos concretos estruturais proposto por HELENE & TERZIAN (1992). Assim, os concretos foram elaborados com traços em massa, cujas características estão descritas na Tabela 2. Os materiais utilizados foram cimento Portland CPIIF-32, areia, brita 1 e pedrisco. O cimento, no início desta pesquisa, era o mais utilizado na região de São Carlos.

Tabela 2 - Características dos concretos

Resistência característica f_{ck} (MPa)	Relação água/cimento (kg/kg)	Traço (1: a: p:p1)	Aditivo (%)	Consistência (cm)
20	0,69	1: 2,64:1,05:2,44	-	10
25	0,55	1: 1,98:0,86:2,01	-	10
30	0,50	1: 1,73:0,79:1,83	-	10
35	0,45	1: 1,45:0,71:1,64	-	10
40	0,40	1: 1,30:0,66:1,54	-	10
45	0,37	1:1,04:0,59:1,37	0,5	10
50	0,37	1: 1,04:0,59:1,37	1,0	10

Para diminuir a aderência, os modelos foram confeccionados em formas metálicas, situação em que há um efeito parede mais pronunciado, com acúmulo de pasta de cimento (superfície lisa). No anexo B é apresentado todo o processo de produção dos substratos, que foram curados durante três dias em ambiente controlado de laboratório. Após esse período, os substratos foram mantidos em ambiente externo (simulando-se situação próxima daquela verificada no campo).

3.2 – PREPARO DOS SUBSTRATOS DE CONCRETOS ESTRUTURAIS

3.2.1 – Dosagem dos chapiscos e pastas

Foram estudados neste trabalho tipos de preparo dos substratos, chapiscos e pastas, os quais foram produzidos com a adição da sílica ativa extraída da casca de arroz (SCA) e baixa relação água/cimento.

Para determinação dos traços especificados na Tabela 3, fixou-se uma consistência que permitisse boa aplicabilidade ($270 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$). Buscou-se, dentro da faixa de consistência estabelecida, manter a relação água/cimento abaixo de 0,50. Para os chapiscos com sílica e chapisco aditivado, isto só foi possível através da introdução de aditivo superplastificante. O aditivo utilizado na produção dos chapiscos e pastas é comercializado como superplastificante (Sikament® 300) de pega normal de altíssimo efeito redutor da água de amassamento.

Tabela 3 – Proporção de mistura dos chapiscos e pastas

Chapisco Traço em massa 1:2 (cimento: areia)	Tipo de preparo do substrato (base)				
	Chapisco comum	Chapisco com SCA		Chapisco aditivado	Chapisco aditivado/Pasta
					Chapisco aditivado Pasta
Sílica ativa (%) [*]	0	5	10	0	0 5
Aditivo superplastificante(%) ^{**}	0	1,5	1,5	1,5	1,5 1,8
Consumo de cimento (kg/m ³)	636	616	572	640	684 1334
Relação água/cimento	0,49	0,48	0,54	0,48	0,38 0,39
Consistência (mm) NBR-13276	278	272	275	275	273 -

^{*}em substituição volumétrica ao cimento Portland; ^{**} em massa de cimento

3.2.2 – Procedimento executivo

Nos substratos submetidos à condição de superfície seca foram realizados quatro diferentes tipos de preparo de base (figura 24): chapisco comum (1), chapisco com adição de 5% (2) e 10% (3) de sílica ativa extraída da casca de arroz e chapisco aditivado aplicado sobre pasta de cimento e sílica ativa extraída da casca de arroz (4).

Nos substratos de concreto na condição saturada superfície seca, foram realizados os seguintes preparo da base: chapisco comum, chapisco com adição de 5% de SCA, chapisco aditivado e chapisco aditivado aplicado sobre pasta de cimento e SCA.

Figura 24- Chapiscos aplicados sobre o substrato de concreto

Os chapiscos com sílica, chapisco comum e chapisco aditivado foram lançados com colher de pedreiro contra os substratos de concreto através de peneira por profissional habilitado, obtendo-se uma camada com espessura média de 5 mm. Os chapiscos foram curados, durante três dias com sacos de aniagem úmidos.

Aplicação da pasta

Foi aplicada pasta de cimento e SCA na superfície do concreto, antes da aplicação do chapisco aditivado, com a intenção de obter uma ponte de ligação solidária às duas partes a serem ligadas (concreto e chapisco). Essa pasta foi aplicada com rolo têxtil em uma fina camada, sendo que logo em seguida foi lançado o chapisco aditivado sobre a mesma, com colher de pedreiro e peneira. Para minimizar o efeito da temperatura, tanto na pasta (reação exotérmica) quanto à temperatura ambiente, foi mantida a temperatura da água de amassamento próxima a 0 °C, com o objetivo retardar as reações iniciais de hidratação da pasta.

Utilizando esta temperatura, pode-se proporcionar um tempo em aberto adequado à aplicação do chapisco, pois entre a aplicação da pasta e aplicação do chapisco não deveria exceder a 5 minutos. Ressalta-se que, como não foram usados aditivos retentores de água, retardadores de pega e endurecimento na pasta, houve a necessidade da otimização da temperatura da água de amassamento.

3.3 – PRODUÇÃO, APLICAÇÃO E CURA DAS ARGAMASSAS

Três dias após o término do preparo do substrato, iniciou-se a aplicação dos revestimentos, que consistiram em uma argamassa mista de cimento, cal e areia, traço 1:0,21:4,69 (massa). A cal foi misturada à areia e à água (argamassa intermediária) com 48 h de antecedência à execução do revestimento. A adoção dessa dosagem deve-se a intenção de ocasionar a ruptura na zona de interface.

As argamassas foram aplicadas em uma camada com espessura de 2 cm. A aplicação foi realizada com ferramentas comuns de construção civil: colher de pedreiro, régua de alumínio e desempenadeira de madeira. As argamassas foram curadas durante os três primeiros dias com sacos de aniagem, sendo molhadas várias vezes ao dia (figura 25), após eram então expostas ao sol e chuvas até a data do ensaio de resistência de aderência (figura 26).

Figura 25 – Cura da argamassa

Figura 26 – Argamassa mista

3.4 – ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

O método de ensaio empregado foi o prescrito pela norma NBR 13528/95 – “Revestimentos de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - determinação da resistência de aderência à tração”.

3.4.1 – *Preparo dos corpos-de-prova*

O preparo dos corpos-de-prova envolveu o seu corte com serra copo diamantada acoplada a um equipamento de extração de testemunhos, fixado a um suporte metálico. Desta forma, durante a operação de corte, foi possível manter a perpendicularidade entre o eixo de corte e o plano da superfície do revestimento.

O corte, com extensão aproximadamente de até 5 mm dentro do substrato, foi executado com água com antecedência suficiente para que o revestimento estivesse seco durante a colagem das pastilhas.

Nas pastilhas de alumínio, com 50 mm de diâmetro, foram rosqueados olhais para possibilitar o acomplamento do equipamento de tração. A colagem das pastilhas no substrato foi realizada com cola a base de epóxi.

3.4.2 – *Execução do ensaio*

Após 28 dias, foi realizado ensaio de resistência de aderência à tração usando um equipamento mecânico adaptado das recomendações da RILEM e construído no Laboratório de Materiais Avançados à Base de Cimento-SET/EESC/USP. O funcionamento desse equipamento, na base do princípio de alavanca, é descrito a seguir.

A força de arrancamento é aplicada através de um cabo de aço que não transmite momento ao corpo-de-prova. O equipamento (figura 27) possui dispositivo composto por uma trave e uma roldana na ponta, permitindo que o cabo fique

perpendicular ao revestimento, o que garante a centralização do ponto de aplicação da força. A aplicação da carga é realizada através do enchimento, com areia seca, de recipiente metálico pendurado no equipamento de tração (figura 28). A aplicação do carregamento é cronometrada, obtendo-se a taxa de aplicação de carga especificada pela NBR13528/95.

Figura 27 - Equipamento de tração

Figura 28 – Execução do ensaio de aderência

Após a ruptura, toma-se o valor do peso que causou a ruptura como também o tipo de ruptura que ocorreu, considerando as porcentagens correspondentes a cada parte do corpo-de-prova, tendo como referência os tipos de ruptura definidos pela norma NBR 13528/95.

Apenas no caso de ruptura na interface chapisco/base, o valor da resistência de aderência é igual ao valor obtido no ensaio. Nos casos de rupturas na argamassa, na base e na interface argamassa/cola, a resistência de aderência não é precisamente determinada, sendo maior que o valor obtido no ensaio. A ruptura na interface cola/pastilha indica imperfeições na colagem e o resultado deve ser desprezado. Ressalta-se que podem ocorrer rupturas mistas em um mesmo corpo-de-prova (CP), por esse motivo é importante identificar as porcentagens do tipo de ruptura do CP durante o ensaio.

Com o intuito de obter o valor da força de arrancamento a partir da massa aplicada, foi utilizada a expressão matemática própria do aparelho de ensaio empregado, indicada a seguir:

$$\text{Equação: } F = P_i \cdot 9,37 + F_o$$

onde: F = força de arrancamento no cabo

F_o = 19kg, força no cabo devido à massa do equipamento

P_i = massa aplicada no ponto i

K_i = 9,37, constante do equipamento no ponto i

A tensão de aderência é calculada a partir da divisão da força de arrancamento pela área da seção transversal do corpo-de-prova.

Para cada tipo de preparo da base foram ensaiados doze corpos-de-prova em cada substrato. Destes, definiu-se que seriam usados somente sete resultados para análise dos resultados de aderência. Isto se deve a dois fatores. O primeiro diz respeito ao fato que mesmo com cuidado no processo de preparo e ensaio dos corpos-de-prova, são obtidos menos resultados do que os doze previstos. O segundo fator refere-se a norma NBR 13528/95, que prevê que o cálculo da média dos resultados deve ser feito somente para os corpos-de-prova que apresentaram o mesmo tipo de ruptura.

Quando os doze corpos-de-prova ensaiados rompiam da mesma forma, eliminou-se aqueles valores que mais se afastavam da média.

3.5 – APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Nas Tabelas 4 e 5 estão as médias dos resultados obtidos em ensaio de resistência de aderência à tração, assim como os valores de desvio padrão e coeficiente de variação para os substratos na condição superfície seca e superfície saturada seca, respectivamente. Os resultados individuais das resistências de aderência com as respectivas formas de ruptura estão descritos no ANEXO C.

Os resultados apresentados são discutidos e explicados no item 3.6.

Tabela 4 – Dados referentes à média dos resultados de resistência de aderência, desvio padrão e coeficiente de variação para os substratos na condição superfície seca

Substratos de concretos estruturais	Tipos de preparo do substrato											
	Chapisco comum			Chapisco com 5% de SCA			Chapisco com 10% de SCA			Chapisco aditivado/ pasta com SCA		
	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)
V ₁ (20 MPa)	0,71	0,07	10,13	0,72	0,24	33,07	0,88	0,13	14,26	0,77	0,23	29,94
V ₂ (25 MPa)	0,28	0,08	27,83	1,34	0,19	14,34	1,25	0,16	12,93	1,49	0,32	21,46
V ₃ (30 MPa)	0,67	0,35	52,57	1,23	0,20	16,03	0,46	0,10	21,19	1,28	0,10	7,82
V ₄ (35 MPa)	0,31	0,13	41,09	1,52	0,20	12,92	1,13	0,12	10,35	1,39	0,14	10,03
V ₅ (45 MPa)	0,68	0,15	21,29	0,86	0,10	11,56	0,68	0,11	15,84	0,65	0,06	9,62
V ₆ (50 MPa)	0,71	0,08	10,65	0,78	0,09	11,47	0,71	0,10	14,01	1,05	0,11	10,38

Tabela 5 – Dados referentes à média dos resultados de resistência de aderência, desvio padrão e coeficiente de variação para os substratos na condição saturada superfície seca

Substratos de estrutura de concreto	Tipos de preparo do substrato de estrutura de concreto(saturada superfície seca)											
	Chapisco comum			Chapisco com 5% de SCA			Chapisco aditivado			Chapisco aditivado/ pasta com SCA		
	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)	Média (MPa)	Desvio Padrão	CV(%)
V ₁ (20 MPa)	0,30	0,08	26,87	0,73	0,11	14,69	1,02	0,29	28,10	1,06	0,20	18,81
V ₂ (25 MPa)	0,57	0,15	27,26	1,31	0,20	15,28	1,32	0,06	4,23	1,00	0,14	13,59
V ₃ (30 MPa)	0,56	0,11	19,65	0,81	0,14	16,77	1,07	0,17	15,78	0,74	0,10	13,04
V ₄ (35 MPa)	0,59	0,10	16,24	0,71	0,10	14,70	0,75	0,09	12,24	0,65	0,05	7,61
V ₅ (40 MPa)	0,89	0,07	8,09	0,65	0,04	5,42	0,82	0,14	17,06	0,83	0,10	11,86

3.6 – ANÁLISE DOS RESULTADOS

A partir dos valores de coeficientes de variação (CV) apresentados nas Tabelas 4 e 5, pode-se verificar que os resultados obtidos no ensaio de resistência de aderência apresentaram alta variabilidade. Valores semelhantes de CV também podem ser encontrados nos trabalhos de CARASEK (1996) e CÂNDIA (1998). Essa variação ocorre devido a resistência de aderência apresentar dependência, tanto das características e forma de aplicação das argamassas como do substrato. Como exemplo, tome-se a argamassa que por si só é bastante heterogênea; já no caso da forma de aplicação, esta varia muito ao longo da execução. Deste modo, devido a elevada variação nos resultados obtidos, as conclusões deste estudo foram respaldadas por tratamentos estatísticos.

Outro fator a ressaltar é aquele que se refere ao local de ruptura do corpo-de-prova, já que ocorreram em diferentes regiões, o que é ilustrado no Anexo C. Segundo CARASEK & SELMO (1993) e CARASEK (1996), a magnitude dos valores de resistência de aderência obtidos no ensaio é diferenciada em função do tipo de ruptura, o que sugere a ocorrência de diferentes fenômenos físicos. Por isso, os resultados do ensaio de aderência deste estudo também foram analisados em relação ao tipo de ruptura ocorrido durante o ensaio.

3.6.1 - RELAÇÃO ENTRE O ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA E RELAÇÃO ÁGUA/AGLOMERANTE DOS CHAPISCOS

Devido ao efeito do aditivo utilizado, o qual é comercializado como superplastificante (SP) de pega normal de altíssimo efeito redutor da água de amassamento, foi possível manter o índice de consistência dos chapiscos com adição de sílica dentro da faixa estabelecida de $270\text{mm} \pm 10\text{mm}$, conforme figura 29.

Figura 29 – Índice de consistência em função da relação água/aglomerante

3.6.2 - RELAÇÃO ÁGUA/CIMENTO X TEOR DE SÍLICA

De acordo com a figura 30, a adição nos chapiscos de 10% da sílica extraída da casca de arroz aumentou a relação água/cimento devido ao aumento do teor de finos. Já a adição de 5% de sílica da casca de arroz praticamente não alterou a relação água/cimento dos chapiscos, devido ao efeito do aditivo utilizado, o qual é comercializado como superplastificante (SP) de pega normal de altíssimo efeito redutor da água de amassamento.

Figura 30 – Relação água/cimento em função do teor de sílica da casca de arroz

Nas argamassas de revestimento avaliadas por BORTOLUZZO (2000) e CARASEK (1996) as resistências de aderência sempre diminuem com o aumento da relação água/cimento. No entanto, neste trabalho não se observa um comportamento bem definido dos valores obtidos no ensaio de aderência quanto à relação água/cimento dos chapiscos e pastas; ou seja, a influência do teor de sílica foi mais significativa do que a relação água/cimento.

3.6.3 – ANÁLISE ESTATÍSTICA DA RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

A estatística é a ciência que trata da organização, descrição, análise e interpretação de resultados experimentais. Nesse trabalho, ela foi utilizada na análise e interpretação dos resultados obtidos experimentalmente, a partir do programa computacional MINITAB para Windows, versão 13.

Inicialmente, foi feita a análise descritiva com diagramas de caixas (Box-plot) para visualizar o comportamento dos dados da resistência de aderência em função do preparo e tipos de substratos de concretos estruturais.

Em um segundo momento, após a verificação da adequação do modelo estatístico a ser usado, fez-se a análise de variâncias, para levantar a influência de alguns fatores presentes: tipo de substrato, tipo de preparo do substrato e suas interações com a resistência de aderência. Nesta etapa, também foi realizada uma comparação múltipla de médias (método de Tukey), onde foi possível determinar estatisticamente as médias que diferem ou não entre si.

Na análise dos resultados de resistência de aderência foram considerados todos os valores individuais apresentados no anexo C, independentemente do tipo de ruptura. Para os substratos na condição seca foram delimitadas quatro áreas de inspeção e análise, perfazendo então 24 painéis, com 7 pontos de amostragem, o que perfaz 168 pontos de análises. Para os substratos na condição saturada superfície seca também foram delimitadas quatro áreas de inspeção e análise, totalizando 20 painéis, com 7 pontos de amostragem, o que perfaz 140 pontos de análises. Portanto, para o modelo estatístico utilizado o número de corpos-de-prova é suficiente.

3.6.3.1 – Modelo estatístico empregado na avaliação da resistência de aderência à tração

Em geral, é de grande relevância conhecer os efeitos que determinadas variáveis exercem sobre outras a partir de um modelo estatístico. Modelo estatístico

é um modelo matemático que contém um erro aleatório com alguma distribuição de probabilidade específica.

Deve-se ressaltar que não são em todos os casos que o modelo escolhido possibilita uma descrição completa e exata do que ocorre em determinado estudo. Normalmente, para que essa descrição ocorra de forma acurada, seria necessário desenvolver um modelo tão complexo, que teria pouca utilidade prática. Assim, é recomendado manter o modelo o mais simples possível, adotando-se poucas variáveis, sem no entanto excluir as estatisticamente significativas (GUJARATI, 1992).

Um planejamento em blocos aleatórios considerando um modelo estatístico (MONTGOMERY, 1991), é o procedimento mais adequado para analisar os resultados obtidos de resistência de aderência deste trabalho.

Esse planejamento é muito utilizado porque em geral aumenta a precisão do experimento, já que permite estimar dois efeitos:

1 – Efeitos de tratamentos

2 – Efeitos de blocos

Desta maneira, o seu objetivo principal é comparar os k tratamentos e b blocos. Com a utilização de blocos aleatórios, obtém-se resultados mais exatos do que em planejamentos completamente aleatórios, já que reduz-se a variabilidade. Além disso, pode-se incluir qualquer número de k tratamentos e b blocos.

Supondo-se que os valores de resistência de aderência (y_{ti}) possam ser representados em forma aditiva, o modelo estatístico aditivo é dado pela seguinte relação:

$$y_{ti} = \eta + \beta_i + \tau_t + \varepsilon_{ti}, \quad (1)$$

para $t = 1, \dots, k$ e $i = 1, \dots, b$, onde k representa o número de tratamentos, b o número de blocos e β_i e τ_t representam os efeitos de blocos e tratamentos, respectivamente. No modelo dado pela eq. (1) também é suposto que os k tratamentos seguem uma distribuição normal com variância constante (σ^2), e que há independência nas amostras aleatórias (tratamentos); desta maneira, os erros (ε_{ti}) são variáveis aleatórias independentes igualmente distribuídas com distribuição normal, média zero e variância constante σ^2 ($N(0, \sigma^2)$), segundo MYERS & MONTGOMERY (1995).

Se existir interação, tem-se outro termo w_{it} . Desta maneira, o modelo (1) é assim escrito.

$$y_{it} = \eta + \beta_i + \tau_t + w_{it} + \varepsilon_{it}, \quad (2)$$

onde w_{it} representa o efeito de interação.

Antes de utilizar estes modelos, deve-se verificar sua adequação através da análise dos resíduos, dada por:

$$\hat{e}_{ij} = y_{it} - \bar{y}_i - \bar{y}_t + \bar{y} = y_{it} - \hat{y}_{it}, \quad (3)$$

onde $\hat{y}_{it} = \bar{y}_i + \bar{y}_t - \bar{y}$

$\bar{y}_i$: média do bloco i

$\bar{y}_t$: média do tratamento t

$\bar{y}$: média geral

Utilizando a equação (3) a validade das suposições do modelo da equação (1) ou (2) pode ser verificada por meio do gráfico dos resíduos ($\hat{e}_{ij}$) contra os valores estimados ($\hat{y}_{ij}$).

No caso do modelo estatístico ser adequado, a tabela de análise de variância é usada para testar se as médias dos tratamentos e blocos são iguais (BOX et al., 1978).

3.6.3.2 – Resultados e discussões para os substratos na condição superfície seca (SS)

BOX-PLOT

Na análise descritiva a partir de diagramas de caixas (Box-plot) se visualiza o comportamento dos dados em função dos tipos e preparo dos substratos. Nos diagramas das Figuras 31 e 32 é verificada a variabilidade dos resultados através do comprimento do retângulo (quanto maior o comprimento, maior a variabilidade) e de sua simetria. Se a reta (mediana) estiver fora do centro, indica que existe assimetriaⁱ.

ⁱ Assimetria: é o grau de desvio ou afastamento da simetria em uma distribuição de dados.

Figura 31- Diagramas de caixa lado a lado para os dados dos substratos de concreto.

Figura 32- Diagramas de caixa lado a lado para os dados dos tipos de preparo do substrato

A partir da Figura 31 conclui-se que há uma grande variabilidade de resistência de aderência em quase todos os substratos de concreto, exceto no caso do substrato com 50MPa, pois sua variabilidade é menor (menor comprimento do retângulo e linha que o divide posicionada no centro). No caso do substrato de 45MPa, dois aspectos indicam alta variabilidade: linha fora do centro (assimetria) e valor de resistência de aderência (indicado pelo asterisco na figura) que não segue o mesmo comportamento dos demais valores de resistência de aderência.

Já na Figura 32, as resistências de aderência do chapisco comum e chapisco com 10% de SCA são menores que as do chapisco com 5% de SCA e do chapisco aditivado/pasta, além do fato que ocorre maior variabilidade quando se utiliza o chapisco comum. Neste último caso, apesar do menor comprimento do retângulo, os dados produzem uma assimetria à esquerda. Isto ocorre quando existe maior concentração de freqüências à direita, com as freqüências decrescendo à esquerda. A assimetria na Figura 32 é evidenciada pela posição fora do centro da linha que divide o retângulo (mediana).

VERIFICAÇÃO DA ADEQUAÇÃO DO MODELO ESTATÍSTICO

A seguinte etapa da análise estatística dos dados da resistência de aderência, é verificar a adequação do modelo dado pela equação (2), através de uma análise dos resíduos, utilizando para tanto, o procedimento apresentado no Anexo D. Assim, para verificar se variância é constante, foi utilizado um gráfico dos resíduos contra os valores estimados (ver Figura 33).

Figura 33- Gráfico dos resíduos ($\hat{e}_{ij}$) contra os valores estimados ($\hat{y}_{ij}$).

Da Figura 33 conclui-se que a variância é constante, pois os valores dos resíduos estão distribuídos de maneira uniforme em torno do zero e não se visualiza um aumento da variância, isto é uma forma de funil dos resíduos.

Para verificar a distribuição normal, utilizou-se o gráfico de probabilidade normal (Figura 34), a partir do qual concluiu-se que os resíduos do modelo seguem uma distribuição normal aproximada, uma vez que os dados estão localizados

aproximadamente em torno de uma reta. Para confirmar a indicação visual da linearidade aproximada, foi utilizado o teste estatístico de Shapiro^j (SHAPIRO & FRANCA, 1972) e conclui-se que a suposição de normalidade não foi rejeitada, nos níveis usuais ($0,01 < \alpha^* < 0,05$), ver Figura 34.

Figura 34 - Gráfico de probabilidade normal para os resíduos dos dados de resistência de aderência.

Portanto, da análise residual, observa-se que o modelo dado pela equação (2) é adequado para análise dos dados obtidos no ensaio de resistência de aderência à tração. Assim, é possível construir a tabela de análise de variância (Tabela 6).

ANÁLISE DE VARIÂNCIA

A tabela 6 apresenta os resultados obtidos na ANOVA, onde os valores de F obtidos (F_0) foram comparados com os valores de F tabelados para um nível de significância de 5%.

^j No Anexo D consta a descrição do teste de Shapiro.

Tabela 6 - Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência

Fonte de variação	SQ	g.l.	QM	F_0	p	Resultado
Preparo do substrato (blocos - b)	7,8352	3	2,6117	95,56	0,00	Significativo
Tipo de substrato (tratamentos - k)	3,6421	5	0,7284	26,65	0,00	Significativo
Interação	8,7893	15	0,5860	21,44	0,00	Significativo
Resíduos	3,9355	144	0,0273			
Total	24,2021	167				

Portanto, com os dados da Tabela 6, pode-se testar se as médias de tratamentos (tipos de substratos de concreto) são iguais, com o seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_k = 0 \\ H_1 : \tau_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Assim, para um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((k-1);(b-1)(k-1))}$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > F_{0,05;((k-1);(b-1)(k-1))}$.

