

GABRIEL CARPINELLI PEROZZI BRASILEIRO

**Avaliação do comportamento reológico de argamassas através de reometria rotacional:** variação dos tipos de geometria e protocolos de ensaio

São Paulo

2023

GABRIEL CARPINELLI PEROZZI BRASILEIRO

**Avaliação do comportamento reológico de argamassas através de reometria rotacional: variação dos tipos de geometria e protocolos de ensaio**

**Versão Corrigida**

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

Área de concentração: Engenharia de Construção Civil e Urbana

Orientador: Prof. Dr. Rafael Giuliano Pileggi

São Paulo

2023

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

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

São Paulo, 30 de Janeiro de 2024

Assinatura do autor: Gabriel C. P. Brasileiro

Assinatura do orientador: Rafael J. P. Legg

#### Catálogo-na-publicação

Brasileiro, Gabriel Carpinelli Perozzi

Avaliação do comportamento reológico de argamassas através de reometria rotacional: variação dos tipos de geometria e protocolos de ensaio / G. C. P. Brasileiro -- versão corr. -- São Paulo, 2023.  
104 p.

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

1.Reologia 2.Reometria 3.Argamassa 4.Vane 5.Cilindro concêntrico  
I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Construção Civil II.t.

*“Você nunca teve um amigo assim”*

*Gênio da lâmpada*

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de começar agradecendo meus pais Newton e Patrícia, por todo o aprendizado transmitido até aqui e todo apoio e suporte durante o período de realização dessa pesquisa. Agradeço também minha irmã Lorena, por sempre estar ao meu lado me apoiando.

Ao meu orientador, Professor Rafael Pileggi, por ter aceitado e acreditado em um estranho (Engenheiro Mecatrônico) para realização deste trabalho. Além disso, por todo o suporte, orientação, sugestões e conversas, tenham sido elas relacionadas à pesquisa ou ao dia a dia.

Ao meu coorientador, Fábio Alonso, por todo o apoio fornecido ao longo da pesquisa, além da paciência, quando por acaso não cumpria algum prazo estabelecido.

Aos professores, pesquisadores, técnicos e inúmeros colegas de sala, laboratório e pesquisa que tive a oportunidade de conhecer ao longo desses anos, pelas conversas, amizade, ajuda e tudo mais que pudermos compartilhar. Um agradecimento especial ao Victor, Danilo, Yuri, Matheus, Jordão, Amanda e Luisa que, além de colegas, se tornaram grandes amigos ao longo de todo esse processo.

À Wandrea, por sempre ser tão solícita e ágil me ajudando na solução de problemas e infinitas burocracias enfrentadas.

À CAPES, por fornecer o insuficiente, porém, extremamente necessário suporte financeiro para a realização dessa pesquisa.

Ao Excelentíssimo Presidente Lula, por, após 10 anos, fornecer o reajuste dos valores das bolsas de pesquisa.

## RESUMO

Atualmente existem diversos tipos de argamassas com características reológicas específicas, classificadas de acordo com suas finalidades na construção civil, como por exemplo as de revestimento, assentamento, colante, auto nivelante, projeção e, mais recentemente, impressão 3D. De acordo com o tipo de processamento utilizado para a argamassa, as etapas realizadas (mistura, transporte, bombeamento) e a apropriada trabalhabilidade exigida em cada tipo de aplicação, faz-se necessário o adequado controle das propriedades reológicas, obtidas a partir de diferentes métodos de ensaio. Geometrias de diversos formatos são comumente utilizadas em reômetros através do ensaio de reometria rotacional para a avaliação do comportamento reológico destes materiais, tendo cada uma melhor correlação com um tipo de material ou característica reológica, não existindo uma que abranja ambos os casos ou diversos tipos de materiais. Na reometria rotacional, são realizados, ainda, diferentes protocolos de ensaios, os quais podem variar de geometria para geometria, buscando-se evitar problemas específicos na medição de parâmetros reológicos decorrentes da relação entre os materiais avaliados, a geometria e o recipiente de ensaio. Neste contexto, o objetivo desta pesquisa foi a avaliação de diferentes protocolos e geometrias de ensaio em dois reômetros rotacionais a fim de promover uma melhor caracterização reológica de argamassas, buscando-se realizar, também, a comparação dos resultados entre os equipamentos, promovendo, assim, maior robustez aos dados. Foram avaliadas alterações no estado fresco e no comportamento reológico através de reometria rotacional, em silicoes industriais e argamassas de diferentes aplicações, visando abranger diferentes características reológicas.

**Palavras-chave:** Argamassa, reometria rotacional, argamassas, comportamento reológico

## ABSTRACT

Currently, there are several types of mortars with specific rheological characteristics, classified according to their purposes in civil construction. Examples of these include coating, rendering, adhesive, self-leveling, projection, and more recently, 3D printing mortars. Depending on the processing method used for the mortar, the steps involved (mixing, transportation, pumping), and the required workability for each application, it is necessary to adequately control the rheological properties obtained through different testing methods. Various geometries are commonly used in rheometers for rotational rheometry tests to evaluate the rheological behavior of these materials, with each geometry having a better correlation with a specific material or rheological characteristic. There is no single geometry that covers all cases or various types of materials. In rotational rheometry, different testing protocols are performed, which can vary from one geometry to another, aiming to avoid specific issues in measuring rheological parameters resulting from the interaction between the evaluated materials, the geometry, and the test container. In this context, the objective of this research project is to evaluate different testing protocols and geometries on two rotational rheometers to better characterize the rheological properties of mortars. Additionally, a comparison of results between the equipment will be conducted to provide greater robustness to the data. Changes in the fresh state and rheological behavior will be evaluated through rotational rheometry on industrial silicones and mortars with different applications, aiming to encompass various rheological characteristics.

**Palavras-chave:** Mortar, rotational rheometry, mortars, rheological behavior

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Comportamentos reológicos. Fonte (OLIVEIRA <i>et al.</i> , 2000).....	21
Figura 2 – Parâmetros reológicos e resultados de reometria rotacional de argamassas de diferentes aplicações. Fonte: Adaptado de (REGO; CARDOSO; PILEGGI, 2021). .....	25
Figura 3 - Exemplos de ensaios de ciclo de cisalhamento com período inicial de homogeneização(a) e pré cisalhamento (b). Adaptado de (SOUALHI <i>et al.</i> , 2016; WALLEVIK, 2009) .....	27
Figura 4 - Forma de medição do torque em reômetro: a - Couette, b – Searle. Fonte: (MACOSKO, 1994; SAKANO, 2016; SCHRAMM, 2006). .....	28
Figura 5 - Geometrias utilizadas em reômetros: Cone-placa, cilindros concêntricos e placa-placa. Fonte: Elaborador pelo autor.....	29
Figura 6 – Reômetros para caracterização para caracterização reológica de argamassas e/ou concretos. Fotos dos reômetros: (a) Contec BML Viscometer (b) Cemagref - IMF (c) IBB rheometer (d) ICAR portable rheometer (e) Pheso – Calmetrix (f) RheoCAD (g) Two-point rheometer (h) <i>Schleibinger Testing Systems</i> – Viskomat (i) Haake Mars 60. Fonte:(“Calmetrix Pheso Rheometer”, 2020; “RheoCAD Rheometer”, 2020; “Viskomat Rheometer”, 2020; FERRARIS <i>et al.</i> , 2001; KOEHLER; FOWLER, 2004) .....	30
Figura 7 – Sistema de funcionamento de um equipamento servoacionado. Fonte: Adaptado de (SAKANO, 2016) .....	31
Figura 8 Curva de torque x rotação convencional de um motor. Fonte: Adaptado de (ELLIS, 2004) .....	32
Figura 9 - Curva característica do servomotor SWA 56 7,0-30. Fonte (SAKANO, 2016) ..	33



Figura 10 – Exemplo de geometrias e acessórios de ensaio. <i>Fishbone</i> (a), Vane de 6 aletas (b), Attritors (c), cilindro concêntrico (d), raspador lateral com a utilização da geometria <i>Fishbone</i> (e), ranhura/grade lateral com a geometria Vane (f) Fonte: Autor, (SAKANO, 2016; “Viskomat Rheometer”, 2020).....	35
Figura 11 - Relações geométricas a serem consideradas para utilização da geometria Vane .....	37
Figura 12 – Dimensões de interesse das geometrias. A- geometria cilindros concêntricos, b – geometria Vane. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	39
Figura 13 – Resultado de tensão de escoamento de um concreto obtido a partir de reometria rotacional em diferentes reômetros. Fonte: (FERRARIS <i>et al.</i> , 2001).....	42
Figura 14 - Procedimento experimental do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento. Variável controlada (a), exemplo de resultado com parâmetros reológicos obtidos (b). Fonte: Adaptado de (VALENCIA, 2017). ....	43
Figura 15 - Procedimento experimental do ensaio de taxa de cisalhamento constante. Variável controlada (a), exemplo de resultado com indicação de parâmetros reológicos obtidos (b). Fonte: Adaptado de (VALENCIA, 2017).....	44
Figura 16 – Imagens de solo de colúvio ensaiado em um reômetro (a) e resultados obtidos a partir do ensaio de reometria rotacional (b). Fonte: Adaptado de (MELO, 2014). ....	45
Figura 17 – Resultados do ensaio de taxa de cisalhamento constante com duas geometrias diferentes (a) e resultado do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento com geometria Vane. Fonte: Adaptado de (SAAK; JENNINGS; SHAH, 2001; SOUALHI <i>et al.</i> , 2016).....	46
Figura 18 – Diferenças no tempo de duração dos patamares no protocolo de ensaio de rampa de taxa de cisalhamento. Fonte: Adaptado de (GEIKER <i>et al.</i> , 2002).....	47

Figura 19 – Resultados brutos do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento (a) e (b) e resultados tratados (c) e (d) de diferentes argamassas. Fonte: Adaptado de (CARDOSO <i>et al.</i> , 2014). .....	48
Figura 20 - Apresentação dos estágios presentes em uma curva de mistura de pó de calcário. Fonte (LEUENBERGER <i>et al.</i> , 2009) .....	49
Figura 21 - Tipos de microestruturas formadas ao longo da mistura de suspensões cimentícias granulares. Fonte: (CAZACLIU, 2008, p.; FRANÇA, 2012).....	50
Figura 22 - Parâmetros encontrados a partir de uma curva de mistura. Fonte: Elaborado pelo autor .....	51
Figura 23 - Detalhamento do planejamento experimental. Fonte: Elaborado pelo autor ...	53
Figura 24 - Distribuição granulométrica discreta, caracterização física e composição das argamassas avaliadas .....	57
Figura 30 – Simulação do funcionamento do sistema de calibração da constante de torque do equipamento. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	58
Figura 31 – Resultado de tensão obtido a partir do valor de 19Nm no torquímetro no eixo planetário com o ganho 1. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	59
Figura 36 - Configurações de ensaio para análise de variação no sinal de leitura. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	60
Figura 25 - Procedimento de ensaio de reometria rotacional realizado no equipamento Pheso – Calmetrix. Fonte: Elaborado pelo autor .....	61
Figura 26 - Volumes de ensaio utilizados no reômetro Pheso - Calmetrix. Fonte: Elaborado pelo autor .....	62

Figura 27 – Procedimento de ensaio de reometria rotacional realizado no equipamento Haake Mars 60 – ThermoFischer. Fonte: Elaborado pelo autor.....	62
Figura 28 - Configurações de ensaio de mistura: a (SR) – Sem a utilização do raspador, com raspagem manual; b (R1) – Com a utilização do raspador, na posição 1; c (R2) – Com a utilização do raspador, na posição 2; b1 e c2 – vista superior da posição do raspador em relação à geometria de mistura. Fonte: Elaborado pelo autor.....	64
Figura 29 – Diagrama de Venn das geometrias de ensaio dos reômetros Pheso – Calmetrix e Haake Mars 60. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	65
Figura 32 – Curva de Torque <i>versus</i> tensão referente à calibração do reômetro Pheso - Calmetrix, para os eixos central e planetário para o ganho 1. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	66
Figura 33 - Exemplos de linhas bases e torques avaliados. a – comparação entre linha base antiga com duração de 5s vs linha base nova com duração de 32s, b – representação dos resultados obtidos pelo equipamento. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	68
Figura 34 - Resultados de ciclos de cisalhamento com patamares com diferentes durações. a – ciclo de cisalhamento com duração de 5s, b – ciclo de cisalhamento com duração de 8s, c – ciclo de cisalhamento com duração de 16s, d – ciclo de cisalhamento com duração de 32s. Fonte: Elaborado pelo autor.....	69
Figura 35 - Áreas de histerese de curvas de diferentes patamares de duração. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	69
Figura 37 - Ciclos de cisalhamento avaliando aquecimento de componentes do equipamento. Fonte: Elaborado pelo autor.....	71
Figura 38 - Variação de volume de ensaio e ganho de silicones. a – volume de ensaio 1,1L ganho 1, 100 cSt, b – volume de ensaio 4,0L ganho 1, 100 cSt, c – volume de ensaio 4,0 L	

ganho 32, 100 cSt, d – volume de ensaio 4,0L ganho 32, 5000 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.....	73
Figura 39 - Resultado ciclos de cisalhamento: silicones com diferentes viscosidades cinemáticas, ganho e volume de ensaio. a – ganho 1, volume 1,1L e silicones 100, 1000 e 5000 cSt. b – ganho 32, volume 4,0L e silicones 100, 1000, 5000 e 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	74
Figura 40 - Ciclo de cisalhamento com geometria de cilindros concêntricos e Vane de silicones de diferentes viscosidades, a1 - cilindros concêntricos e silicone 100 cSt, a2 - cilindros concêntricos e silicone 1000 cSt, a3 - cilindros concêntricos e silicone 5000 cSt, a4 – cilindros concêntricos e silicone 12500 cSt; b1 – Vane e silicone 100 cSt, b2 – Vane e silicone 1000 cSt, b3 -Vane e silicone 5000 cSt, b4 – Vane e silicone 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	75
Figura 41 – Curvas de viscosidade do silicone de 5000 cSt avaliado na geometria de cilindros concêntricos. a – Ensaio com taxa de cisalhamento de 100 (1/s/), b – ensaio com taxa de cisalhamento de 30 (1/s). Fonte: Elaborado pelo autor. ....	77
Figura 42 – Ciclo de cisalhamento com geometria de cilindros concêntricos e Vane de silicones de diferentes viscosidades e taxas de cisalhamento. a - Cilindros concêntricos e silicone 5000 cSt, b- cilindros concêntricos e silicone 12500 cSt, c -Vane e silicone 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	78
Figura 43 - Reometria de mistura argamassas em três configurações de ensaio: R1, R2 e SR. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	79
Figura 44 - Fases de mistura de argamassa colante com raspador na posição 2. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	80

Figura 45 - Energia de mistura de argamassas de assentamento, auto nivelante, colante e de revestimento a partir de diferentes configurações de ensaio. Fonte: Elaborado pelo autor.

.....81

Figura 46 - Mistura de argamassa de revestimento nas configurações R1 e R2. Fonte: Elaborado pelo autor. ....82

Figura 47 – Reometria de misturas de argamassas. A – Argamassa de assentamento com raspador na posição 2 com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, b – Argamassa colante com raspador na posição 2 com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, c – Argamassa de assentamento sem raspador com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, d – Argamassa colante sem raspador com tempo de mistura normal e reduzido para 100s. Fonte: Elaborado pelo autor. ....83

Figura 48 – Comparação da energia de mistura entre as argamassas com a utilização do raspador na posição 2 (R2 100s) e sem a utilização (SR 100s), com tempo de mistura reduzido para 100s. Fonte: Elaborado pelo autor. ....84

Figura 49 – Comparação entre a energia de mistura gasta em argamassas colante e de assentamento com a utilização do raspador na posição 2 com duração de mistura de 100s (R2 100s) vs sem raspador (SR) e duração de 300s. Fonte: Elaborado pelo autor. ....85

Figura 50 - Ciclo de cisalhamento de argamassas e silicone de 5000cST. A – ciclo de cisalhamento configuração R1, b – ciclo de cisalhamento configuração R2 e c – ciclo de cisalhamento configuração SR. Fonte: Elaborado pelo autor. ....86

Figura 51 - Ciclos de cisalhamento argamassas e silicones reômetro Haake Mars. a – geometria cilindros concêntricos, silicone 1000 cSt e argamassa auto nivelante, b – geometria cilindros concêntricos, silicone 5000 cSt e argamassa colante, c – geometria Vane, silicone 1000 cSt e argamassa auto nivelante. Fonte: Elaborado pelo autor. ....87

Figura 52 – Resultado de ciclo de cisalhamento no reômetro Pheso – Calmetrix de diferentes silicones com as geometrias vane e cilindro concêntricos. A e b – silicones 5000 e 12500 cSt com geometria de cilindros concêntricos, c e d – silicones de 5000 e 12500 cSt com geometria vane. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	92
Figura 53 - Resultado de ciclo de cisalhamento no reômetro Pheso – Calmetrix e reômetro Haake Mars 60 de diferentes silicones e geometrias. A e b – silicones 5000 e 12500 cSt com geometria de cilindros concêntricos em ambos os equipamentos, c e d – silicones de 5000 e 12500 cSt com geometria vane em ambos os equipamentos. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	93
Figura 54 – Resultado normalizado de ciclo de cisalhamento do reômetro Pheso – Calmetrix com a geometria cilindro concêntrico e silicones de 5000 e 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	94
Figura 55 - Resultado de ciclo de cisalhamento do reômetro Pheso – Calmetrix com a geometria cilindro concêntrico e silicones de 5000 e 12500 cSt, curva de conversão de torque em tensão de cisalhamento. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	94
Figura 56 – Resultado de curva de mistura (a) e de ciclo de cisalhamento (b) de argamassa auto nivelante do reômetro Pheso – Calmetrix para validação de conversão. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	95
Figura 57 - Resultado de curva de mistura (a) e de ciclo de cisalhamento (b) de diferentes argamassas no reômetro Pheso – Calmetrix apresentadas em unidade de tensão de cisalhamento. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	96

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Geometrias, aplicações e características .....	36
Tabela 2 - Valores de viscosidade cinemática e densidade dos silicones avaliados fornecidos pela empresa. Fonte: Elaborado pelo autor.....	52
Tabela 3 – Faixa de rotação de funcionamento dos reômetros. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	55
Tabela 4 – Constantes de torques do reômetro Pheso – Calmetrix e os respectivos ganhos. ....	67
Tabela 5 - Dimensões dos recipientes de ensaio dos equipamentos.....	88
Tabela 6 - Dimensões das geometrias de cilindros concêntricos dos equipamentos.....	88
Tabela 7 - Dimensões das geometrias Vane dos equipamentos. ....	88
Tabela 8 – Valores de viscosidades dos silicones utilizados. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	90
Tabela 9 – Valores de viscosidade aparente (Pa.s) obtidos através do ensaio de reometria rotacional no reômetro Mars 60 utilizando a geometria vane. Fonte: Elaborado pelo autor. ....	90
Tabela 10 - Valores de viscosidade aparente (Pa.s) obtidos através do ensaio de reometria rotacional utilizando a geometria cilindros concêntricos. Fonte: Elaborado pelo autor.....	90

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	19
2	OBJETIVO.....	20
2.1	Objetivos específicos:.....	20
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
3.1	Reologia: Comportamento reológico, viscosidade e tensão de escoamento .....	21
3.2	Caracterização reológica de argamassas .....	23
3.2.1	Características de argamassas .....	23
3.3	Reometria.....	27
3.3.1	Equipamentos .....	27
3.3.1.1	Reômetros Pheso - Calmetrix.....	31
3.3.2	Geometrias e acessórios .....	34
3.3.2.1	Cálculos e relações entre geometrias.....	39
3.3.3	Materiais de calibração .....	41
3.3.4	Protocolos de ensaio.....	41
3.3.5	Exemplo de avaliação de materiais a partir de reometria rotacional.....	44
3.4	Reometria de mistura .....	48
4	EXPERIMENTAL .....	51
4.1	Materiais.....	51
4.1.1	Silicone industrial .....	52
4.1.2	Argamassas.....	52



4.2	Planejamento experimental .....	53
4.3	Métodos .....	55
4.3.1	Caracterização física.....	55
4.3.2	Constante de torque .....	58
4.3.3	Variação no sinal de leitura.....	59
4.3.4	Reometria rotacional.....	60
4.3.5	Reometria de mistura.....	63
4.4	Desenvolvimento de geometrias de ensaio .....	65
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	65
5.1	Parâmetros de ensaio, sinal de leitura e tratamento de dados e aquecimento – reômetro Pheso Calmetrix.....	66
5.1.1	Constante de torque, linhas base, ganho e duração patamar .....	66
5.1.2	Variação no sinal de leitura.....	70
5.2	Reometria rotacional .....	71
5.2.1	Silicone Industrial.....	71
5.2.1.1	Reômetro Pheso - Calmetrix .....	72
5.2.1.2	Reômetro Haake Mars 60.....	74
5.2.2	Argamassas.....	78
5.2.2.1	Reometria de mistura de argamassas comerciais – reômetro Pheso - Calmetrix	78
5.2.2.2	Ciclo de cisalhamento – Reômetro Pheso .....	85
5.2.2.3	Ciclo de cisalhamento – Reômetro Haake Mars 60 .....	86

6	BENCHMARK ENTRE EQUIPAMENTOS – REÔMETRO PHESO X REÔMETRO HAAKE MARS 60.....	87
6.1	Desenvolvimento de geometrias de ensaio .....	88
6.2	Conversão de viscosidades dos silicones.....	89
6.3	Comparação de resultados.....	91
7	CONCLUSÕES FINAIS .....	96
8	REFERÊNCIAS .....	98

## 1 INTRODUÇÃO

A constante evolução tecnológica na área de construção civil tem gerado novos métodos construtivos mais rápidos, eficientes e sustentáveis. Atrelado a isso, diferentes materiais cimentícios são desenvolvidos e produzidos, proporcionando formas inovadoras, simplificadas e mais eficientes de aplicação, e, ainda, desempenho superior, quando considerado seu estado endurecido. Dentre esses materiais, a argamassa é um dos que tem ganhado cada vez mais espaço, decorrente também do recente *boom* da impressão 3D na construção civil, sendo esse um dos principais materiais utilizados para essa aplicação.

Embora definida como uma classe de material, as argamassas são subdivididas em diferentes tipos, sendo sua nomenclatura baseada em sua finalidade, como as de revestimento, assentamento, colante, reparo etc. Dentro dessas subdivisões, são diferenciadas ainda de acordo com o tipo de processamento/aplicação e as etapas realizadas até sua função final específica (auto nivelante, projeção, bombeada, spray, impressa etc), apresentando diferentes comportamentos reológicos. Por demandarem diferentes características reológicas quanto suas aplicações, faz sentido que diferentes métodos de caracterização sejam necessários, visando uma melhor representatividade frente suas solicitações e trabalhabilidade.

Apesar da relevância de se analisar o comportamento reológico de argamassas, anteriormente pouco ou nenhum esforço era realizado para tanto na área de construção civil, explicado principalmente por seu baixo custo relativo e, ainda, à baixa industrialização do setor. Os poucos métodos utilizados eram replicados para diferentes argamassas, desconsiderando suas características, aplicações e trabalhabilidades distintas. Eram, ainda, do tipo monoponto, fornecendo resultados muito simplificados, como por exemplo a mesa de consistência, sendo insuficientes para se efetuar uma avaliação mais completa da natureza reológica de argamassas. O fato é que tais materiais são aplicados em seu estado fresco, porém solicitados no estado endurecido. Sendo assim, na grande maioria dos casos, as características reológicas durante a aplicação podem definir a qualidade do produto final e a produtividade, principalmente quando considerado o potencial de separação de fases de algumas argamassas, baixa ou menor trabalhabilidade, falha de aderência e/ou adesão de camadas.

Uma das alternativas para avaliação do comportamento reológico de argamassas, abrangendo desde o processo de mistura até a aplicação, é a partir de reometria rotacional.

A aplicação deste método tem ganhado cada vez mais espaço para a caracterização de argamassas e concretos, visto que permite a avaliação das características desses materiais sob diferentes condições de cisalhamento, resultando em maior representatividade da situação de aplicação, além da obtenção de diferentes parâmetros reológicos. No entanto, para a aplicação deste método para a caracterização de materiais cimentícios, a utilização de geometrias clássicas como placa-placa e cone-placa, por exemplo, não é adequada, pois argamassas são suspensões granulares heterogêneas, sujeitas à separação de fases.

Diante disso, diversos pesquisadores e fabricantes de reômetros buscam desenvolver geometrias de ensaio que tenham sua aplicação mais adequada tanto para o tipo de material estudado quanto para o equipamento no qual o mesmo será avaliado, como a geometria *Fishbone*, utilizada no equipamento Viskomat NT e XL - Schleibinger Testing Systems e a geometria Attritor, utilizada no reômetro Pheso - Calmetrix. Além das configurações dos equipamentos, a adequação dos protocolos de ensaios se mostra também de suma importância, necessária para a obtenção de dados reais e satisfatórios em sua análise.

## **2 OBJETIVO**

Este trabalho tem como objetivo estudar geometrias e protocolos de ensaio em um reômetro rotacional a fim de promover uma caracterização reológica mais adequada de diferentes tipos de argamassas.

### **2.1 Objetivos específicos:**

- Promover melhor leitura de resultados dos ensaios obtidos de reometria de mistura e rotacional no reômetro Pheso - Calmetrix;
- Desenvolver e avaliar a eficiência de um acessório de raspagem lateral para utilização em reometria de mistura de argamassas;
- Desenvolver novas geometrias de ensaio para comparação entre dois reômetros;
- Realizar correlação de resultados entre dois reômetros para promover maior robustez aos dados;
- Conversão dos resultados obtidos no reômetro Pheso – Calmetrix para unidades de medida do sistema internacional.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão apresentados conceitos de reologia, configurações de alguns dos reômetros comerciais disponíveis atualmente e informações sobre os ensaios de caracterização reológica. Serão abordados também, ensaios de caracterização reológica de argamassas e exemplos de avaliação de diferentes materiais através de reometria rotacional. Além disso, serão introduzidos conceitos de reometria de mistura.

#### 3.1 Reologia: Comportamento reológico, viscosidade e tensão de escoamento

A reologia é a ciência que estuda o fluxo e a deformação de materiais quando submetidos à uma aplicação de força ou de solicitação externa (OLIVEIRA *et al.*, 2000). Materiais que apresentam uma relação linear entre a tensão aplicada e a taxa de deformação resultante, sem tensão de escoamento, são conhecidos como fluidos newtonianos (e.g. água), enquanto os que não possuem tais características são denominados fluidos não newtonianos. Dentro dos denominados não newtonianos, existem, ainda, diferentes classificações, conforme apresentado na Figura 1.