Da tabela^k da distribuição de probabilidade F, com $(6-1) = 5$ g.l. e $(6-1)(4-1) = 15$ g.l., tem-se $F_{0,05;(5;15)} = 2,90$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > 2,90$. Observa-se na Tabela 6 que F_0 é 26,65.

Decisão estatística: como $F_0 = 26,65 > 2,90$, rejeitar H_0 ao nível de significância $\alpha^* = 0,05$.

Conclusão: de acordo com os dados, a um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, existe evidência estatística de que os seis tipos de substratos de concreto produzem resultados de resistências de aderência médios diferentes. Isto significa que o tipo de substrato influencia na resistência de aderência dos revestimentos.

Também se pode testar se todas as médias de blocos (tipos de preparo do substrato) são iguais, considerando o seguinte teste de hipóteses:

^k Os valores da distribuição de probabilidade F encontram-se nos livros de estatística para qualquer grau de liberdade e para os níveis de significância mais utilizados (1% e 5%).

$$\begin{cases} H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0 \\ H_1 : \beta_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Assim, para um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((b-1);(b-1)(k-1))}$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > F_{0,05;((b-1);(b-1)(k-1))}$.

Da tabela da distribuição de probabilidade F, com $(4-1) = 3$ g.l. e $(6-1)(4-1) = 15$ g.l., tem-se $F_{0,05;(3;15)} = 3,29$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > 3,29$. Observa-se na Tabela 6 que F_0 é 95,56.

Decisão estatística: Como $F_0 = 95,56 > 3,29$ rejeitar H_0 ao nível de significância $\alpha^* = 0,05$.

Conclusão: De acordo com os dados a um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, existem diferenças estatisticamente significativas entre as médias dos tipos de preparo do substrato considerados, ou seja, o preparo do substrato influencia na resistência de aderência dos revestimentos.

Observe que, considerando os p-valores da Tabela 6 e um nível $\alpha^* = 0,05$, se obtém as mesmas conclusões supracitadas, tanto para tratamentos como para os blocos. Neste caso o p-valor de blocos e de tratamentos é 0,000, valor menor que 0,05, indicando que o efeito dos tipos de substratos de concretos e tipos de preparo dos substratos na resistência de aderência é significativo e que existe uma interação entre estes fatores. Porém, ressalta-se que o preparo do substrato influencia mais na resistência de aderência do que o tipo de substrato, uma vez que o valor de F calculado (95,56) do preparo do substrato foi superior ao F calculado (26,65) do tipo de substrato.

A análise de variância mostrou que o tipo de preparo do substrato influencia na resistência de aderência. Tendo em vista esta influência, foi realizada uma comparação múltipla de médias (método de Tukey), para verificar quais são as médias que diferem estatisticamente entre si, ou seja, verificar quais são os tipos de preparo do substrato que influem mais na resistência de aderência. Através dessa análise pode-se provar se a adição da sílica da casca de arroz e a utilização de chapiscos de baixa relação água/cimento podem potencializar a resistência de aderência.

As comparações múltiplas pareadas (k médias) para os tipos de preparo do substrato são apresentadas na Tabela 7. Na Figura 35 são apresentadas as médias das resistência de aderência dos tipos de preparo dos substratos.

Tabela 7- Comparações múltiplas pareadas para as médias dos tipos de preparo

Blocos	Comum	5% de SCA	10% de SCA	Aditivado/pasta
Média ($\bar{y}_t$)	0,564	1,073	0,853	1,104
Diferença ($\bar{y}_i - \bar{y}_j$)	*	0,5086**	0,2883**	0,5400**
		*	-0,2202**	0,0314
			*	0,2517**
				*
IC 95% ($\bar{y}_i - \bar{y}_j$)		(0,4147;0,6024)	(0,1945;0,3822)	(0,4461;0,6339)
		*	(-0,3141;-0,1264)	(-0,0624; 0,1253)
			*	(0,1578;0,3455)

Observação: As diferenças estatisticamente significativas estão destacadas com dois asteriscos (**).

O teste de Tukey demonstrou, conforme apresentado na Tabela 7, que não existe diferença significativa na aplicação do chapisco com 5% de SCA e o chapisco aditivado/pasta (ver número em vermelho na tabela 7). Ou seja, esses dois tipos de preparo do substrato apresentam resultados de aderência equivalentes, no entanto, apresentam desempenho superior aos demais tipos de preparo (Figura 35). Esses resultados corroboram com os resultados obtidos nas investigações microestruturais, os quais serão apresentados no capítulo 4. Nesses casos se observa que a combinação dos diferentes modos de ação física e química da SCA no chapisco e na pasta, resultou numa matriz com melhor trabalhabilidade, e numa interface mais compacta do que a relativamente porosa encontrada quando não se utilizou a SCA.

Observa-se que existe diferença significativa entre o chapisco comum e os outros tipos de preparo. O chapisco comum apresentou resistência média inferior quando comparado aos demais tipos de preparo.

Há também diferença estatisticamente significativa entre o chapisco com 5% de SCA e o chapisco com 10% de SCA, e ainda mostra-se significativa a diferença entre o chapisco com 10% de SCA e o chapisco aditivado/pasta. Nesses casos, o chapisco com 10% de SCA apresenta resultados de aderência média inferiores, conforme figura 32.

Figura 35 - Comparação gráfica das médias dos tipos e preparo dos substratos.

Observação: Sendo 1,...,6 os substratos de concreto com resistências de 20MPa, 25MPa, 30MPa, 35MPa, 45MPa e 50MPa, respectivamente. Para o preparo da base, 1 é o chapisco comum, 2 o chapisco com 5% de SCA, 3 o chapisco com 10% de SCA e 4 o chapisco aditivado/pasta.

Para verificar conjuntamente a interferência dos tipos de substratos e tipos de preparo do substrato na resistência de aderência são apresentados na Figura 36 os efeitos de interação das mesmas. Nesta figura se observa claramente que as resistências de aderências em média são maiores com os substratos de concretos de 25MPa, 30MPa e 35MPa considerando os tipos de preparo com chapisco com 5% de SCA e com o chapisco aditivado/pasta.

Figura 36 - Gráfico da interação do tipo de preparo da base com o tipo de substrato.

De modo geral, pode-se concluir que a maior resistência de aderência é alcançada quando é considerada a combinação do substrato de concreto com resistência de 35MPa e o chapisco com 5% de SCA. Também, de maneira geral, concluiu-se que a combinação do substrato de concreto com resistência de 25MPa e o chapisco comum produz a menor resistência de aderência.

3.6.3.3 – Resultados e discussões para os substratos na condição saturada superfície seca

BOX-PLOT

Inicialmente foi realizada uma análise descritiva utilizando diagramas de caixas (Box-plot) para visualizar o comportamento dos dados da resistência de aderência em função dos tipos e preparo dos substratos. Esses diagramas são dados nas Figuras 37 e 38.

Figura 37 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados do substrato de concreto

Figura 38 - Diagramas de caixa lado a lado para os dados do tipo de preparo do substrato

Observando a Figura 37 pode-se concluir que há uma grande variabilidade da resistência de aderência em quase todos os substratos de concretos considerados, exceto para o substrato de concreto com 35MPa, cuja variabilidade é menor (comprimento do retângulo menor e posição da linha no centro do retângulo).

A Figura 38 mostra que a resistência de aderência do revestimento, quando se utiliza o chapisco aditivado, é maior do que quando se utilizam os demais tipos de preparo do substrato. Há uma grande variabilidade da resistência de aderência para quase todos os tipos de preparo, principalmente para o chapisco com 5% de SCA (posição da linha muito distante do centro do retângulo e dois valores que não seguem o comportamento dos demais, indicados pelos asteriscos).

VERIFICAÇÃO DA ADEQUAÇÃO DO MODELO ESTATÍSTICO

A etapa seguinte da análise estatística é verificar a adequação do modelo resultante da equação (2) a partir da análise dos resíduos e do procedimento descrito no anexo D. Pode-se assim verificar a igualdade de variância no gráfico dos resíduos contra os valores estimados (ver Figura 39).

Pode-se concluir que a variância é constante, já que os valores dos resíduos estão distribuídos uniformemente em torno do zero, não sendo notado aumento da variância, ou seja, os valores dos resíduos gerando a forma de funil. No entanto, dois valores não seguem o comportamento dos demais no gráfico, indicados por setas vermelhas na Figura 39.

Figura 39 – Gráfico dos resíduos($\hat{e}_{ij}$) contra os valores estimados ($\hat{y}_{ij}$).

A verificação da distribuição normal foi feita a partir do gráfico de probabilidade normal (Figura 40). A partir de sua análise, percebe-se que os resíduos seguem uma distribuição normal aproximada, pois os dados estão próximos a reta obtida. Para efeito de confirmação da linearidade aproximada, foi utilizado o teste estatístico de Shapiro (SHAPIRO & FRANCIA, 1972), sendo que a suposição de normalidade não foi rejeitada nos níveis usuais ($0,01 < \alpha^* < 0,05$ - ver Figura 40).

Figura 40 – Gráfico de probabilidade normal para os resíduos dos dados de resistência de aderência.

Portanto, a partir da análise residual efetuada, pode-se afirmar que o modelo fornecido pela equação (2) é adequado para a análise dos dados obtidos no ensaio de resistência de aderência à tração. Desta forma, foi possível construir a tabela de análise de variância (ANOVA).

ANÁLISE DE VARIÂNCIA

A Tabela 8 apresenta os resultados obtidos na ANOVA, sendo que os valores de F obtidos (F_0) foram comparados com os valores de F tabelados, considerando-se um nível de significância de 5%.

Tabela 8 – Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência

Fonte de variação.	SQ	g.l.	QM	F_0	p	Resultado
Preparo do substrato (blocos)	3,1862	3	1,0621	58,91	0,00	Significativo
Tipo de substrato (tratamentos)	2,1375	4	0,5344	29,64	0,00	Significativo
Interação	3,3123	12	0,2760	15,31	0,00	Significativo
Resíduos	2,1635	120	0,0180			
Total	10,7994	139				

Utilizando-se os dados da Tabela 8, é feito o teste para verificar se as médias dos tratamentos (tipos de substratos de concreto) são iguais. Isto é feito a partir do teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_k = 0 \\ H_1 : \tau_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Em um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((k-1);(b-1)(k-1))}$, isto é, na região de rejeição onde $R : F_0 > F_{0,05;((k-1);(b-1)(k-1))}$.

Da tabela da distribuição de probabilidade F, com $(5-1) = 4$ g.l. e $(5-1)(4-1) = 12$ g.l., tem-se $F_{0,05;(4;12)} = 3,26$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > 3,26$. Observa-se na Tabela 8 que o valor de F_0 é de 29,64.

Decisão estatística: Como $F_0 = 29,64 > 3,49$, deve-se rejeitar H_0 no nível de significância $\alpha^* = 0,05$.

Conclusão: a um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$ existe evidência estatística de que os cinco tipos de substratos de concreto produzem resultados médios de resistência diferentes. Conclui-se então que o tipo de substrato influencia na resistência de aderência dos revestimentos.

Pode também ser testado se todas as médias de blocos (tipos de preparo do substrato) são iguais, considerando o seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0 \\ H_1 : \beta_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Novamente, para um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((b-1);(b-1)(k-1))}$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > F_{0,05;((b-1);(b-1)(k-1))}$.

Da tabela da distribuição de probabilidade F, com $(4-1) = 3$ g.l. e $(5-1)(4-1) = 12$ g.l., tem-se $F_{0,05;(3;12)} = 3,49$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > 3,49$. Observa-se na Tabela 8 que F_0 é 58,91.

Decisão estatística: Como $F_0 = 58,91 > 3,49$, rejeitar H_0 ao nível de significância $\alpha^* = 0,05$.

Conclusão: no nível de significância de $\alpha^* = 0,05$ ocorrem estatisticamente diferenças significativas entre as médias dos tipos de preparo do substrato, ou seja, o preparo do substrato influencia na resistência de aderência dos revestimentos.

Considerando os p-valores da Tabela 8 e um nível $\alpha^* = 0,05$ obtém-se as mesmas conclusões, tanto para tratamentos como para os blocos. Neste caso o p-valor de blocos e de tratamentos é 0,000, valor menor que 0,05. Isto indica que é significativo o efeito dos tipos de substratos de concretos e tipos de preparo dos substratos na resistência de aderência, ocorrendo uma interação entre estes fatores. No entanto, deve-se ressaltar o fato de que o preparo do substrato influencia mais na resistência de aderência do que o tipo de substrato, uma vez que o valor de F calculado (58,91) do preparo foi superior ao F calculado (29,64) do tipo de substrato.

Da análise de variância pode-se dizer que o tipo e preparo do substrato influenciam na resistência de aderência. Considerando esta influência foi realizada uma comparação múltipla de médias (método de Tukey). A verificação mostra quais são as médias que diferem estatisticamente entre si, ou seja, identifica quais são os tipos de preparo do substrato que influem mais na resistência de aderência. Pode-se assim provar se a adição da sílica da casca de arroz e a utilização de chapiscos de baixa relação água/cimento potencializariam a resistência de aderência.

As comparações múltiplas pareadas (k médias) para os tipos de preparo do substrato são apresentadas na Tabela 9. Na Figura 41 são apresentadas as médias das resistências de aderência dos tipos de preparo dos substratos.

Tabela 9 - Comparações múltiplas pareadas para as médias dos tipos de preparo

Blocos	Comum	Aditivado	5% de SCA	Aditivado/pasta
Média ($\bar{y}_t$)	0,579	0,996	0,843	0,854
Diferença ($\bar{y}_i - \bar{y}_j$)	*	0,4177**	0,2649**	0,2751**
		*	-0,1529**	-0,1426**
			*	0,01029
				*
IC 95% ($\bar{y}_i - \bar{y}_j$)		(0,3342;0,5012)	(0,1813;0,3484)	(0,1916;0,3587)
		*	(-0,2364;-0,0693)	(-0,2261;-0,05905)
			*	(-0,0732;0,0938)

Observação: As diferenças estatisticamente significativas estão destacadas com dois asteriscos (**).

O teste de Tukey demonstrou (Tabela 9) que não existe diferença significativa na aplicação do chapisco com 5% de SCA e o chapisco aditivado/pasta (dado destacado em vermelho na Tabela 9). Ou seja, esses dois tipos de preparo do substrato apresentam bons resultados de aderência equivalentes.

Por outro lado, existe uma diferença significativa entre o chapisco comum e os outros tipos de preparo, já que o chapisco comum apresentou resistência média inferior quando comparado aos demais tipos de preparo (Figura 41).

Ocorre também uma significativa diferença, do ponto de vista estatístico, entre o chapisco aditivado e os demais tipos de preparo. Como mostra a Figura 41, o chapisco aditivado apresenta valores superiores de resistência de aderência média, o que pode estar relacionado a melhor dispersão que ocorre das partículas de cimento com a utilização do aditivo superplastificante, melhorando a homogeneidade do material.

Figura 41 – Comparação gráfica das médias dos tipos e preparo dos substratos

Observação: considera-se 1, ..., 5 os substratos de concreto com resistências de 20 MPa, 25 MPa, 30 MPa, 35 MPa e 40 MPa, respectivamente. Com relação ao preparo da base, 1 é o chapisco comum, 2 o chapisco aditivado, 3 o chapisco com 5% de SCA e 4 o chapisco aditivado/pasta.

A verificação em conjunto da interferência dos tipos de substratos e seus tipos de preparo na resistência de aderência são apresentados na Figura 42, com os efeitos de interação ocorridos. Também é possível observar que, em média, as resistências de aderências são maiores para os substratos de concretos com 25MPa e 30MPa, considerando o chapisco aditivado.

Figura 42 – Gráfico da interação do tipo de preparo com o tipo de substrato.

3.6.3.4 – Avaliação do efeito da condição saturada superfície seca do substrato na resistência de aderência do revestimento

Foi realizada a análise da variância (Tabela 10) com intuito de verificar se a diferença média entre as resistências de aderência para as duas condições de umidade do substrato (SS e SSS) é estatisticamente significativa. Foi utilizado um planejamento completamente aleatório, cuja descrição consta no Anexo D.

Tabela 10- Resultados obtidos na análise de variância das resistências de aderência

Fonte de variação.	SQ	g.l.	QM	F_0	p	Resultado
Tratamento	1,497	1	1,497	11,63	0,00	Significativo
Resíduos	25,764	208	0,129			
Total	28,261	209				

Com os dados da Tabela 10, pode-se testar se as médias de tratamentos (tipos de substratos de concreto) são iguais, com o seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_k = 0 \\ H_1 : \tau_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Para um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((k-1);(n-k))}$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > F_{0,05;((k-1);(n-k))}$.

Da tabela da distribuição de probabilidade F, com $(2-1) = 1$ g.l. e $(210-2) = 208$ g.l., tem-se $F_{0,05;(1;208)} \approx 3,89$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > 3,89$. Observa-se na Tabela 10 que F_0 é 11,63.

Decisão estatística: Como $F_0 = 11,63 > 3,89$ rejeitar H_0 ao nível de significância $\alpha^* = 0,05$.

Conclusão: a um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, existem diferenças estatisticamente significativas entre as médias das resistências de aderência nas condições seca e saturada superfície seca. Isto comprova que a condição saturada superfície seca do substrato interfere na aderência.

3.6.3.5 – Considerações finais da análise estatística

Como ocorre uma grande variação de resultados de ensaios de resistência de aderência à tração, a escolha do modelo estatístico a ser utilizado para análise dos dados deve ser feita de forma criteriosa. Torna-se necessária, então, verificar

se o modelo é adequado ou não, a exemplo do que foi feito neste trabalho. Isto evita a possibilidade de se chegar a conclusões equivocadas. Assim, já que o modelo fornecido pela eq. (2) foi considerado adequado, pode-se afirmar que as conclusões obtidas são válidas.

Além disso, a análise de variância dos valores das resistências mostrou os efeitos altamente significativos dos tipos de substratos de concreto e do preparo do substrato. Desta forma, pode-se dizer que tanto o tipo como o preparo de substrato exercem influência na resistência de aderência, sendo que o preparo do substrato é o fator mais determinante. Também é significativa, mesmo em menor grau, a interação tipo de preparo x tipo de substrato, pois são fatores dependentes entre si.

Substratos na condição SS

Individualmente, os substratos de concretos com resistências de 25MPa e 35MPa e os tipos de preparo com o chapisco de 5% de SCA e com o chapisco aditivado/pasta, apresentam valores médios maiores de resistências de aderência.

Com base na análise estatística, recomenda-se utilizar o tipo de preparo com chapisco aditivado/pasta ou o chapisco com 5% de SCA, que apresentam desempenho semelhante conforme a comparação múltipla de médias nas situações mais críticas de aderência (substrato de 45MPa e 50MPa).

Substrato na condição SSS

Para os substratos avaliados, a aplicação do chapisco aditivado/pasta e o chapisco com 5% de SCA proporcionam resultados de aderência bons e equivalentes.

Desta maneira, conclui-se que a maior resistência de aderência é alcançada quando se considera a combinação do substrato de concreto 25MPa com o chapisco aditivado ou com o chapisco com 5% de SCA. Também é correto afirmar que a combinação do substrato de concreto 20MPa e o chapisco comum produz a menor resistência de aderência.

O preparo do substrato com o chapisco aditivado melhorou a capacidade de aderência no sistema pois apresentou os melhores resultados, comparativamente aos demais.

3.6.4 – ANÁLISE DOS RESULTADOS QUANTO AO TIPO DE RUPTURA

3.6.4.1 – Método de otimização dos quadrantes

Nos estudos de CARASEK & SELMO (1993), foi constatado que através de uma análise de variância, existe um efeito significativo do tipo de ruptura nos valores de aderência.

A norma NBR 13528/95, atenta para este fato, pois recomenda no ensaio de resistência de aderência que o cálculo da média e do coeficiente de variação deve ser realizado somente para corpos-de-prova que apresentem o mesmo tipo de ruptura.

Assim, os resultados de resistência de aderência obtidos neste trabalho foram analisados com relação ao tipo de ruptura através da representação gráfica pelo método de otimização de quadrantes proposto por PAREEK et al. (1995). Este método contribui para a avaliação da qualidade da aderência entre as argamassas de revestimento e os substratos de concreto.

No método de otimização de quadrantes, os valores de resistência de aderência são inseridos em gráfico que está em função do tipo de ruptura ocorrido no corpo-de-prova. O eixo das abscissas do gráfico refere-se à relação entre a área de falha por coesão e a área total da secção transversal do corpo-de-prova ensaiado, multiplicada por dez. A falha por coesão inclui tanto a ruptura no interior da camada da argamassa como a possível ruptura de parte do substrato. Alternativamente, pode ser calculada e representada a relação complementar, isto é, a relação entre a área de falha por deslocamento (separação na interface dos materiais estudados) e a área total. No eixo das ordenadas está o valor da resistência de aderência obtido no ensaio para aquele determinado corpo-de-prova.

O gráfico é dividido em quatro quadrantes, onde a divisão vertical é definida no ponto que a relação dos tipos de falha equivale a 5. Já a divisão horizontal é delimitada pelo valor de resistência de aderência mínimo especificado pela norma NBR 13749/96. A figura 43 ilustra este tipo de representação gráfica.

Figura 43 – Representação gráfica do método de otimização de quadrantes (PAREEK et al., 1995)

O ponto determinado pelo corpo-de-prova pode estar situado em qualquer um dos quatro quadrantes. Caso o ponto esteja no quadrante superior A, significa que predominou a ruptura na interface, indicando falha por aderência; no entanto o valor é aceitável uma vez que é superior ao mínimo prescrito em norma. Se o ponto estiver situado no quadrante superior C, indica que a ruptura ocorreu pela falta de coesão da argamassa, do substrato ou de ambos. Já nos casos em que o ponto estiver situado no quadrante inferior A ou C, significa que o valor está abaixo da resistência de aderência mínima aceitável (exemplo na figura 43).

3.6.4.2 Apresentação dos resultados

Os gráficos contidos nas figuras 44 a 63 demonstram todos os resultados individuais obtidos nos ensaios de resistência de aderência à tração para cada tipo de substrato e preparo, além das respectivas relações obtidas com os tipos de ruptura. Estes valores de resistência de aderência e as formas de ruptura estão apresentados no anexo C.

Os resultados apresentados são analisados no item 3.6.4.3.

Substrato na condição superfície seca

Figura 44 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum.

Figura 45 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum.

Figura 46 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco comum.

No caso do uso do chapisco comum, são aceitáveis a maioria dos valores obtidos, já que estão situados acima da linha horizontal, valores estes superiores ao mínimo prescrito em norma. Apenas os substratos de 25MPa e 35MPa apresentaram alguns valores abaixo do mínimo prescrito.

O tipo de ruptura mais freqüente ocorreu devido a falta de aderência dos chapiscos às bases. Por outro lado, para o substrato de 50MPa, a ruptura ocorreu por deficiência de coesão da argamassa (quadrante direito - figura 46), indicando que a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa.

Figura 47 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA.

Figura 48 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA.

Figura 49 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA

Todos os valores obtidos no ensaio com o uso de chapisco com 5% de SCA, foram aceitáveis pois se encontram acima da linha horizontal.

Pode-se observar então que a maior parte das rupturas ocorreu por deficiência de coesão da argamassa, o que significa que a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa. Apenas no substrato de 20MPa foi possível observar situações de ruptura por falha de aderência (quadrante esquerdo - figura 47). Já no substrato de 25MPa, parte dos corpos-de-prova apresentaram ruptura mista, ou por falta de aderência ou por falta de coesão da argamassa.

Figura 50 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA.

Figura 51 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA.

Figura 52 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 10% de SCA.

Para o chapisco com 10% de SCA, todos os valores obtidos foram aceitáveis pois estão situados acima da linha horizontal. Também foi possível constatar uma maior incidência de rupturas por falta de aderência, mas ocorreram rupturas por falta de coesão (quadrante direito – figuras 50, 51 e 52). Nos substratos de 25MPa e 45MPa, alguns corpos-de-prova apresentaram rupturas mistas, por falta de aderência e por falta de coesão da argamassa.

Figura 53 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica

Figura 54 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica.

Figura 55 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica.

Todos os valores obtidos no ensaio, quando se utilizou o chapisco aditivado/pasta são superiores ao mínimo prescrito pela norma. Ocorreu também uma maior incidência de ruptura na argamassa. No entanto, no substrato de 20MPa todos os corpos-de-prova apresentaram ruptura por falta de aderência (quadrante esquerdo - figura 53).

aderência foi superior à resistência à tração da argamassa. Nos substratos de 30MPa e 35MPa, alguns corpos-de-prova também apresentaram ruptura por deficiência de coesão da argamassa.

Figura 58 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA.

Figura 59 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco com 5% de SCA.

Todos os valores obtidos no ensaio, quando se utilizou o chapisco com 5% de SCA, são superiores ao mínimo prescrito em norma.