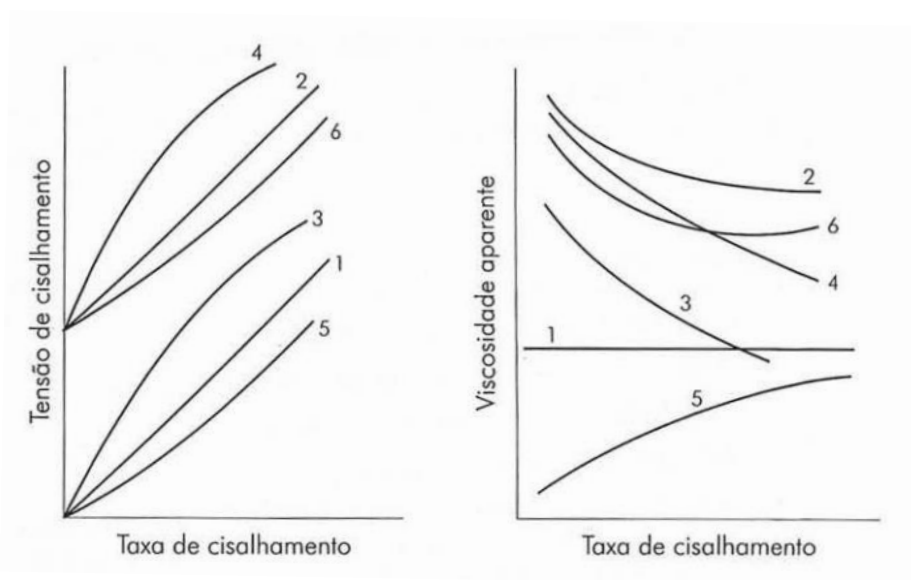


Figura 1 - Comportamentos reológicos. Fonte (OLIVEIRA *et al.*, 2000)

Os comportamentos reológicos apresentados são descritos como: 1 – newtoniano, onde a relação entre tensão e taxa de cisalhamento é diretamente proporcional, sem tensão de escoamento, 2 – fluido de Bingham, semelhante ao fluido newtoniano, porém com tensão

de escoamento inicial, 3 – pseudoplástico, onde a viscosidade aparente do material diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, 4 – pseudoplástico com tensão de escoamento, 5 – dilatante, onde a viscosidade aparente aumenta com o aumento da taxa de cisalhamento, 6 – dilatante com tensão de escoamento (OLIVEIRA *et al.*, 2000). Tais comportamentos são descritos como independentes do tempo, ou seja, não sofrem variação ao longo do período de aplicação da taxa de cisalhamento. Além destes citados acima, existem ainda os comportamentos dependentes do tempo, influenciados pela “história do cisalhamento” da suspensão. Estes são divididos em fluidos tixotrópicos e fluidos reopéxicos. A tixotropia é definida como a redução da viscosidade aparente em função do tempo, em suspensões submetidas a um cisalhamento constante ao longo do tempo. Este comportamento ocorre quando uma maior taxa de cisalhamento é aplicada posteriormente, gerando uma quebra na formação dos aglomerados formados anteriormente, estáveis até então, ocasionando, conseqüentemente, a redução da viscosidade aparente da suspensão. Já a reopexia é definida como o inverso da tixotropia, onde ocorre o aumento da viscosidade aparente em função do tempo de cisalhamento. Neste caso, a formação de aglomerado frágeis ocorre durante a aplicação da taxa de cisalhamento constante por um período de tempo. Posteriormente, é aplicada uma taxa de cisalhamento reduzida, promovendo a formação de novos aglomerados “mais fortes”, ocasionando o aumento da viscosidade aparente. A reopexia também é conhecida como tixotropia negativa (PILEGGI, 2001). Os materiais cimentícios, como por exemplo, concretos e argamassas, costumam apresentar comportamentos reológicos como fluidos de Bingham ou pseudoplásticos com ou sem tensão de escoamento.

A relação entre a tensão aplicada e a taxa de deformação é definida como viscosidade: um parâmetro de dissipação de energia intrínseco de cada suspensão ou a resistência imposta pelo fluido ao fluxo. Outro importante parâmetro reológico avaliado é conhecido como tensão de escoamento, sendo essa descrita como a tensão mínima aplicada ao material para que ele comece a fluir; quando submetidos a uma tensão de cisalhamento inferior à essa, tais fluidos comportam-se como sólidos elásticos rígidos. Este parâmetro é originado a partir da aglomeração das partículas presentes no meio, formando uma rede tridimensional de partículas, ocorrendo e sendo acentuada, ainda, ao longo da reação de hidratação de materiais reativos devido a intensificação de forças de atração. (CHHABRA; RICHARDSON, 2008; FLATT; BOWEN, 2003; PILEGGI, 2001; SAKANO, 2016).

## 3.2 Caracterização reológica de argamassas

### 3.2.1 Características de argamassas

Argamassas cimentícias são definidas como suspensões reativas multifásicas heterogêneas, apresentando tal reatividade pela inerente ação do cimento e/ou ligantes aéreos. Geralmente tem suas fases divididas em pasta (água + cimento e finos + ar) e agregados miúdos (partículas macroscópicas inertes). Possuem vasta extensão granulométrica, desde micrômetros – partículas finas - ( $\pm 0,1\mu\text{m}$ ) até cerca de alguns milímetros – partículas grossas - ( $\pm 4,8\text{mm}$ ), sendo divididos em cerca de 50-80% de partículas grossas e 20-50% de partículas finas (ALONSO CARDOSO, 2009; GRANDES, 2019). Devido à reação do cimento com a água, as argamassas passam do estado fluido (logo após a mistura) para o de um sólido elástico (estado endurecido). Durante este período, seu comportamento reológico é alterado devido aos diversos fenômenos envolvidos ao longo da hidratação do cimento e com a ação de aditivos (dispersantes, retardadores de pega, modificadores de viscosidade, incorporadores de ar etc.), apresentando ainda, uma maior complexidade nestes processos devido à crescente aplicação de materiais cimentícios suplementares (MCSs), os quais possuem características físicas, químicas e morfológicas geralmente distintas do cimento Portland. Além disso, o seu comportamento reológico é regido de acordo com a densidade, área superficial e morfologia das partículas, e características mineralógicas (GRANDES, 2019; LOTHENBACH; SCRIVENER; HOOTON, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2008).

Com o crescente aumento nas restrições para a extração de areias de rio ou de cava, têm sido cada vez mais utilizadas matérias primas britadas que são produzidas a partir de técnicas mecânicas, como por exemplo por britagem, tanto para a fração mais fina das argamassas, quanto para os agregados miúdos. Devido ao seu método de produção, tal material apresenta mudanças significativas em sua morfologia, quando comparado com as areias de rio ou de cava, com formato lamelar e elevada rugosidade. A aplicação destes materiais são um fator crítico para a dosagem de argamassas, gerando aumento na demanda de água, ocasionando, por exemplo, redução na resistência e durabilidade destas composições cimentícias. Além disso, promovem alterações nas características reológicas da argamassa, causando possíveis travamentos no sistema, reduzindo a mobilidade entre as partículas, devido aos aspectos lamelares, rugosos e angulares de suas partículas (GONÇALVES *et al.*, 2007; HAFID *et al.*, 2016; TORRES; PILEGGI, 2017).

Devido à composição de suas fases e à dimensão de suas partículas, a argamassa se encontra em um *gap* dimensional entre pastas de cimento e concretos. Enquanto que em concretos, seus agregados que possuem tamanho  $>4,8\text{mm}$  estão sujeitos predominantemente à forças mássicas (atrito e impacto) durante condições de cisalhamento, e pastas, (partículas  $<100\mu\text{m}$ ) sujeitas a forças de superfície (van der Waals, eletrostática), as argamassas, que se encontram neste meio de escala dimensional entre ambos, tendem a estar suscetíveis a ambos os fenômenos, resultando em um material com maior complexidade de entendimento e, desta forma, interesse de estudo (OLIVEIRA *et al.*, 2000; PILEGGI, 2001).

A vasta extensão do Brasil e os diversos tipos de ambientes geológicos e de disponibilidade de matérias primas, contribuem para a existências dos mais diversos tipos de argamassas comerciais. Por essa grande flexibilidade, e vasta gama de aplicações, é muito utilizada em diversas áreas da construção civil, sendo gerados, no entanto, materiais de diferentes comportamentos reológicos. Diante disso, faz-se possível entender que diferentes trabalhabilidades são exigidas de cada argamassa, isto é, a facilidade de aplicação com a qual esta pode ser misturada, aplicada, consolidada e acabada com uma condição homogênea (“116R-00 Cement and Concrete Terminology”, 2000; ALONSO CARDOSO, 2009). Dentre os diversos tipos de argamassas disponíveis comercialmente, existem as de revestimento, utilizadas para recobrir paredes, tetos e pisos, com funções niveladora; colante, utilizadas geralmente para aplicação de revestimentos cerâmicos em ambientes internos e externos; assentamento, utilizada para unir tijolos ou blocos cerâmicos convencionais ou estruturais, para a fabricação de estruturas de alvenaria; auto nivelante, aplicada para o preenchimento e nivelamento de vazios, principalmente em contrapisos.

A partir das inúmeras características possíveis de serem atingidas com os diversos tipos de argamassas, compreendendo desde materiais muito secos, até muito fluidos e, ainda, as com grande quantidade de ar incorporado, faz-se necessária sua adequada caracterização reológica, fazendo com que a realização do ensaio seja representativa frente às condições reais de aplicação e processamento do material (ALONSO CARDOSO, 2009).

Nas imagens da Figura 2, são apresentados os resultados do ensaio de reometria rotacional em argamassas de diferentes aplicações (a), em (b) é apresentado um *zoom*, para melhor detalhamento dos resultados em determinada faixa de torque, e na tabela são apresentados os parâmetros reológicos tensão de escoamento e viscosidade plástica. Neste exemplo, fica clara a diferença nos comportamentos reológicos de acordo com a finalidade da



argamassa. As argamassas de revestimento/assentamento (“Render-A”, “Render-B” e “Render-C”), apresentaram maior tensão de escoamento, enquanto as colantes (“CTA-A” e “CTA-B”), um valor menor, sendo este ainda mais baixo nas argamassas auto nivelante (“SLM-A”, “SLM-B”, “SLM-C”), devido às suas demandas reológicas de aplicação.

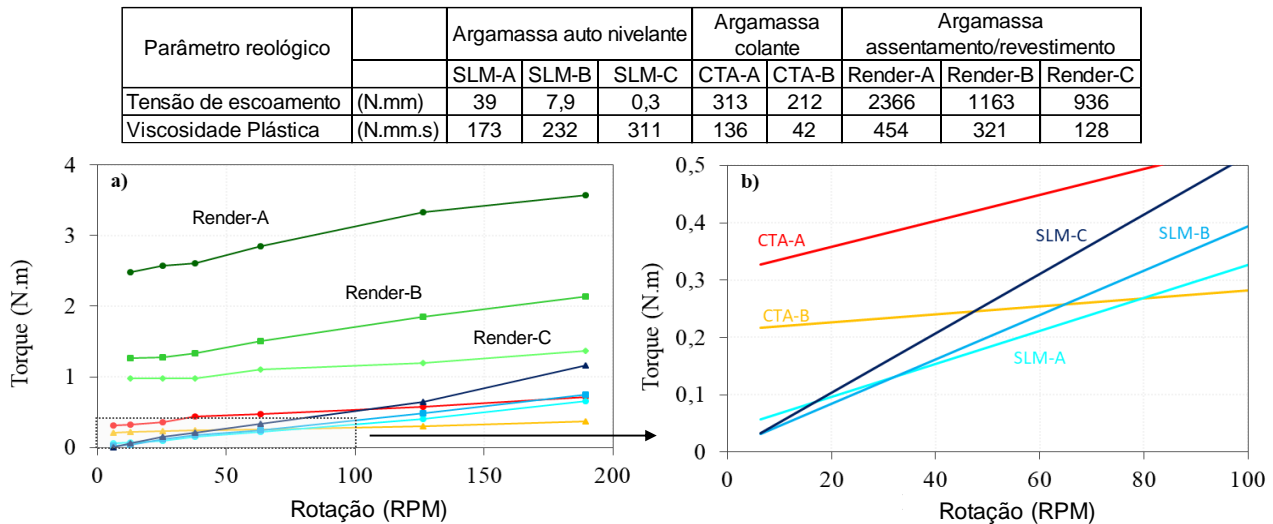


Figura 2 – Parâmetros reológicos e resultados de reometria rotacional de argamassas de diferentes aplicações. Fonte: Adaptado de (REGO; CARDOSO; PILEGGI, 2021).

Argamassas são definidas como suspensões heterogêneas multifásicas reativas. Em se tratando de estabilidade, esta está relacionada à uniformidade da distribuição de cada fase presente (pasta-argamassa) e sua adequada trabalhabilidade frente aos processos de aplicação (CARDOSO *et al.*, 2007; DACZKO, 2002; SHEN; STRUBLE; LANGE, 2007).

A separação de fases entre o fluido e sólido ocorre em diferentes escalas nos materiais de acordo com a subdivisão das partículas:

- Pasta ( $\mu\text{m}$ ): separação entre a água e os finos do sistema (MCSs, cimento etc.) ou exsudação;
- Argamassa (mm): separação entre a pasta e o agregado miúdo.

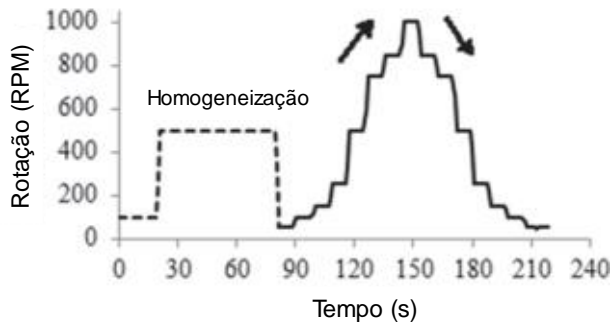
A separação de fases pode ser definida e causada principalmente em duas situações: estática e dinâmica. No primeiro caso, ela ocorre quando o material é submetido às ações da gravidade e do tempo, causando sedimentação das maiores partículas, principalmente quando o sistema não apresenta coesão suficiente e/ou durante etapas intermediárias da

utilização, como a espera (em caminhões betoneiras e/ou carriolas) ou o repouso nas primeiras horas após a aplicação. Enquanto no segundo caso, a separação é induzida durante o fluxo do material, sendo essa ocorrendo durante a realização do ensaio de reometria rotacional/etapa de processamento realizado. Por se tratar de um fenômeno, em alguns casos, invisível a olho nu, como no caso de preenchimento de formas e moldes, ou, ainda, durante a realização de ensaios de caracterização reológica, acaba sendo muitas vezes negligenciada, ocasionando perdas de resistência ou gradação funcional inesperada no material em seu estado endurecido (ALONSO CARDOSO, 2009; MEHTA; MONTEIRO, 2008).

Argamassas com teores elevados de ar incorporado não apresentam tendência de segregação, no entanto, outros tipos, como as auto nivelante, são mais suscetíveis a este fenômeno (MARTINS, 2009; MENDES, 2019; SOUZA, 2013). Quando seu sistema não apresenta coesão suficiente, suas partículas maiores (agregados e/ou areia) tendem a sedimentar, ocasionando, durante o ensaio de reometria rotacional, a caracterização reológica de apenas de uma de suas fases (pasta). Pode ocorrer, ainda, que durante a movimentação do recipiente ou da geometria ao longo do ensaio (reômetros do tipo *Couette* e *Searle*), seus agregados sofram ação da força centrífuga, ficando continuamente nas extremidades do recipiente de ensaio, tendendo, novamente, a uma caracterização reológica não representativa do todo, ocasionada pela segregação radial imposta pela condição de funcionamento do equipamento (GEIKER *et al.*, 2002).

A fim de evitar a segregação estática que ocorre no material no período inicial do ensaio de reometria rotacional (fase de espera no recipiente de ensaio até o início do cisalhamento), possuir resultados mais estáveis, homogeneizar o material, quebrar eventuais aglomerados formados pela reação do cimento e evitar a tixotropia de materiais cimentícios, é comum a aplicação de uma fase de pré-cisalhamento da amostra antes da realização do ensaio de fluxo de cisalhamento, conforme observado na Figura 3 (ALFERES FILHO *et al.*, 2016; SOUALHI *et al.*, 2016; WALLEVIK, 2009).

a



b

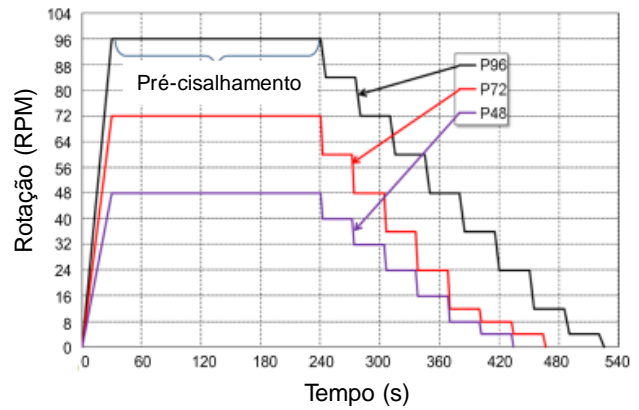


Figura 3 - Exemplos de ensaios de ciclo de cisalhamento com período inicial de homogeneização(a) e pré cisalhamento (b). Adaptado de (SOUALHI *et al.*, 2016; WALLEVIK, 2009)

### 3.3 Reometria

#### 3.3.1 Equipamentos

Reômetro é o equipamento utilizado para realização da caracterização reológica de materiais, através de variações na técnica de ensaio conhecida como reometria rotacional. Apesar dos diversos modelos de equipamentos disponíveis, os reômetros baseiam-se em dois princípios de funcionamento: reômetros em que o torque aplicado no material é controlado, sendo avaliado o cisalhamento e; reômetros em que o cisalhamento aplicado ao material é controlado, sendo avaliada a força necessária para tanto.

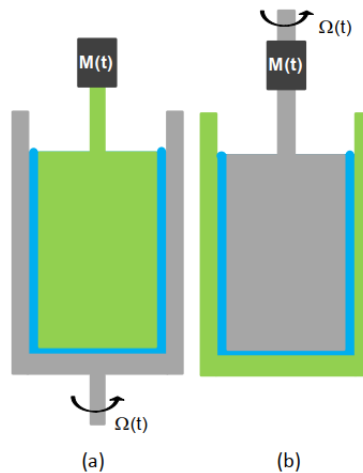


Figura 4 - Forma de medição do torque em reômetro: a - Couette, b – Searle. Fonte: (MACOSKO, 1994; SAKANO, 2016; SCHRAMM, 2006).

Além disso, a localização do sensor de medição pode estar em dois locais distintos sendo denominado *Couette* (Figura 4a), onde o controle da velocidade é realizado no corpo externo (recipiente com material) e o torque é medido no eixo de rotação da geometria e; *Searle* (Figura 4b), onde o controle da velocidade e a medição do torque é realizada no eixo de rotação da geometria (MACOSKO, 1994; SAKANO, 2016; SCHRAMM, 2006).

Os equipamentos definidos como reômetros de precisão, utilizados principalmente para fluidos homogêneos e líquidos, como polímeros, tintas e suspensões, apresentam, em alguns casos, a capacidade da caracterização de materiais cimentícios, como composições e/ou argamassas com uma menor quantidade de partículas grossas ( $\ll 3\text{mm}$ ). Nestes equipamentos, apesar ainda desta possibilidade de ensaio, os volumes de material são muito pequenos, não apresentando grande representatividade do material como um todo, sendo limitado, também, devido às suas reduzidas capacidades de torque (SAKANO, 2016; TEUBERT, 1969; “ThermoFisher HAAK MARS Rheometer”, 2020; “Viskomat Rheometer”, 2020).

Os reômetros desenvolvidos pelas mais diversas empresas geralmente utilizam geometrias clássicas como placa-placa, cone-placa e cilindros concêntricos (Figura 5), sendo essas mais adequadas para reômetros de precisão (MACOSKO, 1994). No entanto, segundo Teubert (TEUBERT, 1969), para aplicação em materiais de construção civil, tais geometrias não são consideradas adequadas devido aos seguintes fatores:

- Argamassas e concretos são suspensões heterogêneas;

- Durante a realização do ensaio, devido a forças gravitacionais, as partículas podem sofrer sedimentação e;
- Forças centrípetas tendem a causar separação de fases, separando o fluido das partículas sólidas e/ou dispersão das partículas maiores para as laterais do recipiente de ensaio.



Figura 5 - Geometrias utilizadas em reômetros: Cone-placa, cilindros concêntricos e placa-placa. Fonte: Elaborador pelo autor.

Além disso, a depender do comportamento reológico do material avaliado, o mesmo pode aderir na geometria de ensaio, causando uma alteração em seu formato, resultando, ainda, numa menor representatividade da quantidade de material analisada e levando a conclusões/resultados precipitados (SAKANO, 2016). Outro problema seria do próprio material que pode ter parte de suas partículas orientadas de acordo com a dinâmica de funcionamento do equipamento (geometria + recipiente de ensaio + material), ocasionando, novamente, problemas na caracterização reológica.

Na Figura 6 são apresentados diferentes tipos de reômetros de bancada e/ou para argamassa e concreto comerciais, que diferem uns dos outros, basicamente pelo tipo de geometria utilizado, eixo de rotação, configuração *Couette* ou *Searle*, capacidade de torque, capacidade em volume de material ensaiado etc.

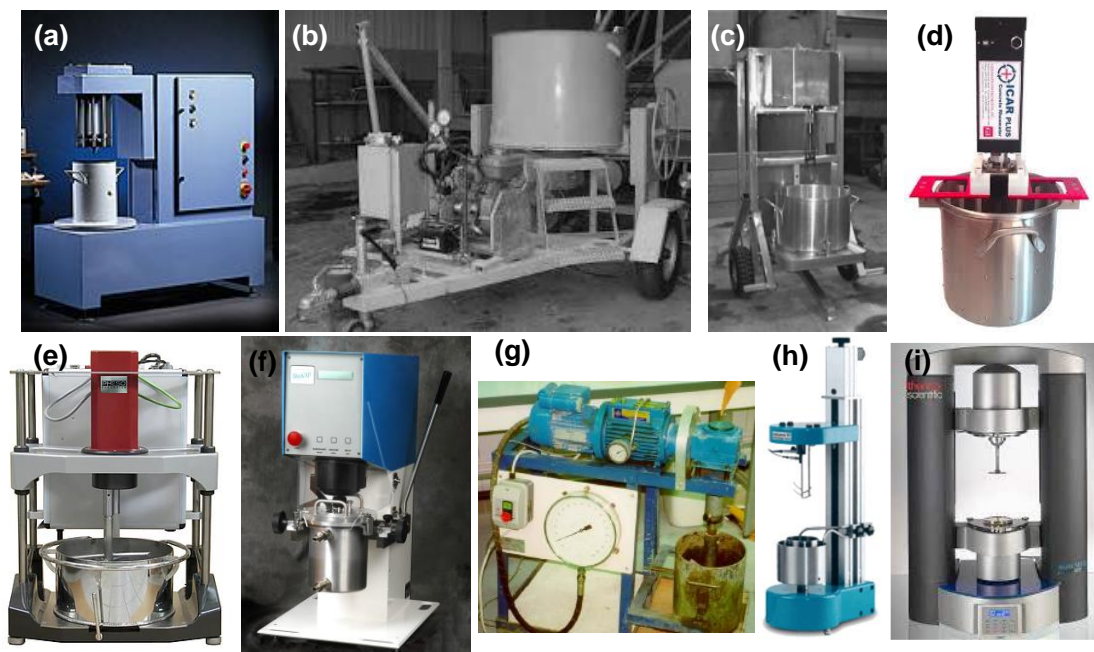


Figura 6 – Reômetros para caracterização para caracterização reológica de argamassas e/ou concretos. Fotos dos reômetros: (a) Contec BML Viscometer (b) Cemagref - IMF (c) IBB rheometer (d) ICAR portable rheometer (e) Pheso – Calmetrix (f) RheoCAD (g) Two-point rheometer (h) *Schleibinger Testing Systems* – Viskomat (i) Haake Mars 60. Fonte: (“Calmetrix Pheso Rheometer”, 2020; “RheoCAD Rheometer”, 2020; “Viskomat Rheometer”, 2020; FERRARIS *et al.*, 2001; KOEHLER; FOWLER, 2004)

Alguns destes equipamentos baseiam-se no conceito de cilindros concêntricos para aplicação do cisalhamento no material, como os equipamentos RheoCAD, BML viscometer e Cemagref IMG, enquanto outros equipamentos utilizam outros modelos de geometria, como o Viskomat, Two-Point rheometer, ICAR e IBB rheometer, sendo, ainda, sua rotação do tipo concêntrica (BANFILL, 1991b, 1991a; FERRARIS *et al.*, 2001, 2004; KOEHLER; FOWLER, 2004). O reômetro Pheso – Calmetrix, por sua vez, além de também apresentar uma geometria de ensaio distinta, tem a possibilidade de rotação tanto concêntrica quanto planetária, permitindo, adicionalmente, que a etapa de mistura do material seja realizada no próprio equipamento (“Calmetrix Pheso Rheometer”, 2020; SAKANO, 2016). Já o reômetro Haake Mars 60 - ThermoFisher, possui a flexibilidade de utilização de diversos tipos de geometrias. Ainda, alguns equipamentos são do tipo *Couette* (Viskomat e BML viscometer), enquanto os outros são do tipo *Searle*, causando diferentes interações entre o material, a geometria e o recipiente de ensaio e distúrbios distintos no fluxo durante a aplicação do cisalhamento.

Além das geometrias e eixos de rotação estes equipamentos apresentam entre si diferença na capacidade de volume de amostra ensaiado (Haake Mars 60 = variável de acordo com

a configuração de ensaio utilizada, variando de cerca de 2-30ml (geometria vs recipiente de ensaio); Viskomat = 400mL; RheoCAD = 2,5L; BML viscometer = 1-25L, Pheso = 2-25L, Two-Point rheometer = 20-30L; IBB = 30L, ICAR 70-240L, Cemagref-IMG = 500L).