Para os substratos de maior resistência e menor porosidade (35MPa e 40MPa), a ruptura ocorreu por deficiência de coesão da argamassa (quadrante direito - figura 59), significando que a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa. Já para os substratos de 20MPa e 30MPa, a maior parte das rupturas foi por falta de aderência (quadrante esquerdo - figuras 58 e 59). No substrato de 25MPa ocorreram rupturas por deficiência de coesão e falta de aderência.

Figura 60 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado.

Figura 61 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado.

Todos os valores obtidos no ensaio para o chapisco aditivado são aceitáveis devido seu posicionamento acima da linha horizontal. A maior incidência de ruptura na argamassa ocorreu para os substratos de 25MPa, 30MPa, 35MPa e 40MPa. Já no substrato de 20MPa as rupturas foram por falta de aderência como também por deficiência de coesão da argamassa.

Figura 62 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica.

Figura 63 – Resistência de aderência em função do tipo de ruptura do corpo-de-prova para o tratamento da base com chapisco aditivado e pasta com sílica.

O mesmo ocorreu para o chapisco aditivado/pasta, com valores superiores ao mínimo prescrito em norma. A maior parte das rupturas ocorreu por deficiência de coesão da argamassa, indicando, nesses casos, que a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa.

3.6.4.3 – Análise dos resultados

Será agora avaliada a influência dos tipos de preparo do substrato e tipo de substrato na resistência de aderência, considerando-se as formas de ruptura apresentadas anteriormente. Nesta análise estão destacadas as formas de ruptura predominantes para cada situação.

Para estudar a influência do tipo de substrato na aderência é importante mostrar, inicialmente, o comportamento dos substratos quanto à porosidade. Dessa forma, pode-se entender como esta característica interfere nos valores obtidos no ensaio de resistência de aderência.

Assim, correlacionou-se os resultados desta tese com aqueles obtidos por BENTZ & GARBOCZI (1992), os quais foram apresentados na Tabela 1 do Capítulo 2. Assim, foi possível estimar o grau de hidratação necessário para se conseguir a desconexão de poros nos substratos estudados, em função da relação água/cimento. Com base nos dados da Tabela 11, quanto maior a relação água/cimento, maior o grau de hidratação necessário para que a porosidade seja desconectada.

O grau de hidratação no concreto com relação $a/c = 0,37$ (substrato de 50MPa) necessário para se desconectar os poros é de 61%, enquanto que no concreto com relação $a/c=0,69$ os poros nunca serão desconectados. Nesse caso, a capacidade de sucção do concreto é muito alta.

Tabela 11 - Grau de hidratação necessário para se conseguir a desconexão de poros em função da relação água/cimento, adaptado de BENTZ & GARBOCZI (1992).

Relação água/cimento dos concretos	Grau de hidratação
0,37 (substrato de 50MPa)	0,61
0,37 (substrato de 45MPa)	0,61
0,40 (substrato de 40MPa)	0,66
0,45 (substrato de 35MPa)	0,76
0,50 (substrato de 30MPa)	0,86
0,55 (substrato de 25MPa)	0,96
0,69 (substrato de 20MPa)	-

Essa análise mostrou que quanto menor a relação água/cimento do substrato, menor a porosidade, menor a permeabilidade do concreto e conseqüentemente maior a durabilidade.

A seguir, são discutidos os resultados obtidos no ensaio de aderência para os substratos na condição superfície seca e saturada superfície seca.

SUBSTRATO NA CONDIÇÃO SUPERFÍCIE SECA

As figuras 64 a 69 trazem os valores médios de resistência de aderência para cada um dos tipos de preparo dos substratos.

Figura 64 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 20MPa na condição superfície seca.

Figura 65 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 25MPa na condição superfície seca.

Figura 66 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 30MPa na condição superfície seca.

Figura 67 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 35MPa na condição superfície seca.

O valores de resistências de aderência para o substrato de 20MPa (figura 64) são menores do que para os substratos de 25MPa, 30MPa e 35MPa. Como o substrato de 20MPa é mais poroso, a hidratação dos aglomerantes hidráulicos nos chapiscos de baixa relação água/cimento é fortemente afetada pela perda de água, o que resulta em menor resistência de aderência.

Para os dois tipos de preparo do substrato cujas rupturas se deram na interface, tanto no substrato de 25MPa e 35MPa (figuras 65 e 67), pode ser observada a influência do teor de sílica na aderência. A resistência de aderência do chapisco com 10% de SCA foi muito superior à do chapisco comum, e somente no caso das rupturas na interface chapisco/base o valor da resistência de aderência foi igual ao valor obtido no ensaio.

No substrato de 45MPa (figura 68), o chapisco com 10% de SCA e o chapisco comum apresentaram a mesma resistência de aderência. Nesse substrato de menor porosidade a adição de 10% de SCA foi menos eficiente.

Figura 68 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 45MPa na condição superfície seca.

Para os substratos de 25MPa, 30MPa, 35MPa e 45MPa (figuras de 65 a 68) com uso de chapisco com 5% de SCA e chapisco aditivado/pasta, a ruptura ocorreu predominante na argamassa. Pode-se concluir então que a resistência de

aderência foi superior à resistência à tração da argamassa, devido o bom tratamento da base, indicando o efeito positivo da adição de 5% de sílica em chapiscos e pastas. No entanto, nestes casos a resistência de aderência não foi precisamente determinada, sendo maior que o valor obtido no ensaio. Por outro lado, pode-se afirmar que a aderência proporcionada pelo chapisco com 5% de SCA e pelo chapisco aditivado/pasta foi superior a aderência proporcionada pelos chapiscos comum e com 10% de SCA.

Comparar o chapisco com 5% de SCA e o chapisco aditivado/pasta no que se refere à resistência de aderência não é possível pois a ruptura ocorreu na argamassa, o que não permite afirmar qual dos dois preparos foi mais eficiente. Nestes casos específicos, a viabilidade econômica e a facilidade de aplicação determinariam qual tipo de preparo seria o mais adequado para as estruturas de concreto.

Se forem considerados os chapiscos com 5% de SCA, chapisco aditivado/pasta e chapisco comum, onde a resistência de aderência é maior do que o valor obtido no ensaio (figura 69), pode-se afirmar que esses tipos de preparo da base proporcionaram boa aderência ao substrato de 50MPa.

Figura 69 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 50MPa na condição superfície seca.

No substrato de 20MPa, para todos os tipos de preparo do substrato, as rupturas ocorreram por falta de aderência. Já para o substrato de 50MPa, em quase todos os tipos de preparo do substrato as rupturas ocorreram na argamassa. Para estes dois casos foi possível observar que a porosidade da base exerce influência no modo de ruptura dos corpos-de-prova.

Nos substratos de menor porosidade, a argamassa perde pouca água para o substrato. As argamassas podem ser hidratadas com alto teor de água, sendo que apresentam resistências à tração menores se comparadas àquelas aplicadas em substratos mais porosos. A perda da água da argamassa para o substrato poroso é maior, o que reduz a relação água/cimento das argamassas e consequentemente aumenta sua resistência à tração.

Pode-se dizer então que, devido a maior porosidade do substrato de 20MPa, a resistência à tração da argamassa nesse substrato é alta, com valores superiores aos de resistência de aderência, por isso a ruptura ocorreu na interface. No substrato de 50MPa que possui baixa porosidade, a resistência à tração da argamassa é menor, e de acordo com os resultados obtidos no ensaio, menor que a resistência de aderência, por isso ocorreu a ruptura na argamassa.

Nos substratos de 25MPa, 30MPa, 35MPa e 45MPa o tipo de preparo do substrato exerceu mais influência no modo de ruptura do que a porosidade da base. Para o chapisco comum e o chapisco com 10% de SCA, a maior parte das rupturas foi na interface. Já no caso do chapisco com 5% de SCA e o chapisco aditivado/pasta, a ruptura predominante foi na argamassa.

A adição de 10% de SCA, quando comparado à adição de 5%, diminuiu a aderência nos substratos de 25MPa, 30MPa, 35MPa, 45MPa e 50MPa. No entanto, os valores obtidos com o chapisco com 10% de SCA estão acima do mínimo prescrito pela norma.

A presença da sílica extraída da casca de arroz contribuiu para o aumento da resistência de aderência. A presença da sílica reduz a água livre na interface, reduzindo a orientação preferencial dos cristais de hidróxido de cálcio na interface, e também pela densificação dessa zona devido às reações pozolânicas entre os cristais de hidróxido de cálcio e a sílica da casca de arroz.

Nas figuras 70 e 71 estão resumidos todos os valores médios de resistência de aderência, separando-os por tipo de ruptura, e a partir de sua visualização, confirma-se o que foi discutido anteriormente.

Figura70– Relação entre a aderência e tipo de substrato, na condição SS.

Figura 71 - Relação entre a aderência e tipo de substrato, na condição SS.

Como dito antes, se a ruptura ocorre na argamassa, o valor obtido no ensaio corresponde a resistência à tração das argamassas. Deve-se observar que sobre os substratos foram aplicadas argamassas idênticas, inclusive de mesma relação

água/cimento, mas os valores obtidos apresentam variações entre os substratos, conforme figura 68.

Para os substratos de maior porosidade (25MPa, 30MPa e 35MPa), conforme tabela 11, a perda da água da argamassa para o substrato foi maior. Assim, a relação água/cimento das argamassas diminuiu, o que aumentou sua resistência à tração. Nos substratos de 45MPa e 50MPa, com menor porosidade (de acordo com a tabela 11), a argamassa perde pouca água para o substrato, o que as deixa hidratadas com alto teor de água e com menores resistências à tração. Pode-se dizer então que a diferença de porosidade nos substratos explica os valores menores de resistência à tração das argamassas nos substratos de 45MPa e 50MPa.

SUBSTRATO NA CONDIÇÃO SUPERFÍCIE SATURADA SECA

Nas figuras 72 a 76 estão os valores médios de resistência de aderência para cada um dos tipos de preparo dos substratos. Nesta análise estão consideradas as formas de ruptura predominantes para cada situação.

Figura 72 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 20MPa na condição saturada superfície seca.

Figura 73 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 25MPa na condição saturada superfície seca.

Figura 74 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 30MPa na condição saturada superfície seca.

Fazendo a comparação dos dois casos de ruptura na interface que ocorrem nas figuras 72 e 74, vê-se o efeito positivo da adição da sílica da casca de arroz na

aderência, já que a resistência de aderência do chapisco com 5% de SCA foi superior à do chapisco comum.

Figura 75 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 35MPa na condição saturada superfície seca.

Analisando os gráficos das figuras 73, 74 e 75, para o chapisco aditivado e chapisco aditivado/pasta, a ruptura predominante foi na argamassa, pois a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa, provavelmente devido o bom tratamento da base. Nestes casos, a resistência de aderência não foi precisamente determinada, sendo maior que o valor obtido no ensaio. Verifica-se a mesma situação para o chapisco com 5% de SCA para os substratos de 25MPa e 35MPa (figuras 73 e 75), e para todos os tipos de preparo no substrato de 40MPa (figura 76).

No substrato de 40MPa a porosidade da base exerce influência no modo de ruptura dos corpos-de-prova, sendo que para todos os tipos de preparo da base deste substrato romperam na argamassa.

No caso do chapisco com 5% de SCA, houve também a predominância da porosidade da base: nos substratos de 30MPa e 40MPa as rupturas ocorreram na argamassa, enquanto que para os substratos de 20MPa e 30MPa a maior parte das rupturas ocorreram por falta de aderência.

Figura 76 – Influência do tipo de preparo na resistência de aderência, substrato de 40MPa na condição saturada superfície seca.

No revestimento com chapisco comum, a forma de ruptura predominante foi na interface chapisco/substrato para quase todos os substratos. Esse tipo de ruptura ocorre devido a menor aderência proporcionada pelo chapisco comum, e somente para o substrato de 40MPa houve ruptura na argamassa.

Nas figuras 77 e 78 estão separados por tipo de ruptura os valores médios de resistência de aderência. De acordo com essas figuras, nos substratos na condição saturada superfície seca a maior parte das rupturas ocorreu na argamassa.

Figura 77 - Relação entre a aderência e tipo de substrato, na condição SSS.

Figura 78 - Relação entre a aderência e tipo de substrato, na condição SSS.

Para os substratos de maior porosidade os valores são maiores, chegando a atingir mais que 1MPa (figura 77). Com a diminuição contínua da porosidade do substrato, os valores se reduzem até ficarem próximos, como também há uma tendência de uniformidade do modo de ruptura. Pode-se dizer então que a influência do tipo de preparo na aderência é menor nos substratos pouco porosos.

Para o substrato de 20MPa, a resistência de aderência do chapisco comum foi mais baixa quando comparada à resistência de aderência nos demais tipos de substrato (figura 78). Devido sua alta porosidade pode ter ocorrido falta de água para completar o processo de hidratação do chapisco e argamassa, prejudicando a aderência. Já para os substratos de 25MPa, 30MPa e 35MPa não foram observadas variações nas resistências de aderência do chapisco comum.

De forma resumida, pode-se dizer que para o chapisco com 5% de SCA, apenas nos substratos de 20MPa e 30MPa ocorreram rupturas na interface. Desta forma pode-se afirmar que a eficiência do tratamento foi maior no substrato de 30MPa se comparado ao de 20MPa. Nos substratos de 20MPa, 25MPa, 30MPa e 35MPa, o tratamento da base com o chapisco com 5% de SCA, chapisco aditivado e chapisco aditivado/pasta proporcionaram melhor aderência do que o chapisco comum.

No substrato de 40MPa todos os tipos de preparo da base apresentaram boa aderência; no entanto, como as rupturas ocorreram na argamassa, não há como afirmar qual tipo de preparo foi mais eficiente. Já nas análises microestruturais, apresentadas no capítulo 4, observa-se uma melhoria da microestrutura da interface quando se utiliza a sílica da casca de arroz. Assim, espera-se que a resistência de aderência seja mais alta para os preparos produzidos com SCA.

CAPÍTULO 4

ESTUDO DA MICROESTRUTURA DA INTERFACE CHAPISCO/SUBSTRATO ATRAVÉS DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Neste capítulo são apresentadas as investigações microestruturais que foram realizadas na interface chapisco/concreto estrutural através da técnica de microscopia eletrônica de varredura, associada à espectrografia por dispersão de energia (EDS).

Foram analisadas as situações consideradas mais significativas para as duas condições de unidades testadas (seco e SSS). Desta forma foi possível analisar os extremos dos substratos estudados ($V_{1(20\text{MPa})}$ e $V_{6(50\text{MPa})}$) e os substratos de resistência média ($V_{3(30\text{MPa})}$ e $V_{5(40\text{MPa})}$).

4.0 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Uma descrição sucinta da técnica de microscopia utilizada neste trabalho consta no Anexo E. Em resumo, o princípio da microscopia eletrônica de varredura é fundamentado na emissão de um feixe de elétrons, o qual incide sobre uma amostra provocando uma série de emissões de sinais relacionados com a interação do feixe de elétrons e a amostra. Os sinais de maior interesse referem-se, usualmente, às imagens de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE), os quais foram utilizados nesta pesquisa.

Os elétrons secundários, mais apropriados para o exame de amostras fraturadas, oferecem melhor resolução espacial, e também melhor visão da topografia da amostra. Os elétrons retroespalhados, os quais respondem satisfatoriamente ao contraste composicional ou por número atômico, são utilizados para o exame de amostras polidas.

A utilização de equipamentos associados ao MEV, como *Espectrômetro de dispersão de energia (EDS)*, permite análise qualitativa e semiquantitativa da composição dos elementos de áreas superficiais muito localizadas. Além de informações sobre a composição química em um ponto, esse equipamento permite análises segundo uma dada direção da amostra ou a geração de imagens de raios-X de múltiplos elementos (“dot mapping” - imagens de ponto), bem como o mapeamento quantitativo.

4.1 – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL ADOTADO

Neste estudo foram utilizadas amostras, retiradas da parte mais central dos corpos-de-prova das argamassas aplicadas nos substratos de concreto, de forma que a amostra representa, em dimensões bastante reduzidas, todo o sistema revestimento (substrato, chapisco e argamassa).

As argamassas e chapiscos analisados estavam com um ano de idade. Os substratos na condição SS estavam com dois anos de idade e aqueles na condição SSS estavam com dois anos e seis meses de idade.

A preparação de amostras foi realizada no Laboratório de Materiais Avançados à Base de Cimento – LMABC/SET/USP, o qual dispõe de infraestrutura, materiais e equipamentos específicos para o preparo de amostras de materiais à base de cimento. As análises microestruturais foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) na Universidade Federal de São Carlos. O microscópio utilizado apresenta as seguintes características:

- marca: LEICA/CAMBRIDGE;
- modelo: Stereoscan 440;
- resolução: 6nm (300.000 vezes);

Para realização de microanálises químicas, o microscópio é dotado de um detector de Raios-X (Espectrômetro de dispersão de energia-EDS), o qual apresenta as seguintes características;

- EDS - marca Oxford/Lynk
- modelo eXL II
- resolução $\cong 100\text{ppm}$

A análise dos resultados obtidos foi feita com base nas descrições da literatura e aquelas coletadas no Banco de dados do LMABC, sobre a microestrutura da zona de transição em argamassas e concretos.

4.1.1 Preparação de amostras

A preparação das amostras foi feita de acordo com os procedimentos correntes do LMABC/SET e as recomendações de STUTZMAN & CLIFTON (1999). Algumas considerações sobre a preparação de amostras à base de cimento estão apresentadas no Anexo E.

Os corpos-de-prova, ilustrados na figura 79, foram retirados dos substratos de concreto, sobre os quais foram aplicados os chapiscos e argamassas, por meio de uma serra de copo diamantada (figura 80), acoplada a um equipamento de extração de testemunhos, que foi fixado a um suporte metálico.

Figura 79– Corpos-de-prova retirados dos substratos de concreto (5cm x 7cm)

Figura 80 - serra de copo diamantada acoplada a um equipamento de extração de testemunhos, fixado a um suporte metálico

Os corpos-de-prova, mostrados na figura 79, foram cortados por meio de uma serra de corte com disco diamantado para reduzir suas dimensões (figura 81).

■ Sistema revestimento:
Substrato/chapisco/argamassa

Figura 81 – amostra com dimensões reduzidas (2cm x 2cm), e=1cm

Figura 82 – Detalhe da amostra da figura 81, mostrando o sistema revestimento

Para obter as amostras fraturadas, os corpos-de-prova já com as dimensões reduzidas foram rompidos manualmente ao meio.

No caso das amostras que seriam polidas, os corpos-de-prova com dimensões reduzidas foram cortados em finas fatias através de um equipamento de precisão (serra diamantada de baixa rotação, lubrificada com álcool isopropílico).

Em seguida, as amostras fraturadas e aquelas que seriam polidas, foram limpas com aplicação de ultra-som resfriado em álcool isopropílico durante 15 minutos com agitação das amostras a cada 3 minutos.

No processo de secagem, as amostras ficaram na estufa em temperatura de 60°C durante 24 horas.

Para as amostras que seriam polidas, foi feita impregnação sob vácuo e embutimento a frio com resina para preencher a estrutura dos poros, preservando-os durante o polimento. Utilizou-se resina Epofix e equipamento Epovac para o embutimento a vácuo, ambos de fabricação da Struers. Após 24 horas da impregnação da resina, fez-se o lixamento numa seqüência típica, usando lixas de carbeto de silício 320, 400, 600, 800, 1200, 1500 e 2000. O polimento final foi feito com pasta de diamante.

Após o polimento, as amostras foram limpas com aplicação de ultra-som resfriado em álcool isopropílico. Para que haja um melhor aproveitamento do feixe retroespalhado para produção de imagens é indispensável que a superfície esteja muito bem polida.

As amostras polidas e fraturadas foram recobertas com uma fina camada condutora de ouro, e mantidas em dessecador com vácuo até o uso do MEV. Este recobrimento é necessário, pois os materiais cimentícios não são condutores de elétrons. A Figura 83 ilustra as amostras polidas e fraturadas já preparadas para serem analisadas no microscópio.

Figura 83 –Amostra embutida na resina (a); amostra fraturada recoberta com fina camada de ouro (b)

4.1.2 – Carbonatação

A carbonatação é o nome dado a reação que transforma o hidróxido de cálcio e o C-S-H em carbonato de cálcio (CaCO_3), na presença de gás carbônico e umidade. De acordo com FERNANDEZ PARIZ (1973), os cristais de CaCO_3 depositam-se a uma determinada distância da posição inicial do hidróxido de cálcio, preenchendo parte dos vazios.

Para ilustrar a região carbonatada dos substratos de concreto e argamassas utilizou-se da técnica de aspersão de uma solução ácido/base nas proporções de 1% de fenolftaleína, 70% de álcool etílico e 29% de água destilada. Esse indicador em contato com a região carbonatada não altera a cor do concreto ou revestimento, mas quando em contato com a região não carbonatada a cor é alterada para vermelho carmim, conforme figuras 84, 85 e 86.

Figura 84 – Corpo-de-prova retirado do substrato $V_1(20\text{MPa})$, o qual estava com 1 ano e seis meses quando foram aplicados os revestimentos. Observa-se a região do substrato bastante carbonatada

Figura 85 – Detalhe da região carbonatada da superfície de concreto onde foi aplicado o revestimento (a); detalhe do revestimento, ilustrando a região carbonatada (b).

Figura 86 – Corpo-de-prova retirado do substrato V₃ (30MPa), o qual estava com 1 ano de idade quando foram aplicados os revestimentos. Observa-se menor profundidade carbonatada no substrato

É interessante observar nas figuras 84, 85 e 86 que a região do revestimento que foi analisada não estava carbonatada, embora essa reação tenha ocorrido na superfície do revestimento em contato com a atmosfera. Quanto aos substratos, estes se encontravam carbonatados, e isto representa bem as situações observadas na prática. Ressalta-se que os substratos mais porosos apresentaram uma profundidade carbonatada maior.

Embora a carbonatação reduza a ancoragem do chapisco ao substrato de concreto devido a colmatação dos poros, este não é um parâmetro significativo para análise dos valores de aderência obtidos, uma vez que as superfícies de todos os substratos estavam carbonatadas.

4.2 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS- AMOSTRAS POLIDAS

Apresenta-se neste item as imagens obtidas no MEV, através de elétrons retroespalhados, nas quais são destacados os aspectos de importância para o estudo da microestrutura da interface chapisco/concreto e chapisco/argamassa.

As várias fases da pasta de cimento puderam ser identificadas, porque a intensidade dos elétrons retroespalhados aumenta com o número atômico, portanto, o grão anidro apresenta-se em tons de cinza claro (branco), a portlandita (CH) em tons de cinza médio, outros produtos hidratados em tons de cinza escuro e os poros são identificados pela cor preta. As partículas de escória aparecem em tons de cinza intermediário, entre claro e médio, portanto entre grão de anidro e CH.

Foi possível observar um déficit de material anidro próximo à interface; no entanto, foram observadas grandes concentrações de grãos anidros de cimento e

partículas de escória no chapisco. Nas argamassas a concentração de material anidro também é mínima.

Observa-se no rodapé de cada micrografia a tensão de aceleração (EHT), a distância de trabalho (WD), a magnificação (Mag.), a escala, de grande importância para que se tenha uma ordem de grandeza do tamanho de determinado detalhe da foto, e o tipo de detector utilizado. Ressalta-se que a magnificação, também citada na legenda, é em relação à tela do computador. Ao reduzir o tamanho da micrografia para inseri-la no texto, a sua magnificação é alterada e pode ser determinada em função da escala apresentada no rodapé da micrografia.

Substrato V₃ (30MPa) - superfície seca (SS)

▪ INTERFACE CHAPISCO COMUM/CONCRETO

A interface do chapisco comum e concreto pode ser observada nas micrografias 1, 2, 3 e 4, as quais diferem apenas na magnificação.

Nas micrografias 3 e 4 são observadas concentrações de áreas pretas que correspondem a regiões de maior porosidade na interface do chapisco comum e concreto.

Micrografia 1 - Interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 2 – Ampliação da micrografia 1, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 3 - Ampliação da micrografia 2, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 4 - Ampliação da micrografia 3, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COMUM/ARGAMASSA**

Observa-se a interface chapisco comum/argamassa nas micrografias 5, 6 e 7. A morfologia da interface é caracterizada por baixa porosidade e pela formação de uma camada rica em cálcio na superfície do chapisco, a qual está indicada pela seta na micrografia 7.

Observa-se na micrografia 6 um excesso de porosidade na argamassa (concentrações de áreas pretas entre os grãos de areia).

Micrografia 5 - Interface chapisco comum/argamassa, indicada pelas setas, no substrato de 30MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 6 - Ampliação da micrografia 5, mostrando a interface chapisco comum/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 30MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 7 - Ampliação da micrografia 6, mostrando a interface chapisco comum/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 30MPa. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/CONCRETO**

A microestrutura da interface chapisco com SCA/concreto pode ser observada nas micrografias 8, 9, 10 e 11. A interface, no sistema com sílica, apresenta uma porosidade menor, sendo mais homogênea. O chapisco com SCA também apresentou uma microestrutura com baixa porosidade.