### 3.3.1.1 Reômetros Pheso - Calmetrix

O reômetro Pheso Calmetrix é servotrolado, isto é, tem seu controle e funcionamento a partir de um servomotor e um servoconversor. A utilização deste tipo de sistema permite preciso controle de velocidade e torque do motor (SAKANO, 2016).

No entanto, para que se atinja tal precisão no equipamento, são necessários três elementos básicos principais: um motor (servomotor, no caso), um servoconversor (*drive*) e um ou mais aparelhos de *feedback*, conforme apresentado na figura a seguir.

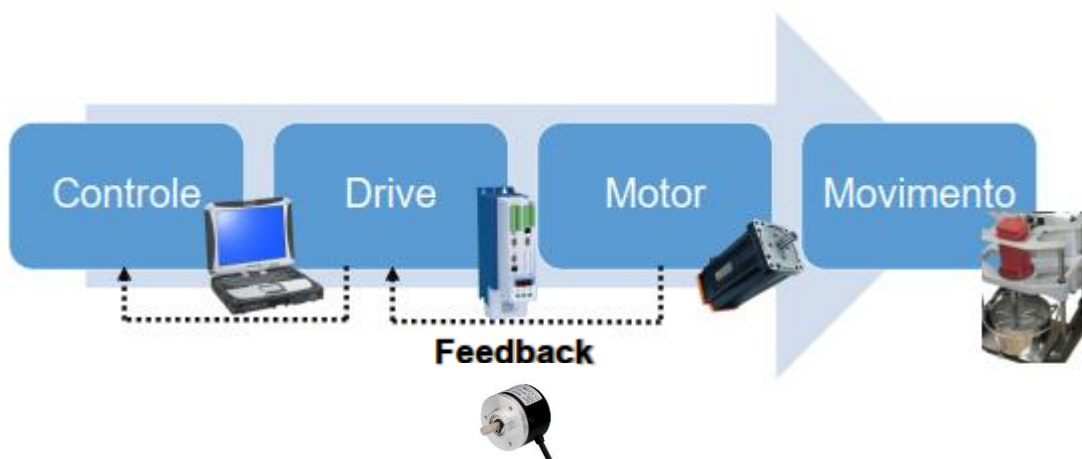


Figura 7 – Sistema de funcionamento de um equipamento servoacionado. Fonte: Adaptado de (SAKANO, 2016)

O controle entre o servoconversor e o servomotor (*drive*) se dá através de um controle externo (computador). Além disso, para o preciso controle de posicionamento, velocidade e torque, entre o servoconversor e o servomotor utiliza-se um aparelho de *feedback*, mantendo o sistema em funcionamento em uma malha fechada, melhorando sua precisão. Este aparelho de *feedback* pode ser um *resolver* ou um *encoder*, servindo para detecção da velocidade, direção e posição do eixo de rotação, por exemplo. ((ELLIS, 2004; SAKANO, 2016). Exemplo:

1. O computador manda o servoconversor acionar o motor em uma rotação de 10RPM;
2. O servoconversor aciona o motor em uma rotação de 10RPM;
3. O aparelho externo (*encoder* ou *resolver*) faz a leitura da rotação e manda para o servoconversor;
4. O servoconversor recebe esse dado e corrige rotação do motor se necessário;
5. O servoconversor passa essa leitura para o computador.

Servomotores apresentam a capacidade de controlar precisamente o torque, tendo, idealmente, alta sensibilidade e precisão, independentemente do posicionamento do motor ou velocidade de rotação. No entanto, existe um decaimento no nível de torque à medida que a velocidade de rotação aumenta. Através do limitador de corrente do motor, ocorre uma limitação de corrente no motor em altas velocidades, a fim de evitar superaquecimento dos componentes e consequente degradação. Para o caso do reômetro Pheso-Calmetrix, que utiliza um motor sem escova, têm-se ainda, uma redução em detrimento do atrito com o ar e rolamentos (CENG, 2000; SAKANO, 2016).

A Figura 8 apresenta uma curva de torque-rotação. A saída do torque eletromagnético do servomotor é medida de duas maneiras: torque de pico e torque contínuo. O torque de pico é o torque máximo gerado pelo motor e é atingido durante um curto período, durante a partida do motor. Este fenômeno é comum na maioria dos motores utilizados, exceto quando da utilização de *soft starters*, que diminuem esse pico máximo, por exemplo. O torque contínuo indica o torque de trabalho do equipamento. O motor não possui 100% de eficiência, apresentando grande parte da sua perda principalmente em perdas de calor (BIM, 2012; ELLIS, 2004)

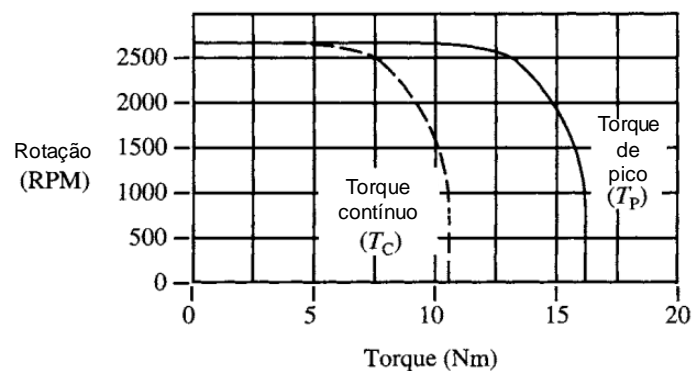


Figura 8 Curva de torque x rotação convencional de um motor. Fonte: Adaptado de (ELLIS, 2004)



### 3.3.1.1.1 Curva de torque x rotação

O conjunto servoacionado do reômetro Pheso – Calmetrix é composto pelo servomotor WEG modelo SWA 56 7,0-30 e o servoconversor WEG modelo SCA-06. Este servomotor possui torque máximo de 7,0 N.m e ampla faixa de rotação, variando de 0-3000 RPM e é um motor sem escova, apresentando baixo nível de ruído e vibração. A curva característica de torque *versus* rotação deste servomotor é apresentada na figura a seguir.

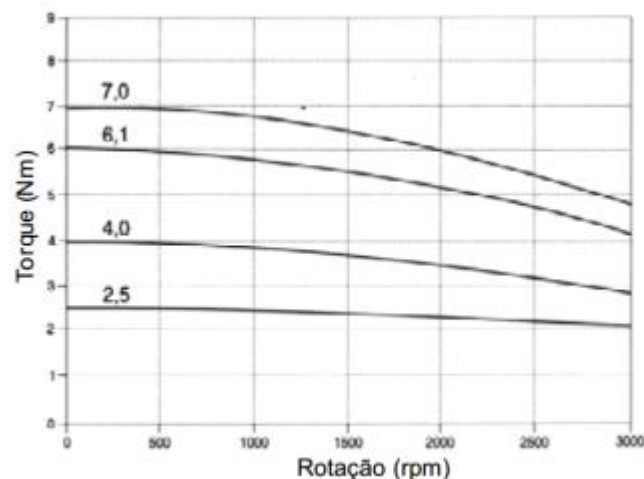


Figura 9 - Curva característica do servomotor SWA 56 7,0-30. Fonte (SAKANO, 2016)

Por se tratar de um modelo preparado para automação, este servomotor possui entradas e saída analógicas, permitindo tanto o controle quanto a leitura de diversos parâmetros, tais como corrente, tensão, torque, posicionamento, rotação etc.

### 3.3.1.1.2 Ganho

Na configuração do servoconversor (SCA-06) presente no equipamento Pheso – Calmetrix, existem diversos parâmetros de configuração referentes ao funcionamento do servo motor. Dentre eles parâmetros de controle de leitura de torque, configurações de rotação, velocidade, tensão, conversões, e ganho, por exemplo, sendo o último, o parâmetro explorado neste trabalho. Este parâmetro permite uma melhor leitura dos sinais de corrente lidos no equipamento e tem seu funcionamento semelhante à um amplificador operacional (WENDLING, 2010). Tal parâmetro é denominado “ganho” e tem sua referência no número 252 – P252 -, podendo variar entre -32,767 a +32,767 (SAKANO, 2016; “Servoconversor

SCA06 Manual de Programação”, 2018). Esta variação é referente ao valor em que se deseja multiplicar o sinal lido, conforme equação:

$$\text{Sinal lido} = \text{sinal} * \text{ganho} * \text{constante de torque} + \text{offset} \quad 1$$

Onde o parâmetro ganho utilizado normalmente é de valor 1, o parâmetro *offset* utilizado é 0 e a constante de torque é referente à calibração do equipamento.

### 3.3.1.1.3 Linha base

A linha base é referente ao valor de resultado do equipamento rodando em vazio, sendo obtida a partir do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento. O ensaio com esta configuração serve justamente para se ter um valor de referência, o qual está relacionado com torques, aquecimentos, e atritos internos do conjunto mecânico do equipamento e à geometria de ensaio utilizada. Deve ser realizado antes ou depois do ensaio, não necessariamente sendo necessária repetir a cada utilização do equipamento -desde que se utilizada a mesma configuração de ensaio: ganho, geometria etc. Seu valor é utilizado posteriormente para o cálculo do torque real (resultado do equipamento), sendo este, a diferença entre o torque medido e a linha base (SAKANO, 2016), conforme apresentado na Equação (1).

$$\text{Torque real} = \text{Torque medido} - \text{Linha base} \quad (1)$$

### 3.3.2 Geometrias e acessórios

Adicionalmente, além do protocolo de ensaio a ser realizado, deve-se levar em conta o formato de geometria a ser utilizado. De acordo com o porte do reômetro e material avaliado diferentes tipos de geometrias são utilizados - Figura 10.

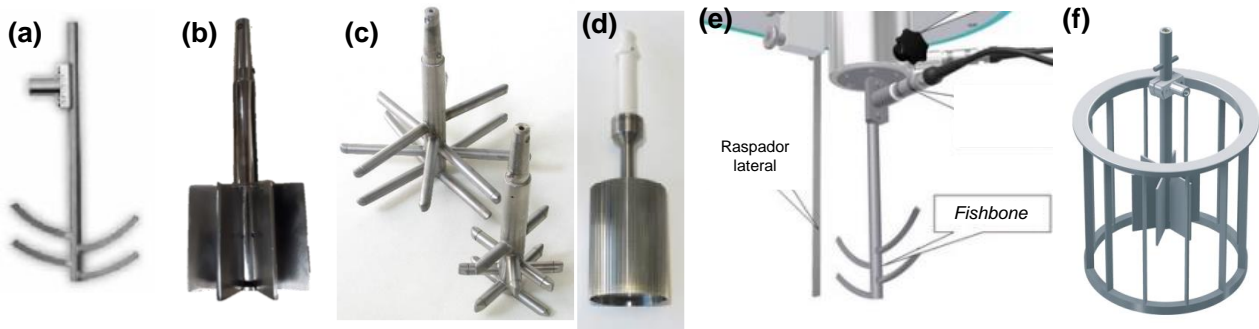


Figura 10 – Exemplo de geometrias e acessórios de ensaio. *Fishbone* (a), Vane de 6 aletas (b), Attritors (c), cilindro concêntrico (d), raspador lateral com a utilização da geometria *Fishbone* (e), ranhura/grade lateral com a geometria Vane (f) Fonte: Autor, (SAKANO, 2016; “Viskomat Rheometer”, 2020).

Cada geometria apresenta uma distribuição de fluxo e de tensões distinta em relação ao material, sendo, desta forma, mais indicada para caracterização de cada tipo de material (Tabela 1). Fornecem, inclusive, resultados distintos de parâmetros reológicos e, em alguns casos, do perfil reológico do material. A partir dos diferentes distúrbios no fluxo e das dimensões e características geométricas de cada geometria torna-se possível a aplicação de equações matemáticas fazendo a correlação entre tais propriedades, os valores obtidos (torque, velocidade etc.) e os parâmetros reológicos desejados, sendo estes obtidos através da comparação do material de acordo com a equação característica de cada comportamento reológico (MACOSKO, 1994; VALENCIA, 2017). No entanto, com o constante avanço da realização dos ensaios reológicos dos materiais com diferentes extensões granulométricas a serem caracterizados, de suas aplicações, e dos equipamentos de medição, novos formatos de geometria são desenvolvidos.

Tabela 1 - Geometrias, aplicações e características

Geometria	Aplicação	Vantagem	Desvantagem
Attritor	Suspensões em geral	Aplica grande cisalhamento Ideal para mistura	Cálculos complexos para obtenção de parâmetros reológicos
Cilindros Concentricos	Suspensões de menor viscosidade (<100 Pa.s)	Taxa de cisalhamento elevada Aplicação de deformações homogêneas	Efeito parede e fluxos secundários
Fishbone	Suspensões com partículas pequenas	Área de contato reduzida Acompanhamento consolidação pastas cimentícias	Aplicação limitada a granulometria do material
Vane	Suspensões concentradas	Aplicação de deformações homogêneas Evita o escorregamento da amostra	Separação de fases e fluxos secundários

Fonte: Elaborado pelo autor

A geometria Vane foi desenvolvida e utilizada inicialmente para evitar o escorregamento da amostra causada pelo maior cisalhamento ao longo de sua superfície (quando comparada a geometrias planas e/ou cilíndricas), além de sua fabricação mais simples e barata (BARNES, 2000; FUJII-YAMAGATA *et al.*, 2019; TADROS, 2010) sendo tal geometria principalmente recomendada para medição da tensão de escoamento. Baseado em ensaios de mecânica dos solos, passou então a ser utilizada para caracterização de suspensões concentradas de lama vermelha, pelo fato de apresentarem comportamento semelhante a argilas, gerando, por conseguinte, novos estudos (DZUY; BOGER, 1985) onde a geometria foi melhor descrita, permitindo a disseminação de sua aplicação para outras áreas e aplicações, como suspensões cimentícias, suspensões inorgânicas coloidais, alimentos, diversas dispersões, etc. Em suma, a principal utilização de tal geometria é a possibilidade da determinação da tensão de escoamento de suspensões concentradas sem que haja escorregamento da amostra, através da aplicação de deformações homogêneas no material. É usualmente composta por 2, 4, 6 ou 8 aletas, sendo que, para adequada medida de tensão de escoamento, evitar a possibilidade de separação de fases e o eventual esmagamento de maiores partículas, relações geométricas entre as aletas e o recipiente de ensaio devem ser respeitadas, conforme demonstrado na Figura 11 (VALENCIA, 2017).

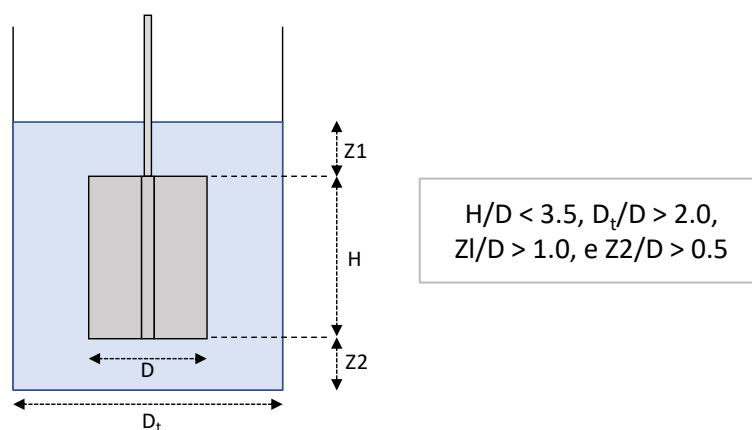


Figura 11 - Relações geométricas a serem consideradas para utilização da geometria Vane

A geometria *Fishbone* foi desenvolvida pela fabricante *Schleibinger Testing Systems* e utilizada em seus reômetros, sendo aplicada, principalmente para argamassas com tamanhos máximos de partículas específicos (“Viskomat Rheometer”, 2020). A geometria *Fishbone* é uma das geometrias comerciais utilizada em reômetros da empresa *Schleibinger Testing Systems* (Viskomat NT e Viskomat XL). Em sua configuração original, isto é, na dimensão vendida comercialmente, é indicada para aplicação em argamassas com partículas de no máximo 2mm com comportamento de fluídos de Bingham. Adicionalmente, tal geometria é descrita como adequada para caracterização reológica de composições cimentícias, incluindo, ensaios de longa duração, devido à sua área de contato reduzida, possibilitando o acompanhamento das alterações reológicas ocorridas ao longo do processo de hidratação de pastas de cimento. De acordo com o comportamento reológico da composição e outros fatores, tais como teor de sólidos e limites de funcionamento do equipamento utilizado, é conhecida a possibilidade do desenvolvimento e utilização de geometrias *Fishbone* com diferentes relações geométricas (comprimento e distância entre aletas maiores ou menores) entre a geometria e o recipiente de ensaio (BANFILL, 1991a; “Viskomat Rheometer”, 2020).

Existe, ainda, para o caso do reômetro Pheso - Calmetrix que possibilita a realização da mistura no equipamento, a geometria do tipo Attritor, a qual foi desenvolvida para a aplicação de um grande cisalhamento no material. Baseada nas geometrias utilizadas em moinhos, tal geometria apresenta a capacidade de gerar grande cisalhamento entre suas aletas e o material, e entre as partículas do material. Por este fato, possui excelente capacidade de realizar misturas de diversas composições, incluindo as que demandem uma

maior energia empregada para quebra de seus aglomerados, sistemas com melhor empacotamento de partículas (mais densos) e que possuam uma baixa relação de água – sólidos (FEHLING; SCHMIDT; STÜRWALD, 2008). Durante sua rotação, a haste central movimenta as aletas horizontais perpendiculares ao eixo (distribuídas em pares ao longo da haste central e com uma defasagem de 45° entre cada aleta de cada par, resultando em um formato de “cruz” contínuo) proporcionando um movimento irregular entre as maiores partículas do sistema (que neste caso funcionam de maneira análoga a um elemento de moagem, até que o sistema apresente adequada coesão) e as menores partículas. Desta forma, tal movimento resulta na combinação de três fenômenos, os quais proporcionam uma melhor eficiência de mistura: partículas maiores se movimentam e posteriormente colidem com outras partículas ainda maiores, rompendo menores aglomerados de partículas finas presente entre elas e em suas superfícies; força rotacional atuando no sistema e; força gravitacional ocorrendo a cada revolução realizada pela haste central, dado o intervalo das aletas horizontais, causando vazios que agem entre as maiores partículas e os aglomerados (JUST; YANG, ; SCHILLING, ; SD; HSA; LAB SERIES, 2020; SZEGVARI; YANG; SZEGVARI, 1999).

A geometria de cilindros concêntricos surgiu com a utilização do primeiro reômetro rotacional desenvolvido por Maurice Couette (1890) (MACOSKO, 1994). Atualmente, tal geometria costuma ser utilizada e é melhor aplicada para medição de materiais com menor viscosidade (<100 Pa.s), e/ou para maiores taxas de cisalhamento. Além disso, em uma de suas variações, como a com eixo vazado, apresenta um efeito reduzido de escorregamento da amostra ao longo da aplicação da taxa de cisalhamento, quando em comparação com a geometria Vane (MACOSKO, 1994; WANG; KEE; KHISMATULLIN, 2011).

Ainda, para os reômetros citados, diferentes aparatos podem ser desenvolvidos e aplicados para simulação, por exemplo, de um volume restrito ou com pressões elevadas.

Além das geometrias, costuma ser comum a utilização de acessórios para auxílio da medição dos parâmetros durante os ensaios de reometria, como raspadores laterais, limitadores de volume de amostra e ranhuras ou grades, colocadas na lateral dos recipientes de ensaio. A fabricante de reômetros *Schleibinger Testing Systems*, por exemplo, desenvolveu diversos destes acessórios. Em ensaios com sua geometria *Fishbone*, recomenda a utilização de raspadores. Quando utilizada a geometria Vane, propõe a utilização de uma ranhura/grade lateral, para evitar o escorregamento da amostra,

aumentando o cisalhamento e conseqüentemente diminuindo zonas mortas (MANNHEIMER, 1983; “Viskomat Rheometer”, 2020).

### 3.3.2.1 Cálculos e relações entre geometrias

Os diversos modelos e dimensões de cada geometria de ensaio promovem diferentes perturbações e fluxos nos materiais avaliados, sendo estes, os resultados lidos pelos equipamentos. Para cada modelo de geometria utilizado, são utilizadas diferentes equações que melhor descrevem o fluxo causado de acordo com suas dimensões (ALDERMAN; MEETEN; SHERWOOD, 1991; DZUY; BOGER, 1983, 1985; MACOSKO, 1994; “Thermo Scientific HAAKE MARS Rheometer Instruction Manual”, 2014). Para geometrias do tipo Vane e cilindro concêntrico, por exemplo, os cálculos são baseados a partir de duas equações diretamente relacionadas com suas dimensões, sendo, a partir dessas, calculadas duas variáveis: **A** e **M**.

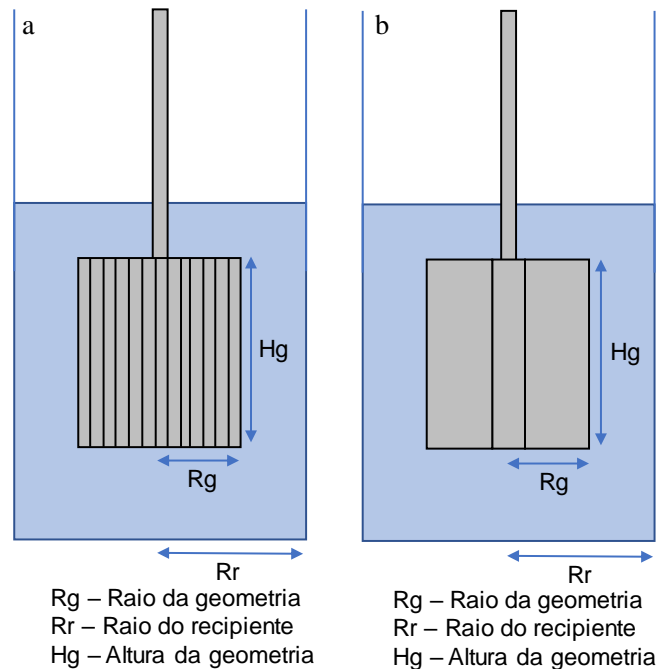


Figura 12 – Dimensões de interesse das geometrias. A- geometria cilindros concêntricos, b – geometria Vane. Fonte: Elaborado pelo autor.

Para a geometria de cilindros concêntricos, as dimensões de interesse para o cálculo da variável **A** são o raio da geometria e sua altura, conforme a equação 2. Já para o parâmetro **M**, uma relação entre o raio do recipiente e o raio da geometria é utilizada (equação 4).

$$A = \frac{1}{2 * \pi * Rg^2 * Hg} \quad (2)$$

$$\delta = \frac{Rr}{Rg} \quad (3)$$

$$M = \frac{2 * \delta^2}{\delta^2 - 1} \quad (4)$$

Com a geometria Vane, são utilizadas três dimensões para o cálculo da variável **A**, sendo elas, o raio da geometria, sua altura, e o raio do recipiente de ensaio (equação 5). Devido ao fato de não haver um fluxo definido ao redor das extremidades da aleta da geometria, a variável **M** para a taxa de cisalhamento não está definido e foi intitulado como 1.

$$A = \frac{1}{4 * \pi * Rg^3 * \left(\frac{Hg}{2 * Rg} - \frac{1}{3}\right)} \quad (5)$$

Conforme apresentado na Figura 11, vale ressaltar, que para o desenvolvimento de geometrias Vane, relações entre suas dimensões devem ser respeitadas, como entre o diâmetro da geometria e sua altura, entre o diâmetro do recipiente e o da geometria, e a distância do fundo da geometria de ensaio e o fundo da geometria, ou seja, a camada inferior de material (DZUY; BOGER, 1983, 1985; MACOSKO, 1994; “Thermo Scientific HAAKE MARS Rheometer Instruction Manual”, 2014).

Posteriormente, a partir do cálculo dessas variáveis, aplicam-se mais duas outras equações diretamente relacionadas com as variáveis **A** e **M**, para o cálculo da tensão e da taxa de cisalhamento.



$$\tau = A * M \quad (6)$$

$$\gamma = M * \Omega \quad (7)$$

Onde, para o cálculo da tensão de cisalhamento (equação 6) é multiplicada a variável **A**, pelo torque, enquanto para o cálculo da taxa de cisalhamento (equação 7) multiplica-se a velocidade angular pela variável **M**.

### 3.3.3 Materiais de calibração

Os diversos reômetros laboratoriais de bancada disponíveis são geralmente utilizados para a caracterização de materiais homogêneos e líquidos, sem a presença de partículas. Desta forma, para a calibração destes equipamentos utilizam-se óleos que, no entanto, não são aplicáveis para a utilização em reômetros para argamassa e concreto, por um lado pelo fato do elevado custo, devido ao maior volume de material necessário e, por outro, por não apresentar representatividade quando comparado aos materiais de interesse pela ausência de partículas. Estes óleos, apresentam, ainda, o comportamento reológico semelhante a um fluido Newtoniano, o que não é observado na grande maioria dos materiais cimentícios, como concretos e argamassas (FERRARIS *et al.*, 2004). Para um maior controle do material avaliado, geralmente são utilizados materiais com parâmetros reológicos conhecidos, como silicones industriais e partículas rígidas com formatos e tamanhos bem definidos e conhecidos, como esferas de vidro. Nesta lógica, o NIST (*National Institute of Standards and Technology*), realizou uma pesquisa a fim de desenvolver uma argamassa como material de referência, utilizando como matéria-prima esferas de vidro, carbonato de cálcio e xarope de milho (OLIVAS *et al.*, 2017; SAKANO, 2016).

### 3.3.4 Protocolos de ensaio

Por se tratar de uma análise complexa e de muitas variáveis, devido aos diferentes métodos de funcionamento dos reômetros comerciais disponíveis, além de suas configurações e geometrias em si, diversos estudos foram e continuam sendo realizados a fim de permitir uma correlação e um melhor entendimento do resultado fornecido por cada equipamento (FERRARIS *et al.*, 2001, 2004; FEYS *et al.*). Tais estudos, realizados a partir de protocolos

de ensaio semelhantes e com a utilização dos mesmos materiais, permitem realizar diversas correlações entre os resultados dos equipamentos, fornecem informações a respeito do funcionamento e dos cálculos realizados para a obtenção dos parâmetros reológicos, além da caracterização reológica em si. Apesar das várias diferenças entre os reômetros, são observados, como na Figura 13, uma coerência entre o perfil dos resultados fornecidos por eles, independentemente da unidade fornecida pelo equipamento, como por exemplo, na tensão de escoamento, obtida, neste caso, a partir de uma análise fundamental das variáveis do ensaio, para o cálculo deste parâmetro reológico para cada equipamento em particular.