Micrografia 8 - Interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 9 – Ampliação da micrografia 8, mostrando interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 10 - Ampliação da micrografia 9, mostrando interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 11 - Ampliação da micrografia 10, mostrando interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/ARGAMASSA

A interface chapisco com SCA/argamassa pode ser observada nas micrografias 12, 13 e 14.

A interface apresenta baixa porosidade. Verifica-se a formação de uma camada rica em cálcio na superfície do chapisco.

Micrografia 12 - Interface chapisco com SCA/argamassa (indicada pelas setas), no substrato de 30MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 13 – Ampliação da micrografia 12, mostrando a interface chapisco com SCA/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 30MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 14 - Ampliação da micrografia 13, mostrando a interface chapisco com SCA/argamassa, no substrato de 30MPa. Detalhe da formação da camada de cálcio, indicado pela seta. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO ADITIVADO/PASTA**

A interface do chapisco aditivado/pasta e concreto pode ser observada nas micrografias 15, 16, 17 e 18. A morfologia da interface é caracterizada pela baixa porosidade, no entanto, ainda se observa a presença de vazios.

É interessante observar que na micrografia 16 e 17 há concentrações de áreas pretas em torno do grão de areia. Devido ao brilho dos elétrons retroespalhados ser proporcional à densidade do material, a parte escura sugere alta porosidade dessas regiões.

Micrografia 15 - Interface do chapisco aditivado/pasta e o substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 16 – Ampliação da micrografia 15, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e o substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 17 - Ampliação da micrografia 16, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e o substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 18 - Ampliação da região indicada pelo círculo na micrografia 17, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e o substrato de concreto de 30MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO ADITIVADO/PASTA E ARGAMASSA**

A interface chapisco aditivado/argamassa pode ser observada nas micrografias 19, 20 e 21. A microestrutura da interface apresenta baixa porosidade e uma camada fina de cálcio. São observadas, na micrografia 20, concentrações de áreas pretas que correspondem a regiões de maior porosidade na argamassa.

Micrografia 19 - Interface do chapisco aditivado/pasta e a argamassa, indicada pelas setas, no substrato de 30MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 20 – Ampliação da micrografia 19, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e a argamassa (indicada pela seta), no substrato de 30MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 21 - Ampliação da micrografia 20, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e a argamassa (indicada pela seta), no substrato de 30MPa. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Substrato V₆(50MPa) – Superfície seca

▪ INTERFACE CHAPISCO COMUM/CONCRETO

A interface chapisco comum/concreto pode ser observada nas micrografias 22, 23, 24 e 25.

As investigações demonstraram que devido à sucção do substrato V₆ ser pequena, a penetração da pasta aglomerante dentro do concreto é mínima, sendo elevada a porosidade na interface, devido a alta relação a/c que se forma. As micrografias a seguir ilustram bem esse fato, nas quais se observa a alta porosidade da interface (concentrações de área pretas), prejudicando a aderência.

Micrografia 22 - Interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 23 – Ampliação da micrografia 22, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 24 - Ampliação da micrografia 22, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 25 - Ampliação da micrografia 22, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COMUM/ARGAMASSA**

A interface chapisco comum/argamassa pode ser observada nas micrografias 26, 27 e 28. As concentrações de áreas pretas na argamassa indicam alta porosidade.

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/CONCRETO**

As micrografias 29, 30, 31 e 32 mostram a interface do chapisco com SCA e o concreto. Devido à baixa sucção do concreto, forma-se uma alta relação a/c na interface, prejudicando a aderência. No entanto, ainda percebe-se o efeito da SCA densificando a interface.

Micrografia 29 - Interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 30 – Ampliação da micrografia 29, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 31 - Ampliação da micrografia 30, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 32 - Ampliação da região indicada pelo círculo na micrografia 31, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/ARGAMASSA**

A interface chapisco com 5% de SCA/argamassa pode ser observada nas micrografias 33, 34 e 35.

Observa-se a formação de uma camada de cálcio na interface, região indicada pela seta na micrografia 35. Percebe-se a alta porosidade da argamassa nas micrografias 34 e 35 (concentrações de áreas pretas).

Micrografia 33 - Interface chapisco com SCA/argamassa, indicada pelas setas, no substrato de 50MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 34 – Ampliação da micrografia 33, mostrando a interface chapisco com SCA/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 50MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 35 - – Ampliação da micrografia 34, mostrando a interface chapisco com SCA/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 50MPa. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE DO CHAPISCO ADITIVADO/PASTA E CONCRETO**

As micrografias 36, 37, 38 e 39 mostram a interface do chapisco aditivado/pasta e concreto.

A microestrutura da interface concreto/pasta apresenta menor porosidade do que a microestrutura da interface pasta/chapisco. Observa-se o efeito da SCA na pasta, a qual densificou a interface, melhorando a aderência nessa região. Ressalta-se que o chapisco aditivado apresenta baixa porosidade, pois não há grande concentração de áreas pretas no mesmo.

Micrografia 36 - Interface do chapisco aditivado/pasta e substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 37 - Ampliação da micrografia 36, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 38 - Ampliação da micrografia 37, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 39 - Ampliação da micrografia 38, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e substrato de concreto de 50MPa, condição SS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE DO CHAPISCO ADITIVADO/ARGAMASSA**

A interface chapisco aditivado/argamassa pode ser observada nas micrografias 40, 41 e 42. A microestrutura da interface apresenta baixa porosidade e observa-se a formação de uma camada de cálcio, região indicada pela seta na micrografia 42.

Micrografia 40 - Interface do chapisco aditivado/pasta e argamassa, indicada pelas setas, no substrato de 50MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 41 – Ampliação da micrografia 40, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e argamassa (indicada pela seta), no substrato de 50MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 42 - Ampliação da micrografia 41, mostrando a interface do chapisco aditivado/pasta e argamassa (indicada pela seta), no substrato de 50MPa. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Substrato V₁ (20MPa) – Saturada superfície seca

▪ *INTERFACE CHAPISCO COMUM/CONCRETO*

A morfologia da interface chapisco comum/concreto é caracterizada pela alta porosidade, a qual está ilustrada nas micrografias 43, 44 e 45.

Micrografia 43 - Interface chapisco comum/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 44 – Ampliação da micrografia 43, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 45 - Ampliação da micrografia 44, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 46 - Ampliação da micrografia 45, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ INTERFACE CHAPISCO COMUM/ARGAMASSA

A interface chapisco comum/argamassa pode ser observada nas micrografias 47 e 48, onde se verifica a baixa porosidade da argamassa e da interface.

Micrografia 47 - Interface chapisco comum/argamassa, indicada pelas setas, no substrato de 20MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 48 – Ampliação da micrografia 47, mostrando a interface chapisco comum/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 20MPa. Mag=300x (em relação à tela do computador).

▪ INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/CONCRETO

A interface chapisco com SCA/concreto pode ser observada nas micrografias 49, 50, 51 e 52. Comparando com o chapisco comum (micrografia 44 e 45), verifica-se o efeito da sílica na interface, reduzindo a porosidade e densificando-a.

Micrografia 49 - Interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 50 – Ampliação da micrografia 49, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 51 - Ampliação da região indicada pelo círculo na micrografia 50, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 52 - Ampliação da micrografia 51, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 20MPa, condição SSS. Mag=3000x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/ARGAMASSA**

A interface do chapisco com SCA e argamassa pode ser observada nas micrografias 53, 54 e 55.

A morfologia da interface é caracterizada pela baixa porosidade e pela formação de uma fina camada de cálcio na superfície do chapisco, ver micrografia 55.

Também se observaram pequenas concentrações de áreas pretas na argamassa, indicando baixa porosidade.

Micrografia 53 - Interface chapisco com 5% de SCA/argamassa (indicada pelas setas), no substrato de 20MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 54 – Ampliação da micrografia 53, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/argamassa (indicada pelas setas), no substrato de 20MPa. Mag=200x (em relação à tela do computador).

Micrografia 55 - Ampliação da micrografia 54, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 20MPa. Mag=1500x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE DO CHAPISCO ADITIVADO/PASTA E O CONCRETO**

As micrografias 56 e 57 mostram a interface do chapisco/aditivado pasta e concreto.

Observa-se nessas micrografias o efeito da sílica na interface, reduzindo a porosidade e densificando-a.

Percebe-se a penetração da pasta no concreto, o que também explica a excelente aderência deste tipo de preparo da base para o substrato em questão. A grande concentração de áreas pretas no concreto (20MPa) indica alta porosidade, o que permitiu a penetração da pasta.

Micrografia 56 - Aspecto da interface formada pela pasta de cimento e sílica aplicada sobre o substrato de concreto de 20MPa, na condição SSS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 57 – Ampliação da micrografia 56, mostrando a interface formada pela pasta de cimento e sílica aplicada sobre o substrato de concreto de 20MPa, na condição SSS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO ADITIVADO/ARGAMASSA**

A interface do chapisco aditivado e argamassa pode ser observada nas micrografias 58 e 59. A morfologia da interface é caracterizada pela baixa porosidade e pela formação de uma camada de cálcio na superfície do chapisco.

Micrografia 58 - Interface chapisco aditivado/argamassa (indicada pelas setas), no substrato de 20MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 59 – Ampliação da micrografia 58, mostrando a interface chapisco aditivado/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 20MPa. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Substrato V₅ (40MPa) – Saturada superfície seca

▪ **INTERFACE CHAPISCO COMUM/CONCRETO**

A alta porosidade da interface chapisco comum/concreto pode ser observada nas micrografias 60 e 61.

Micrografia 60 – Interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa, na condição SSS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 61 – Ampliação da micrografia 60, mostrando a interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa, na condição SSS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COMUM/ARGAMASSA**

A interface do chapisco comum e argamassa pode ser vista na micrografia 62, onde se observa a formação da camada de cálcio.

Micrografia 62 – Interface chapisco comum/argamassa (indicada pela seta), no substrato de 40MPa. Destacam-se os pontos onde foram feitos EDS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/CONCRETO**

A interface do chapisco com SCA e concreto pode ser observada nas micrografias 63 e 64.

Observa-se o efeito da sílica reduzindo a porosidade na interface, tornando-a mais homogênea.

Micrografia 63 – Interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 40MPa, na condição SSS. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 64 – Ampliação da micrografia 63, mostrando a interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 40MPa, na condição SSS. Mag=300x (em relação à tela do computador).

▪ **INTERFACE CHAPISCO COM 5% DE SCA/ARGAMASSA**

A interface do chapisco com SCA e argamassa pode ser observada nas micrografias 65 e 66, a qual é caracterizada pela formação de uma camada de cálcio.

Micrografia 65 - Interface argamassa/chapisco com 5% de SCA (indicada pela seta), no substrato de 40MPa. Mag=45x (em relação à tela do computador).

Micrografia 66 – Ampliação da micrografia 65, mostrando a interface argamassa/chapisco com 5% de SCA (indicada pela seta), no substrato de 40MPa. Mag=300x (em relação à tela do computador).

4.3 - ANÁLISE DOS RESULTADOS - AMOSTRAS POLIDAS

A seguir são discutidos os principais aspectos observados no estudo da microestrutura da interface chapisco/substrato. Para facilitar a análise, algumas das micrografias mais significativas, apresentadas no item anterior, estão resumidas nas figuras 88 e 89.

1 - A combinação dos diferentes modos de ação física e química da SCA no chapisco resultou numa matriz com melhor trabalhabilidade, e numa interface mais compacta do que a relativamente porosa encontrada quando não se utilizou a SCA. As seguintes situações ilustram esses resultados:

- Observando a figura 88, constata-se que o chapisco comum (a/c de 0,49) é mais poroso (maior concentrações de áreas pretas) do que o chapisco com SCA (a/c=0,48). Ressalta-se que esses dois tipos de chapiscos apresentam praticamente a mesma relação água/cimento. Na pasta aglomerante, é

através da reação pozolânica em conjunto com o efeito microfiller que se observa uma redução do volume de vazios, proporcionando um fortalecimento da microestrutura e um refinamento dos poros. A adição da sílica traduz-se em uma pasta muito mais densa, o que resulta em uma argamassa homogênea e uniforme, o que pode explicar o desempenho superior do preparo do substrato com o chapisco com SCA, quando comparado ao chapisco comum, nos ensaios de aderência apresentados no capítulo 3.

- A interface do chapisco com SCA e substrato V_3 (figuras 88e e 89e) é menos porosa, mais densa e homogênea do que a interface do chapisco comum e o mesmo substrato (figura 88b e 89b). Situação idêntica pode ser observada no substrato V_6 .

2 – Quando a sucção do substrato é pequena, a penetração da pasta no substrato é mínima, sendo elevada a porosidade na interface, devido a alta relação a/c que se forma. As seguintes situações comprovam esse fato:

- A interface do chapisco comum e substrato $V_{6(50\text{MPa})}$ e a interface do chapisco com SCA e substrato $V_{6(50\text{MPa})}$ apresentam-se mais porosas do que as interfaces dos mesmos tipos de chapiscos e o substrato $V_{3(30\text{MPa})}$. De uma forma geral, nos ensaios de aderência (com base no tratamento estatístico) constatou-se que o desempenho dos tipos de preparo da base diminuiu no substrato $V_{6(50\text{MPa})}$.
- No substrato $V_{3(30\text{MPa})}$ a perda de água da argamassa para o substrato restringiu a água drenada na interface. A redução da relação água/cimento no chapisco devido à sucção do substrato melhorou a aderência com o concreto e também diminuiu a porosidade.
- No caso do substrato $V_{6(50\text{MPa})}$, a baixa absorção capilar propiciou baixa penetração da pasta aglomerante. Formou-se uma interface com relação a/c mais alta.

3 - Observou-se grande concentração de grãos de cimento anidro em todos os chapiscos. Quando se utilizam relações água/cimento baixas, nem todo o cimento anidro hidrata, e segundo DAL MOLIN (1995), permanece como material de enchimento da matriz, aumentando a compacidade. Já nas argamassas, de alta relação água/cimento (em torno de 0,98), não foram observadas elevadas concentrações de material anidro.

4 - Foi possível observar visualmente um déficit de material anidro próximo à interface, no entanto, sua concentração aumentou à medida que se afastou da interface. Essa variação está relacionada com a maneira com que os grãos de cimento se agrupam na superfície do concreto. Devido a maior dificuldade das grandes partículas se agruparem na região da interface, haverá uma menor concentração de partículas anidras perto da superfície do concreto.

5 - Ao analisar a interface chapisco/argamassa, verificou-se a formação de uma fina camada de cálcio na interface. Ensaios acessórios foram realizados para confirmar a presença dessa camada, os quais estão apresentados no Anexo F.

Comparando as imagens obtidas no substrato com superfície seca e no substrato na condição saturado superfície seca, chega-se às seguintes conclusões:

- Ao analisar as interfaces dos chapiscos com SCA e substratos de concreto $V_1(20\text{MPa})$ e $V_5(40\text{MPa})$, na condição SS, $V_3(30\text{MPa})$ e $V_6(50\text{MPa})$, na condição SSS, observa-se que a interface menos porosa, mais homogênea e densa é a interface do chapisco com SCA e substrato de concreto $V_3(30\text{MPa})$, da mesma forma, esta situação apresentou os melhores resultados de aderência, conforme resultados apresentados no capítulo 3. As fotos retiradas dos corpos-de-prova (figura 87), antes da preparação das amostras, confirmam esse fato:

Figura 87 – Corpo-de-prova do chapisco com SCA aplicado no substrato V_3 (a); corpo-de-prova do chapisco com SCA aplicado no substrato V_1 (b).

- Para os substratos avaliados $V_1(20\text{MPa})$, $V_3(30\text{MPa})$, $V_5(40\text{MPa})$ e $V_6(50\text{MPa})$, constata-se que a combinação dos diferentes modos de ação física e química da sílica da casca de arroz na pasta resultou numa interface compacta, com baixa porosidade. Isto explica o excelente desempenho do

tipo de preparo com o chapisco aditivado/pasta com SCA e com o chapisco com SCA, os quais proporcionaram boa aderência do revestimento ao substrato, para todas as situações testadas (ver resultados no capítulo 3). A sílica ativa produz um melhor empacotamento e preenchimento dos vazios na interface, proporcionando maior compacidade localizada, portanto, uma ligação mais eficiente entre a pasta e o substrato.

Substrato V ₁ (20MPa) Saturada superfície seca	Substrato V ₃ (30MPa) Superfície seca	Substrato V ₆ (50MPa) Superfície seca	Tipo de preparo do substrato
Chapisco comum Resistência de aderência ¹ : a) 0,30MPa b) 0,67MPa c) 0,71MPa
Chapisco com 5% de SCA Resistência de aderência: d) 0,73MPa e) 1,23MPa f) 0,78MPa
Chapisco aditivado/pasta com SCA Resistência de aderência: g) 1,06MPa h) 1,28MPa i) 1,05MPa

Figura 88 – Zona de interface chapisco/concreto

¹ Valores médios obtidos no ensaio de resistência de aderência, os quais foram apresentados no capítulo 3

4.4 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS - AMOSTRAS FRATURADAS

As micrografias apresentadas a seguir foram obtidas no MEV utilizando elétrons secundários. Nestas imagens são destacados os aspectos mais relevantes para o estudo da microestrutura da interface chapisco/concreto, inclusive, alguns comentários foram feitos na própria legenda da micrografia.

As análises das imagens constam no item 4.5.

Nesta etapa foram avaliadas as interfaces nos substratos de 20MPa e 40MPa, na condição SSS, e as interfaces nos substratos de 30MPa e 50MPa, na condição SS.

Normalmente na literatura (TAYLOR & NEWBURY, 1984; SARKAR et al., 1992; WASSERMAN & BENTUR, 1996) a estimativa da presença dos produtos hidratados do cimento é feita em função da análise conjunta de diversos quocientes das massas atômicas dos óxidos, como apresentado a seguir :

- C-S-H: $0,8 \leq \text{Ca/Si} \leq 2,5$, $(\text{Al}+\text{Fe})/\text{Ca} \leq 0,2$
- CH: $\text{Ca/Si} \geq 10$ $(\text{Al}+\text{Fe})/\text{Ca} \leq 0,04$
- AFM $\text{Ca/Si} \geq 4$ $(\text{Al}+\text{Fe})/\text{Ca} > 0,4$

Desta forma, em algumas imagens foram realizados EDS de alguns pontos para auxiliar na identificação das fases presentes na argamassa e chapisco, bem como para permitir estabelecer as relações Ca/Si, Al/Ca e Ca/(Si+Al), que são bastante exploradas no meio científico.

4.4.1 – Formação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H)

CHAPISCO ADITIVADO/PASTA - SUBSTRATO V₁ (20MPa)

As micrografias 67 e 68 mostram uma interface densa, sem poros. Na micrografia 68 observa-se na interface, um C-S-H amorfo e homogêneo e poucos cristais de etringita.

Não há grandes depósitos massivos de cristais de hidróxido de cálcio na interface. A presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios, ilustra o mecanismo de ação da sílica ativa extraída da casca de arroz.

Micrografia 67 - Imagem da interface pasta/chapisco aditivado, destacando também a interface pasta/substrato de concreto de 20MPa. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 68 – Ampliação da imagem da interface mostrada na micrografia 67, mostrando C-S-H tipo III e poucos cristais de etringita. Mag=10000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 69 – Imagem da interface chapisco aditivado/pasta, mostrando os bastões em forma de reticulado, C-S-H tipo I, e os feixes fibrosos, C-S-H tipo II. Mag=15000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H - I	1,70	0,08
2	C-S-H - II	2,63	0,04

Na micrografia 69 observa-se outro tipo de C-S-H encontrado, o tipo I, o qual cresce nos poros capilares, e se apresenta na forma de partículas fibrosas, espinhos ou agulhas (SILVA, 2000). O C-S-H tipo II ocorre em conjunto com o C-S-H tipo I e sua estrutura é conhecida como reticular ou favo de mel.

Relacionando os resultados de aderência com as micrografias acima, observa-se o efeito positivo do uso da pasta com sílica na aderência, uma vez que esse tipo de preparo da base, no substrato $V_1(20\text{MPa})$, apresentou excelente desempenho (resistência de aderência de $1,06\text{MPa}$).

As micrografias 70 a 73 ilustram desenvolvimento do C-S-H na interface, nas quais é interessante observar a formação típica de um grão de cimento hidratando com o aglomerado de bastões sendo preenchido de C-S-H na sua superfície.

Micrografia 70 - Imagem da interface chapisco aditivado/pasta e o substrato de concreto de 20MPa, mostrando C-S-H tipo I. Mag=30000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 71 – Ampliação da imagem mostrada na micrografia 70, detalhe da formação de C-S-H. Mag=50000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 72 – Formação típica de um grão de cimento hidratando com o aglomerado de bastões sendo preenchido de C-S-H na sua superfície. Mag=8000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 73 – Ampliação da região indicada pela seta na micrografia 72. Mag=40000x (em relação à tela do computador).

CHAPISCO COM 5% DE SCA – SUBSTRATO V₁ (20MPa)

As micrografias 74, 75 e 76 mostram uma interface densa, sem poros. Observa-se na interface C-S-H e poucos cristais de hidróxido de cálcio. A presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios ilustra o mecanismo de ação da sílica ativa extraída da casca de arroz, o qual densifica a zona de interface, melhorando a aderência.

Micrografia 74 – Imagem da interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 20MPa. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 75 – Ampliação da micrografia 74, mostrando a interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 20MPa. Mag=800x (em relação à tela do computador).

Micrografia 76 - Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 20MPa, mostrando C-S-H.

Mag=4000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H	1,34	0,13
2	C-S-H	2,63	0,04
3	C-S-H	1,87	0,12

Nas micrografias apresentadas 77 e 78 podem ser observados C-S-H tipo I e tipo II na interface.

Micrografia 77 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 20MPa, mostrando C-S-H tipo I e tipo II.

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H	2,11	0,2

Micrografia 78 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 20MPa, destacando região densa (C-S-H) e alguns bastões de etringita. Mag=30000x (em relação à tela do computador).

CHAPISCO COMUM - SUBSTRATO V₃ (30MPa)

As imagens da interface chapisco comum/concreto e as imagens no chapisco (micrografias 81 e 82), revelaram a presença de etringita na forma de longos bastões, a qual tem preferência de ocorrer nos locais em que existe espaço na microestrutura. Verificou-se que nesses casos a interface é mais porosa. Não foram encontrados depósitos massivos de hidróxido de cálcio na interface; a baixa relação água/cimento dos chapiscos favorece a formação de pequenos cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Observou-se também, a partir das características morfológicas, a presença do C-S-H tipo I na interface (micrografia 83). O C-S-H tipo I cresce nos poros capilares, e se apresenta na forma de partículas fibrosas, espinhos ou agulhas (SILVA, 2000).

Micrografia 79 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 80 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, ampliação da micrografia 79. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 81 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, ampliação da região indicada pela seta na micrografia 80. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 82 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, ampliação da micrografia 81. Observam-se cristais de etringita (indicados pelas setas).

Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 83 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 30MPa, mostrando C-S-H tipo I

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
2	C-S-H -I	3,25	0,07

CHAPISCO COMUM - SUBSTRATO V₅ (40MPa)

Observou-se na interface cristais de etringita e regiões densas, com a presença de C-S-H preenchendo os vazios, conforme as micrografias 86 a 90.

Micrografia 86 – Interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 87 – Interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa, ampliação da micrografia 86. Mag=500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 88 – Ampliação da imagem da interface mostrada na micrografia 87, detalhe dos cristais de etringita e C-S-H tipo III. Mag=2500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 89 - Interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa, mostrando C-S-H e alguns cristais de etringita. Mag=25000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 90 – Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa, mostrando uma estrutura densa formada de C-S-H. Mag=30000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H	3,63	0,05

CHAPISCO COM 5% DE SCA - SUBSTRATO V₅ (40MPa)

A interface do chapisco com 5% de SCA e o concreto pode ser observada nas micrografias 91 a 94, nas quais se nota a presença de C-S-H preenchendo os vazios.

Micrografia 91 – Interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 40MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 92 – Interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 40MPa, ampliação da micrografia 91. Mag=600x (em relação à tela do computador).

Micrografia 93 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 40MPa, mostrando C-S-H preenchendo os vazios. Mag=20000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 94 – Interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 40MPa, ampliação da micrografia 93. Mag=45000x (em relação à tela do computador).

CHAPISCO COMUM - SUBSTRATO V₆ (50MPa)

As imagens da interface do chapisco comum e concreto revelaram a presença de vazios na interface, conforme micrografias 95, 96 e 97.

Micrografia 95 - Imagem da interface chapisco comum/ substrato de concreto de 50MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 96 - Imagem da interface chapisco comum/ substrato de concreto de 50MPa, ampliação da micrografia 95. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 97- Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, ampliação da região indicada pela seta na micrografia 96. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

As micrografias apresentadas a seguir mostram a presença de vários tipos de C-S-H na interface.