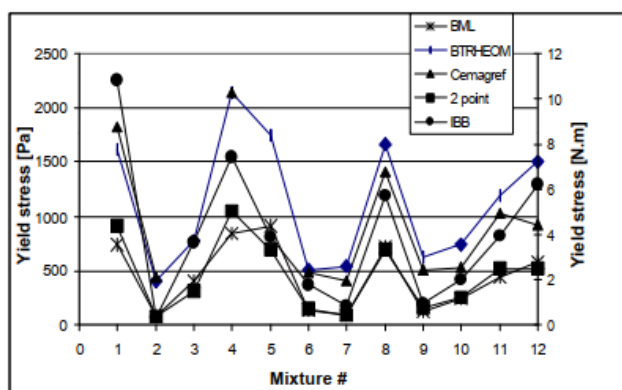


Figura 13 – Resultado de tensão de escoamento de um concreto obtido a partir de reometria rotacional em diferentes reômetros. Fonte: (FERRARIS *et al.*, 2001).

No entanto, apesar de patamares semelhantes no resultado apresentado, os valores absolutos fornecidos pelos equipamentos diferem entre si na unidade de medida e no valor dos parâmetros reológicos. Para outros parâmetros, como viscosidade aparente, perfil reológico e área de histerese, tais correlações e padronizações tornam-se ainda mais complexas, principalmente pela dificuldade da utilização de um modelo, seja ele numérico ou de simulação fluidodinâmica, que seja fidedigno e que forneça e considere características físicas relevantes no cálculo do parâmetro de interesse, quando realizado com base na dinâmica de funcionamento/distúrbios no fluxo decorrentes do ensaio.

De acordo com a informação que se deseja obter do material, é definido o tipo de ensaio a ser realizado. Neste caso, os ensaios que serão realizados são definidos como ensaios de fluxo, sendo estes os mais aplicados para materiais cimentícios multifásicos, como argamassas e concretos. Tais ensaios são divididos em dois tipos, nos quais se realiza o

controle da aplicação da tensão ou da deformação no material. A partir da variação da tensão versus a taxa de cisalhamento, torna-se possível traçar uma curva de escoamento, obtendo-se, a partir dela, valores de viscosidade aparente e tensão de escoamento, por exemplo (SCHRAMM, 1998; VALENCIA, 2017).

Na configuração do tipo rampa de taxa de cisalhamento (Figura 14) é possível se obter a tensão de escoamento, o comportamento reológico, a viscosidade plástica de *Bingham* (no caso), a curva de viscosidade aparente do material e, ainda, a área de histerese, sendo essa, um indicativo da estabilidade/homogeneidade do sistema. O ensaio consiste em aplicar uma taxa de cisalhamento de maneira crescente e/ou decrescente em uma amostra, podendo, ainda, ser feita uma combinação de ambos, com ou sem intervalo entre as aplicações, sendo realizada em rampa ou em degraus (com patamares).

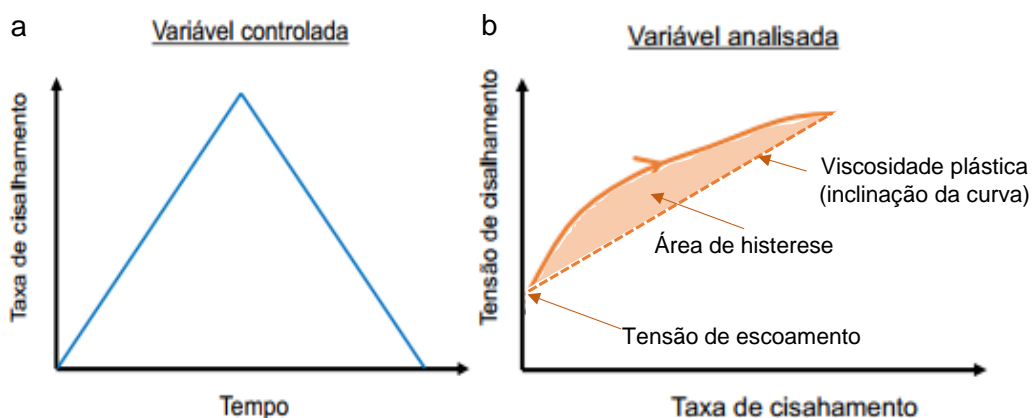


Figura 14 - Procedimento experimental do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento. Variável controlada (a), exemplo de resultado com parâmetros reológicos obtidos (b). Fonte: Adaptado de (VALENCIA, 2017).

No ensaio do tipo taxa de cisalhamento constante (*stress growth*) - Figura 15, é possível avaliar o momento da quebra da estrutura do material. Este ensaio consiste no aumento crescente da deformação aplicada a uma taxa de cisalhamento constante e é geralmente utilizado com a geometria Vane, buscando-se como resultado, a tensão de escoamento do material. Em uma dada deformação crítica, a estrutura se rompe e o material flui, podendo ser tal ponto (indicado pelo ponto B na figura), de máxima tensão de cisalhamento, considerado como a tensão de escoamento do material. Outra forma de análise da tensão de escoamento pode ser a consideração do ponto A (correspondente ao final da deformação linear) ou ainda, no ponto C, onde a tensão de cisalhamento fica estável. Neste

ensaio, a variação inadequada da rotação da geometria, sendo ela muito alta ou muito baixa, pode levar a uma medição equivocada na tensão de escoamento do material (HAIMONI; HANNANT, 1988; KOEHLER; FOWLER, 2004).

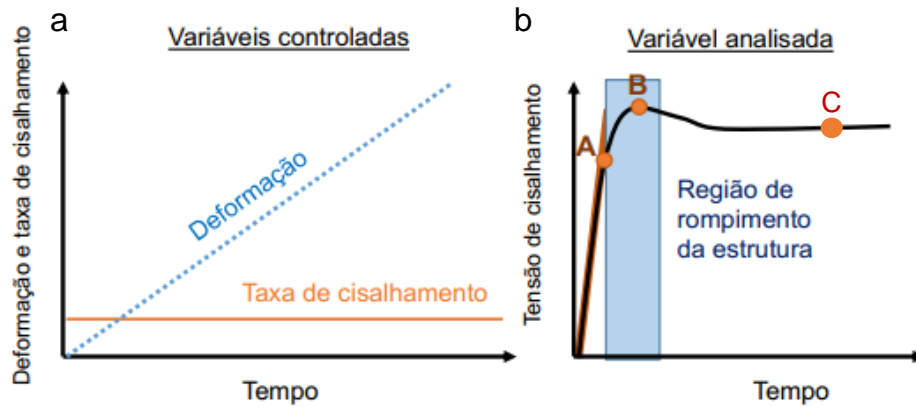


Figura 15 - Procedimento experimental do ensaio de taxa de cisalhamento constante. Variável controlada (a), exemplo de resultado com indicação de parâmetros reológicos obtidos (b). Fonte: Adaptado de (VALENCIA, 2017).

### 3.3.5 Exemplo de avaliação de materiais a partir de reometria rotacional

Os resultados apresentados nas figuras a seguir foram obtidos a partir da avaliação reológica de solos de colúvio através do ensaio de reometria rotacional em um reômetro Pheso – Calmetrix, sendo utilizado o protocolo de ensaio de rampa de taxa de cisalhamento, com a geometria do tipo Attritor.

Na Figura 16 são apresentados a aparência física do material ensaiado, no caso, solo de colúvio (a) e os resultados obtidos de reometria rotacional (b). A partir das imagens obtidas durante a realização do ensaio, faz-se possível uma melhor interpretação de possíveis erros e/ou dados equivocados obtidos como resposta do equipamento, permitindo um cruzamento de informações. Analisando os resultados em b, pode-se observar a mudança do comportamento reológico do material em função do teor de água utilizado, alterando, assim, o sinal de resposta medido pelo equipamento. A curva “a (21,0%)” não apresenta o resultado esperado de queda no torque com o aumento do teor de água, provavelmente devido à baixa quantidade de água utilizada, a qual não permitiu que o material apresentasse adequada coesão e estivesse muito seco. Já a curva “e (49,7%)”, apresenta um patamar estável ao longo da realização de todo ensaio, com um mesmo resultado de torque independentemente da rotação, explicado, quando comparado com as imagens da

amostra, provavelmente pela adesão do material na geometria, causando um vazio no recipiente de ensaio, o qual, por conta da alta plasticidade do material e do teor de água em específico, não permitiu que o material fluísse e preenchesse esse espaço, não tendo sido possível realizar a caracterização reológica do material em si (MELO, 2014; PIERRE *et al.*, 2017).

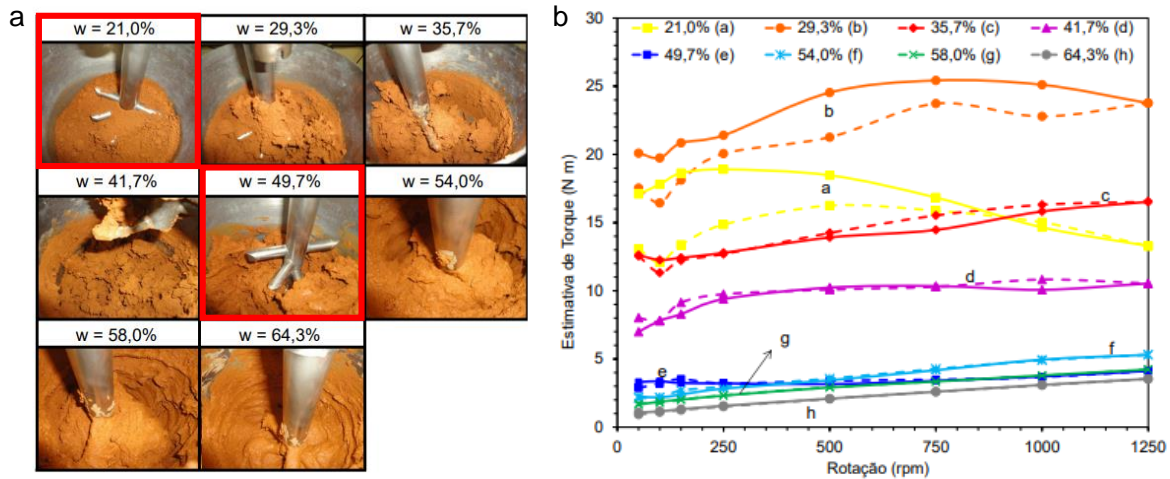


Figura 16 – Imagens de solo de colúvio ensaiado em um reômetro (a) e resultados obtidos a partir do ensaio de reometria rotacional (b). Fonte: Adaptado de (MELO, 2014).

Na Figura 17 são apresentados diferentes resultados de protocolos de ensaio distintos com a geometria Vane em reômetros. Em a, foi utilizada o protocolo do tipo taxa de cisalhamento constante (*stress growth*) buscando-se avaliar o efeito do escorregamento da amostra na medição da tensão de escoamento e viscosidade aparente das pastas cimentícias avaliadas com duas geometrias diferentes (Vane e cilindros concêntricos). Fica nítida a diferença dos resultados obtidos com a alteração da velocidade em grandezas de 10. Tal efeito dá-se pela utilização de rotação muito alta ou muito baixa, sendo influenciada ora sofrendo a ação da resistência viscosa do fluido, inércia de movimento da geometria e, ainda, de acordo com a precisão do equipamento utilizado, quando em altas rotações, ora pela reformação dos aglomerados de partículas e reorientação deles (KOEHLER; FOWLER, 2004). Em b foi realizado o protocolo de rampa de taxa de cisalhamento descendente, com um período de pré-cisalhamento antes da realização do decréscimo da rotação da geometria, com a intenção de avaliar o melhor protocolo de ensaio com a geometria Vane para que se evitasse a separação de fases dos concretos (B1, B2 e B3), em detrimento da medida mais correta dos parâmetros reológicos. A utilização da

velocidade inicial de 96 RPM (P96), foi muito elevada, demonstrando patamares diferentes de torque entre o período de pré-cisalhamento e a parte final do ensaio de rampa de cisalhamento, sendo este mais acentuado para o concreto B3. A partir do método de avaliação utilizado, tal diferença é explicada pelo efeito de segregação no material (B3), ou seja, inicialmente uma parte maior/completa do material foi avaliada durante o período de pré-cisalhamento. Após isso, o material teve uma ou mais de suas fases separadas, seja por conta da elevada velocidade de rotação, fazendo com que as partículas maiores fossem jogadas para as extremidades do recipiente, causando segregação radial, seja pela própria característica intrínseca da composição, que apresenta maior potencial de segregação. Neste caso, a velocidade utilizada, em específico para o material denominado B3, demonstra, ainda, tempo insuficiente de pré-cisalhamento, não apresentando um resultado com um patamar estável nessa parte do ensaio, demonstrado pela linha preta (SOUALHI *et al.*, 2016).

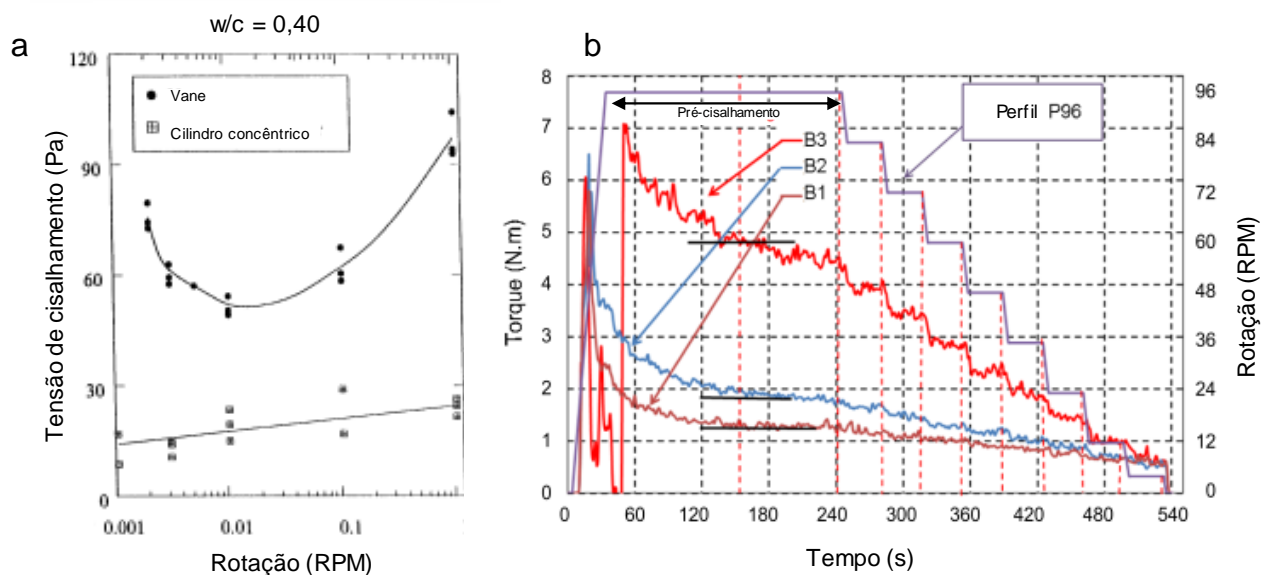


Figura 17 – Resultados do ensaio de taxa de cisalhamento constante com duas geometrias diferentes (a) e resultado do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento com geometria Vane. Fonte: Adaptado de (SAAK; JENNINGS; SHAH, 2001; SOUALHI *et al.*, 2016).

Na Figura 18 são apresentadas as variações na duração dos patamares no ensaio de rampa da taxa de cisalhamento. A duração de cada degrau do ensaio deve ser suficiente para que, nos resultados de torque medidos sejam observados patamares estáveis. Com durações muito curtas o material pode apresentar reestruturação/reaglomeração de suas

partículas. No entanto, patamares de duração muito elevadas podem ocasionar segregação vertical, isto é, partículas maiores começam a sedimentar. Desta forma, para uma adequada avaliação de diferentes materiais, deve-se levar em consideração, a partir da curva de resposta do equipamento, patamares estáveis de torque e a avaliação visual da não ocorrência de segregação vertical no material (BANFILL, 1991a; WALLEVIK, 2009).

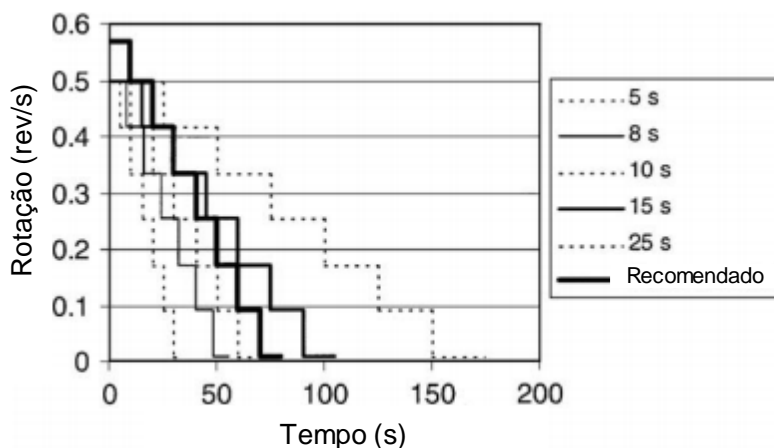


Figura 18 – Diferenças no tempo de duração dos patamares no protocolo de ensaio de rampa de taxa de cisalhamento. Fonte: Adaptado de (GEIKER *et al.*, 2002).

Os resultados apresentados a seguir foram obtidos a partir da avaliação reológica de diferentes argamassas através do ensaio de reometria rotacional em um reômetro Viskomat NT – Schleibinger Testing Systems, sendo utilizado o protocolo de ensaio de rampa de taxa de cisalhamento, com a geometria do tipo *Fishbone*. Nas imagens a e b da Figura 19, são apresentados os resultados brutos obtidos pelo equipamento e em c e d, são apresentados os dados tratados. As argamassas avaliadas são de diferentes aplicações, tais como uso geral (K e S), interna (Eur1) e revestimento (Eur3).

Basicamente, os valores apresentados em a e c são de argamassas com comportamento adequado para a avaliação com a geometria proposta (*Fishbone*). Em a, nota-se a resposta viscosa do material frente a solicitação da rotação imposta pela geometria do equipamento, causando um aumento de torque, sendo este o perfil esperado para este tipo de argamassas. Enquanto em b é possível observar uma queda muito grande no valor de torque, não sendo este um resultado usual. De acordo com as hipóteses levantadas pelo trabalho, isso se dá, principalmente, pelas características das argamassas analisadas,

podendo ter ocorrido, devido à alta plasticidade, que a geometria “cortasse” o material em camadas ao longo de suas revoluções e/ou, ainda, que ao longo do ensaio a geometria tenha causado um vazio no material, sendo este vazio ocasionado pela adesão do material na geometria e, também, devido a sua falta de trabalhabilidade, não permitindo que o mesmo fluísse e preenchesse esse espaço (CARDOSO *et al.*, 2014). Adicionalmente, as argamassas apresentavam comportamento granular e uma possível separação de fases durante o ensaio, sendo este, mais acentuado e influente na argamassa S.

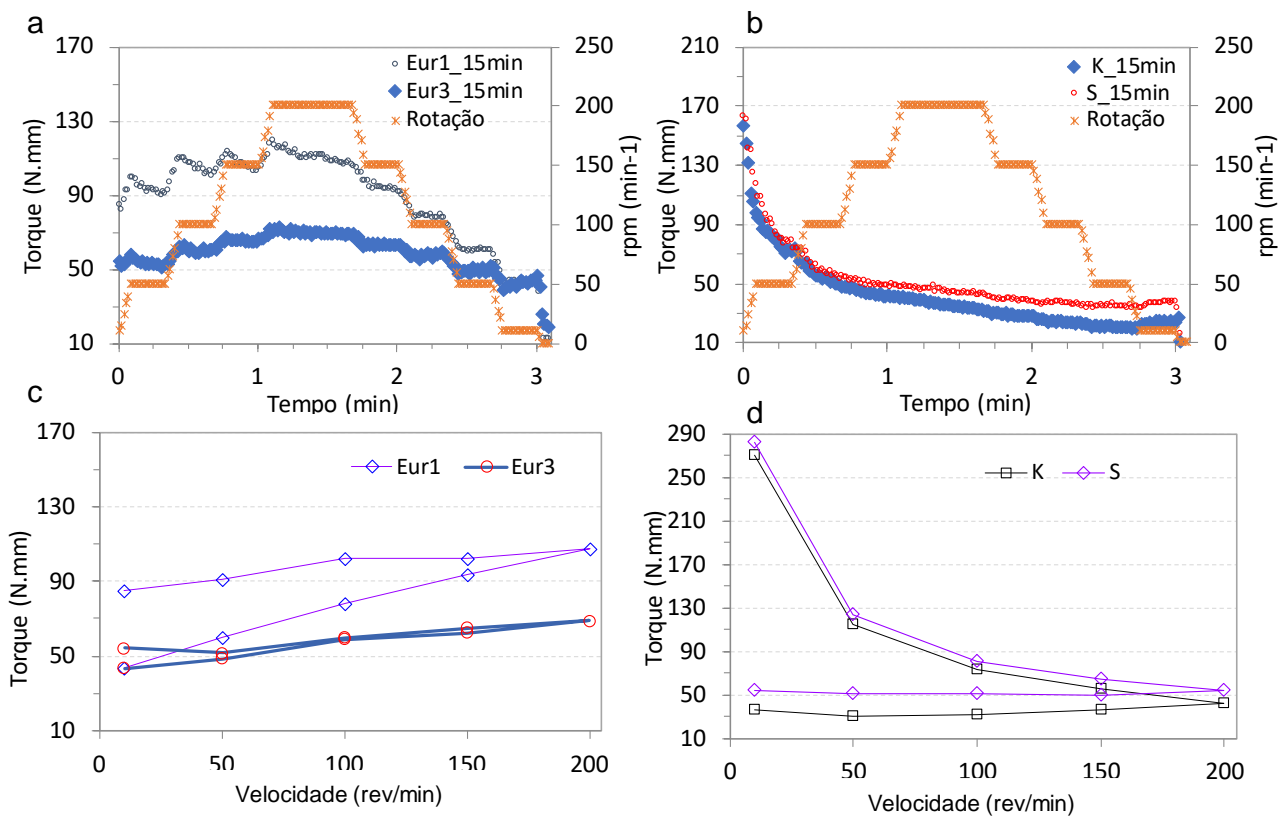


Figura 19 – Resultados brutos do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento (a) e (b) e resultados tratados (c) e (d) de diferentes argamassas. Fonte: Adaptado de (CARDOSO *et al.*, 2014).

### 3.4 Reometria de mistura

O processo de mistura consiste, basicamente, para o caso de argamassas, na homogeneização dos materiais secos, dentre eles cimento, fíleres, aditivos e areias, com água. A partir da introdução do líquido no sistema é iniciado o processo de desenvolvimento e formação dos aglomerados, e, após essa formação, com a aplicação do esforço através da mistura, tais aglomerados se rompem, promovendo fluidez ao sistema (FRANÇA, 2012).



Durante esse processo, torna-se possível a análise quantitativa de esforços, por exemplo, através de diferentes técnicas, sendo, uma delas, a reometria de mistura.

A evolução da microestrutura dos materiais durante o processo de mistura ocorre a partir da adição de água no processo, podendo ser observados cinco estágios principais, conforme descrito por (LEUENBERGER *et al.*, 2009) a partir da análise da mistura de pó de calcário.

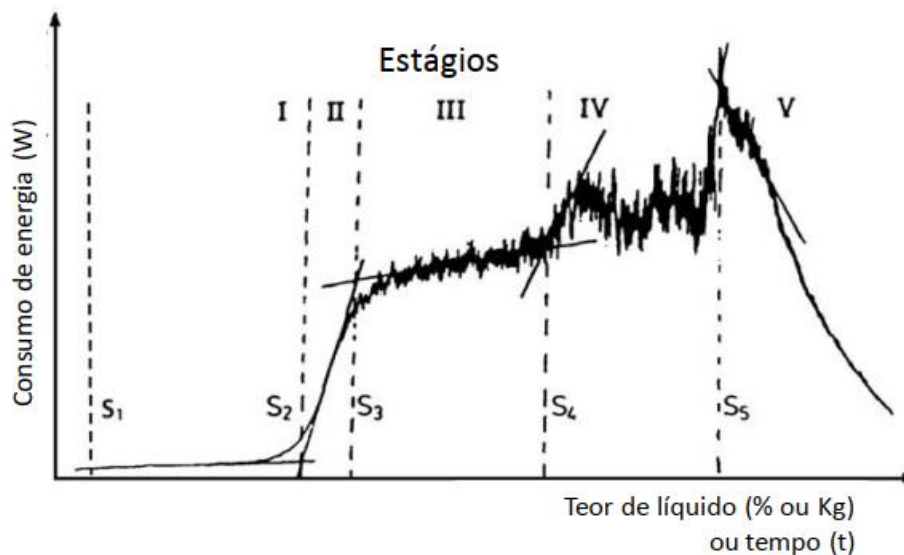


Figura 20 - Apresentação dos estágios presentes em uma curva de mistura de pó de calcário. Fonte (LEUENBERGER *et al.*, 2009)

Fase I - Durante o período da fase I, compreendido entre os estágios S1 e S2, o material ainda está seco (representando pelo trecho constante da curva), sendo posteriormente adicionado o líquido, momento em que a curva sofre uma inflexão.

Fase II - Entre os estágios S2 e S3, inicia-se a nucleação, onde o líquido é adicionado e começa a ser distribuído entre as partículas, e então é iniciada a formação das pontes líquidas, formando um tamanho médio-crítico de aglomerados, conhecido como estado pendular;

Fase III - Considerada como fase platô, os pequenos aglomerados formados, começam a se juntar entre si, onde seus vazios são preenchidos com líquido; momento de transição entre o estado pendular e folicular;

Fase IV - Neste momento os aglomerados começam a aumentar de tamanho, atingindo um estado de capilaridade;

Fase V - Formação de aglomerados cada vez maiores, proporcionando o pico máximo de energia da curva. Os vazios entre os aglomerados estão completamente preenchidos com líquido e, a partir disso, com a aplicação da energia do misturador, os mesmos se rompem, liberando água para o sistema e atingindo o estado de fluidez.

Após a fase 5, deve-se apresentar, ainda, novamente um trecho constante, ou platô, geralmente com torque inferior à fase 3, indicando o momento de homogeneidade do sistema e o término do processo de mistura (CAZACLIU, 2008; PILEGGI, 2001).

Para a descrição do processo de evolução microestrutural da mistura para materiais cimentícios granulares, tais como argamassas, baseia-se na mesma teoria, sendo realizada, apenas, a adaptação às condições da composição do sistema. Na Figura 21, são descritos os possíveis estágios para materiais granulares (CAZACLIU, 2008).

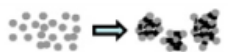


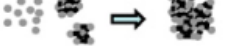
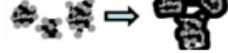


Estágios	Descrição	Microestrutura
1	Nucleação dos grânulos	
2	Molhagem da areia	
3	Revestimento da areia	
4	Crescimento dos grânulos	
5	Molhagem dos agregados maiores	
6	Formação da suspensão granular	
7	Destruição dos aglomerados	

Figura 21 - Tipos de microestruturas formadas ao longo da mistura de suspensões cimentícias granulares. Fonte: (CAZACLIU, 2008, p.; FRANÇA, 2012).

Além da identificação das fases de evolução microestrutural obtidas a partir da curva de mistura de composições, outros parâmetros ainda podem ser analisados, tais como energia de mistura, e torque máximo, conforme apresentado na Figura 22.

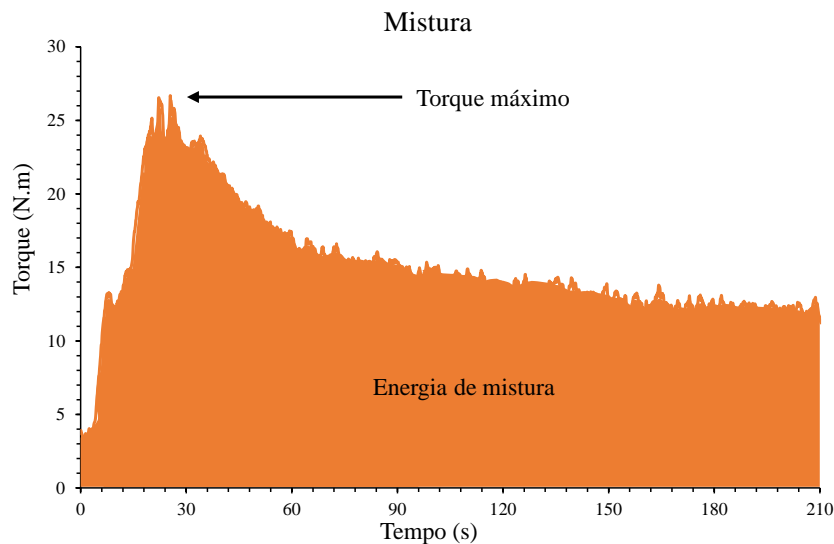


Figura 22 - Parâmetros encontrados a partir de uma curva de mistura. Fonte: Elaborado pelo autor

O ponto de torque máximo, indicado justamente pelo ponto de maior torque aplicado pelo misturador, pode ser relacionado com o porte do equipamento necessário para que a mistura seja realizada, ou seja, a potência máxima daquele equipamento deve compreender o valor máximo de torque das composições que se deseja misturar. Além disso, a partir da área abaixo da curva de mistura, têm-se a energia de mistura. A energia de mistura é utilizada para análise da energia total utilizada para a realização do processo. Neste caso, quanto menor a energia de mistura utilizada, mais econômico e rápido será o processo.

## 4 EXPERIMENTAL

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados no trabalho, e informações sobre os ensaios de caracterização física e morfológica. Além disso, será apresentado o planejamento experimental dos ensaios de caracterização reológica realizados e a descrição deles.

### 4.1 Materiais

A seguir serão apresentados e descritos os materiais utilizados para o desenvolvimento da pesquisa.

#### 4.1.1 Silicone industrial

Para este trabalho buscou-se a correlação entre dois equipamentos de escalas de funcionamentos diferentes. Desta forma, optou-se por utilizar um material de referência com parâmetros reológicos conhecidos.

Foram utilizados quatro silicones industriais da marca Wacker, fornecidos pela empresa Silicones Paulista, com diferentes viscosidades cinemáticas, sendo elas: 100, 1000, 5000 e 12500 cSt. Buscou-se, com isso, avaliar potencialmente os limites inferior e superior de funcionamento do reômetro utilizado (Pheso – Calmetrix), comparar os resultados obtidos com os silicones com argamassas comerciais, além da correlação com o reômetro Haake Mars 60 – ThermoFisher.

Tabela 2 - Valores de viscosidade cinemática e densidade dos silicones avaliados fornecidos pela empresa.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

Viscosidade Cinemática (cSt)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Temperatura (°C)
100		
1000		
5000	0,971	25
12500		

Fonte: Elaborado pelo autor

\*Não foram fornecidas referências ou normas técnicas dos procedimentos utilizados para aferição das propriedades de viscosidade cinemática. A densidade foi avaliada a partir da norma DIN 51757 (“Testing of mineral oils and related materials - Determination of density”, 2011).

#### 4.1.2 Argamassas

Foram utilizados quatro tipos diferentes de argamassas comerciais, buscando-se abranger comportamentos reológicos distintos, promovendo maior robustez aos ensaios e resultados obtidos. Os tipos de argamassas utilizados foram: revestimento, assentamento, colante e auto nivelante.

## 4.2 Planejamento experimental

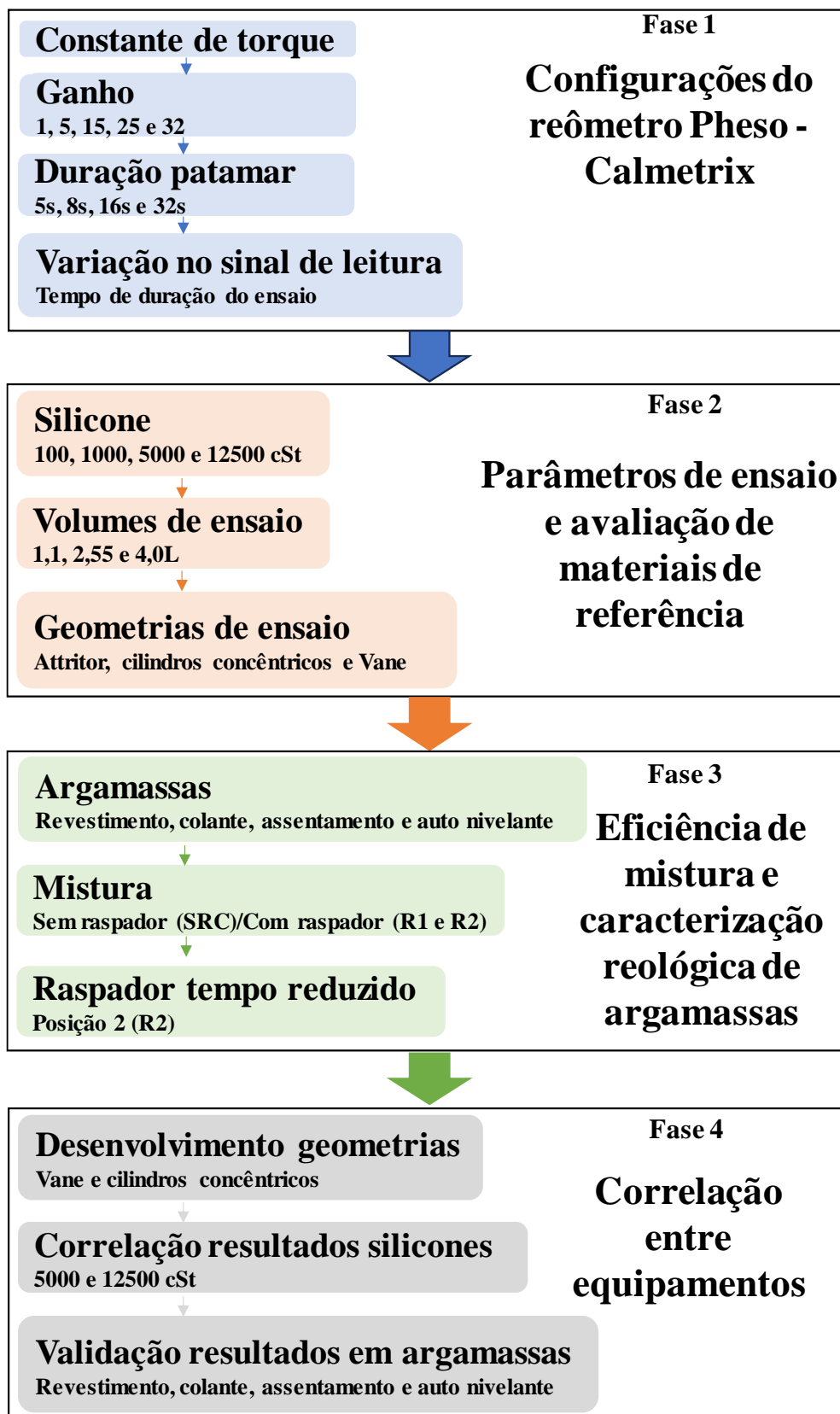


Figura 23 - Detalhamento do planejamento experimental. Fonte: Elaborado pelo autor

**Fase 1:** Durante a fase 1 do planejamento experimental foram realizados ensaios buscando-se compreender e atingir um melhor funcionamento do Reômetro Pheso – Calmetrix em função dos materiais avaliados, variando parâmetros e configurações de ensaio do equipamento.

A princípio foi avaliada e obtida a constante de torque do equipamento. Posteriormente, variaram-se os valores de ganho do equipamento, variável que apresenta relação com a sensibilidade de leitura de torque, variando do ganho de valor número 1 (utilizado até então), até 32 (valor inteiro máximo disponível no equipamento). Nesta parte do trabalho, foram realizadas também novas linhas bases do equipamento com os diferentes ganhos e geometrias. Além disso, foram avaliadas também diferentes durações de patamares, através do ensaio de ciclo de cisalhamento, buscando-se, novamente, uma melhor leitura e aquisição dos sinais de resultado do equipamento. A partir disso, avaliou-se se havia variação nos sinais de leitura do equipamento através de sua utilização extrema, isto é, por longos períodos e altas rotações.

**Fase 2:** Na fase 2 do projeto, buscou-se um melhor entendimento relacionado aos potenciais limites de funcionamento do reômetro Pheso-Calmetrix (nas configurações propostas) – torques máximos e mínimos-, e, também, as melhores condições de ensaio dos materiais. Foram realizados ensaios com os silicones de 100, 1000, 5000 e 12500 cSt, variando-se o volume de material utilizado, e, também, o ganho. Além disso, realizou-se também a caracterização reológica dos silicones no reômetro Haake Mars 60 – ThermoFisher, visando realizar uma posterior comparação entre os resultados dos equipamentos.

**Fase 3:** Na fase 3 do projeto, buscou-se aplicar os resultados obtidos anteriormente em argamassas comerciais, variando-se, agora, configurações nas etapas de mistura desse material. Neste momento, foram avaliadas quatro argamassas diferentes (revestimento, assentamento, colante e auto nivelante), já nos ganhos e volumes estipulados, aplicando-se um raspador lateral para auxílio da raspagem da panela do equipamento. Foi avaliada a eficiência de mistura das argamassas sem o acessório de raspagem (SR - configuração utilizada até então), e com o acessório em 2 posições diferentes (denominadas R1 e R2). Adicionalmente, também foi realizada a caracterização reológica de duas argamassas no reômetro Haake Mars 60 – ThermoFisher.

Tabela 3 – Faixa de rotação de funcionamento dos reômetros. Fonte: Elaborado pelo autor.

	Pheso - Calmetrix	Haake Mars 60 - ThermoFisher
Eixo	Central/Planetário	Central
Rotação min. (RPM)	$5 \cdot 10^{-3} / 18 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-7}$
Rotação max. (RPM)	140/550	4500

Fonte: Elaborado pelo autor

Por apresentarem ampla faixa de rotação de funcionamento (Tabela 3), diversas variações de duração de patamares no protocolo de rampa de taxa de cisalhamento são passíveis de serem realizadas, além da possibilidade de atingir rotações muito baixas. Desta forma, os equipamentos permitem uma maior flexibilidade na definição do protocolo mais adequado de acordo com o material avaliado.

**Fase 4:** Na fase 4 do projeto foi realizado o desenvolvimento de duas novas geometrias de ensaio para o reômetro Pheso – Calmetrix: vane e cilindros concêntricos. A partir da utilização dessas geometrias com silicões de 5000 e 12500 cSt, realizou-se a correlação dos resultados obtidos com o reômetro Haake Mars 60, possibilitando, assim, a conversão de unidades dos ensaios realizados em argamassas para unidades do sistema internacional em tensão de cisalhamento.

### 4.3 Métodos

Após a seleção dos materiais, foi realizada a caracterização física e morfológica das argamassas. Este procedimento é essencial para um melhor entendimento do material que está sendo avaliado. A seguir serão descritas as técnicas, os procedimentos de ensaio, os equipamentos e a caracterização das argamassas utilizadas.

#### 4.3.1 Caracterização física

Para a realização dos ensaios de caracterização física e morfológica das argamassas, foi realizado previamente um peneiramento para separação de suas frações (areia e finos). Inicialmente peneirou-se o material em uma peneira de malha 125, e, posteriormente, após secagem, foram realizados os ensaios descritos a seguir.

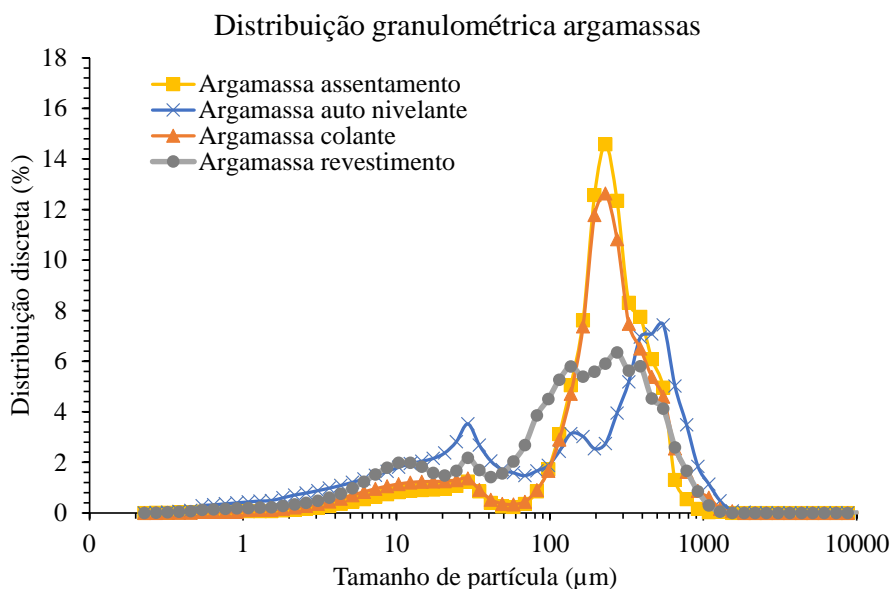
A distribuição de tamanho de partículas das areias das argamassas foi determinada por análise dinâmica de imagens no equipamento QICPIC – Sympatec. Foram analisados aproximadamente 100 g de cada material, com lente M7 (faixa de análise entre 10  $\mu\text{m}$  e 3410  $\mu\text{m}$ ) e dispersão por gravidade. A distribuição granulométrica das partículas finas foi determinada no granulômetro a laser Helos - Sympatec com faixa de detecção 0,1 a 350 micra. Cerca de 0,15g do pó seco foi adicionado em um béquer e, em seguida, misturado com 50 ml de água, utilizando-se um misturador de bancada RW20 (IKA), com rotação mantida em 1000 RPM durante 1 minuto. Após o preparo, a suspensão é transferida para o reservatório de análise, aplicando-se ultrassom por 2 minutos, e logo em seguida se inicia a avaliação.

A área superficial específica foi determinada no equipamento Belsorp Max, com pré-tratamento das amostras em temperatura de 60°C e pressão de 10-2 kPa por 24 horas no equipamento Belprep vac-II para retirada da umidade e de outros gases adsorvidos. No caso das partículas finas, o pré-tratamento foi realizado sob temperatura menor (40°C) e em menor tempo (16 horas) para evitar o risco de desidratação da gipsita. A medida da área superficial específica é determinada pelo método BET (desenvolvido por Brunauer, Emmet e Teller), a partir do pressuposto que a adsorção do gás foi em multicamadas.

A densidade real foi realizada no equipamento Multipycnometer, da marca Quantachrome MVP 5DC, e o resultado quantificado por uma média de 5 determinações para cada matéria-prima.

Na Figura 24 é apresentada a distribuição granulométrica das argamassas, as quais apresentam formato descontínuo e multimodal, explicado principalmente pela presença de duas frações (finos – cimento, fíler, cal e/ou aditivos) e areias. As argamassas de assentamento e colante, apresentam curvas granulométricas semelhantes, devido a matérias-primas semelhantes e à presença de frações equivalentes nas argamassas. A densidade das frações finas teve uma variação muito pequena, entre 2,84 e 2,91  $\text{g}/\text{cm}^3$ , visto que a maior parte da fração é composta por cimento (com densidade aproximada de 3,1  $\text{g}/\text{cm}^3$ ). Aditivos e eventuais adições, com densidades inferiores, são responsáveis pela diminuição da densidade quando comparada ao cimento puro. Quanto às areias, todas apresentaram densidade próxima de 2,66  $\text{g}/\text{cm}^3$  (densidade do Quartzo, possível matéria prima das areias), exceto as areias da argamassa de revestimento, que apresentou densidade de 2,94  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Tal variação pode ser explicada pela utilização de areias de outra origem mineralógica que não somente Quartzo.





Material		% finos	% areias	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)
Argamassa Auto nivelante		55%	45%	6,2	160,0	646,0
Argamassa Assentamento		35%	65%	28,3	229,3	464,1
Argamassa Colante		37%	63%	16,8	222,8	510,5
Argamassa Revestimento		59%	41%	9,7	144,9	492,9

Argamassa	Fração	Densidade média (g/cm <sup>3</sup> )	Área superficial específica (m <sup>2</sup> /g)	Área superficial argamassa (m <sup>2</sup> /g)
Auto nivelante	Finos	2,85	1,12	0,64
	Areias	2,66	0,05	
Assentamento	Finos	2,91	0,86	0,52
	Areias	2,66	0,33	
Colante	Finos	2,86	0,95	0,57
	Areias	2,67	0,35	
Revestimento	Finos	2,84	2,64	1,75
	Areias	2,94	0,47	

Figura 24 - Distribuição granulométrica discreta, caracterização física e composição das argamassas avaliadas

A área superficial específica das partículas é determinada pelo tamanho, e, principalmente pela morfologia e textura, influenciando na absorção e demanda de água e de aditivos das composições, mobilidade e cinética de reações. Nas frações finas apresentou variação entre 0,86 e 2,47 m<sup>2</sup>/g, e, para as areias, 0,05 a 0,47 m<sup>2</sup>/g. A área superficial da argamassa como um todo pode ser calculada a partir do valor ponderado entre a fração volumétrica dos finos e das areias na composição. Todas as argamassas apresentaram valores relativamente próximos, exceto a de revestimento (1,75 m<sup>2</sup>/g), tendo essa apresentado uma

maior fração volumétrica de finos em sua composição e, também, um valor muito superior de área superficial específica da fração fina.

#### 4.3.2 Constante de torque

Para a definição da constante de torque do equipamento, utilizou-se um torquímetro de estalo de 3/8" da marca Sata com faixa de funcionamento de 19-103 N.m. Além dos valores mínimo (19) e máximo (103) de torque, foram avaliados outros 3 valores intermediários: 40, 61 e 82 N.m para a calibração. O procedimento consiste em manter uma rotação constante no equipamento, no caso  $\pm 1$  RPM, e, concomitantemente, utilizar o torquímetro acoplado ao eixo mantendo-o acionado por cerca de 3-5s, repetindo esse procedimento por 5 ciclos, sendo realizado tanto no eixo planetário quanto no eixo central do equipamento.

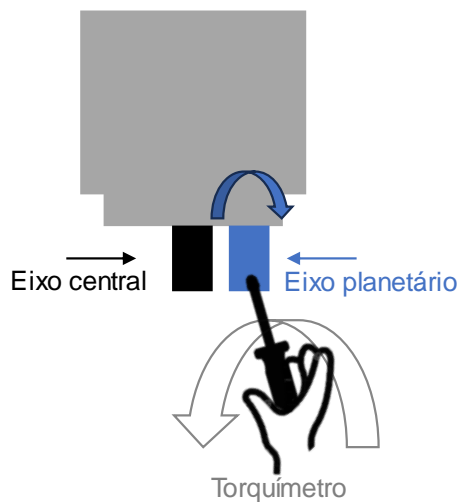


Figura 25 – Simulação do funcionamento do sistema de calibração da constante de torque do equipamento.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

No momento em que se atinge o torque definido no torquímetro e ele é acionado, existe um pico inicial que, posteriormente, diminui e se mantém em uma faixa mais estável. O resultado para cada eixo/faixa de torque é obtido a partir da média dos pontos referentes à faixa estável de torque aplicado.

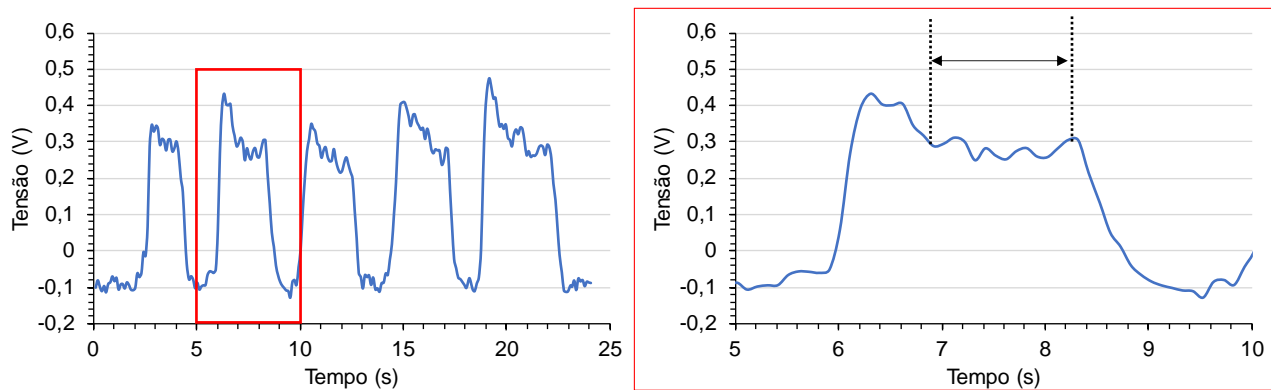


Figura 26 – Resultado de tensão obtido a partir do valor de 19Nm no torquímetro no eixo planetário com o ganho 1. Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.3.3 Variação no sinal de leitura

Foram realizados ensaios simulando diferentes aplicações do equipamento, principalmente em condições mais comuns (configuração de ensaio 1), e, posteriormente, em condições extremas de aplicação (configuração de ensaio 2), buscando-se avaliar se haveria alguma alteração no resultado obtido pelo equipamento após longos períodos de utilização, seja por aquecimento dos componentes eletrônicos e mecânicos (servomotor, engrenagens, etc), ou pelos componentes de lubrificação (rolamentos, graxa, etc) (OLIVEIRA, 2015; SANO, 2013).

Para a configuração 1, foram realizados dois ciclos de cisalhamento, seguido de rotação constante de 250RPM por 6 minutos e mais dois ciclos de cisalhamento (configuração de ensaio usual de utilização: mistura + dois ciclos de cisalhamento), e, mais dois ciclos de cisalhamento, sendo tal conjunto de ensaios repetidos por três vezes. A rotação foi estipulada para simular a mistura de composições que demandem períodos mais longos de mistura com altas taxas de cisalhamento, tais como UHPCs (Ultra High Performance Concrete) (FEHLING; SCHMIDT; STÜRWARD, 2008). Para a configuração de ensaio 2 (condição extrema de utilização), foram efetuados dois ciclos de cisalhamento, seguidos de rotações constantes de 300RPM com diferentes durações: 30, 60 e 120 min, e, posteriormente, mais dois ciclos de cisalhamento, sendo este processo também realizado três vezes, buscando-se justamente calcular o delta de variação dos resultados pré “aquecimento” e pós “aquecimento”.

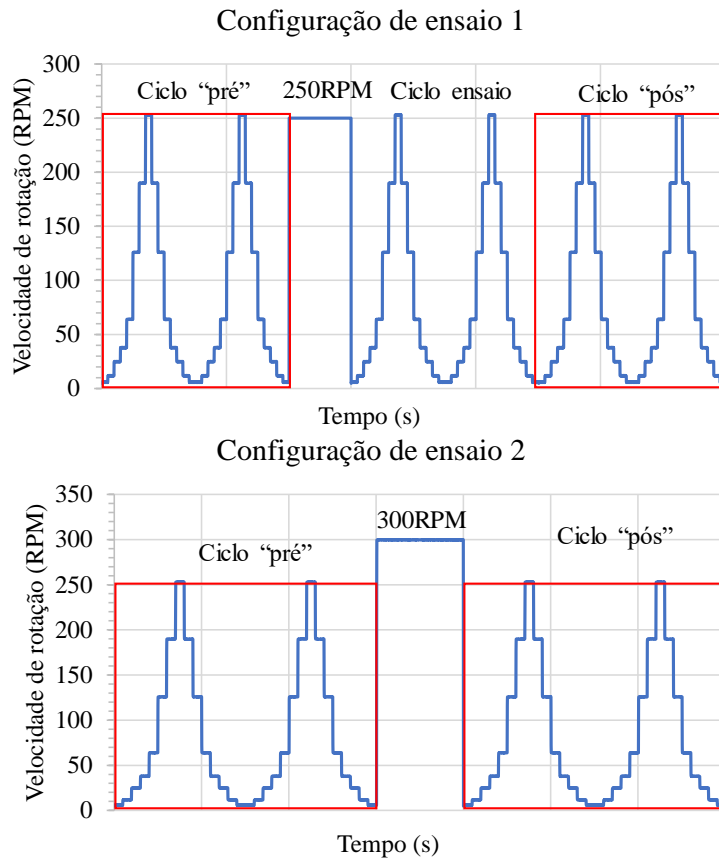


Figura 27 - Configurações de ensaio para análise de variação no sinal de leitura. Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.3.4 Reometria rotacional

As propriedades reológicas dos materiais utilizados foram avaliadas em dois reômetros diferentes: Pheso – Calmetrix e Haake Mars 60 – ThermoFisher. Em ambos os equipamentos, realizou-se o ensaio do tipo rampa de taxa de cisalhamento.