Micrografia 98 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, mostrando a formação de C-S-H (ponto 1, região onde foi feito o EDS).

Mag=6000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H	1,72	0,12

Micrografia 99 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, mostrando a formação de C-S-H. Ampliação do ponto 1 na micrografia 98.

Mag=20000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 100 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, mostrando uma região densa formada de C-S-H e algumas placas de hidróxido de cálcio.

Mag=25000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
2	C-S-H	2,32	0,14

Micrografia 101 - Imagem da interface chapisco comum/substrato de concreto de 50MPa, mostrando a formação de C-S-H. Mag=350x (em relação à tela do computador).

Micrografia 102 - Ampliação da micrografia 101, detalhe dos produtos hidratados em forma de agulhas ou espinhos (C-S-H). Mag=1500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 103 - Ampliação da micrografia 102, mostrando as fibras de C-S-H. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

CHAPISCO ADITIVADO/PASTA - SUBSTRATO V_6 (50MPa)

As micrografias 104, 105 e 106 mostram uma interface densa, sem poros, na qual foram observados um C-S-H amorfo e homogêneo e poucos cristais de etringita, conforme micrografias 107, 108 e 109. Não há grandes depósitos massivos de cristais de hidróxido de cálcio na interface. A presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios ilustra o mecanismo de ação da sílica ativa extraída da casca de arroz.

Micrografia 104 - Imagem da interface pasta/chapisco aditivado (indicada pela seta), no substrato de 50MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 105 - Imagem da interface pasta/chapisco aditivado, no substrato de 50MPa, ampliação da micrografia 104. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 106 - Imagem da interface substrato de concreto de 50MPa/pasta e interface pasta/chapisco aditivado. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 107 - Imagem da interface pasta/chapisco aditivado, detalhe de uma região densa, mostrando o efeito da sílica. Mag=2500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 108 – Ampliação da região indicada pela seta na micrografia 107, mostrando uma região densa formada de C-S-H e alguns cristais de etringita.

Mag=10000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H	2,26	0,07

Micrografia 109 – ampliação da micrografia 108 (canto inferior esquerdo), mostrando uma região densa formada de C-S-H. Mag=45000x (em relação à tela do computador).

CHAPISCO COM 5% DE SCA- SUBSTRATO V_6 (50MPa)

As imagens da interface entre o chapisco com sílica extraída da casca de arroz (SCA) e o concreto revelam a presença de vários tipos de C-S-H.

As imagens mostram uma interface densa, sem poros. A presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios, ilustra o mecanismo de ação da sílica ativa extraída da casca de arroz, o qual densifica a zona de interface, melhorando a aderência.

Micrografia 110 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 50MPa. Mag=60x (em relação à tela do computador).

Micrografia 111 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 50MPa, ampliação da micrografia 110. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Micrografia 112 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 50MPa, ampliação da micrografia 111. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 113 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 50MPa, evidenciando a formação de produtos hidratados em forma de agulhas (etringita) e a presença de C-S-H.

Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 114 – Imagem ampliada da região indicada pela seta na micrografia 113 – detalhe da formação de C-S-H.

Mag=25000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
1	C-S-H - I	1,70	0,08

Micrografia 115 – Imagem ampliada da micrografia 114, detalhe da morfologia do C-S-H. Mag=45000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 116 – Imagem ampliada de outra região da micrografia 114, detalhe da formação de produtos hidratados (C-S-H e etringita). Mag=45000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 117 – Imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 50MPa, mostrando uma região densa com a presença de C-S-H. Mag=15000x (em relação à tela do computador).

Fases presentes – Relações em %

Ponto	Fase	Ca/Si	Al/Ca
4	C-S-H	3,74	0,06

Na micrografia 117 observa-se um C-S-H amorfo e homogêneo, tipo III, e também C-S-H tipo I. O C-S-H tipo III forma-se em região onde não há muito espaço disponível para o seu crescimento, geralmente adjacente aos outros hidratados, enquanto que o tipo I cresce nos poros capilares (SILVA, 2000).

4.4.2 – Formação da etringita e hidróxido de cálcio na interface chapisco/concreto

As investigações microestruturais nas amostras fraturadas revelaram que a interface é rica em etringita. Não foram encontrados depósitos massivos de hidróxido de cálcio.

Foram feitos EDS de alguns pontos para identificar as fases presentes na argamassa e chapisco, e estabelecer as relações Ca/Si, Al/Ca e Ca/(Si+Al), a partir das quais poder-se-ia estimar a presença dos produtos hidratados do cimento. No caso da etringita, observou-se nos resultados do EDS que ocorre pico correspondente ao enxofre (S), o qual é maior do que de Si e Al e é muito próximo ao do ouro (Au). Nesse resultado, normalmente, apareceu também Ca como pico maior do que todos os outros.

- **Chapisco comum**

Micrografia 118 – Cristais (bastões longos) de AFt na borda de poro na interface do chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 119 - Cristais aciculares longos de AFt localizados em um poro na interface do chapisco comum/substrato de concreto de 40MPa. Mag=15000x (em relação à tela do computador).

- **Chapisco com 5% de SCA**

a) Imagem da interface. Mag=600x (em relação à tela do computador).

b) Ampliação da micrografia 120a. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 120- Cristais (bastões curtos) de etringita na borda de um poro localizado na interface chapisco com 5% de SCA/substrato de concreto de 40MPa.

a) Mag=5000x (em relação à tela do computador).

b) Mag=14000x (em relação à tela do computador).

c) Mag=25000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 121 - Aglomeração de cristais de AFt nas superfícies de partículas de cimento hidratando. (a) imagem da interface chapisco com SCA/substrato de concreto de 40MPa (b) ampliação da região indicada pela seta; (c) ampliação da imagem vista na micrografia 121b (parte inferior direita).

4.4.3 –Formação da etringita no chapisco

Neste item são apresentadas as características microestruturais dos chapiscos, nas quais se observa grande concentração de etringita nos poros.

▪ Chapisco comum

a) Imagem da interface chapisco comum/ substrato de concreto de 40MPa. Mag=500x (em relação à tela do computador).

b) Ampliação de uma região no chapisco comum, indicada pela seta na micrografia 122a. Mag=1000x (em relação à tela do computador).

c) Ampliação da micrografia 122b. Mag=2500x (em relação à tela do computador).

d) Ampliação da micrografia 122c. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 122 – Aglomeração de cristais (bastões longos) de etringita no chapisco comum

Na figura 122d podem ser observados, além da etringita, camadas finas de C-S-H (indicada pela seta) envolvendo partículas de cimento hidratando

- **Chapisco com 5% de SCA**

Micrografia 123 - Cristais de etringita no chapisco com 5% de SCA. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 124 - Cristais de etringita no chapisco com 5% de SCA. Mag=20000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 125 - Produtos hidratados no chapisco com 5% de SCA, mostrando os pontos onde foram feitos EDS. Mag=15000x (em relação à tela do computador).

4.4.4 –Morfologia da etringita

Foi avaliada, de forma comparativa, a microestrutura da etringita em regiões próximas a interface chapisco/concreto, para os diferentes tipos de preparo da base

Chapisco comum

Micrografia 126 - Aglomeração de cristais (bastões longos) de etringita. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Chapisco com SCA

Micrografia 127 - Cristais (bastões curtos) de etringita na borda de um poro localizado na interface. Mag=5000x (em relação à tela do computador).

Chapisco com SCA

Micrografia 128 - Aglomeração de cristais de Aft nas bordas dos poros. Mag=8000x (em relação à tela do computador).

Chapisco comum

Micrografia 129 - Feixe de cristais aciculares longos de etringita. Mag=10000x (em relação à tela do computador).

Chapisco comum

Micrografia 130 - Aglomeração de cristais (bastões longos) de etringita. Mag=10000x (em relação à tela do computador).

Chapisco aditivado aplicado sobre pasta com sílica

Micrografia 131 - Cristais (bastões bem menores) de etringita na borda de um poro localizado no chapisco. No lado inferior direito parece se tratar do CSH tipo II. Mag=10000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 132 - Cristais (bastões mais curtos) de Aft na superfície de partículas de cimento hidratando, chapisco aditivado aplicado sobre a pasta.

Mag=15000x (em relação à tela do computador).

Micrografia 133 - Massa microporosa que pode ser C-S-H, junto com pequenos bastões aciculares. Imagem no chapisco aditivado/pasta.

Mag=50000x (em relação à tela do computador).

De uma forma geral, observa-se e identifica-se a morfologia típica da etringita (Aft) nas amostras, qual seja bastões aciculares. O tamanho dos cristais de Aft é diferente em cada tipo de amostra. Nas amostras de chapisco comum, a etringita apresenta-se na forma de longos bastões, enquanto que nas amostras com sílica e nas amostras onde se utilizou a pasta de cimento e sílica, verificou-se cristais mais curtos de etringita.

4.4.5 – Investigação microestrutural na superfície do concreto após separação da zona de contato

Esta etapa teve como objetivo identificar os produtos hidratados formados na superfície do concreto, após a separação da zona de contato revestimento/concreto, conforme o esquema a seguir:

Figura 90 – Separação da zona de contato entre o revestimento (chapisco/argamassa) e o concreto

Na amostra da figura 90a, foi possível separar, sem danificar a região de análise, o concreto do revestimento (conforme esquema da figura 90b).

Após a separação da zona de contato, as amostras foram limpas com aplicação de ultra-som resfriado em álcool isopropílico e depois secas na estufa em temperatura de 60°C durante 24 horas. Em seguida, as amostras foram recobertas com uma fina camada condutora de ouro e mantidas em dessecador com vácuo até o uso do MEV.

4.4.5.1 Imagens obtidas

As micrografias mostram que na superfície do concreto que estava em contato com o chapisco comum há vários cristais de etringita, algumas placas de hidróxido de cálcio (micrografias 135, 137, 138 e 139), e ainda se observa que a região é porosa. Já na superfície do concreto que estava em contato com o chapisco com SCA, o produto existente em maior quantidade, pelas características morfológicas e composição química, foi identificado como C-S-H. Nesta última situação verifica-se o efeito da sílica densificando a região analisada, através da formação do C-S-H (micrografias 134 e 136).

Micrografia 134 – Imagem da interface concreto/chapisco com sílica, após a fratura. Mag=2500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 135 – Imagem da interface concreto/chapisco comum, após a fratura. Mag=2500x (em relação à tela do computador).

Micrografia 136 – Ampliação da micrografia 134, mostrando a morfologia dos produtos hidratados.

Micrografia 137 – Ampliação da micrografia 135, mostrando a morfologia dos produtos hidratados.

Micrografia 138 – Imagem da interface concreto/chapisco comum, após a fratura, ampliação da micrografia 135.

Micrografia 139 – Imagem da interface concreto/chapisco comum, ampliação da micrografia 138.

4.5 – ANÁLISE DOS RESULTADOS - AMOSTRAS FRATURADAS

Em resumo, as investigações microestruturais nas amostras fraturadas de todo os substratos avaliados conduzem às seguintes conclusões.

Nas micrografias analisadas se observou a presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios, o que ilustra o mecanismo de ação da sílica ativa extraída da casca de arroz. Foram observados na interface, dois tipos de C-S-H. Um C-S-H amorfo e homogêneo, tipo III, e também o C-S-H tipo I, o qual cresce nos poros capilares.

Além disso, a baixa relação água/cimento utilizada nos chapiscos e pastas favoreceu a formação dos produtos internos caracterizados por uma textura fina. O C-S-H de tais produtos internos parece uma fase vítrea altamente compacta, melhorando a microestrutura.

Dessa forma, a presença do C-S-H (devido tanto à ação da sílica como à baixa relação água/cimento dos chapiscos) densificando a interface parece ter sido responsável pelos excelentes resultados de aderência obtidos neste trabalho, conforme apresentado no capítulo 3.

Não foram encontrados depósitos massivos de hidróxido de cálcio na interface. Isso tem muita importância no desenvolvimento da resistência de aderência, pois a redução de hidróxido de cálcio ajuda na formação de uma ligação chapisco - substrato mais forte.

A concentração de Ca(OH)_2 é baixa próxima à interface devido à formação dos cristais de etringita na interface, que impedem a precipitação do hidróxido de cálcio. A baixa relação água/cimento dos chapiscos favorece a formação de pequenos cristais de Ca(OH)_2 .

Além disso, nos chapiscos com sílica, devido ao efeito pozolânico, a redução do Ca(OH)_2 deve ser maior, o que aumenta a quantidade de C-S-H, produzindo uma matriz de alta resistência e uma obstrução dos poros. Uma maior compacidade na interface pasta/substrato é alcançada com um decréscimo do teor de hidróxido de cálcio.

As investigações microestruturais nos poros encontrados na interface revelaram que a interface é rica em etringita. Os íons sulfatos, os quais são liberados quando a gipsita se dissolve em contato com a água, são os primeiros a entrar em solução e devido à sucção do substrato são conduzidos para a interface, formando, assim, essa camada rica em etringita.

De uma forma geral, identificou-se a morfologia típica da etringita nas amostras, qual seja bastões aciculares.

O tamanho dos cristais da etringita é diferente em cada tipo de amostra. Isso pode estar relacionado com o desempenho mecânico, pois tanto a etringita quanto o hidróxido de cálcio têm preferência de ocorrer nos locais em que existe espaço na microestrutura.

Nas amostras com chapisco comum, a etringita apresenta-se na forma de longos bastões, enquanto que nas amostras com sílica, principalmente, nas amostras onde se utilizou a pasta (baixa relação a/c), verificou-se cristais mais curtos de etringita. Quando a relação água/cimento da pasta de cimento hidratada é baixa, as partículas de cimento ficam mais próximas uma das outras, como resultado existe menos porosidade capilar e menos espaço livre para os flocos de grandes cristais se desenvolverem, favorecendo a formação de produtos mais compactos e menos cristalinos durante a hidratação.

4.6 - MAPEAMENTO QUÍMICO E PERFILAGEM QUÍMICA

As técnicas de mapeamento da distribuição de elementos químicos (“dot mapping”) e a de perfilagem química (“X-ray linescan”) segundo a direção perpendicular à interface, permitem a identificação dos elementos químicos presentes em maior concentração nas regiões analisadas.

As figuras 91, 92 e 93 apresentam os resultados obtidos com o mapeamento químico nas interfaces formadas pelo substrato de concreto e os tipos de preparo de base avaliados neste trabalho.

Essas análises foram realizadas com a intenção de complementar as informações obtidas nos estudos da zona de interface chapisco/argamassa utilizando MEV associado ao EDS, por meio da avaliação da variação da quantidade de alguns elementos químicos na interface. No entanto, não foi possível verificar se houve penetração de Ca (cálcio) no interior dos poros do substrato de concreto, uma vez que a sua distribuição se apresenta homogênea em toda região observada do concreto. Isto poderia significar que não houve penetração de Ca, ou se houve a penetração esta não foi detectada pelo mapeamento em função da grande semelhança química e mineralógica entre os materiais do substrato e da pasta aglomerante.

Na amostra com chapisco comum foi detectada uma maior concentração de Al (alumínio), Si (Silício) e S (enxofre) no chapisco do que no concreto, no entanto não foi observada a penetração desses elementos no concreto. Os demais elementos químicos analisados, Mg (magnésio) e Fe (ferro), não mostraram diferenças de concentração em regiões próximas a interface.

Na amostra com chapisco com SCA, a distribuição da maioria dos elementos analisados apresenta-se homogênea em toda região observada. Apenas com relação ao silício e enxofre foi detectada uma maior concentração no chapisco, não sendo denotada, no entanto, penetração dos mesmos no concreto.

Na amostra com chapisco aditivado/pasta de cimento e SCA foram observadas maiores concentrações de Si e S na interface.

Ressalta-se que o mapeamento químico apenas identifica os elementos químicos presentes em maior concentração, não permitindo a identificação dos produtos de hidratação formados. Contudo, a intensidade cromática das imagens do S (enxofre) realizadas sugere a formação de etringita no chapisco comum e no chapisco aditivado (figuras 91f e 93f).

Chapisco Comum

Figura 91– Interface formada pelo chapisco comum e o concreto de 40MPa, condição SSS.(a) imagem BSE; imagens de Raios X da distribuição de:(b) todos elementos, (C) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h) Fe. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Chapisco com Sílica

Figura 92 –Interface formada pelo chapisco com SCA e o concreto de 40MPa, condição SSS.(a) imagem BSE; e imagens de Raios X da distribuição de: (b) todos elementos, (C) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h) Fe. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Chapisco aditivado/pasta com sílica

Figura 93 – Interface do chapisco aditivado/pasta e concreto de 20MPa, condição SSS.(a) imagem BSE; e imagens de Raios X da distribuição de: (b) todos elementos, (c) Mg, (d) Al, (e) Si, (f) S, (g) Ca, (h) Fe. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Nas Figuras 94, 95 e 96 pode ser vista a perfilagem química dos elementos Ca, S, Al, Si. Salienta-se que a maior quantidade de picos de intensidade de um dado elemento indica uma concentração mais relevante desse material na região analisada. Como por exemplo, na figura 96, pode-se notar a presença significativa de silício e enxofre na pasta de cimento e sílica, corroborando com os resultados do mapeamento químico.

Figura 94 – Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco comum com o substrato de concreto. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Figura 95 - Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco com SCA e substrato de concreto. Mag=300x (em relação à tela do computador).

Figura 96 - Perfilagem química dos elementos Al, Si, S e Ca na interface do chapisco aditivado com o substrato de concreto. Mag=300x (em relação à tela do computador).

CAPÍTULO 5

CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 - CONCLUSÕES

Dentre todas as manifestações patológicas no subsistema revestimento de argamassa em estruturas de concreto, a patologia associada à perda de aderência é a pior manifestação observada, visto que em edifícios, cria sérios transtornos, e pode provocar desastres com desdobramentos incalculáveis.

Na realização da presente pesquisa ficou demonstrado que é possível realizar um tratamento da base com chapiscos e pastas que propiciem ligações mais efetivas entre o substrato de concreto estrutural e o revestimento. Os resultados evidenciaram que quando se utiliza a sílica extraída da casca de arroz nos chapiscos ou em pastas, há aumentos significativos da resistência de aderência do revestimento. Os valores obtidos foram bem superiores ao mínimo prescrito por norma.

Nos estudos microestruturais, observou-se que devido às ações físicas e químicas da sílica da casca de arroz, formou-se uma microestrutura densa, de baixa porosidade e com a presença de produtos hidratados pouco cristalinos na interface chapisco/concreto.

A seguir são apresentadas as conclusões mais específicas baseadas nas análises dos resultados e na revisão bibliográfica.

TRAÇOS PARA CHAPISCOS E PASTAS

Os traços dos chapiscos e pastas, definidos através de estudos de dosagens e avaliação da consistência, se mostraram adequados para aplicação em estruturas de concreto. Estes traços são:

- ❖ Chapisco comum: traço em massa de 1:2 (cimento e areia), relação água/cimento menor que 0,50, com consistência de $270\text{mm} \pm 10\text{mm}$;
- ❖ chapiscos com 5% e 10% de SCA, em substituição volumétrica ao cimento Portland: traço em massa de 1:2 (cimento e areia) com teor de aditivo superplastificante que permita atingir consistência de $270\text{mm} \pm 10\text{mm}$ e relação água/cimento menor que 0,50;
- ❖ chapisco aditivado: traço em massa de 1:2 (cimento e areia) com teor de aditivo superplastificante que permita atingir consistência de $270\text{mm} \pm 10\text{mm}$ e relação água/cimento menor que 0,50;
- ❖ Pasta de cimento com 5% de SCA, em substituição volumétrica ao cimento Portland, com teor de aditivo superplastificante (em massa do cimento) que permita trabalhar com relação água/cimento menor que 0,40.

ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

- Os resultados foram superiores ao valor especificado pela norma NBR 13749/96 – “Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas – especificações”, a qual especifica uma resistência de aderência à tração mínima de 0,30MPa para revestimentos externos. Vários valores de resistência de aderência obtidos no ensaio são superiores a 1MPa.
- A utilização da pasta de cimento e SCA como uma ponte de ligação do chapisco aditivado com o concreto é indicada devido à:
 - a) elevada aderência ao substrato e fortalecimento da zona de interface;
 - b) boa trabalhabilidade devido sua fluidez;

Embora, e em caráter inicial, a aplicação da pasta de cimento e SCA pareça ser um pouco trabalhosa ou envolver materiais especiais, é muito semelhante ao trabalho que se tem na aplicação de cimentos colantes, para cerâmica.

Sob as condições climáticas locais, a temperatura da água para a mistura da pasta de cimento e SCA deve ser baixa (mantida próxima a 0°C), retardando desta forma as reações de hidratação, já que o tempo entre a sua aplicação no substrato e o lançamento do chapisco aditivado não deve exceder 5min e a água não deve evaporar nesse espaço de tempo. Essa situação não é crítica nos trabalhos internos da construção. Uma possível utilização de aditivos retentores de água e retardadores de pega e endurecimento na pasta pode facilitar a aplicação desse

sistema. Porém, o procedimento mais eficaz seria o de proteger a superfície antes da aplicação da pasta, resfriando-a com água, por exemplo.

- Os resultados dos ensaios e as análises das formas de ruptura mostraram que a utilização da sílica da casca de arroz, em teores de 5% nos chapiscos e pastas, melhora consideravelmente a aderência. Nesses casos, a maior parte das rupturas ocorreu na própria argamassa, indicando que a aderência foi superior à resistência à tração da argamassa, o que pode ser atribuído ao bom tratamento da base.
- A adição de 10% de sílica da casca de arroz no chapisco não apresentou desempenho tão eficiente quando comparado à adição de 5% (menor resistência de aderência do revestimento e ruptura na interface), no entanto, atingiu valores superiores aos limites da norma. A adição de 10% de SCA foi menos eficiente porque o tempo de cura deve ter sido insuficiente para completar o processo de hidratação. Assim, devido à cura deficiente, a reação pozolânica esperada ficou comprometida. Além disso, há uma concorrência entre a sílica e a escória presente no cimento (CP II E32), ou seja, esses dois materiais consomem CH através da reação pozolânica, e interrompida a cura, a transformação de CH em C-S-H é prejudicada.
- A porosidade da base exerceu influência na resistência de aderência nas situações de valores extremos de porosidade, ou seja, no substrato de 20MPa (mais poroso) e naqueles menos porosos (situação mais crítica de aderência). Para os demais substratos, o tipo de preparo do substrato exerceu mais influência na aderência do que a porosidade da base.
- A condição SSS do substrato alterou o seu comportamento frente à aderência obtida para os substratos com superfície seca, o que foi confirmado na análise estatística. De acordo com a análise de variância, existem diferenças estatisticamente significativas entre as médias das resistências de aderência nas condições seca e saturada superfície seca. Essa análise mostra que os valores obtidos no ensaio de resistência de aderência são maiores para a condição seca.
- Com base na análise estatística, nos substratos na condição superfície seca o preparo da base com chapisco aditivado/pasta e chapisco com 5% de SCA apresentaram desempenho excelente, no entanto, semelhante de acordo com a

comparação múltipla de médias. Dependendo da disponibilidade de sílica ativa e da superfície a ser preparada, a viabilidade econômica e a facilidade de aplicação determinariam qual tipo de preparo seria o mais adequado.

- Para os substratos na condição saturada superfície seca (SSS), a aplicação do chapisco aditivado/pasta e o chapisco com 5% de SCA também proporcionaram bons resultados de aderência, no entanto, equivalentes. O preparo do substrato com o chapisco aditivado melhorou a capacidade de aderência no sistema, apresentando resultados de resistência de aderência superiores aos demais.
- A análise de variância das resistências de aderência à tração mostrou que os efeitos dos tipos de substratos de concreto e o preparo de substrato foram altamente significativos. Isso significa que tanto o tipo de substrato como o preparo de substrato tem uma influência na resistência de aderência, porém, ressalta-se que o preparo de substrato foi de maior influência. Através dessa análise e da comparação múltipla de médias (método de Tukey), foi possível provar que adição da sílica da casca de arroz nos chapiscos e pastas e a utilização de chapiscos de baixa relação água/cimento podem potencializar a resistência de aderência.

INVESTIGAÇÕES MICROESTRUTURAIS

Amostras polidas

- A combinação dos diferentes modos de ação física e química da sílica da casca de arroz no chapisco e na pasta resultou numa interface chapisco/concreto compacta, com baixa porosidade. Isto explica o excelente desempenho do tipo de preparo com o chapisco aditivado/pasta com SCA e com o chapisco com 5% de SCA, os quais proporcionaram boa aderência do revestimento ao substrato, de acordo com os resultados de resistência de aderência à tração. A sílica ativa produz um melhor empacotamento e preenchimento dos vazios na interface, proporcionando maior compacidade localizada, portanto, uma ligação mais eficiente entre a pasta ou chapisco e o substrato.
- Observou-se que, quando a sucção do substrato é pequena, no caso do substrato de 50MPa, a penetração da pasta no substrato é mínima, sendo elevada a porosidade na interface, devido a alta relação a/c que se forma.