No equipamento Pheso – Calmetrix, foram realizados ensaios de rampa de taxa de cisalhamento com degraus, também chamado ciclo de cisalhamento, variando de 6 a 250 rotações por minuto (RPM), com 8 patamares (Figura 28), com diferentes durações em cada um deles (5, 8, 16 e 32 segundos), utilizando-se a geometria Attritor no eixo planetário do equipamento e as geometrias Vane e cilindros concêntricos no eixo central do equipamento. Para as geometrias utilizadas no eixo central (Vane e cilindros concêntricos), foram utilizadas rotações máximas menores para o ciclo de cisalhamento, atingindo um valor máximo de 125 RPM, mantendo-se, ainda, a mesma quantidade de patamares (8).

Além, disso, foram avaliados diferentes ganhos (parâmetro de sensibilidade de leitura de torque; ganhos 1, 5, 15, 25 e 32) e diferentes volumes de material para o ensaio (1,1, 2,55 e 4,0L).

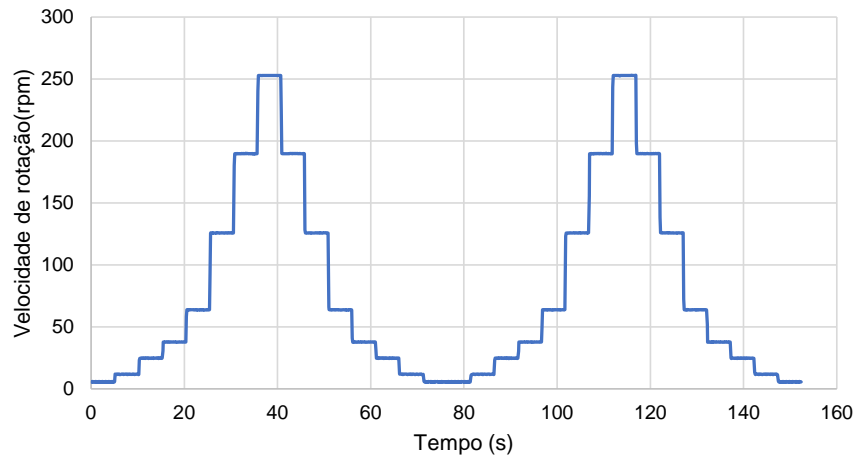


Figura 28 - Procedimento de ensaio de reometria rotacional realizado no equipamento Pheso – Calmetrix.

Fonte: Elaborado pelo autor

Buscando-se cobrir diferentes números de aletas da geometria Attritor, variou-se o volume de material entre 1,1L (1,5 aletas), até 4,0L (5,5 aletas), conforme apresentado na Figura 29. Para melhor visualização dos resultados com silicone industrial, optou-se por apresentar somente os volumes extremos (1,1L e 4,0L). Além disso, também foram plotados somente dados referentes aos ganhos 1 e 32.

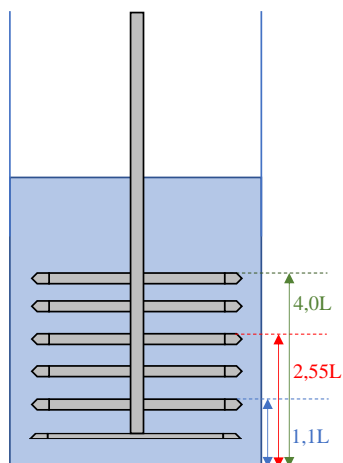


Figura 29 - Volumes de ensaio utilizados no reômetro Pheso - Calmetrix. Fonte: Elaborado pelo autor

No equipamento Haake Mars 60 – ThermoFischer, também foram realizados ensaios de rampa de taxa de cisalhamento, desta vez, no entanto, em uma evolução exponencial, sem pausa entre os patamares, variando a taxa de cisalhamento de 1 a  $100 \text{ s}^{-1}$ , utilizando-se as geometrias Vane e cilindros concêntricos. Para a geometria Vane, foi utilizado 28,2ml de material, enquanto para a geometria cilindros concêntricos, foi utilizado 17,2ml (volumes definidos pelo fabricante do equipamento).

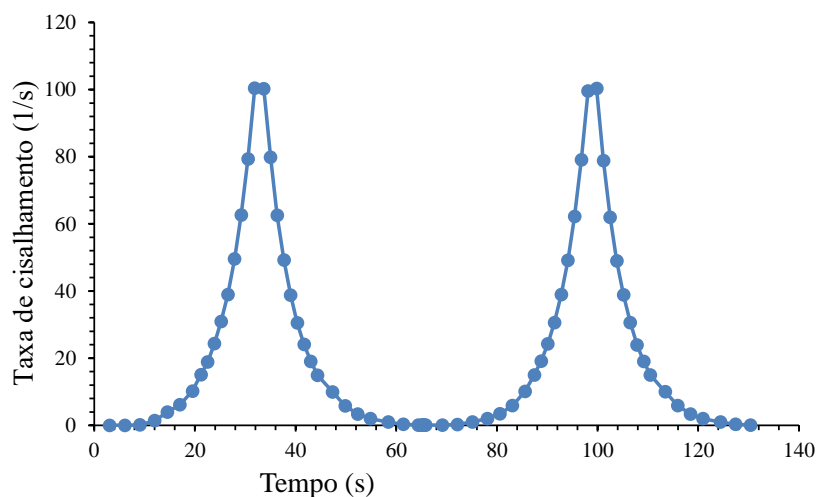


Figura 30 – Procedimento de ensaio de reometria rotacional realizado no equipamento Haake Mars 60 – ThermoFischer. Fonte: Elaborado pelo autor

Por se tratar de equipamentos de portes diferentes, isto é, distinta capacidade máxima de torque, volumes de ensaio e aplicação recomendada para diferentes materiais,

composições específicas foram passíveis de ter seus resultados comparados e correlacionados. Suspensões sem/com pequenas partículas granulares, e silicone de diferentes viscosidades cinemáticas permitiram tal correlação. Este procedimento permite maior robustez nos resultados obtidos com a aplicação das novas geometrias, promovendo, ainda, uma análise comparativa, entendimento do funcionamento e faixa de valores de resultados fornecidos de cada equipamento, dados importantes quando utilizados em modelos preditivos e/ou modelos numéricos (FERRARIS *et al.*, 2001, 2004).

Todos os materiais propostos foram avaliados no equipamento Pheso – Calmetrix, isto é, argamassas e silicones. Concomitantemente, foram realizados ensaios no equipamento Haake Mars 60 – ThermoFisher, para validação e correlação dos resultados, principalmente aplicado às suspensões, silicones e eventuais argamassas compostas por partículas pequenas ( $\ll 3\text{mm}$ ).

#### 4.3.5 Reometria de mistura

Para a realização dos ensaios de caracterização reológica das argamassas, utilizou-se o reômetro Pheso – Calmetrix, sendo avaliada, também, a reometria de mistura destas argamassas. Foi definida uma velocidade constante de rotação de 200 RPM, com duração de 300 segundos. Foram realizadas três configurações de ensaio de mistura, sendo uma delas sem a utilização de um raspador lateral (SR), e, outros dois ensaios, onde foi utilizado este acessório, variando-se sua posição em relação à geometria de mistura Attritor (R1 e R2). Foram utilizados 2,55 litros de material e a água foi adicionada com uma vazão constante de 6L/min. A duração da mistura foi superestimada para se atingir um tempo de mistura adequado para as duas configurações de ensaio realizadas: mistura realizada sem raspador (SR) e com o raspador nas posições 1 e 2 (R1 e R2).

Conforme apresentado na Figura 31, na posição 1 do raspador (R1), o acessório encontrava-se 90 graus atrasado em relação à geometria Attritor, já na posição 2 (R2), a relação era de 180 graus. Considera-se “atrasado” devido ao sentido de rotação da geometria durante o ensaio – sentido horário de rotação.

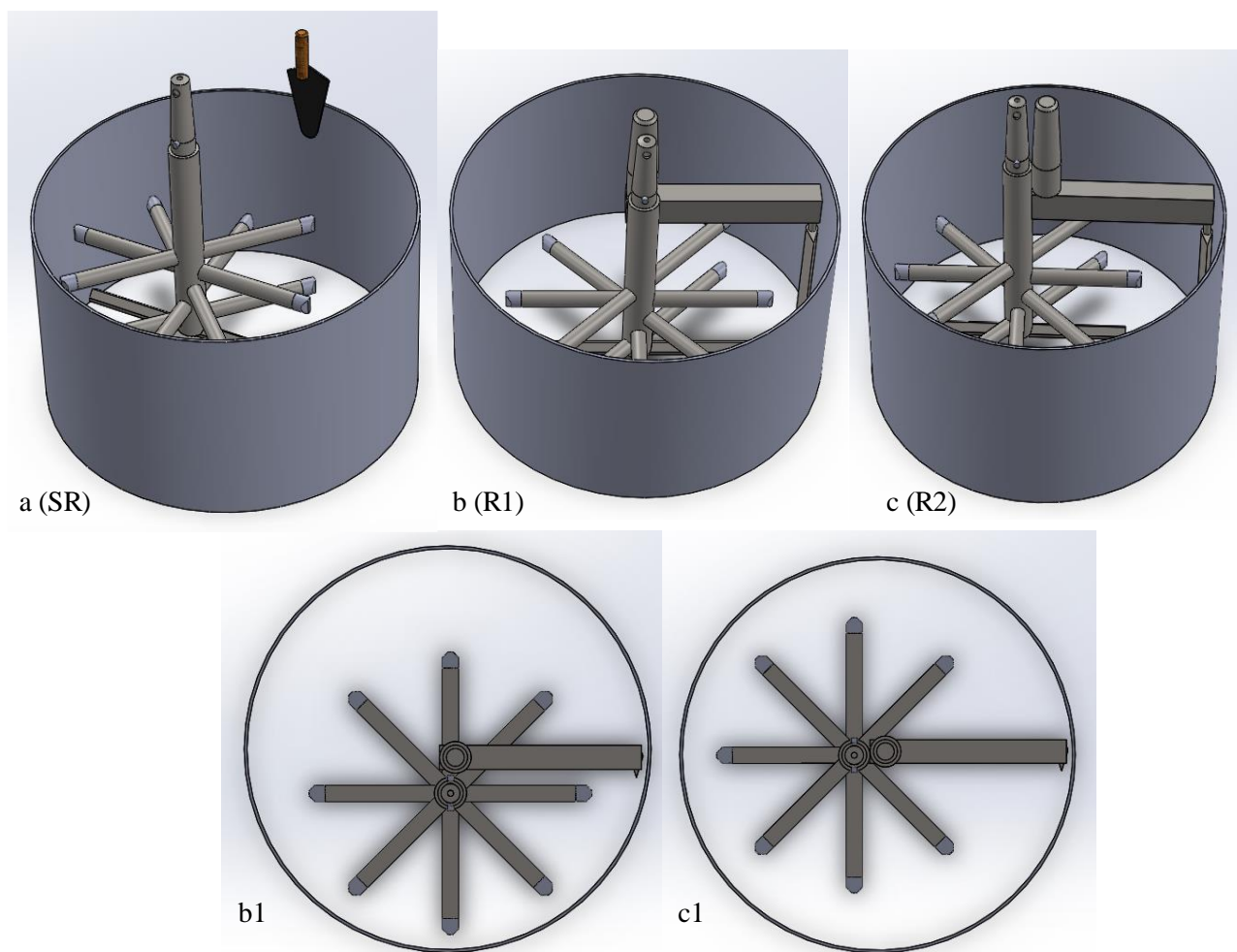


Figura 31 - Configurações de ensaio de mistura: a (SR) – Sem a utilização do raspador, com raspagem manual; b (R1) – Com a utilização do raspador, na posição 1; c (R2) – Com a utilização do raspador, na posição 2; b1 e c2 – vista superior da posição do raspador em relação à geometria de mistura. Fonte: Elaborado pelo autor

Adicionalmente, para a realização dos ensaios de caracterização reológica das argamassas no reômetro Haake Mars 60 – ThermoFisher, 100g do pó de cada argamassa foi misturada com a respectiva quantidade de água recomendada pelo fabricante. Utilizando metodologia baseada em trabalhos anteriores do grupo, inicialmente a água foi adicionada em uma coqueteleira, onde adicionou-se a argamassa, sendo realizado um período de molhagem do pó na água de 30 segundos. Após esse tempo, realizou-se a mistura em um misturador de bancada RW20 (IKA), com rotação de 1000 RPM durante 30 segundos, intercalado por uma raspagem manual da lateral do recipiente, com mais um período de mistura de 1 minuto em 1000 RPM.



#### 4.4 Desenvolvimento de geometrias de ensaio

Com o intuito da posterior comparação entre os resultados dos equipamentos, para o desenvolvimento de novas geometrias de ensaio para o reômetro Pheso - Calmetrix, foram consideradas as geometrias disponíveis atualmente do reômetro Mars 60 – Haake. Dentre as disponíveis, considerou-se, ainda, os modelos possíveis de produção (menos dispendiosos) e as que possuíam equações de cálculos mais simples. A partir disso, decidiu-se então, produzir as geometrias Vane e cilindros concêntricos para o reômetro Pheso – Calmetrix.

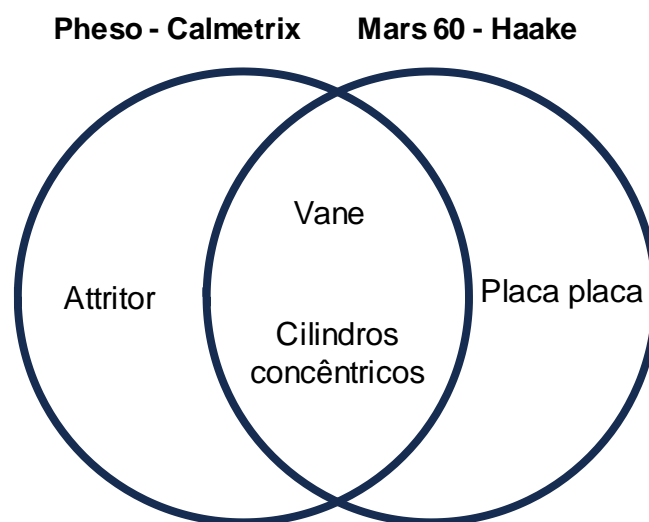


Figura 32 – Diagrama de Venn das geometrias de ensaio dos reômetros Pheso – Calmetrix e Haake Mars 60. Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados alcançados na pesquisa e a discussão deles. No primeiro momento serão apresentados os resultados obtidos a partir da avaliação dos parâmetros de ensaio e configurações no reômetro Pheso – Calmetrix. Posteriormente, serão apresentados os resultados dos ensaios com silicone industrial, seguido pelos resultados da avaliação das argamassas, e, por fim, a comparação entre os silicões e argamassas em ambos reômetros.

## 5.1 Parâmetros de ensaio, sinal de leitura e tratamento de dados e aquecimento – reômetro Pheso Calmetrix

Neste capítulo serão apresentados resultados da calibração da constante de torque do equipamento e do parâmetro ganho da configuração do servo controlador do reômetro Pheso que foi alterado e avaliado, para obtenção de resultados mais precisos dos ensaios. Além disso, variações no protocolo de ensaio para realização de linha base do equipamento e a influência do uso contínuo do equipamento em seu resultado.

### 5.1.1 Constante de torque, linhas base, ganho e duração patamar

Após a realização de todos os ciclos de aplicação de torque, em cada eixo, é plotado o gráfico torque *versus* tensão, sendo sua inclinação a constante de torque do equipamento.

Desta forma, conforme apresentado na Figura 33, a constante de torque para o ganho 1 no eixo central é de 429,9 e para o eixo planetário 137,2.

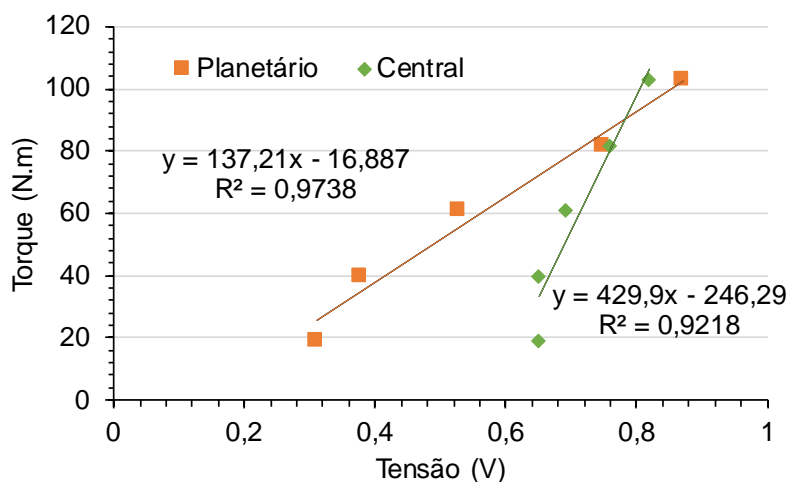


Figura 33 – Curva de Torque *versus* tensão referente à calibração do reômetro Pheso -Calmetrix, para os eixos central e planetário para o ganho 1. Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir dos resultados das constantes de torque obtidos no eixo planetário e central, são calculadas então as respectivas constantes para os ganhos 5, 15, 25 e 32, conforme apresentado na Tabela 4, onde os valores das constantes de torque variam proporcionalmente de acordo com o valor de ganho.

Tabela 4 – Constantes de torques do reômetro Pheso – Calmetrix e os respectivos ganhos.

Eixo	Ganho				
	1	5	15	25	32
Central	429,9	86,0	28,7	17,2	13,4
Planetário	137,2	27,4	9,1	5,5	4,3

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para a realização dos ensaios de reometria no reômetro Pheso – Calmetrix, inicialmente, foi realizada a linha base do equipamento com os diferentes ganhos propostos. Anteriormente, a linha base “bruta” era utilizada para o cálculo do resultado do torque filtrado, fornecendo curvas mais ruidosas e instáveis. No entanto, passou-se então a utilizar a equação matemática da linha base, permitindo obter-se resultados mais estáveis e menos ruidosos, conforme apresentado na Figura 34. Nesta figura, são apresentados resultados de curvas de linha base com durações distintas, sendo elas 5s, denominada “Linha base 5s” e “Linha base nova 32s”, de 32s.

A partir disso, foi possível realizar uma melhor avaliação dos resultados obtidos, possibilitando leituras mais precisas do torque efetivamente aplicado no material, permitindo análises mais robustas e confiáveis.

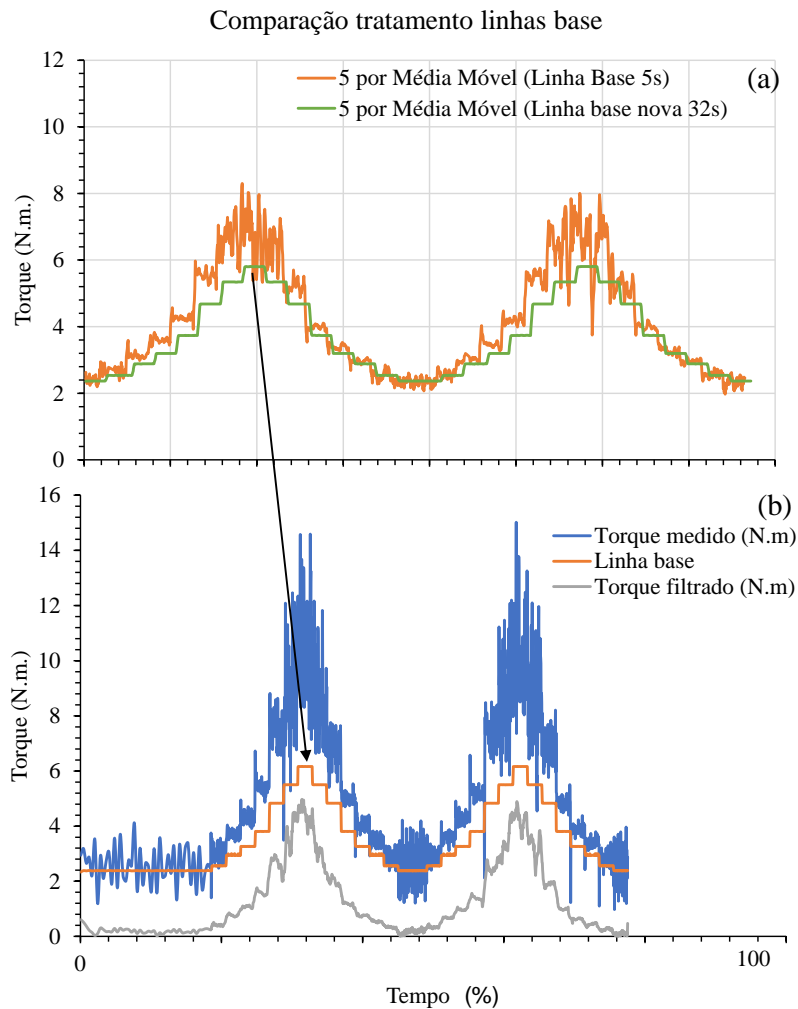


Figura 34 - Exemplos de linhas bases e torques avaliados. a – comparação entre linha base antiga com duração de 5s vs linha base nova com duração de 32s, b – representação dos resultados obtidos pelo equipamento. Fonte: Elaborado pelo autor.

Ainda, para a realização da linha base, foi definida a melhor duração de cada patamar do ensaio de rampa de taxa de cisalhamento, com cada patamar tendo uma duração de 5, 8, 16 ou 32s (Figura 35). Tais valores foram estipulados a partir dos valores já utilizados pelos usuários do equipamento anteriormente (5 e 8s), e, a partir destes, dobrou-se em função do valor de 8s, chegando a valores próximos aos utilizados por (GEIKER *et al.*, 2002).

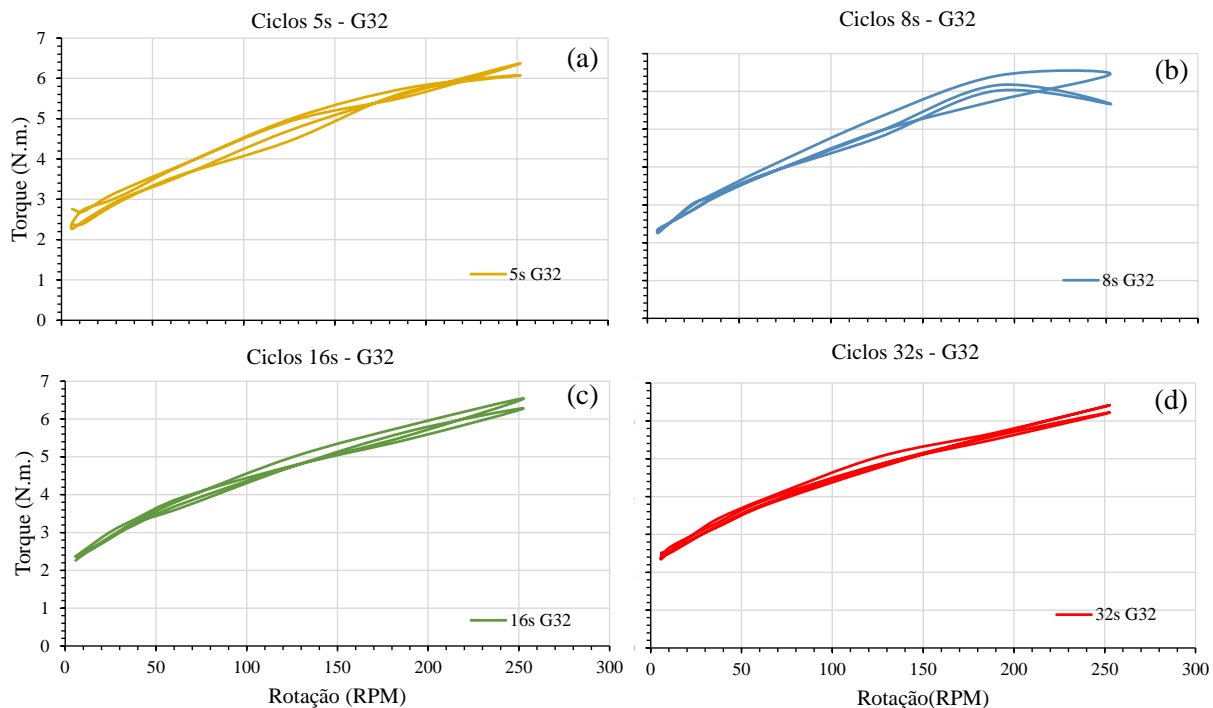


Figura 35 - Resultados de ciclos de cisalhamento com patamares com diferentes durações. a – ciclo de cisalhamento com duração de 5s, b – ciclo de cisalhamento com duração de 8s, c – ciclo de cisalhamento com duração de 16s, d – ciclo de cisalhamento com duração de 32s. Fonte: Elaborado pelo autor.

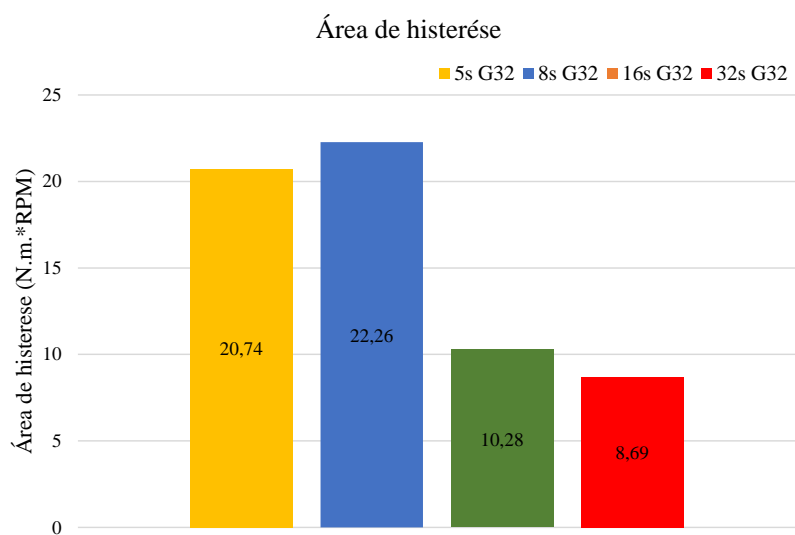


Figura 36 - Áreas de histerese de curvas de diferentes patamares de duração. Fonte: Elaborado pelo autor.