- Observou-se grande concentração de grãos de cimento anidro em todos os chapiscos. Já nas argamassas, de alta relação água/cimento, não foram observadas elevadas concentrações de material anidro. Quando se utilizam relações água/cimento baixas, como no caso dos chapiscos, nem todo o cimento anidro hidrata, e permanece como material de enchimento da matriz, aumentando a compacidade. Foi possível observar também um déficit de material anidro próximo à interface; no entanto, sua concentração aumenta à medida que se afasta da interface.
- Ao analisar a interface chapisco/argamassa, verificou-se a formação de uma fina camada de cálcio na interface; no entanto, de acordo com as imagens obtidas, não foram observadas grandes concentrações de área pretas na interface, indicando baixa porosidade. De acordo com os resultados de resistência de aderência e das análises das formas de ruptura, o revestimento se mostrou bem aderente ao chapisco, mesmo quando se utilizou o chapisco de controle, sem adição de SCA, que já é um chapisco melhorado, pois apresenta baixa relação água/cimento.

Amostras fraturadas

Nas micrografias analisadas se observou a presença do C-S-H preenchendo os espaços vazios, o que ilustra que o mecanismo de aderência deve ser proveniente do crescimento de cristais de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e entrelaçamento de suas fibras sobre o substrato. No entanto, de acordo com as imagens obtidas tanto nas amostras polidas quanto nas fraturadas, principalmente aquelas obtidas no mapeamento químico e perfilagem química, não se observa penetração significativa dos produtos hidratados nos poros do substrato, mas sim a deposição dos produtos hidratados na superfície do substrato. Isto poderia significar que não houve penetração ou, se houve a penetração, esta não foi detectada pelo mapeamento em função da grande semelhança química e mineralógica entre os materiais do substrato e da pasta aglomerante.

A presença do C-S-H densificando a interface, devido tanto à ação da sílica como à baixa relação água/cimento dos chapiscos, parece ter sido responsável pelos excelentes resultados de resistência de aderência obtidos neste trabalho.

Não foram encontrados depósitos massivos de hidróxido de cálcio na interface, o que também contribuiu para a boa aderência do chapisco ao substrato. A este respeito cabem algumas considerações:

1- A concentração de Ca(OH)_2 é baixa próxima à interface, devido à formação dos cristais de etringita na interface, que impedem a precipitação do hidróxido de cálcio.

2 - Com o efeito pozolânico tem-se a redução do Ca(OH)_2 , o que aumenta a quantidade de C-S-H, produzindo uma matriz de alta resistência e uma obstrução dos poros. Uma maior compacidade na interface pasta/substrato é alcançada com um decréscimo do teor de hidróxido de cálcio.

3- A baixa relação água/cimento dos chapiscos favorece a formação de pequenos cristais de Ca(OH)_2 .

As investigações microestruturais nos poros encontrados na interface revelaram que a interface é rica em etringita. De acordo com a literatura consultada, os íons sulfatos, os quais são liberados quando a gipsita se dissolve em contato com a água, são os primeiros a entrar em solução e devido à sucção do substrato são conduzidos para a interface, formando a camada de etringita.

De uma forma geral, identificou-se a morfologia típica da etringita nas amostras, qual seja bastões aciculares.

O tamanho dos cristais da etringita é diferente em cada tipo de amostra. Isso pode estar relacionado com o desempenho mecânico, pois tanto a etringita quanto o hidróxido de cálcio têm preferência de ocorrer nos locais em que existe espaço na microestrutura.

Nas amostras com chapisco comum, a etringita apresenta-se na forma de longos bastões, enquanto que nas amostras com sílica, principalmente, nas amostras onde se utilizou a pasta (menor relação a/c), verificou-se cristais mais curtos de etringita. Quando a relação água/cimento da pasta de cimento hidratada é baixa, as partículas de cimento ficam mais próximas uma das outras, como resultado existe menos porosidade capilar e menos espaço livre para os flocos de grandes cristais se desenvolverem, favorecendo a formação de produtos mais compactos e menos cristalinos durante a hidratação.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ASSOCIADA À ESPECTROMETRIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica muito eficaz para estudar a complexa microestrutura da interface chapisco/substrato ou argamassa/substrato.

As várias fases da pasta de cimento puderam ser identificadas, porque a intensidade dos elétrons retroespalhados aumenta com o número atômico, portanto

na matriz o grão anidro apresenta-se em tons de cinza claro (branco), a portlandita (hidróxido de cálcio) em tons de cinza médio, outros produtos hidratados em tons de cinza escuro e os poros são identificados pela cor preta. Um dado importante da técnica de espectrometria por dispersão de energia é o cálculo da relação Ca/Si, bastante explorada na literatura.

No entanto, ressalta-se o seguinte: para as observações das amostras no microscópio eletrônico de varredura, utilizando tanto elétrons retroespalhados quanto elétrons secundários, despende-se muito tempo e são necessárias muitas imagens para se obter algumas conclusões significativas. Dependendo da competência do operador do equipamento e sucesso na preparação da amostra, pode-se reduzir tanto o tempo quanto a quantidade de imagens para se obter as informações pretendidas, e assim otimizar recursos físicos e financeiros.

MÉTODO EMPREGADO NA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA AS ANÁLISES MICROESTRUTURAIS

O método empregado para a preparação das amostras mostrou-se apropriado, o que facilitou o exame e a interpretação das características microestruturais. A superfície da amostra tem que estar bem polida para obter imagens com boa definição, no caso particular dos elétrons retroespalhados. Se a superfície cortada não for impregnada com resina e polida, não será representativa da real microestrutura, e dificultará a análise.

5.2 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

Finalmente, este trabalho contribui efetivamente os estudo da aderência em estruturas de concreto armado, principalmente no que diz respeito à investigação microestrutural da interface chapisco/substrato de concreto.

Assim, espera-se que os resultados deste trabalho sejam empregados como referência para outros estudos em estruturas de concreto. Isso, ajudará a minimizar os problemas relacionados à falta de aderência entre essas estruturas e os revestimentos.

A possibilidade de se melhorar a zona de interface entre a argamassa e substrato, com a utilização dos preparos da base definidos neste estudo, é inédita, e resulta numa atividade perfeitamente controlada por parte de quem executa visto que o controle torna-se muito simples, cabendo apenas controlar os materiais em massa. No entanto, os procedimentos a serem adotados na técnica de preparo da

base devem seguir os mesmos rigores da fabricação das estruturas de concreto e, isso é parte de uma obra executada com responsabilidade, não justificando o emprego de mão-de-obra sem qualidade.

Os avanços conseguidos neste trabalho somente foram possíveis a partir do conhecimento da microestrutura formada na interface, que são estudos recentes. A própria sílica extraída da casca do arroz é inédita e nunca existiu com as qualidades com a qual é produzida. Entretanto, essa adição ainda não possui valor de mercado, pois sua produção se faz atualmente em laboratório e em baixa escala. O LMABC tem grande preocupação com este fato e já possui um projeto avançado sobre a produção da sílica de casca de arroz em larga escala, podendo reverter este quadro, tornando-a um produto comercial.

5.3 – PROSSEGUIMENTO DA PESQUISA

Sugerem-se os seguintes temas para futuras pesquisas:

- 1- Análise mais detalhada da microestrutura da interface chapisco/argamassa
- 2- Estudo comparativo dos chapiscos utilizados nesta pesquisa e os chapiscos comumente utilizados em obras.
- 3- Utilização da sílica da casca de arroz em chapiscos industrializados e argamassas colantes.
- 4- Análise do efeito da adição de outros tipos de sílica ativa (por exemplo, sílica de ferro-silício), na resistência de aderência e na microestrutura da interface chapisco/concreto.
- 5- Avaliação da aderência dos revestimentos em concretos de alto desempenho.
- 6- Estudo da relação da carbonatação com a resistência de aderência
- 7- Desenvolvimento ou adaptação de técnicas para avaliar a parcela de aderência química entre os revestimentos e substratos.
- 8- Estudo da cura do chapisco: procedimento mais adequado e tempo de cura.

ANEXO A

CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E ARGAMASSAS

A.1 - Materiais utilizados na produção das argamassas e chapiscos

Sílica ativa da casca de arroz

A sílica extraída da casca do arroz (SCA) utilizada na pesquisa foi produzida no Laboratório de materiais avançados à base de cimento (LMABC), do Departamento de Engenharia de Estruturas da Escola de Engenharia de São Carlos.

Para extrair a sílica, a casca do arroz foi previamente tratada com ácido clorídrico. Em seguida, queimada por um período de 3 horas a uma temperatura de 300°C, até obtenção de um resíduo negro (cinza) que logo depois foi moído. Após isso, calcinou-se o material a uma temperatura constante de 500°C até a eliminação do carbono. O produto final resultante (pó branco), o qual apresenta baixo teor de carbono e alto teor de SiO₂, foi denominado sílica extraída da casca de arroz (SCA).

Os grãos da SCA são de pequeníssimos diâmetros conferindo ao material uma área específica elevada de 217 m²/g. Para medir a superfície específica da sílica da casca de arroz utilizou-se a técnica de adsorção de gás de nitrogênio (BET).

A pozolanicidade da sílica extraída da casca de arroz, determinada pelo método de Chapelle, foi de 98,6% e sua massa específica é igual a 2,1 kg/dm³. A caracterização química desse material encontra-se indicada na tabela A.1.

Tabela A.1 – Composição química da sílica extraída da casca de arroz

Constituintes	Sílica extraída da casca de arroz (%)	Constituintes	Sílica extraída da casca de arroz (%)
SiO ₂	91,75	TiO ₂	< 0,01
Al ₂ O ₃	0,40	Na ₂ O	0,09
Fe ₂ O ₃	1,32	K ₂ O	1,45
CaO	0,74	SO ₃	
MgO	0,44	PF	3,71

Cal hidratada e cimento

As tabelas A.2 e A.3 mostram a caracterização física e química da cal hidratada e cimento, respectivamente.

Tabela A.2 - Caracterização física e química da cal hidratada CH III

Análise química	Al ₂ O ₃	0,50	K ₂ O	-
	Fe ₂ O ₃	0,33	C	3,84
	CaO	53,54	S	0,07
	MgO	16,85	SiO ₂	2,57
	Na ₂ O	-	PF	26,68
Análise física	Massa específica	2,62 g/cm ³		
	Massa unitária	0,62 g/cm ³		
	Retenção de água	92%		
	Plasticidade	134		

Tabela A.3 - Caracterização física e química do Cimento CP II E-32

Análise química	Al ₂ O ₃	7,15	K ₂ O	0,81
	Fe ₂ O ₃	2,62	C	0,75
	CaO	57,42	S	1,97
	MgO	6,97	SiO ₂	21,11
	Na ₂ O	0,65	PF	2,45
Análise física	Massa específica	3,05 g/cm ³		
	Massa unitária	1,45 g/cm ³		

Areia

De acordo com a NBR-7217(1987) foram determinadas as curvas granulométricas das areias utilizadas na pesquisa, conforme figuras A.1, A.2 e A.3.

Figura A.1 – Curva granulométrica da areia A

- Módulo de finura=1,52
- Diâmetro máximo=0,60mm
- Massa específica=2,65g/cm³
- Massa Unitária=1,51kg/dm³

- Módulo de finura=2,30
- Diâmetro máximo=2,40mm
- Massa específica=2,62g/cm³
- Massa Unitária=1,48kg/dm³

Figura A.2 – Curva granulométrica da areia B

- Módulo de finura= 1,27
- Diâmetro máximo= 0,6mm
- Massa específica=2,64g/cm³

Figura A.3 – Curva granulométrica da areia C

O chapisco foi produzido com a areia B. A argamassa de revestimento (A_1) aplicada no substrato na condição superfície seca foi produzida com a areia A, enquanto que a argamassa (A_2) aplicada no substrato na condição saturada superfície seca foi produzida com 60% da areia C e 40% da areia B (composição ideal determinada através da massa unitária no estado compactado seco).

Aditivo

O aditivo utilizado na produção dos chapiscos e pastas é comercializado como superplastificante (SP) de pega normal de altíssimo efeito redutor da água de amassamento.

Na caracterização deste aditivo, que consta no banco de dados do LMABC-SET- ESSC-USP, foram realizados os seguintes ensaios:

- a. espectroscopia no infravermelho (FT-IR);
- b. microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise;
- c. teor de sólidos por secagem em estufa.

O resultado de FT-IR indicou tratar-se de uma resina de melanina formaldeído, pela avaliação das principais bandas no infravermelho, onde se percebeu a similaridade entre os espectros da amostra avaliada e de um padrão de melanina formaldeído. Através da técnica de MEV com microanálise, pôde-se fazer a determinação qualitativa e semi-quantitativa dos principais elementos presentes na amostra de SP (Tabela A.4).

Tabela A.4 - Resultado qualitativo e semi-quantitativo por MEV com microanálise na amostra de SP.

Elementos	%
C	4,1
O	38,2
Na	35,4
S	19,5
K	2,7

A determinação de teor de sólidos foi realizada, utilizando-se o método da estufa, em que aproximadamente 1g de amostra (referentes aos períodos de 1994 e 1997) foi colocado em estufa a 105°C, por tempos seqüenciais, até atingir massa constante. Assim, ficou comprovado que o teor de sólidos encontrado foi de 39%, considerado um alto teor, comparado com outros tipos de superplastificantes encontrados no mercado.

A.2 - Materiais utilizados na produção dos concretos

O substrato de concreto foi produzido com areia B, pedrisco e brita 1. O cimento utilizado foi o CII F-32, de superfície específica igual a 336m²/kg e massa específica igual a 3,10 g/cm³.

Tabela A.5 – Características da brita 1

Características	Determinações
Massa Unitária(kg/dm ³)	1,97
Massa específica (g/cm ³)	2,90
Diâmetro máximo (mm)	19
Módulo de finura	6,99

Tabela A.6 – Características do pedrisco

Características	Determinações
Massa Unitária(kg/dm ³)	1,11
Massa específica (g/cm ³)	2,90
Diâmetro máximo (mm)	6,3
Módulo de finura	4,63
Material pulverulento(%)	1,5

A.3 - Caracterização das argamassas

As argamassas A₁ e A₂, no estado fresco e endurecido, foram avaliadas de acordo com os seguintes métodos de ensaio:

Tabela A.7 – Métodos de ensaio no estado fresco

<i>Ensaio</i>	<i>Método</i>
<i>Consistência</i>	NBR – 13276
<i>Retenção de água</i>	NBR – 13277
<i>Resistência à tração por compressão diametral</i>	NBR – 7222
<i>Resistência à compressão</i>	NBR – 13279/95

Na tabela A.8 são apresentados os resultados correspondentes aos ensaios de consistência e retenção de água no estado fresco e aos ensaios de resistência à tração por compressão diametral e resistência à compressão no estado endurecido.

Tabela A.8 - Caracterização das argamassas

<i>Argamassa</i>	<i>Consistência (mm)</i>	<i>Retenção de água (%)</i>	<i>Resistência à tração por compressão diametral (MPa)</i>	<i>Resistência à Compressão (MPa)</i>
A1	262	91	1,01	15,2
A2	275	89	0,96	15,6

ANEXO B**PRODUÇÃO DOS SUBSTRATOS DE CONCRETO**

B.1 - Dosagem do concreto

Os substratos de concreto foram elaborados a partir de um estudo de dosagem, com os traços em massa, 1:m (cimento:total de agregados), cimento Portland CP II F 32, com $m=6,5;5,0;3,5$ (concretos pobres e ricos), com consistência de 100mm, elaborados com brita 1 e pedrisco, com teor de argamassa (α) estabelecido.

Para a determinação adequada da mistura entre duas faixas granulométricas de pedras britadas, utilizou-se o método da NBR 7810 – Agregado em Estado Compactado Seco - Determinação da Massa Unitária.

O estudo de dosagem foi realizado conforme o roteiro prático para dosagem dos concretos estruturais proposto por HELENE & TERZIAN (1992), que consiste basicamente nas seguintes etapas:

- Definir as características básicas para o estudo de dosagem
- Determinar o teor ideal de argamassa na mistura, utilizando-se o traço 1:5,0
- Realizar três misturas experimentais com os traços 1:3,5, 1:5,0 e 1:6,5, com moldagem de corpos de prova
- Com os dados obtidos no item anterior, montar o diagrama de dosagem, definindo as correlações entre resistência à compressão axial e relação água/cimento; traço de concreto e relação água/cimento; consumo de cimento e traço de concreto.
- Através do diagrama de dosagem, escolher o traço definitivo que melhor atende às exigências do projeto.

A partir dos resultados obtidos (Tabela B.1), foram definidas as correlações entre traço de concreto e relação água/cimento e consumo de cimento e traço, dando origem ao Diagrama de dosagem. Através desse diagrama escolheu-se o traço adequado à execução dos substratos de concreto.

Tabela B.1 – Misturas experimentais

Traço em massa	Número	T-1	T-2	T-3
	1:m	1:3,5	1:5,0	1:6,5
	1:a:p ₁ :p ₂	1:1,30:0,66:1,54	1:2,06:0,88:2,06	1:2,83:1,10:2,57
Teor argamassa* (%)		51	51	51
Brita 1 (kg)		18,90	18,90	18,90
Pedrisco (kg)		8,10	8,10	8,10
Areia (kg)		16,00	19,00	20,80
Cimento (kg)		12,30	9,20	7,40
Água (kg)		5,20	5,20	5,45
Aditivo		-	-	-
Concreto +tara (kg)		10,50	10,45	10,35
Massa específica (kg/dm ³)		2,47	2,45	2,42
Consumo por m ³ de concreto	Cimento (kg)	502	373	294
	Água (l)	210,84	212,61	214,62
Relação água/ cimento		0,42	0,57	0,73
Abatimento do tronco de cone (mm)		10	10	10
Resistência à compressão simples (MPa)	3	22,64	14,75	12,39
	7	32,32	21,26	18,79
	28	45,45	31,06	25,46

B.2 - Produção do concreto

Após o estudo de dosagem, passou-se à produção dos concretos. A operação de mistura foi realizada em betoneira de eixo inclinado, previamente imprimada com concreto de traço 1:2:3, conforme indicado por HELENE & TERZIAN (1992). Transcorrido o período de mistura, foram avaliadas as seguintes características do concreto fresco: consistência pelo abatimento do tronco de cone (NBR 7223), conforme Figura B.1, e massa específica (NBR 9833).

Figura B.1 - Verificação da consistência pelo abatimento do tronco de cone

B.3 - Moldagem dos substratos de concreto

Foram moldados painéis, com dimensões de 100cm de largura, espessura de 20cm, com altura de 120cm. Os painéis foram executados com concretos de resistências características (f_{ck}) de 20MPa, 25MPa, 30MPa, 35MPa, 40MPa, 45MPa e 50MPa.

Para controle de produção, também foram moldados corpos-de-prova cilíndricos, em formas metálicas, de 10 cm x 20 cm (diâmetro x altura), segundo as prescrições da NBR 5738.

Os painéis foram confeccionados em fôrmas metálicas, conforme Figura B.2. A Figura B.3 mostra o concreto sendo lançado na forma e em seguida adensado com vibrador de forma contínua e enérgica.

Figura B.2 – Forma metálica

Figura B.3 – Moldagem dos concretos

B.4 - Desmoldagem

Antes do fim de pega do cimento, foi retirada a parte interna da forma (miolo), conforme as Figuras B.4 e B.5. Em seguida, após 24 horas da concretagem, retirou-se o restante da forma metálica.

Figura B.4 – Etapas da retirada da parte interna da forma (miolo)

Figura B.5 – Retirada de parte interna da forma metálica

B.5 - Cura dos concretos

Após a desmoldagem, os substratos de concretos foram curados durante 48 horas com sacos de aniagem úmidos, em ambiente de laboratório, conforme figura B.6.

Os substratos têm duas superfícies de análise, nas quais serão aplicados os revestimentos, conforme indicado pelas setas na figura B.6b e B.7.

ANEXO C

RESULTADOS INDIVIDUAIS DE RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO

Neste anexo são apresentados os resultados individuais das resistências de aderência com as respectivas formas de ruptura, tomando como referência os tipos de ruptura definidos pela norma NBR 13528/95:

Formas de ruptura:

- (a) ruptura do substrato
- (b) ruptura interface chapisco/substrato
- (c) ruptura interface argamassa/chapisco
- (d) ruptura na argamassa
- (e) ruptura argamassa/cola
- (f) ruptura interface cola/pastilha

Substrato V₁(20MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	11,886	1304	1886	0,69		100				
2	13,108	1418	1886	0,75		100				
3	13,820	1485	1886	0,79		100				
4	11,684	1285	1886	0,68		100				
5	13,910	1493	1886	0,79		100				
6	11,250	1244	1886	0,66		100				
7	9,986	1126	1886	0,60		100				

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	11,377	1256	1886	0,67		100				
2	5,702	724	1886	0,38		100				
3	12,358	1348	1886	0,71		100				
4	8,043	944	1886	0,50		100				
5	16,266	1714	1886	0,91		100				
6	13,582	1463	1886	0,78		100				
7	19,926	2057	1886	1,09		100				

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	14,967	1592	1886	0,84		100				
2	14,859	1582	1886	0,84		100				
3	13,003	1408	1886	0,75		100				
4	12,724	1382	1886	0,73		100				
5	19,315	2000	1886	1,06		100				
6	17,199	1802	1886	0,96		100				
7	18,112	1887	1886	1,00		100				

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	17,583	1838	1886	0,97		100				
2	17,698	1848	1886	0,98		100				
3	13,882	1491	1886	0,79		100				
4	7,393	883	1886	0,47		100				
5	9,287	1060	1886	0,56		100				
6	10,066	1133	1886	0,60		100				
7	18,903	1961	1886	1,04		100				

Substrato V₂ (25MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	5,734	727	1886	0,39		100				
2	2,562	430	1886	0,23		100				
3	6,165	768	1886	0,41		100				
4	2,684	441	1886	0,23		100				
5	2,684	441	1886	0,23		100				
6	3,484	516	1886	0,27		100				
7	2,462	421	1886	0,22		100				

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	29,187	2925	1886	1,55		60		40		
2	30,654	3062	1886	1,62		80		20		
3	23,571	2399	1886	1,27		100				
4	20,192	2082	1886	1,10		20		80		
5	23,867	2426	1886	1,29				100		
6	25,231	2554	1886	1,35				100		
7	21,339	2189	1886	1,16				100		

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	19,828	2048	1886	1,09		100				
2	21,759	2229	1886	1,18		100				
3	28,976	2905	1886	1,54		100				
4	19,591	2026	1886	1,07		95		5		
5	23,199	2364	1886	1,25		100				
6	25,097	2542	1886	1,35				100		
7	23,637	2405	1886	1,28				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	20,374	2099	1886	1,11				100		
2	28,427	2854	1886	1,51				100		
3	18,728	1945	1886	1,03				100		
4	35,308	3498	1886	1,85				100		
5	31,807	3170	1886	1,68				100		
6	33,881	3365	1886	1,78			100			
7	26,962	2716	1886	1,44		50		50		

Substrato V₃(30MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	21,275	2183	1886	1,16		100				
2	4,294	592	1886	0,31		100				
3	7,086	854	1886	0,45		100				
4	7,598	902	1886	0,48		10	90			
5	5,005	659	1886	0,35		100				
6	16,017	1691	1886	0,90			100			
7	19,112	1981	1886	1,05				100		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	21,957	2247	1886	1,19				100		
2	19,270	1996	1886	1,06				100		
3	26,282	2653	1886	1,41				100		
4	28,500	2860	1886	1,52				100		
5	23,237	2367	1886	1,26				100		
6	22,907	2336	1886	1,24				100		
7	16,766	1761	1886	0,93				100		

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	5,492	705	1886	0,37		100				
2	7,471	890	1886	0,47		100				
3	6,700	818	1886	0,43		100				
4	8,021	942	1886	0,50		100				
5	9,685	1097	1886	0,58		100				
6	4,059	570	1886	0,30		100				
7	8,913	1025	1886	0,54				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	23,108	2355	1886	1,25				100		
2	25,469	2576	1886	1,37				100		
3	26,242	2649	1886	1,40				100		
4	24,669	2501	1886	1,33				100		
5	23,431	2385	1886	1,26				100		
6	20,042	2068	1886	1,10				100		
7	23,393	2382	1886	1,26				100		

Substrato V₄(35MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	6,148	766	1886	0,41		100				
2	7,447	888	1886	0,47		100				
3	3,474	516	1886	0,27		100				
4	5,364	693	1886	0,37		100				
5	1,339	315	1886	0,17		100				
6	1,339	315	1886	0,17		100				
7										

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	27,226	2741	1886	1,45				100		
2	32,905	3273	1886	1,74				100		
3	30,402	3039	1886	1,61				100		
4	30,906	3086	1886	1,64				100		
5	30,518	3050	1886	1,62				100		
6	26,083	2634	1886	1,40				100		
7	21,236	2180	1886	1,16				100		

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	18,529	1926	1886	1,02		100				
2	18,526	1926	1886	1,02		100				
3	22,966	2342	1886	1,24		100				
4	18,651	1938	1886	1,03				100		
5	23,876	2427	1886	1,29		100				
6	20,139	2077	1886	1,10		100				
7	22,775	2324	1886	1,23				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm2)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	28,533	2864	1886	1,52				100		
2	21,659	2219	1886	1,18				100		
3	22,990	2344	1886	1,24				100		
4	27,968	2811	1886	1,49				100		
5	24,543	2490	1886	1,32				100		
6	27,896	2804	1886	1,49				100		
7	27,813	2796	1886	1,48				100		

Substrato V₅(45MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	14,020	1504	1886	0,80		100				
2	12,100	1324	1886	0,70		100				
3	12,290	1342	1886	0,71		100				
4	15,094	1604	1886	0,85		100				
5	11,022	1223	1886	0,65		100				
6	11,845	1300	1886	0,69		100				
7	5,890	742	1886	0,39				100		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	17,000	1783	1886	0,95				100		
2	18,160	1892	1886	1,00				100		
3	14,580	1556	1886	0,83				100		
4	14,720	1569	1886	0,83				100		
5	13,180	1425	1886	0,76				100		
6	16,200	1708	1886	0,91				100		
7	12,715	1381	1886	0,73				100		

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	14,250	1525	1886	0,81		90		10		
2	9,480	1078	1886	0,57		60		40		
3	14,940	1590	1886	0,84		100				
4	9,920	1120	1886	0,59		100				
5	11,750	1291	1886	0,68				100		
6	10,018	1129	1886	0,60				100		
7	11,190	1239	1886	0,66				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	11,320	1251	1886	0,66				100		
2	8,770	1012	1886	0,54				100		
3	11,225	1242	1886	0,66				100		
4	11,665	1283	1886	0,68				100		
5	12,645	1375	1886	0,73				100		
6	9,960	1123	1886	0,60				100		
7	11,180	1238	1886	0,66				100		

Substrato V₆(50MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	14,373	1537	1886	0,81				100		
2	14,368	1536	1886	0,81				100		
3	11,475	1265	1886	0,67				100		
4	10,814	1203	1886	0,64				100		
5	11,405	1259	1886	0,67				100		
6	11,120	1232	1886	0,65				100		
7	12,524	1363	1886	0,72				100		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	15,284	1622	1886	0,86				100		
2	14,541	1552	1886	0,82				100		
3	10,355	1160	1886	0,62				100		
4	13,359	1442	1886	0,76				100		
5	13,125	1420	1886	0,75				100		
6	13,019	1410	1886	0,75				100		
7	15,713	1662	1886	0,88				100		

Chapisco com 10% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	10,165	1142	1886	0,61				100		
2	13,768	1480	1886	0,78				100		
3	9,916	1119	1886	0,59				100		
4	13,991	1501	1886	0,80		100				
5	14,941	1590	1886	0,84		100				
6	10,917	1213	1886	0,64		100				
7	12,825	1392	1886	0,74		100				

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	15,771	1668	1886	0,88				100		
2	21,560	2210	1886	1,17				100		
3	21,773	2230	1886	1,18				100		
4	16,996	1783	1886	0,95				100		
5	19,098	1979	1886	1,05				100		
6	19,085	1978	1886	1,05				100		
7	19,516	2019	1886	1,07		100				

Substrato V₁(20MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	2,85	457	1886	0,24		100				
2	6,132	765	1886	0,41		100				
3	2,239	400	1886	0,21		100				
4	6,42	792	1886	0,42		100				
5	3,028	474	1886	0,25		100				
6	3,636	531	1886	0,28		100				
7	3,915	557	1886	0,30		100				

Chapisco aditivado

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	26,848	2706	1886	1,43			100			
2	21,598	2214	1886	1,17			100			
3	14,109	1512	1886	0,80	10			90		
4	17,756	1854	1886	0,98				100		
5	22,584	2306	1886	1,22	100					
6	17,614	1840	1886	0,98				100		
7	9,332	1064	1886	0,56		60		40		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	12,124	1326	1886	0,70		100				
4	10,839	1206	1886	0,64		100				
3	13,886	1491	1886	0,79		100				
4	16,836	1768	1886	0,94				100		
5	13,05	1413	1886	0,75		100				
6	11,874	1303	1886	0,69		100				
7	10,448	1169	1886	0,62		100				

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	17,612	1840	1886	0,98	80	20				
2	21,685	2222	1886	1,18				100		
3	23,886	2428	1886	1,29	100					
4	23,706	2411	1886	1,28	10			90		
5	18,702	1942	1886	1,03	100					
6	14,74	1571	1886	0,83				100		
7	14,22	1522	1886	0,81	100					

Substrato V₂(25MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	6,243	775	1886	0,41		50		50		
2	10,356	1160	1886	0,62		100				
3	9,361	1067	1886	0,57		100				
4	7,934	933	1886	0,49		100				
5	11,288	1248	1886	0,66		100				
6	14,766	1574	1886	0,83				100		
7	5,823	736	1886	0,39		100				

Chapisco aditivado

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	24,582	2493	1886	1,32				100		
2	24,619	2497	1886	1,32				100		
3	25,961	2623	1886	1,39				100		
4	24,984	2531	1886	1,34				100		
5	22,241	2274	1886	1,21				100		
6	24,643	2499	1886	1,33		70		30		
7	24,818	2515	1886	1,33		60		40		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	23,426	2385	1886	1,26				100		
2	20,343	2096	1886	1,11				100		
3	18,064	1883	1886	1,00		80		20		
4	25,948	2621	1886	1,39				100		
5	27,424	2760	1886	1,46					100	
6	25,903	2617	1886	1,39				100		
7	29,529	2957	1886	1,57					100	

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	19,803	2046	1886	1,08				100		
2	13,605	1465	1886	0,78				100		
3	19,321	2000	1886	1,06				100		
4	21,141	2171	1886	1,15					100	
5	15,975	1687	1886	0,89				100		
6	16,337	1721	1886	0,91					100	
7	19,844	2049	1886	1,09				100		

Substrato V₃(30MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	8,467	983	1886	0,52		100				
2	8,268	965	1886	0,51		100				
3	6,718	819	1886	0,43		100				
4	11,424	1260	1886	0,67				100		
5	10,943	1215	1886	0,64		100				
6	11,893	1304	1886	0,69				100		
7	6,671	815	1886	0,43		100				

Chapisco aditivado

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	20,036	2067	1886	1,10				100		
2	20,496	2110	1886	1,12				100		
3	23,241	2368	1886	1,26				100		
4	23,906	2430	1886	1,29		40		60		
5	14,587	1557	1886	0,83				100		
6	17,786	1857	1886	0,98		70		30		
7	16,718	1756	1886	0,93		40		60		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	16,770	1761	1886	0,93		100				
2	15,057	1601	1886	0,85		100				
3	10,849	1207	1886	0,64		100				
4	11,192	1239	1886	0,66		100				
5	17,272	1808	1886	0,96		100				
6	16,322	1719	1886	0,91		60		40		
7	12,398	1352	1886	0,72				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	11,775	1293	1886	0,69				100		
2	10,504	1174	1886	0,62				100		
3	15,221	1616	1886	0,86				100		
4	14,322	1532	1886	0,81				100		
5	14,267	1527	1886	0,81				100		
6	10,435	1168	1886	0,62				100		
7	13,383	1444	1886	0,77				100		

Substrato V₄(35MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	10,031	1130	1886	0,60		100				
2	7,461	889	1886	0,47		100				
3	7,059	851	1886	0,45		100				
4	11,755	1291	1886	0,68			100			
5	9,563	1086	1886	0,58		100				
6	10,458	1170	1886	0,62				100		
7	11,95	1310	1886	0,69			100			

Chapisco aditivado

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	13,263	1433	1886	0,76				100		
2	14,706	1568	1886	0,83				100		
3	14,9	1586	1886	0,84				100		
4	12,125	1326	1886	0,70				100		
5	15,169	1611	1886	0,85		50		50		
6	10,924	1214	1886	0,64		50		50		
7	10,893	1211	1886	0,64		50		50		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	14,671	1565	1886	0,83				100		
2	10,595	1183	1886	0,63				100		
3	12,497	1361	1886	0,72				100		
4	11,269	1246	1886	0,66				100		
5	11,623	1279	1886	0,68				100		
6	9,973	1124	1886	0,60				100		
7	15,651	1656	1886	0,88		50		50		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	11,050	1225	1886	0,65				100		
2	11,573	1274	1886	0,68				100		
3	11,871	1302	1886	0,69				100		
4	12,057	1320	1886	0,70				100		
5	10,985	1219	1886	0,65				100		
6	9,467	1077	1886	0,57				100		
7	9,847	1113	1886	0,59				100		

Substrato V₅(40MPa)

Chapisco comum

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	17,100	1792	1886	0,95				100		
2	14,906	1587	1886	0,84				100		
3	16,282	1716	1886	0,91				100		
4	17,52	1832	1886	0,97				100		
5	16,474	1734	1886	0,92				100		
6	13,506	1456	1886	0,77				100		
7	14,763	1573	1886	0,83		40		60		

Chapisco aditivado

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	13,823	1485	1886	0,79				100		
2	19,674	2033	1886	1,08				100		
3	14,928	1589	1886	0,84				100		
4	10,648	1188	1886	0,63				100		
5	15,178	1612	1886	0,85				100		
6	14,565	1555	1886	0,82				100		
7	12,325	1345	1886	0,71				100		

Chapisco com 5% de SCA

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	10,586	1182	1886	0,63				100		
2	11,883	1303	1886	0,69				100		
3	10,654	1188	1886	0,63				100		
4	11,304	1249	1886	0,66				100		
5	10,949	1216	1886	0,64				100		
6	11,931	1308	1886	0,69				100		
7	10,003	1127	1886	0,60				100		

Chapisco aditivado aplicado sobre a pasta

CP	Peso	Carga	Seção	Tensão	Forma de ruptura (%)					
	(kgf)	(N)	(mm ²)	(MPa)	a	b	c	d	e	f
1	16,114	1700	1886	0,90				100		
2	14,441	1543	1886	0,82				100		
3	16,483	1734	1886	0,92				100		
4	16,887	1772	1886	0,94				100		
5	14,24	1524	1886	0,81				100		
6	13,071	1415	1886	0,75				100		
7	11,438	1262	1886	0,67				100		

ANEXO D

ESTATÍSTICA

D.1 - VERIFICAÇÃO DA ADEQUABILIDADE DO MODELO

Antes de utilizar um modelo estatístico deve-se verificar sua adequação, através da análise dos resíduos, dada por:

$$\hat{e}_{ij} = y_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_t + \bar{y} = y_{ij} - \hat{y}_{ij}, \quad (3)$$

onde $\hat{y}_{ij} = \bar{y}_i + \bar{y}_t - \bar{y}$.

Assim, utilizando a equação (3), a validade das suposições do modelo da equação (1) ou (2), pode ser verificada por meio de gráficos dos resíduos ($\hat{e}_{ij}$) contra os valores ajustados ($\hat{y}_{ij}$) e dos escores normais. A suposição será válida se a dispersão dos resíduos nestes gráficos não revelar um padrão óbvio. Um dos problemas que ocasionalmente revelam tais gráficos é a forma de funil, onde a variância pode diminuir ou aumentar, ver figura D.1.

Geralmente, quando a variância não é constante se realiza uma transformação logarítmica dos dados, para estabilizar a variância (MARTINEZ, 2000).

Figura D.1 – Gráfico dos resíduos contra valores estimados, com variância não constante

A verificação da distribuição normal, também pode ser feita por meio de gráficos, tais como: dos escores normais e de probabilidade normal. Nestes gráficos, se considera que a suposição da normalidade é válida se os pontos de gráfico estiverem localizados aproximadamente ao longo de uma reta. No entanto, para confirmar a indicação visual da linearidade aproximada, deve ser realizado um

teste estatístico para normalidade. Os mesmos podem ser encontrados em diversos livros de estatística.

Caso o modelo estatístico seja adequado, a tabela de análise de variância pode ser utilizada, para testar se as médias dos tratamentos e blocos são iguais.

D.2 - A TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA) – PLANEJAMENTO EM BLOCOS ALEATORIZADOS

No caso do modelo estatístico aditivo ser adequado, a tabela de ANOVA, pode ser utilizada, para testar que as medias dos tratamentos são iguais, pelo seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_k = 0 \\ H_1 : \tau_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Também podemos testar que todas as médias de blocos são iguais, pelo seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0 \\ H_1 : \beta_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

A estatística do teste, com objetivo de rejeitar ou não a hipótese nula é dada pela razão F_0 , definida por:

$$F_0 = \frac{S_T^2}{S_R^2}, \quad \text{e} \quad F_0 = \frac{S_B^2}{S_R^2},$$

para tratamentos e blocos, que tem uma distribuição F com $(k-1)$; $(b-1)(k-1)$ e $(b-1);(b-1)(k-1)$ g.l., respectivamente. Desta maneira, compara-se o valor de F_0 com o valor de F tabulado, com os g.l. definidos acima e um nível de significância α^* . Os valores de S_T^2 , S_B^2 e S_R^2 são obtidos da tabela da ANOVA:

Tabela de análise da variância (ANOVA).

Fonte de variação.	SQ	g.l.	QM	F_0
Entre blocos.	$S_B = k \sum_{t=1}^b (\bar{y}_t - \bar{y})^2$	$b - 1$	$S_B^2 = \frac{S_B}{b - 1}$	$\frac{S_B^2}{S_R^2}$
Entre tratamentos.	$S_T = b \sum_{t=1}^k (\bar{y}_t - \bar{y})^2$	$k - 1$	$S_T^2 = \frac{S_T}{k - 1}$	$\frac{S_T^2}{S_R^2}$
Resíduos.	$S_R = \sum_{t=1}^k \sum_{j=1}^b \hat{e}_{tj}^2$	$(b-1)(k-1)$	$S_R^2 = \frac{S_R}{(b-1)(k-1)}$	
Total	$S = \sum_{t=1}^k \sum_{j=1}^b y_{tj}^2$	bk		

D.3 - PLANEJAMENTO COMPLETAMENTE ALEATÓRIO

Introdução.

Nos planejamentos completamente aleatórios, a distribuição dos tratamentos é assinada em forma totalmente aleatória. Estes planejamentos são simples e altamente eficientes, sempre e quando as unidades experimentais sejam bem homogêneas.

As principais vantagens:

- 1) Pode ser utilizado qualquer número de tratamentos e de réplicas.
- 2) A análise estatística é fácil.
- 3) A perda de informação devido aos dados faltantes, é de menor importância que em qualquer outro planejamento.

Objetivo: o objetivo principal dos planejamentos completamente aleatório é determinar se existe diferença entre as médias dos tratamentos.

A tabela de análise de variância (ANOVA)

Todos os cálculos relacionados com a estimação da variabilidade entre e dentro de tratamentos podem ser apresentados em forma clara e resumida, por meio da tabela de análises de variância (ANOVA), tal como se apresenta a seguir:

Tabela de análise de variância (ANOVA)

Fonte de variação.	SQ	gl	QM	F _{cal}
Entre tratamentos.	S_T	k-1	$S_T / (k-1)$	$\frac{S_T / (k-1)}{S_R / (n-k)}$
Dentro de tratamentos (Resíduos).	S_R	n-k	$S_R / (n-k)$	
Total	S_D	n-1		

Na tabela acima S_D é a soma de quadrados totais dos desvios médios da média:

$$S_D = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_{..})^2$$

Portanto, com os dados da Tabela da ANOVA, pode-se testar se as médias de tratamentos são iguais, com o seguinte teste de hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_k = 0 \\ H_1 : \tau_i \neq 0, \text{ para pelo menos uma } i \end{cases}$$

Assim, para um nível de significância de $\alpha^* = 0,05$, a hipótese deve ser rejeitada se $F_0 > F_{0,05;((k-1);(n-k))}$, isto é, a região de rejeição é $R : F_0 > F_{0,05;((k-1);(n-k))}$.

D.4 - TESTE ESTATÍSTICO DE SHAPIRO

O teste estatístico de Shapiro, utilizado para verificar se os dados seguem uma distribuição normal, tem como hipóteses:

$$\begin{cases} H_0 : \text{Os dados seguem uma distribuição normal} \\ H_1 : \text{Os dados não seguem uma distribuição normal} \end{cases}$$

é rejeitado H_0 se o p-valor do teste é menor que um nível α^* .

Para realização deste teste pode-se utilizar o MINITAB V.13, procedendo da seguinte maneira;

- 1- Escolher **Stat>Basic Statistics>Normality Test**

- 2- Em **Variables**, entrar na coluna ou colunas contendo os dados a serem testados.
- 3- Caso não deseje as opções padrão, selecione outras opções na caixa, então escolha **OK**.
- 4- Em **Reference probabilities**, entre na coluna contendo as probabilidades de referências, as quais devem ser valores entre 0 e 1.

No gráfico de probabilidade normal, o eixo vertical tem uma escala de probabilidade e o eixo horizontal uma escala dos dados, ver um exemplo a seguir:

Com os pontos da representação gráfica, uma linha é estimada pelo método dos mínimos quadrados e representada no gráfico, para referência. A forma da linha é uma estimativa da função de distribuição acumulada para a população a partir da qual os dados são representados.

Estimativas numéricas da população (média e desvio padrão) são apresentadas com o gráfico juntamente com o p -valor aproximado a ser utilizado para o teste. O p -valor (nível descritivo) é freqüentemente utilizado em testes de hipóteses para rejeitar a hipótese nula. O p -valor representa a menor probabilidade de rejeitar a hipótese nula (H_0) quando é verdadeira. Ou seja, do exemplo anterior: p -valor ($>0,10$) é maior do que o intervalo $0,01 < \alpha < 0,05$, assim, os dados seguem uma distribuição normal.

ANEXO E**MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA****E.1 - Princípios da microscopia eletrônica de varredura**

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) pode ser separado em duas partes principais:

- Um dispositivo eletrônico que fornece as chaves e botões para ajuste da intensidade da imagem no monitor de vídeo, ajuste do foco e fotografia;
- A coluna eletrônica, onde o feixe de elétrons é gerado e focado para um pequeno ponto e varrido através da amostra para gerar os sinais que controlam a intensidade local da imagem no monitor de vídeo.

No funcionamento do microscópio eletrônico de varredura os elétrons são acelerados na direção da coluna através de duas ou três lentes eletromagnéticas, por tensões que variam entre 1 a 30 kV. Estas lentes funcionam para que um feixe de elétrons bastante colimado (50 a 200 Å de diâmetro) possa atingir a superfície da amostra.

A imagem é formada pela varredura do feixe na superfície da amostra em sincronismo com o feixe de varredura dentro do tubo de raios catódicos do monitor de vídeo. As bobinas de varredura utilizadas para defletir o feixe através da amostra são, em geral, localizadas dentro das lentes objetivas.

Na figura E.1 mostra-se um esquema do funcionamento do MEV.

Figura E.1 – Como o MEV trabalha (<http://www.mse.iastate.edu>)

Os sinais emitidos encontram-se sob a forma de elétrons do tipo secundário, retroespalhados, absorvidos, transmitidos e difratados, e de fótons do tipo fotoluminescentes e raios-X, os quais são captados por detectores apropriados, amplificados e processados num sistema analisador de cada tipo de sinal. De todos os sinais supracitados, os mais comuns são os elétrons secundários e os elétrons retroespalhados.

Elétrons secundários

Esses elétrons fornecem informações topográficas, oferecendo melhor resolução espacial e visualização de detalhes da microestrutura de poros e de interstícios entre as partículas (PAULON, 1991). Portanto, os elétrons secundários são mais apropriados para o exame de amostras fraturadas, nas quais se verificam as características topográficas da amostra.

Elétrons retroespalhados

Esses elétrons permitem obter, além de informações sobre a composição química, imagens tridimensionais, com controle de tonalidades, ou seja, materiais com número atômico mais alto apresentam-se com tonalidades mais claras que aqueles com número atômico mais baixo (PAULON, 1991).

O microscópio eletrônico de varredura vem dotado de equipamentos acessórios (EDS ou WDS) que permitem análises qualitativas e semiquantitativas da composição dos elementos de áreas superficiais muito localizadas:

Espectrômetro de dispersão de comprimento de onda (WDS)

É aquele no qual cristais analisadores e difração são empregados para a discriminação do raios-X, segundo o comprimento de onda da radiação (SILVA, 2000).

Espectrômetro de dispersão de energia (EDS)

É aquele com discriminação de todo o espectro de energia através de um detector de estado sólido de Si (Li) ou Ge (SILVA, 2000).

Além de informações sobre a composição química em um ponto, essas técnicas permitem análises segundo uma dada direção da amostra ou a geração de imagens de raios-X de múltiplos elementos ("dot mapping" - imagens de ponto), bem como o mapeamento quantitativo (SILVA, 2000).

E.2 - Considerações sobre a preparação de amostras a base de cimento

A microscopia tem um papel importante na análise de materiais cimentícios. As técnicas de microscopia permitem a investigação de detalhes microestruturais com excelente definição (<http://ciks.cbt.nist.gov/~garbocz>).

Comparando as imagens mostradas na figura E.2 e E.3, as quais tratam do mesmo concreto, constata-se que a imagem mostrada na figura E.3, apresenta uma superfície ótima para observação ao MEV. Neste caso a superfície foi impregnada com resina e polida.

Figura E.2 - Imagens apresentando pouco contraste entre as fases, obtidas a partir de observações ao MEV com elétrons retroespalhados (STUTZMAN & CLIFTON, 1999).
 Figura E.3 - Amostra impregnada com resina e polida mostrando uma superfície ótima para observação ao MEV (STUTZMAN & CLIFTON, 1999).

Na figura E.3 pode-se distinguir as fases pelo nível de cinza. Os grãos residuais do cimento apresentam-se brilhantes e os espaços vazios no interior da pasta e agregados são identificados pela cor preta. Também é possível observar a zona interfacial da pasta/agregado. Os grãos residuais do cimento são os aspectos mais brilhantes seguidos pelo hidróxido de cálcio, o C-S-H, e finalmente os poros pretos (STUTZMAN & CLIFTON, 1999).

O sucesso das investigações ao microscópio, em parte, é influenciado pelo tipo e pela qualidade da preparação da amostra (GARBOCZI, 1993). Os métodos impróprios da preparação podem obscurecer características e criar artefatos que podem ser mal interpretados (STUTZMAN & CLIFTON, 1999).

ANEXO F

FORMAÇÃO DA CAMADA DE CÁLCIO NA INTERFACE CHAPISCO/ARGAMASSA

Com a finalidade de confirmar a formação da camada de cálcio na interface chapisco/argamassa foram realizados ensaios acessórios, através da técnica de microscopia eletrônica de varredura, associada à espectrografia por dispersão de energia (EDS). Inicialmente foi realizada uma perfilagem química ("X-ray linescan") segundo a direção perpendicular à interface, conforme Figura F.1. Através dessa análise possível identificar os elementos químicos presentes em maior concentração nas regiões analisadas (Figura F.2).

Em seguida foi realizada uma análise química elementar em vários pontos ao longo da interface (Figura F.3), cujos resultados estão apresentados na Tabela F.1 e Figura F.4. A partir dos resultados se observa a presença de uma camada rica em cálcio na interface.

Figura F.1 - Área analisada (indicada pela seta)

Figura F.2 – Perfilagem química, mostrando a região da interface analisada (indicada pela seta na figura F.2a e pela linha vertical nas demais figuras). Na Figura F.2f observa-se alta concentração de cálcio na interface.

Tabela F.1 – Elementos químicos presentes na interface e relações Ca/Si e Al/Ca

Ponto	Ca(%)	Si(%)	Al(%)	Ca/Si	Al/Ca
1	92,73	7,27	-	12,8	-
2	78,61	18,87	2,52	4,2	0,03
3	88,31	10,72	0,97	8,2	0,01
4	89,64	9,27	1,09	9,7	0,01
5	89,73	9,16	1,1	9,8	0,01

Figura F.3 – Área analisada por EDS

Figura F.4 – Resultados da análise química

REFERÊNCIAS

AÏTCIN, P.C. (2000). *Concreto de alto desempenho*. Tradução de Geraldo G.Serra. São Paulo:PINI.

ANDEREGG, F.O.(1942). The Effect of brick absorption characteristics upon mortar properties. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1942. *Proceedings...* v.42, p.821-836.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (1983). *NBR 7810*: Agregado em estado compactado seco – determinação da massa unitária. Rio de Janeiro.

_____. (1984). *NBR 5738*: Moldagem e Cura de Corpos-de-Prova de Concreto Cilíndricos ou Prismáticos. Rio de Janeiro.

_____. (1987a). *NBR 7217*: Agregados – determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro.

_____. (1987b). *NBR 9833*: Concreto fresco - determinação da massa específica e do teor de ar pelo método gravimétrico: Método de ensaio. Rio de Janeiro

_____. (1992). *NBR 7223*: Concreto - determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone: Método de ensaio. Rio de Janeiro.