Com o resultado dos ensaios, calculou-se então a área de histerese de cada uma das curvas. A área de histerese é calculada a partir da área inscrita entre as linhas, onde, quanto menor seu valor, têm-se, uma melhor “homogeneidade” e estabilidade da composição

avaliada. Como no caso o ensaio estava sendo realizado em vazio, faz mais sentido que esse valor seja o menor possível, tendendo a zero. Desta forma, optou-se por utilizar o valor de 32s.

Vale ressaltar, no entanto, que para a avaliação de materiais cimentícios, ciclos de cisalhamento com patamares de períodos muito longos podem proporcionar alterações nos parâmetros e/ou no comportamento reológico, ocasionando alterações na microestrutura das composições, seja, por exemplo, no aumento excessivo/colapso do ar incorporado de argamassas ou, ainda, na separação de fases. Desta forma, para a avaliação de argamassas, manteve-se a duração dos patamares em 8s, principalmente, por nesses casos, buscar-se a obtenção e análise de fatores referentes ao comportamento reológico e avaliação de eficiência de mistura.

#### 5.1.2 Variação no sinal de leitura

Nas configurações extremas de utilização do equipamento (configuração 2), foram observadas maiores alterações entre as médias dos picos das curvas. Na condição “comum” de utilização foi observada menor variação entre os resultados, apresentando, no entanto, variação considerável:  $\pm 10\%$  (Figura 37). Tal configuração não se mostra, ainda, como uma simulação diária do ensaio, pois além de não ser habitual a utilização do equipamento para mistura de composições tão complexas, torna-se impossível a realização de ensaios de forma tão constante, com um ensaio em sequência do próximo em um período nulo entre eles.

A variação entre as leituras faz sentido e pode ser comprovada através da análise da curva de torque *versus* RPM do servo motor do equipamento, onde é observada uma não linearidade do torque em maiores rotações (Figura 9). Apesar da rotação do ciclo de cisalhamento utilizado para a análise do delta da diferença entre os resultados não ser tão alta, ao se utilizar as rotações de 250 e 300 RPM para a simulação do procedimento de mistura (etapas presentes na configuração 1 e 2), atingiu-se esse regime não linear decrescente de torque, potencialmente causado pelo aquecimento de componentes internos no servomotor.

Apesar de não terem sido realizadas análises estatísticas dos resultados dos ciclos “pré-aquecimento”, vale ressaltar a repetibilidade das curvas obtidas, tendo sido apresentada boa repetibilidade pelo equipamento, algo ainda não avaliado até então.

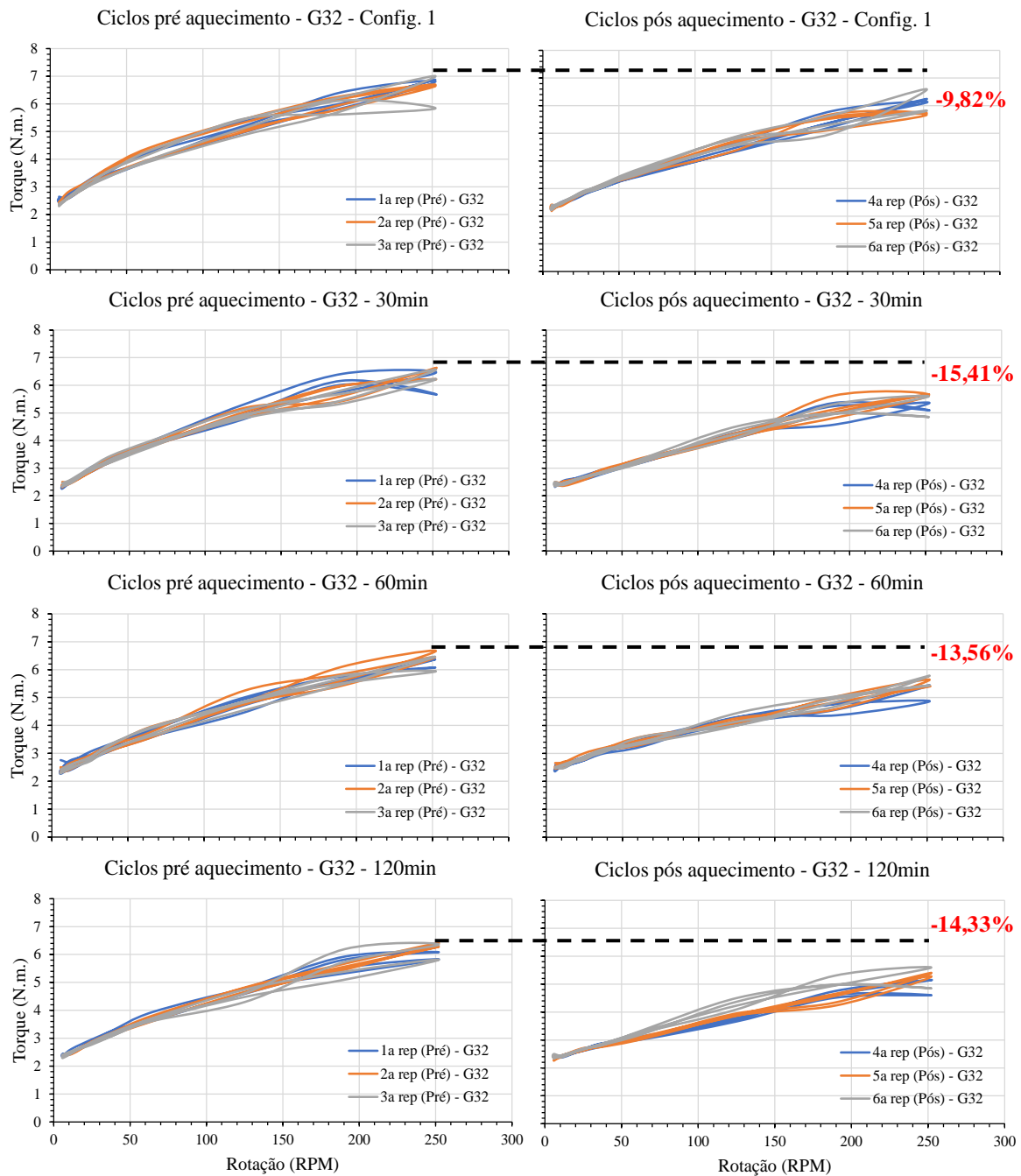


Figura 37 - Ciclos de cisalhamento avaliando aquecimento de componentes do equipamento. Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.2 Reometria rotacional

### 5.2.1 Silicone Industrial

Neste capítulo serão apresentados ensaios realizados com silicone industrial, variando-se a viscosidade cinemática do silicone utilizado, geometria, volume de ensaio, e equipamento.

### 5.2.1.1 Reômetro Pheso - Calmetrix

#### 5.2.1.1.1 Volume de ensaio e Ganho

Com a maior sensibilidade e maiores volumes de ensaio, tornou-se possível uma melhor avaliação dos materiais. A variação do volume de ensaio do silicone 100 cSt com a configuração de ganho 1 não permitia que se atingisse um torque de leitura adequado, mesmo quando avaliado o volume de 4,0L, cobrindo todas as aletas da geometria Attritor. Conforme apresentado na Figura 38a-b, pouca ou nenhuma variação entre a linha base e o torque medido é observada. Ainda, para o maior ganho avaliado, não foi possível atingir resultados satisfatórios, devido à reduzida viscosidade do material. Vale ressaltar, para fins práticos, que tal silicone possui características equivalentes a um detergente, ou seja, viscosidade consideravelmente baixa.



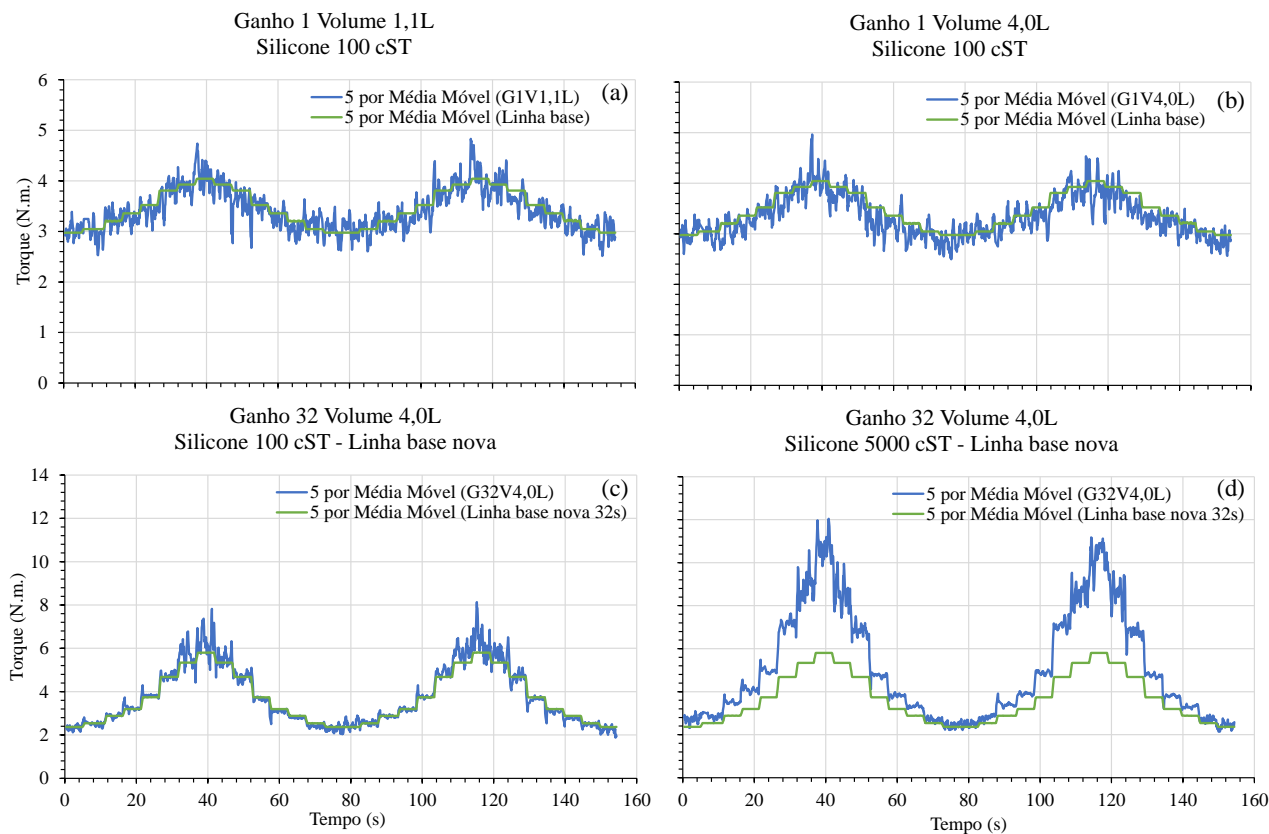


Figura 38 - Variação de volume de ensaio e ganho de silicones. a – volume de ensaio 1,1L ganho 1, 100 cSt, b – volume de ensaio 4,0L ganho 1, 100 cSt, c – volume de ensaio 4,0 L ganho 32, 100 cSt, d – volume de ensaio 4,0L ganho 32, 5000 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.

A avaliação do silicone de 100cSt nas configurações propostas permitiu que fosse atingido o limite inferior de funcionamento do equipamento, isto é, seu torque mínimo de leitura de funcionamento, visto que a curva da linha base está quase sobreposta à do torque medido. Por outro lado, conforme observado na Figura 38d com o silicone de 5000cSt, têm-se uma leitura melhor, com uma “quantidade de sinal” superior. Desta forma, é possível avaliar o material com resultados menos variáveis e instáveis.

Na Figura 39 são apresentados os resultados de ciclos de cisalhamento realizados com os silicones industriais de viscosidade 100, 1000, 5000 e 12500 cSt, com ganho 1 e 32, e dois volumes de ensaio: 1,1 e 4,0L. Com o volume de ensaio inferior e menor ganho, todos os silicones avaliados (100, 1000 e 5000) apresentaram curvas bastantes instáveis, com grandes variações, tornando-se impossível descrever qualquer tendência de comportamento reológico, além de não apresentarem, curvas com áreas de histerese reduzidas, como é o esperado para líquidos homogêneos. Vale ressaltar que o silicone de maior viscosidade não foi avaliado com o volume de 1,1L. Com sensibilidade e volumes de

ensaio maiores, torna-se possível perceber que existe diferença entre os materiais avaliados, seguindo uma tendência de valores de torque crescente (assim como as viscosidades cinemáticas dos silicones avaliados), e, ainda, áreas de histerese reduzidas, conforme esperado para este tipo de material. Adicionalmente, os materiais apresentaram comportamento semelhante ao newtoniano, isto é, sem tensão de escoamento inicial e com uma relação linear entre a tensão e taxa de cisalhamento.

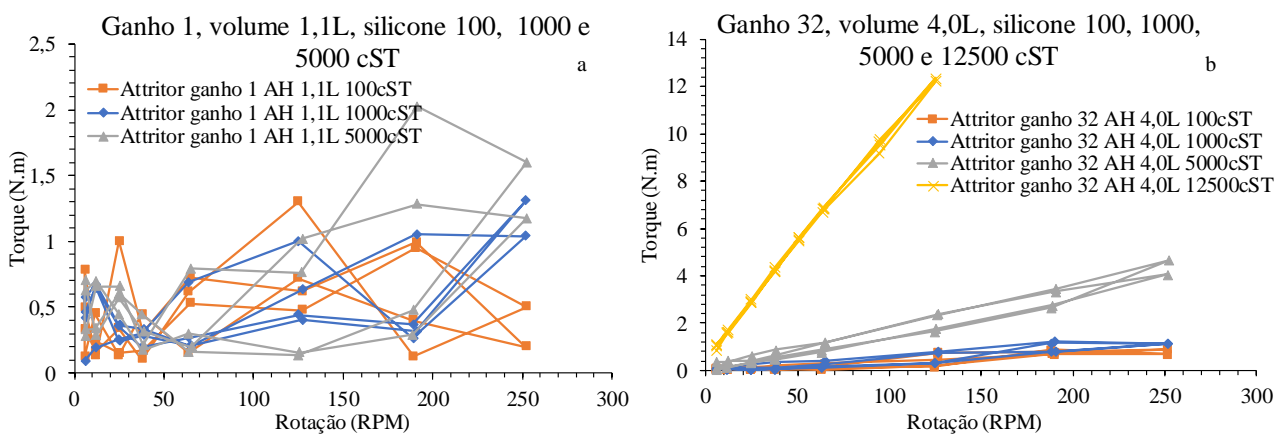


Figura 39 - Resultado ciclos de cisalhamento: silicones com diferentes viscosidades cinemáticas, ganho e volume de ensaio. a – ganho 1, volume 1,1L e silicones 100, 1000 e 5000 cSt. b – ganho 32, volume 4,0L e silicones 100, 1000, 5000 e 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.2.1.2 Reômetro Haake Mars 60

Quando avaliados no reômetro Haake Mars 60, os silicones apresentam comportamento semelhante em ambas as geometrias de ensaio, conforme observado na Figura 40 a seguir. Onde, para os silicones de menor viscosidade, obteve-se curvas com área de histerese praticamente nula e comportamento newtoniano.

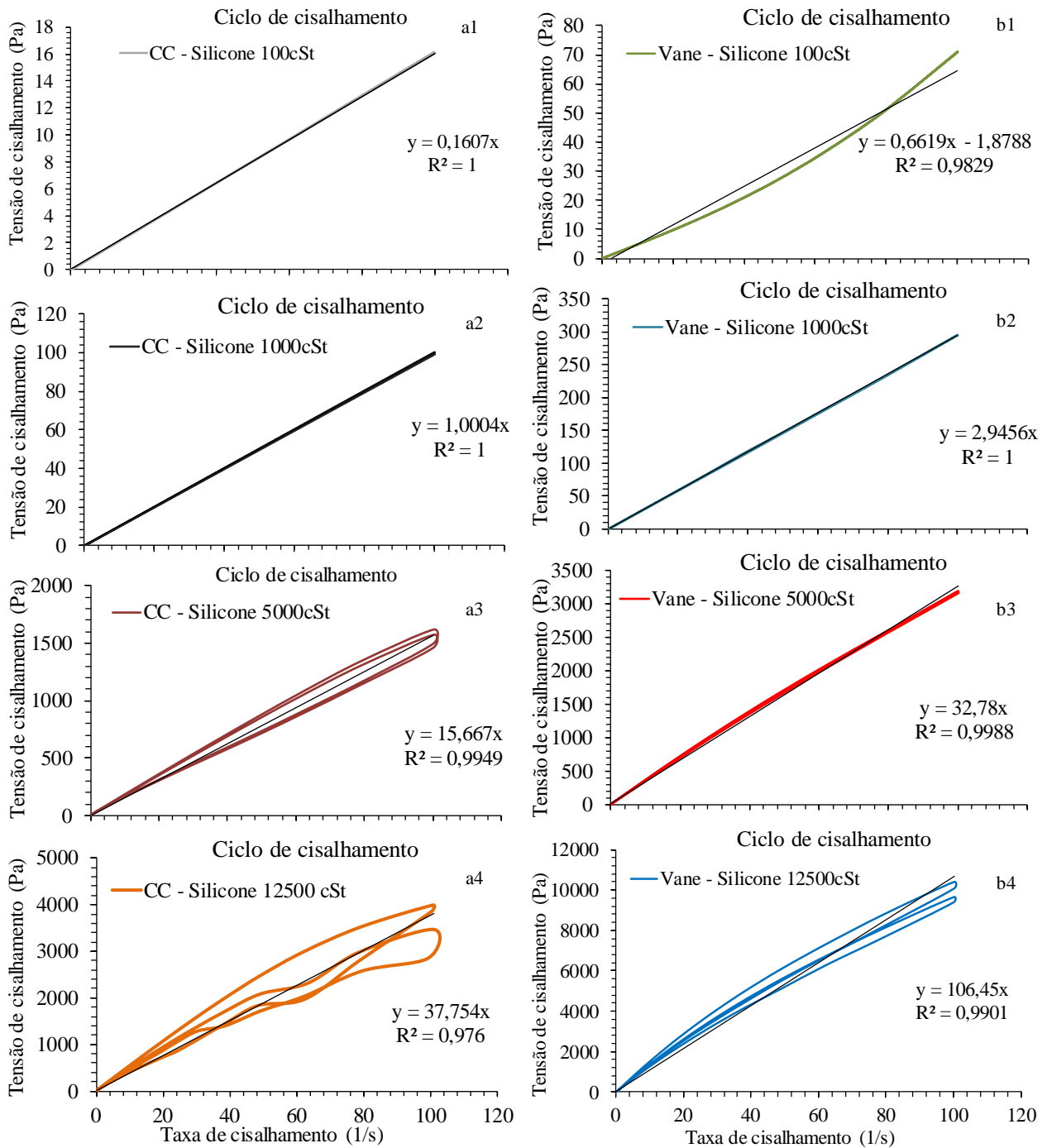


Figura 40 - Ciclo de cisalhamento com geometria de cilindros concêntricos e Vane de silicones de diferentes viscosidades, a1 - cilindros concêntricos e silicone 100 cSt, a2 - cilindros concêntricos e silicone 1000 cSt, a3 - cilindros concêntricos e silicone 5000 cSt, a4 – cilindros concêntricos e silicone 12500 cSt; b1 – Vane e silicone 100 cSt, b2 – Vane e silicone 1000 cSt, b3 -Vane e silicone 5000 cSt, b4 – Vane e silicone 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.

No entanto, vale ressaltar que o mesmo não ocorre para os silicones de maiores viscosidade em ambas as geometrias. Os resultados obtidos com os silicones de 5000 e 12500 cSt quando avaliados com a geometria de cilindros concêntricos podem ser explicados possivelmente pela característica de geração de fluxo da geometria, ou seja, ao longo da aplicação do cisalhamento, em maiores taxas de cisalhamento, com materiais com maior viscosidade, têm-se a formação de um vórtice em formato de cilindro onde o material apenas escorrega pela geometria, sendo gerado baixo ou insuficiente cisalhamento, ou ainda, sendo medido apenas o atrito entre a parte externa da geometria e a fina camada de material na lateral do recipiente em contato. Ainda, para a geometria Vane, têm-se uma inflexão na curva de comportamento reológico, em sentidos diferentes, tanto para o silicone de menor viscosidade (100 cSt), quanto para o de viscosidade de 5000 cSt. Além disso, para o silicone de 12500 cSt, apesar de menor do que com relação à geometria de cilindros concêntricos, também foi observado aumento inesperado na área de histerese. Tal fenômeno pode ser explicado pela faixa de viscosidade ótima onde é possível se aplicar a geometria Vane. Adicionalmente, vale a pena ressaltar que, apesar das curvas com formatos parecidos, temos consideráveis alterações nos valores de tensão de cisalhamento, com variações de 2 a 4x (KEENTOK; MILTHORPE; O'DONOVAN, 1985; MACOSKO, 1994; NGUYEN; BOGER, 1987). Por isso, para uma melhor visualização dos dados, optou-se por apresentá-los inicialmente separadamente. Tais resultados são inesperados pelas características do material: comportamento newtoniano ou próximo disso, diferentemente da tixotropia apresentada e área de histerese nula ou extremamente reduzida, devido à falta de partículas e estrutura polimérica curta.

Para verificar a influência da taxa de cisalhamento no resultado obtidos nos silicones de 5000 e 12500 cSt, buscando otimizar a aplicação da geometria para o tipo de material avaliado e contornar os problemas de leitura enfrentados anteriormente, foram realizados novos ensaios de ciclo de cisalhamento, utilizando valores máximos de taxas de cisalhamento menores. A partir da análise da evolução da viscosidade dos silicones ao longo do ensaio de ciclo de cisalhamento, avaliou-se o momento em que havia uma inflexão na curva, indicando alteração no comportamento reológico do material ou algum erro durante o ensaio. Desta forma, enquanto a curva apresentava um comportamento linear, ou próximo disso, considerou-se como o limite de taxa de cisalhamento máximo. Conforme apresentado na Figura 41, por exemplo, onde avaliou-se o silicone de 5000 cSt com a geometria de cilindros concêntricos, reduzindo a taxa de cisalhamento de 100 (1/s) para cerca de 30 (1/s).

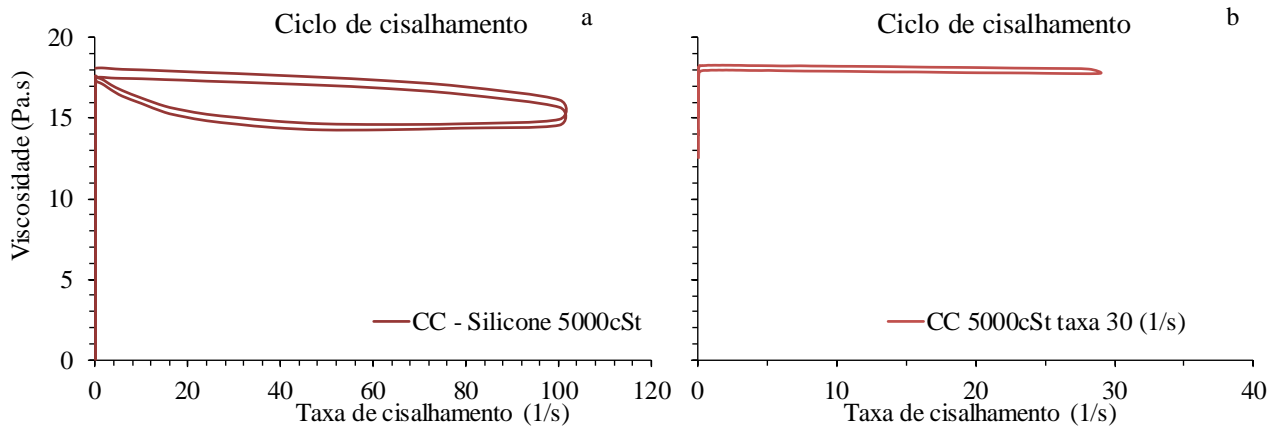


Figura 41 – Curvas de viscosidade do silicone de 5000 cSt avaliado na geometria de cilindros concêntricos. a – Ensaio com taxa de cisalhamento de 100 (1/s), b – ensaio com taxa de cisalhamento de 30 (1/s). Fonte: Elaborado pelo autor.

Com a avaliação do material em um regime linear, têm-se uma redução da área de histerese tendendo a zero, promovendo leitura adequada dos silicões.

Para a geometria Vane com o silicone de 5000cSt foi utilizada então a taxa de cisalhamento máxima de 20 (1/s). Já para a geometria de cilindros concêntricos, para os silicões de 5000 e 12500 cSt, foram utilizadas taxas de 30 e 20 (1/s), respectivamente. A partir dessas alterações na realização dos ensaios foram obtidos os resultados “esperados” para os silicões: curvas do material com comportamento newtoniano e área de histerese nula/reduzida, conforme podemos observar Figura 42.