_____. (1994). *NBR 7222*: Argamassa e concreto - determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de janeiro.

_____. (1995). *NBBR 13528*: Revestimentos de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - determinação da resistência de aderência à tração. Rio de Janeiro.

_____. (1995a). *NBR 13276*: Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos - determinação do teor de água para obtenção do índice de consistência-padrão. Rio de janeiro.

_____. (1995b). *NBR 13277*: Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos - determinação da retenção de água. Rio de Janeiro.

_____. (1995c). *NBR 13279*: Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos - determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro.

_____. (1996). *NBR 13749: Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas- especificação*. Rio de Janeiro.

BASTOS, E. (1982). Cálculo analítico de composições de concretos. In: IBRACON – Colóquio regional, 1982, Salvador.

BENTUR, A.; COHEN, M.D. (1987). Effect of condensed silica fume on the microstructure of the interfacial zone in Portland Cement Mortars. *Journal of American Ceramic Society*, Easton, v.70, n.10, p.738-743.

BENTZ, D.P.; GARBOCZI, E.J. (1992). Modeling the leaching of calcium hydroxide from cement paste: effects on pore space percolation and diffusivity. *Materials and Structures*, v.25, p.523-33, 1992.

BIJEN, J.; SELST, R. (1993). Cement equivalence factors for fly ash. *Cement Concrete Research*, Elmsford, v.23, n.5, p.1029-1039, Sept.

BORTOLUZZO, C.W. (2000). *Contribuição ao estudo do comportamento mecânico dos revestimentos de argamassa*. 238p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

BOX, G.E.P.; HUNTER, W.G.; HUNTER, J.S. (1978). *Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis, and model building*. New York: John Wiley.

BROUGH, A.R.; ATKINSON, A..(2000). Automated identification of the aggregate-paste interfacial transition zone in mortar of silica sand with Portland or alkali-activated slag cement paste. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.30, n.6., p.849-854, June.

CANDIA, M.C. (1998). *Contribuição ao estudo das técnicas de preparo da base no desempenho dos revestimentos de argamassa*. 198p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.

CAO, Y.; DETWILER, R.J. (1995). Backscattered electron imaging of cement pastes cured at elevated temperatures. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.25, n.3, p.627-638, Apr.

CARASEK, H. (1996). *Aderência de argamassas à base de cimento portland a substratos porosos-avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação*. 285p. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996.

CARASEK, H. (1990). Estudo experimental em alvenaria estrutural: resistência à compressão e resistência de aderência. 102p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio grande do Sul, Porto Alegre, 1990.

CARASEK, H.; CASCUDO, O.; SCARTEZINI, L.M. (2001). Importância dos materiais na aderência dos revestimentos de argamassa. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 4., 2001, Brasília. *Anais...* Brasília: PECC/ANTAC. p.43-67.

CARASEK, H.; SELMO, S.M.S. (1993). O Método de ensaio de determinação da resistência de aderência à tração de revestimentos de argamassa – a normalização pela ABNT. In: ENTAC - AVANÇOS EM TECNOLOGIA E GESTÃO DA PRODUÇÃO DAS EDIFICAÇÕES, 1993, São Paulo. *Anais...* São Paulo. v.1, p.261-270.

CHASE, G.W. (1984). Investigation of interface between brick and mortar. *TMS journal*, v.3, n.2, p.t1-t9, July/Dec.

COPELAND, R.E.; SAXER, E.L. (1964). Tests of structural bond of masonry mortars to concrete block. *Journal of the American Concrete Institute*, Detroit, v.61, p.1411-1452, Nov.

COSTENARO, F.L. (2003). *Desenvolvimento de concreto de alto desempenho com adições de sílica e cinza da casca do arroz*. 165p. Dissertação (Mestrado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

DAL MOLIN, D.C. C. (1995). *Contribuição ao estudo das propriedades mecânicas dos concretos de alta resistência com e sem adições de microssílica*. 286p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

DETWILLER, R.J.; MEHTA, P.K. (1989). Chemical and physical effects of silica fume on the mechanical behavior of concrete. *ACI Materials Journal*, Detroit, v.86, n.6, p.609-614, Nov./Dec.

DÉTRICHÉ, C.H.; GALLIAS, J.L.; GRANDET, J.; MASO, J.C. (1985). Influence des paramètres de mise en ouvre et de composition sur le comportement des mortiers d'enduit. *Matériaux et Constructions*, v.18, n.105, p.193-200.

DIAMOND, S. (1976). Cement paste microstructure - an overview at several levels. In: HYDRAULIC CEMENT PASTES: THEIR STRUCTURE AND PROPERTIES, 1976, Conference University of Sheffield.

FAGURY, S.C. (2002). *Concretos e pastas de elevado desempenho: contribuição aos estudos dos reparos estruturais e ligações entre concreto novo e velho, com tratamento da zona de interface*. 143p. Dissertação (Mestrado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

FELDMAN, R. F.; CHENG-YI, H. (1985). Properties of Portland cement silica fume pastes I. Porosity and surface properties. *Cement Concrete research*, Elmsford, v.15, n.5, p. 765-774.

FERNANDES PARIS, J.M. (1973). *La carbonatación de la pasta hidratada de cemento portland interpretación físico-química*. Madrid: Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento.

GALLEGOS, H. (1995). Adhesión entre mortero y las unidades de albañilería. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 1995, Goiânia. *Anais...* Goiânia, UFG/ANTAC. p.117-133.

GARBOCZI, E.J. (1993). Computational materials science of cement-based materials. *Materials and Structures*, n.26, p.191-195.

GOLDMAN, A.; BENTUR, A. (1989). Bond effects in high-strength silica fume concretes. *ACI Materials Journal*, Detroit, v.86, n.5, p.440-447, Sept./Oct.

GONÇALVES, J.P. et al. (2003). Penetração de água em argamassas de argila calcinada - cimento portland. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 5., 2003, São Paulo. *Anais...* São Paulo: EPUSP-PCC/ANTAC. p.399-410.

GOODWIN, J.F.; WEST, H.W. (1982). *A Review of literature on brick/mortar bond*. In: THE BRITISH CERAMIC RESEARCH ASSOCIATION, 1982. *Proceedings...* v.30, n.23, p.23-37.

GOVINDA RAO, V.M.H. (1980). Utilization of rice husk – a preliminary analysis. *Journal Sci. Ind. Res.*, v.39, p.495-515.

GRANDET, J. (1973). Physico-chemical mechanisms of the bond between baked clay and cement. In: INTERNATIONAL BRICK MASONRY CONFERENCE, 3., 1973. *Proceedings...* Germany: Essen. p. 217-221.

GUJARATI, D. N. (1992). *Essentials of econometrics*. New York: McGraw-Hill.

HAN, K.M; KISHITANI, K. (1984). A Study on the bond strength of brick masonry mortars. *Journal of the Faculty of Engineering*, Tokyo, v.37, n.4, p.757-798, Sept.

HELENE, P.; TERZIAN, P. (1982). *Manual de dosagem e controle do concreto*. São Paulo: PINI.

HOUSTON, D.F. (1972). *Rice hulls. rice chemistry and technology*. St.Paul: American Association of Cereal Chemists.

How does SEM work? (2002). Disponível em:< <http://www.mse.iastate.edu>>. Acesso em: 2002.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. (2003). Disponível em:< <http://www.ibge.com.br>>. Acesso em: mar. 2003

IOPPI, P.R.; PRUDÊNCIO, L.R.; IRIYAMA, W.J. (1995). Estudo da absorção inicial de substratos de concreto: metodologias de ensaio e influência na aderência das argamassas de revestimento. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 1995, Goiânia. *Anais...* Goiânia: UFG/ANTAC. p.93-102.

JUNG, E. (1988). The Binding between mortar and brick. In: INTERNATIONAL BRICK AND BLOCK MASONRY CONFERENCE, 8., 1988, Duplin. *Proceedings...* Duplin: Elsevier Applied Science. v.1, p.182-193.

KAMPF, L. (1963). Factors affecting bond of mortar to brick. In: SYMPOSIUM ON MASONRY TESTING, 1963. American Society for Testing and Materials, ASTM STP 320, p.127-142.

KHALIL, K. A. (1996). Pore structure and surface area of hardened cement pastes containing silica fume. *Materials Letters*, v. 26, p. 259-264.

KIHARA, Y.(1986). Microsilica: uma nova pozolana artificial. *Cerâmica*, São Paulo, v.32, n.200, p.211-214, set.

KIHARA, Y.; SHUKUZAWA, J.K. (1982). Contribuição ao estudo de pozolanas no Brasil. *Cerâmica*, São Paulo, v.28, n.145, p.15-23.

KIM, J.H.; ROBERTSON, R.E.; NAAMAN, A.E. (1999). Structure and properties of poly (vinyl alcohol) – modified mortar and concrete. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.29, n.3, p.407-415, Mar.

LAMANA, A. et al. (1970). Adherencia entre mortero y bloques de hormigón: influencia de diferentes variables. *Revista del IDIEM*, v.9, n.2, p.79-102, Sept.

LANGE, D. A .; DEFORD, H.D.; ALMED, A. (1996). Microstructure and mechanisms of bond in masonry. In: NORTH AMERICAN MASONRY CONFERENCE, 7., 1996, Indiana. *Proceedings...* University of Notre Dame, South Bend, Indiana, EUA. p.167-174.

LANGE, D.A.; DEFORD, H.D.; WERNER, A.M. (1999). Microstructural investigation of mortar/unit interaction. *Journal of the Masonry Society*, v.17, p.31-42.

LARBI, J.A.; BIJEN, J.M. (1990). Orientation of calcium hydroxide at cement paste-aggregate interface in mortars in the presence of silica fume: a contribution. *Cement Concrete Research*, Elmsford, v.20, n.3, p.461-470, May.

LAWRENCE, S.J.; CAO, H.T. (1988). Microstructure of the interface between brick and mortar. In: INTERNATIONAL BRICK/BLOCK MASONRY CONFERENCE, 8., 1988, Dublin. *Proceeding...* Dublin: Elsevier Applied Science. v.1, p.194-204.

_____. (1987). An Experimental study of the interface brick and mortar. In: NORTH AMERICAN MASONRY CONFERENCE, 4., 1987, Los Angeles. *Proceedings...* Los Angeles. p. 1-14.

LENZI, E.J; ROCHA, J.C. (2001). A Influência da substituição de cimento e areia por cinza leve e cinza pesada no desempenho de argamassas. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 4., 2001, Brasília. *Anais...* Brasília: PECC/ANTAC. p.195-212.

LIBORIO, J.B.L. et al. (1998). Sílica da casca de arroz em concreto de alto desempenho. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 42./ IBERO-AMERICANO DE CERÁMICA, VIDRIOS Y REFRACTARIOS, 4., 1998, Poços de Caldas. *Anais...* Poços de Caldas.

MARGON, P.V.; ROCHA, J.C. (2003). Argamassas dosadas com cinzas de carvão de termelétrica. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 5., 2003, São Paulo. *Anais...* São Paulo: EPUSP-PCC/ANTAC. p.337-349.

- MARTÍNEZ, M.E. (2001). *Desenvolvimento de um modelo estatístico para aplicação no estudo de fadiga em emendas dentadas de madeira*. 108p. Tese (Doutorado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2001.
- MASO, J.C. (1980). The Bond between aggregates and hydrated cement paste. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON THE CHEMISTRY OF CEMENT, 7., 1980, Paris. *Proceedings...* Paris. v.1, p.VII-1/3
- MCGINLEY, W.M. (1990). IRA and the flexural bond strength of clay brick masonry. *Masonry components to assemblages*. Philadelphia: ASTM. p.217-234. (ASTM STP 1063).
- MEHTA, K.; MONTEIRO, J.M. (1994). *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: PINI.
- MELO, A.B. (2000). *Influência da cura térmica (vapor) sob pressão atmosférica no desenvolvimento da microestrutura dos concretos de cimento Portland*. 245p. Tese (Doutorado) – Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.
- Microstructure of mortar and concrete (2002). Disponível em:< <http://ciks.cbt.nist.gov/~garbocz>>. Acesso em: 2002.
- MONTGOMERY, D.C. (1991). *Diseño y análisis de experimentos*. México: Panamericana.
- MYERS, R.H.; MONTGOMERY, D.C. (1995). *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. New York: John Wiley.
- ODA, G.A. (2003). *Estudo da atividade pozolânica da sílica da casca de arroz em matrizes de cimento Portland*. 115p. Dissertação (Mestrado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.
- PAGE, A.W.; LAWRENCE, S.J. (1998). An Integrated study of masonry bond strength. In: AUSTRALASIAN MASONRY CONFERENCE, 5., 1998. *Proceedings...* Australia. p.309-317.

PAREEK, S.N.; OHAMA, Y.; DEMURA, K. (1995). Evaluation methods for adhesion test results of bonded mortars to concrete substrate by square optimization method. *ACI Materials Journal*, Detroit, v.92, n.4, p.355-360, July/Aug.

PAULON, V.A. (1991). *Estudos da microestrutura da zona de transição entre a pasta de cimento e o agregado*. 190p. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1991.

PAYÁ, J. et al. (2001). Determination of amorphous silica in rice husk ash by a rapid analytical method. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.31, n.2, p.227-231, Feb.

PEREIRA, P.C. et al. (1999). Teor de cimento ou a/c: quem exerce maior influência na resistência de aderência? In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 3., 1999, Vitória. *Anais...* Vitória: PPGE/C/ANTAC. v.2, p.489-502.

REDA, M.M.; SHRIVE, N.G. (2000). Enhancing masonry bond using fly ash. *Masonry International Journal of the British Masonry Society*, v.14.,n.1, p.9-17.

_____. (2001). The Use of pozzolans to improve bond and bond strength. In: CANADIAN MASONRY SYMPOSIUM, 9. Disponível em: <<http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/fulltext/mortar/paper3.pdf>>. Acesso em: Jan. 2002.

RÉUNION INTERNATIONALE DES LABORATOIRES D'ESSAIS ET MATÉRIAUX. (1982). RILEM Recommendations MR1-21: *testings methods of mortars and renderings*, Paris, RILEM, 1982.

RIBAR, J.W.; DUBOVOY, V.S. (1988). *Investigation of masonry bond and surface profile of brick*. Philadelphia: ASTM. (ASTM – STP 992).

ROMAN, H.R.; GLEIZE, P.J.P.; MÜLLER, A. (2003). Microstructural investigation of a silica fume–cement–lime mortar. *Cement & Concrete Composites*, Essex, v.25, n.2, p.171-175, Feb.

SARKAR, S.; AİTCIN, P.C. (1987). Dissolution rate of silica fume in very high strength concrete. *Cement and Concrete Research*, Essex, v.17, n.4, p.591-601.

SARKAR, S.; AİTCIN, P.C.; DJELLOUILI, H. (1990). Synergistic roles of slag and silica fume in very high-strength concrete. *Cement, Concrete and Aggregates*, Philadelphia, v.12, n.1, p.800-808.

SARKAR, S.L.; CHANDRA, S.; BERNTSSON, L. (1992). Interdependence of microstructure and strength of structural lightweight aggregate concrete. *Cement and Concrete Composites*, Essex, v.14, n.4, p.239-48.

SCHULER, A.; DAL MOLIN, D.C.C. (1993). Argamassas com adição de microssílica: estudo de suas propriedades como material para reforço e recuperação de estruturas de concreto armado. In: ENTAC - AVANÇOS EM TECNOLOGIA E GESTÃO DA PRODUÇÃO DAS EDIFICAÇÕES, 1993, São Paulo. *Anais...* São Paulo. v.1, p.107-116.

SCRIVENER, K.L.; BENTUR, A.; PRATT, P.L. (1988). Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes. *Advances in Cement Research*, v.1, n.4, p.230-237.

SCRIVENER, K.L.; PRATT, P.L. (1984). Backscattered electron images of polished cement section in the scanning electron microscope. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CEMENT MICROSCOPY, 6., 1984, Albuquerque. *Proceedings...* Albuquerque. p.145-155.

SELMO, S.M.S. (1989). *Dosagem de argamassas de cimento portland e cal para revestimento externo de fachada dos edifícios*. 206p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989.

SHAPIRO, S.S.; FRANCA, R.S. (1972). An Approximate analysis of variance test for normality. *Journal of the American Statistical Association*, Boston, v.67, p.215.

SHI, C.; XIE, P. (1998). Interface between cement paste and quartz sand in alkali-activated slag mortars. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.28, n.6, p.887-896, June.

SILVA, I.J. (2000). *Contribuição ao estudo dos concretos de elevado desempenho: propriedades mecânicas, durabilidade e microestrutura*. 279p. Tese (Doutorado) – Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

SILVA, V.S. (1988). *Argamassas de revestimento com o emprego de materiais pozolânicos*. tecnologia do ambiente construído. 170p. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1988.

SILVA, V.S.; LIBORIO, J.B.L. (1988). A Adição de escórias de alto-forno às argamassas mistas para revestimento. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 4., 2001, Brasília. *Anais...* Brasília: PECC/ANTAC. p.213-224.

STALEY, H.R. (1940). *A Petrography study of the bond between bricks and mortar*. Transactions of the British Ceramic Society. v.39, p.85-100.

STUTZMAN, P.E.; CLIFTON, J.R. (1999). Specimen preparation for scanning electron microscopy. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CEMENT MICROSCOPY, 21., 1999, Las Vegas. *Proceedings...* Las Vegas: [s.n]. p.10-22.

SUGO, H.O.; PAGE, A.W.; LAWRENCE, S.J. (2001). The Development of mortar/unit bond. In: CANADIAN MASONRY SYMPOSIUM, 9. Disponível em: <<http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/fulltext/mortar/>>. Acesso em: Jan. 2002

TARALLO JUNIOR, J. et al. (1994). Reparo em concreto, utilizando argamassas com microssilica. In: REIBRAC, 36., 1994, Porto Alegre. *Anais...* Porto Alegre: Editora. v.1, p.185-198.

TAYLOR, H.F.W.; NEWBURY, D.E. (1984). An Electron microprobe study of a mature cement paste. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.14, n.4, p.565-73, July.

TAYLOR, H. F. W. *Cement Chemistry*. Academic Press Ltd, London, 1992.

VALDEHITA ROSELO, M.T. (1976). *Morteros de cemento para albañilería*. Madrid: Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento. (Monografías, 337).

VEIGA, F.N.; GONÇALVES, I.N.; ANDRADE, N.P.H. (1997). Microscopia eletrônica de varredura de géis provenientes de usinas hidrelétricas. In: SIMPÓSIO SOBRE REATIVIDADE ÁLCALI-AGREGADO EM ESTRUTURAS DE CONCRETO, 1997, Goiânia. *Anais...* São Paulo: CIGB/ICOLD.

VOSS, W.C. (1933). Permeability of brick masonry walls: a hypothesis. In: American Society for Testing Materials, 1933. *Proceedings...* Philadelphia: ASTM. v.33, pt.2, p.670-691.

WASSERMAN, R.; BENTUR, A. (1996). Interfacial interactions in lightweight aggregate concretes and their influence on the concrete strength. *Cement and Concrete Composites*, Essex, v.18, n.1, p.67-76.

ZAMPIERI, V.A. (1989) *Mineralogia e mecanismos de ativação e reação das pozolanas de argilas calcinadas*. 181p. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989.

YALÇIN, N.; SEVINÇ, V. (2001). Studies on silica obtained from rice husk. *Ceramics International*, v. 27, p. 219-224.

BIBLIOGRAFIA COMPLEMENTAR^m

ALMEIDA, I. R. (1996). Superplastificantes, microsilica e durabilidade dos concretos. *Téchne*, n.24, p.30-33, set./out.

ALVES, R.R.; HELENE, P. (1996). Aditivos superplastificantes. *Revista Ibracon*, São Paulo, n.13, p.31-37.

AMARAL FILHO, E.M. (1992). Concreto de alta resistência - 1ª parte. *Revista Ibracon*, São Paulo, n.4, p.40-49.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (1982a). *NBR 7200*: Revestimento de paredes e tetos com argamassas – materiais, preparo, aplicação e manutenção. Rio de Janeiro.

_____. (1982b). *NBR 7251*: Agregado em estado solto - determinação da massa unitária. Rio de Janeiro.

_____. (1982b). *NBR 7219*: Determinação do teor de materiais pulverulentos nos agregados. Rio de Janeiro.

_____. (1987). *NBR 9776*: Agregados – determinação da massa específica de agregados miúdos por meio do frasco Chapman. Rio de Janeiro.

BOLORINO, H.; CINCOTTO, M.A. (1997). Influência do tipo de cimento nas argamassas. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 2., 1997, Salvador. *Anais...* Salvador: CETA/ANTAC.

CARVALHO JR, A.N.; SILVA, A.P.; FRANÇA, E.P. (1995). Estudo comparativo entre argamassas de cimento e argamassas mistas de cimento e cal para uso em emboço. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 1995, Goiânia. *Anais...* Goiânia: UFG/ANTAC. p.261-270.

CINCOTTO, M.A. (1983). Patologia das argamassas de revestimento: análise e recomendações. *Construção*, São Paulo, n.1839, p.15-20, maio.

CINCOTTO, M.A.; SILVA, M.A.C.; CASCUDO, H.C. (1995). Argamassas de revestimento: *características, propriedades e métodos de ensaios*. São Paulo: IPT.

^m Bibliografia consultada, mas não citada no texto.

CINCOTTO, M.A.; UEMOTO, K.L. (1986). Patologia das argamassas de revestimento – aspectos químicos. In: SIMPÓSIO NACIONAL DE TECNOLOGIA DA CONTRUÇÃO: PATOLOGIA DAS EDIFICAÇÕES, 3., 1986, São Paulo. *Anais...* São Paulo: EPUSP. p.77-84.

COUTINHO, A.S. (1988). Fabrico e propriedades do betão. Laboratório Nacional de Engenharia Civil. Lisboa.

DAL MOLIN, D.C.C.; KULAKOWSKI, M.P.; SCHULER, A. (1993). Durabilidade de reparos e reforços executados com argamassas com adição de microssilica. In: SEMINÁRIO SOBRE QUALIDADE E DURABILIDADE DAS ESTRUTURAS DE CONCRETO, 1993, Porto Alegre. *Anais...* Porto Alegre: CPGEC-NORIE-UFRGS. p.114-125.

GOLDSTEIN, J. I, et al. (1992). Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists and geologists. Editora McGraw-Hill Book, New York.

HALL, C.E. (1953). Introduction to electron microscopy. São Paulo: McGraw-Hill Book.

HARIMA, E. (1997). *Estabilização da fase β e obtenção da fase α da cristobalita a partir do resíduo da casca de arroz queimada*. 84p. Dissertação (Mestrado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1997.

JAWED, I.; SKALNY, J.; YOUNG, J.F. (1983). Hydration of portland cement. *Structure and performance of cements*. London: Barbes, P. Applied Science Publishers.

MACIEL, L.L. (1997). *O projeto e a tecnologia construtiva na produção dos revestimentos de argamassas de fachada*. 2v. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.

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

MASON, R.L.; GUNST, R.F.; HESS, J.L. (1989). Statistical design and analysis of experimenters, with applications to engineering and science. New York: John Wiley e Sons, Inc.

MONTEIRO, P.J.M. (1993). *Caracterização da microestrutura do concreto: fases e interfaces; aspectos de durabilidade e de microfissuração*. 138p. Tese (Livre Docência) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.

NEVILLE, A.M. (1997). *Propriedades do concreto*. Tradução de Salvador Eugênio Giammusso. São Paulo: PINI.

ROJAS, M. I. S.; FRIAS, M.; RIVERA, J. (1999). Influence of the microsilica state on pozzolanic reaction rate. *Cement and Concrete Research*, Elmsford, v.29, n.6, p.945-949, June.

ROJAS, M.I.S.; FRIAS, M. (1996). The Pozzolanic activity of different materials, its influence on the hydration heat in mortars. *Cement and Concrete Research*, v. 26, n. 2, p. 203-213, 1996.

ROSSIGNOLO, J.A. (2003). *Concreto leve de alto desempenho modificado com SB para pré-fabricados esbeltos – dosagem, produção, propriedades e microestrutura*. 211p. Tese (Doutorado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SILVA, V.M. (2002). *Contribuição ao estudo da carbonatação em concretos e argamassas executados com e sem adição de sílica ativa*. 170p. Dissertação (Mestrado) - Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais – EESC-IFSC-IQSC, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

TRISTÃO, F.A.; ROMAN, H.R. (1995). Influência da composição granulométrica da areia nas propriedades mecânicas das argamassas de revestimento das edificações. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 1995, Goiânia. *Anais...* Goiânia: UFG/ANTAC. p.226-235.

WHAT is SF cement? What does it do to cement? Applications. (1999). Disponível em: <<http://www.sfcement.com>>. Acesso em: 13 Oct.1999.