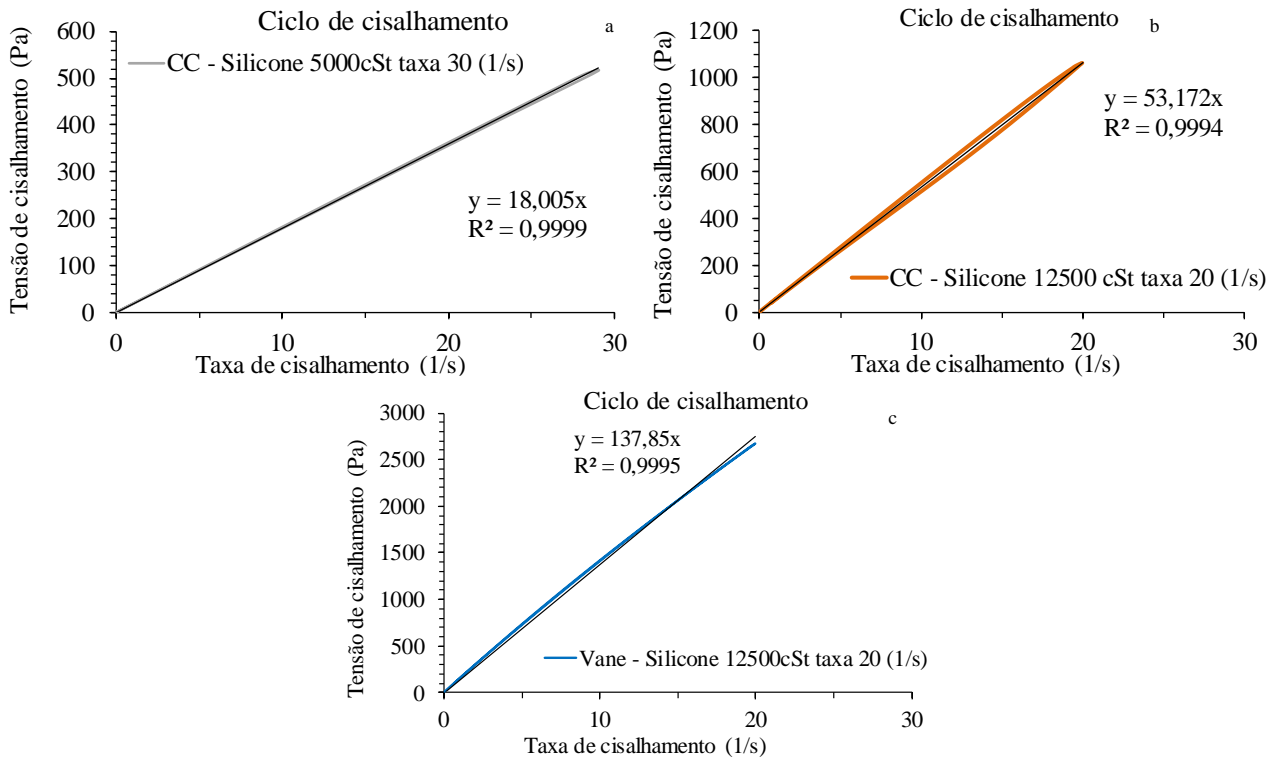


Figura 42 – Ciclo de cisalhamento com geometria de cilindros concêntricos e Vane de silicones de diferentes viscosidades e taxas de cisalhamento. a - Cilindros concêntricos e silicone 5000 cSt, b- cilindros concêntricos e silicone 12500 cSt, c -Vane e silicone 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.2.2 Argamassas

### 5.2.2.1 Reometria de mistura de argamassas comerciais – reômetro Pheso - Calmetrix

As misturas que foram realizadas com a utilização do acessório raspador obtiveram picos de torque maiores principalmente devido à maior superfície de contato com o material durante o período de mistura (gerando uma maior leitura no torque do equipamento), ocasionando um maior cisalhamento e maior distúrbio no fluxo da mistura, mas, também, devido à mistura de uma maior quantidade de material ao mesmo tempo, sem que existissem zonas mortas, seja nas laterais do recipiente de mistura, seja no fundo. Tal fator, pode ser comprovado também através da energia de mistura resultante, onde, nos ensaios com a utilização do raspador, obtiveram-se valores semelhantes, superiores ao ensaio sem a utilização do acessório. Além disso, pode-se observar, nas curvas das misturas SR, que, após a realização da raspagem manual, existe um pequeno aumento na leitura de torque do equipamento, promovido justamente pela inclusão de material seco, ou ainda mal misturado, proveniente de zonas mortas, sendo mais acentuado nas argamassas de revestimento e auto nivelante.

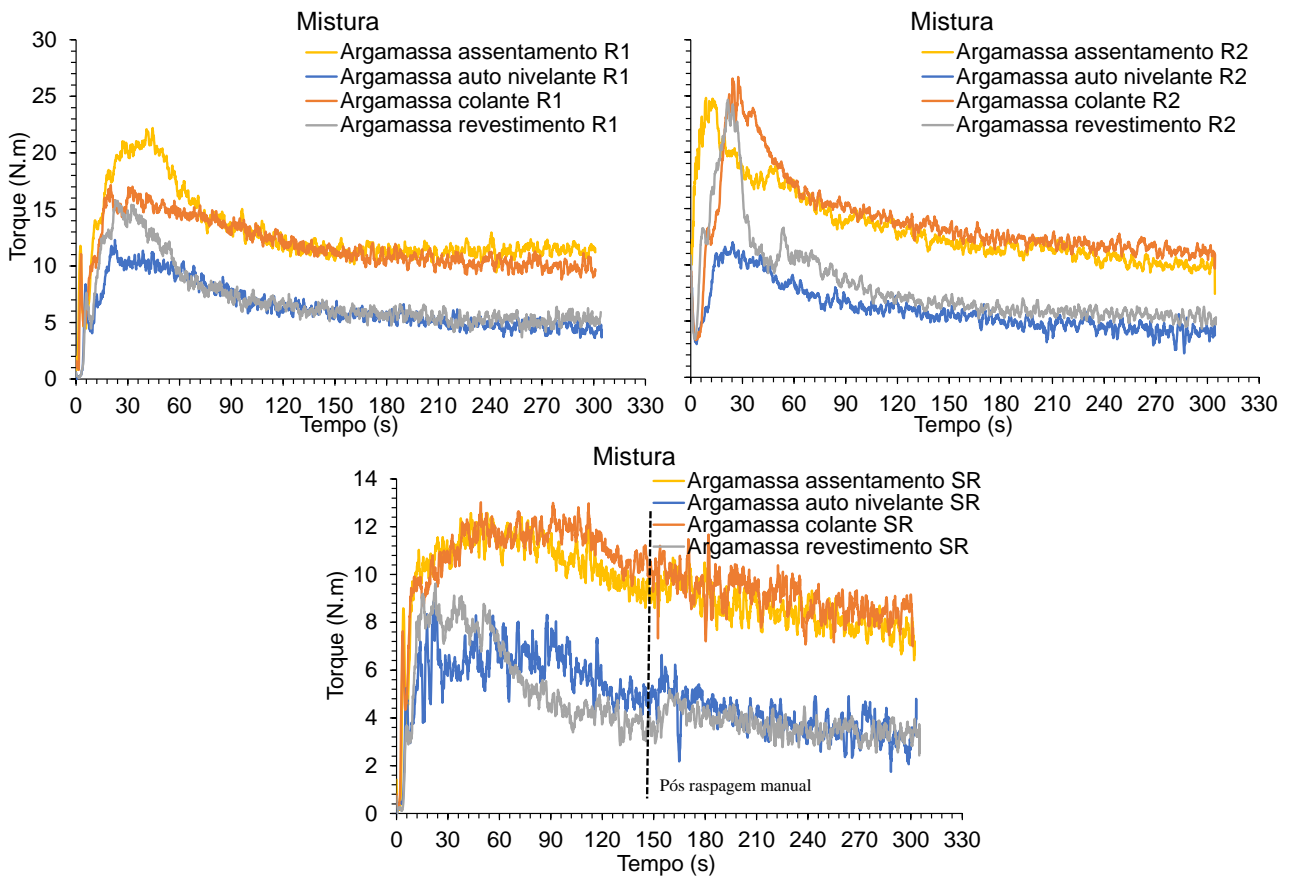


Figura 43 - Reometria de mistura argamassas em três configurações de ensaio: R1, R2 e SR. Fonte: Elaborado pelo autor.

Apesar da maior energia de mistura empregada nas composições R1 e R2, atinge-se um período de estabilidade na mistura (representado pelo “platô” na Figura 43), indicando a possibilidade de utilização de um tempo de mistura mais reduzido, com cerca de aproximadamente de 100s de duração. Considerando tal tempo reduzido de mistura, para o caso da mistura SR, ainda não teria sido atingido o platô, que, inclusive, não se mostrou tão estável quanto nas demais curvas R1 e R2, indicando, ainda, que o tempo de 300s pode não ter sido suficiente para uma mistura completa.

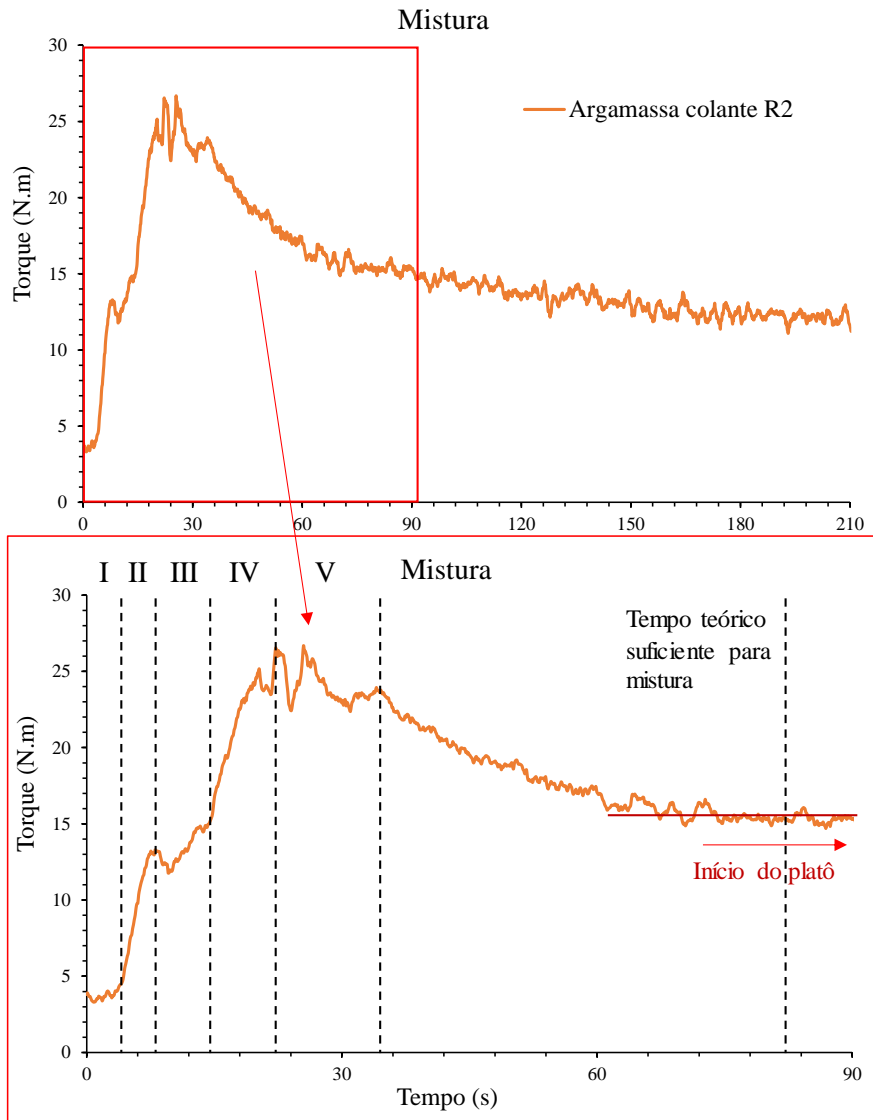


Figura 44 - Fases de mistura de argamassa colante com raspador na posição 2. Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme apresentado na Figura 44, com a utilização do reômetro na posição 2, obtiveram-se curvas com o formato esperado de uma mistura adequada, apresentando todos os estágios da evolução da microestrutura do material (CAZACLIU, 2008, p.; FRANÇA, 2012). A presença de todas as 5 fases, comprovam um processo de mistura eficiente e de duração “ideal”. Além de uma mistura de maior qualidade, com a utilização do acessório tem-se a possibilidade da realização de ensaios de maneira mais automática, sem nenhum tipo de interferência manual, proporcionando maior facilidade e agilidade em sua realização além de maior repetibilidade.



Considerando apenas os parâmetros diretamente fornecidos como resultado pelo equipamento, como por exemplo, as curvas e a energia de mistura, que foram semelhantes para ambos os casos em que foi utilizado o raspador (R1 e R2), poder-se-ia chegar à uma conclusão equivocada. A partir destes dados, têm-se a sensação de que em ambos os casos o processo de mistura foi completo e adequado, principalmente quando comparado ao caso sem a utilização do acessório - o que é verdadeiro - tendo-se ainda, a impressão de que R1 apresentou melhor resultado, quando considerada então a energia de mistura inferior ou equivalente empregada em determinadas argamassas.

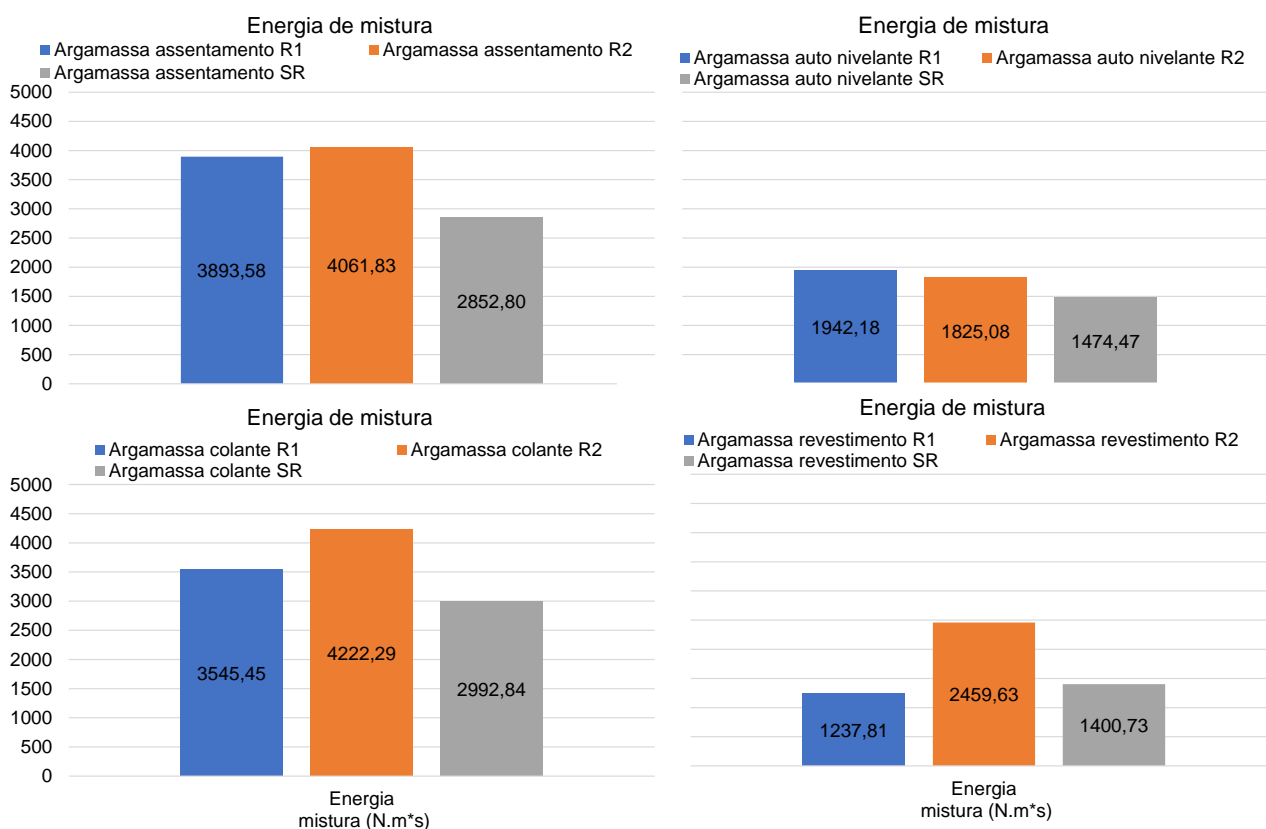


Figura 45 - Energia de mistura de argamassas de assentamento, auto nivelante, colante e de revestimento a partir de diferentes configurações de ensaio. Fonte: Elaborado pelo autor.

No entanto, complementando-se a análise com imagens do processo de mistura, pode-se constatar a diferença de adesão do material na estrutura de suporte do raspador, principalmente durante a mistura da argamassa de revestimento (Figura 46), demandando, inclusive- uma raspagem manual para posterior reinclusão desse material durante o processo de mistura. Tal fenômeno pode ser explicado pelo distúrbio causado no fluxo pelo

raspador quando na posição 1. Por estar relativamente perto da geometria (com atraso de 90 graus), durante o período de aglomeração das partículas, têm-se uma adesão desses aglomerados no raspador, ocasionando uma aglomeração cada vez maior, fazendo, devido ao sentido do movimento de rotação, com que esse material suba e se acumule no braço do acessório. Já em R2, tal aglomeração não ocorre, principalmente pela maior distância entre o acessório e a geometria de ensaio.



Figura 46 - Mistura de argamassa de revestimento nas configurações R1 e R2. Fonte: Elaborado pelo autor.

Esta avaliação demonstra a possibilidade e a importância da utilização de diferentes técnicas em conjunto, como no caso a combinação de imagens do processo de mistura, para uma avaliação mais precisa e adequada, e um melhor entendimento de fenômenos “invisíveis” através dos dados, durante o processo de mistura e/ou caracterização reológica.

#### 5.2.2.1.1 Reometria de misturas de argamassas com tempo reduzido

Para evidenciar a diferença no resultado da mistura com a utilização do raspador, e ainda avaliar a possibilidade de serem realizadas misturas com tempo reduzidos, foram repetidas as misturas de outras duas argamassas (colante e assentamento), com tempo reduzido para 100s.

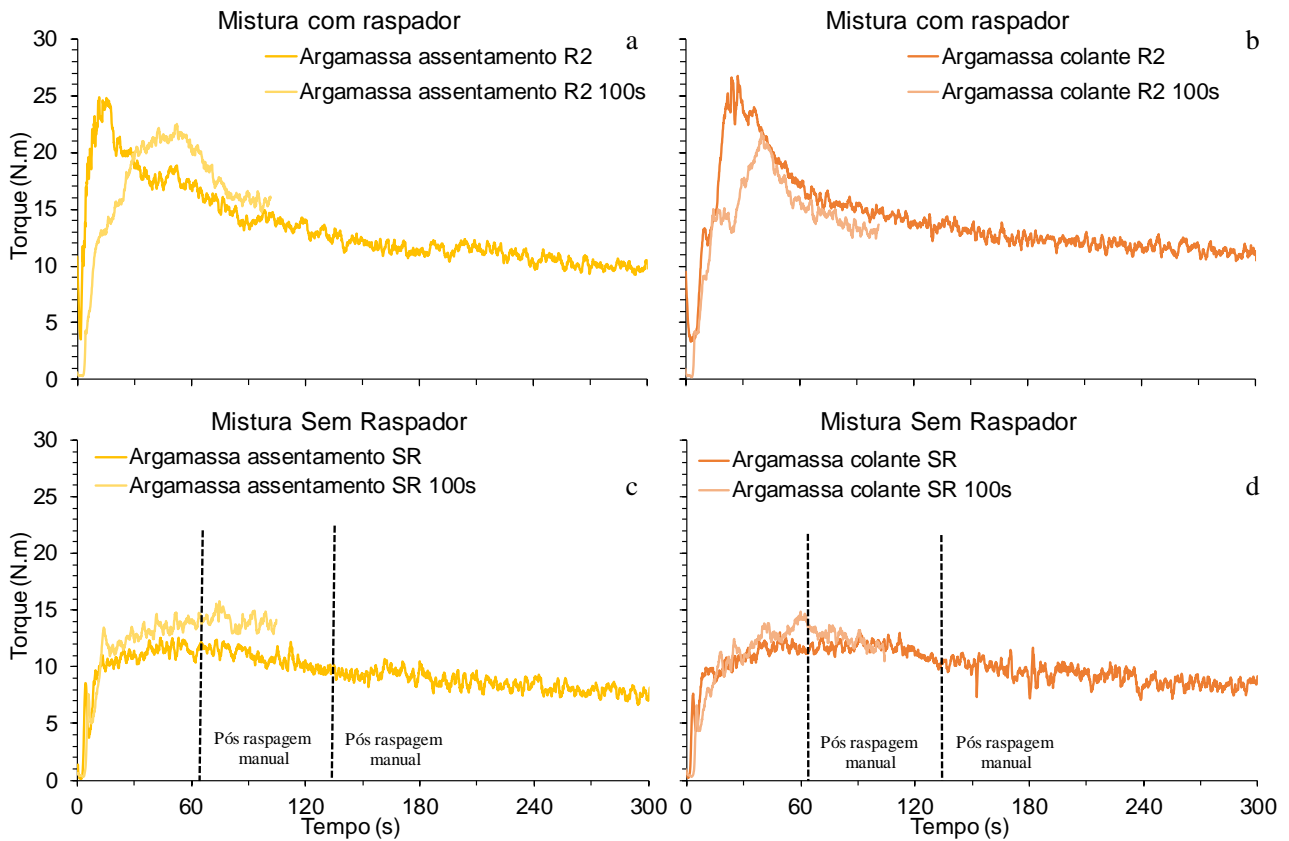


Figura 47 – Reometria de misturas de argamassas. A – Argamassa de assentamento com raspador na posição 2 com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, b – Argamassa colante com raspador na posição 2 com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, c – Argamassa de assentamento sem raspador com tempo de mistura normal e reduzido para 100s, d – Argamassa colante sem raspador com tempo de mistura normal e reduzido para 100s. Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme observado na Figura 47, as argamassas mantiveram um comportamento semelhante em ambas as condições de ensaio avaliados -duração de mistura longa e reduzida. Para as duas condições avaliadas com o raspador, as argamassas atingiram ou ficaram bem próximas do platô de torque (utilizando como base o resultado anterior, com uma mistura de duração mais longa), região que indica tempo suficiente de mistura. Ou seja, o tempo definido de 100s pode ser considerado adequado para as argamassas nas condições avaliadas. As argamassas em condições sem raspador em tempo reduzido, mantiveram-se inseridas no ponto de virada da mistura, indicando tempo insuficiente de mistura.

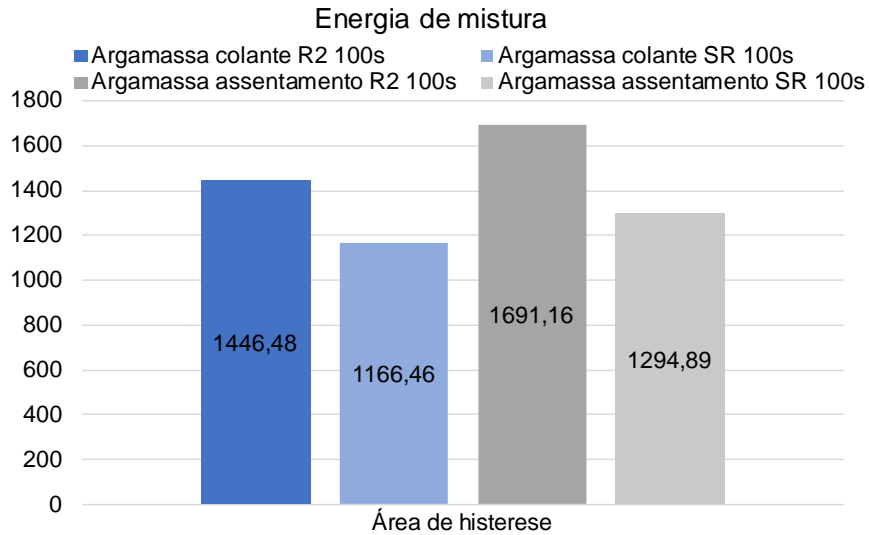


Figura 48 – Comparação da energia de mistura entre as argamassas com a utilização do raspador na posição 2 (R2 100s) e sem a utilização (SR 100s), com tempo de mistura reduzido para 100s. Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme observado anteriormente, a utilização do raspador promoveu um aumento na energia de mistura de cerca de 20-30% nas argamassas avaliadas mesmo com tempo de mistura reduzido. No entanto, não foi realizada a normalização dos resultados, isto é, a avaliação do torque aplicado em função da área de contato das geometrias utilizadas para a mistura, o que potencialmente equipararia os resultados obtidos, ou os deixaria com variações menores.

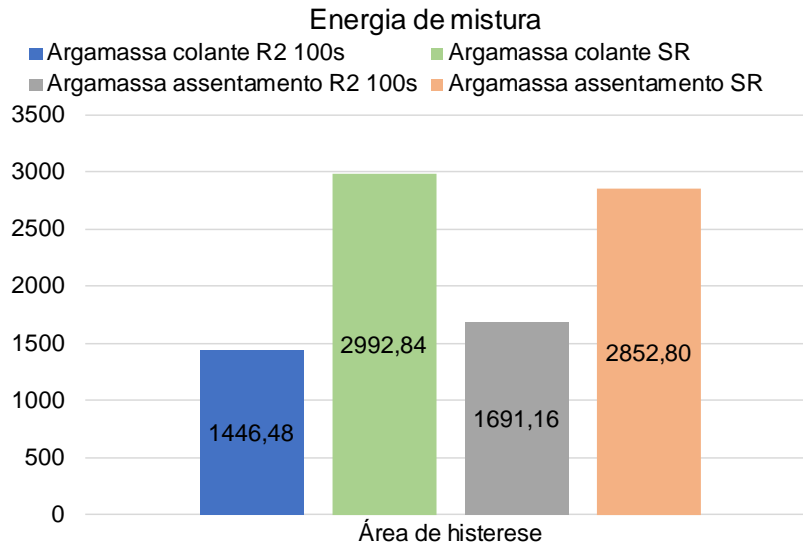


Figura 49 – Comparação entre a energia de mistura gasta em argamassas colante e de assentamento com a utilização do raspador na posição 2 com duração de mistura de 100s (R2 100s) vs sem raspador (SR) e duração de 300s. Fonte: Elaborado pelo autor.

Para efeitos de comparação entre as condições de ensaio, avaliando-se para tanto a energia de mistura, uma análise mais adequada seria comparando os resultados obtidos a partir das misturas com tempo reduzido com o raspador na posição 2 e as misturas com o tempo total sem a utilização do raspador.

Desta forma, avaliando-se a energia de mistura das argamassas com a configuração R2 durante apenas 100s de mistura, e comparando-se com o período total da mistura SR, tem-se uma redução na energia necessária, mesmo com a utilização do acessório, conforme apresentado na Figura 49.

Sendo assim, a utilização do raspador na posição 2 (R2), possibilitou a redução no tempo de mistura, proporcionando, ainda assim, uma condição de mistura eficiente e ainda superior à convencional sem raspador (SR) em longa duração.

#### 5.2.2.2 Ciclo de cisalhamento – Reômetro Pheso

A partir dos ensaios de ciclo de cisalhamento das argamassas, pode-se perceber que as três configurações (SR, R1 e R2), apresentaram comportamentos reológicos e curvas semelhantes para os mesmos tipos de argamassas. Conforme esperado, a argamassa auto nivelante não apresentou tensão de escoamento, e comportamento semelhante ao newtoniano, assim como o silicone de 5000cSt, cujo dado foi apresentado justamente para

efeitos de comparação e validação do resultado. As demais argamassas apresentaram tensão de escoamento, sendo a de assentamento e a colante com os maiores valores. Tais argamassas apresentaram comportamento de fluido de Bingham. A argamassa de revestimento apresentou tensão de escoamento não nula, e comportamento estável, durante todas as faixas de aplicação de taxa de cisalhamento.

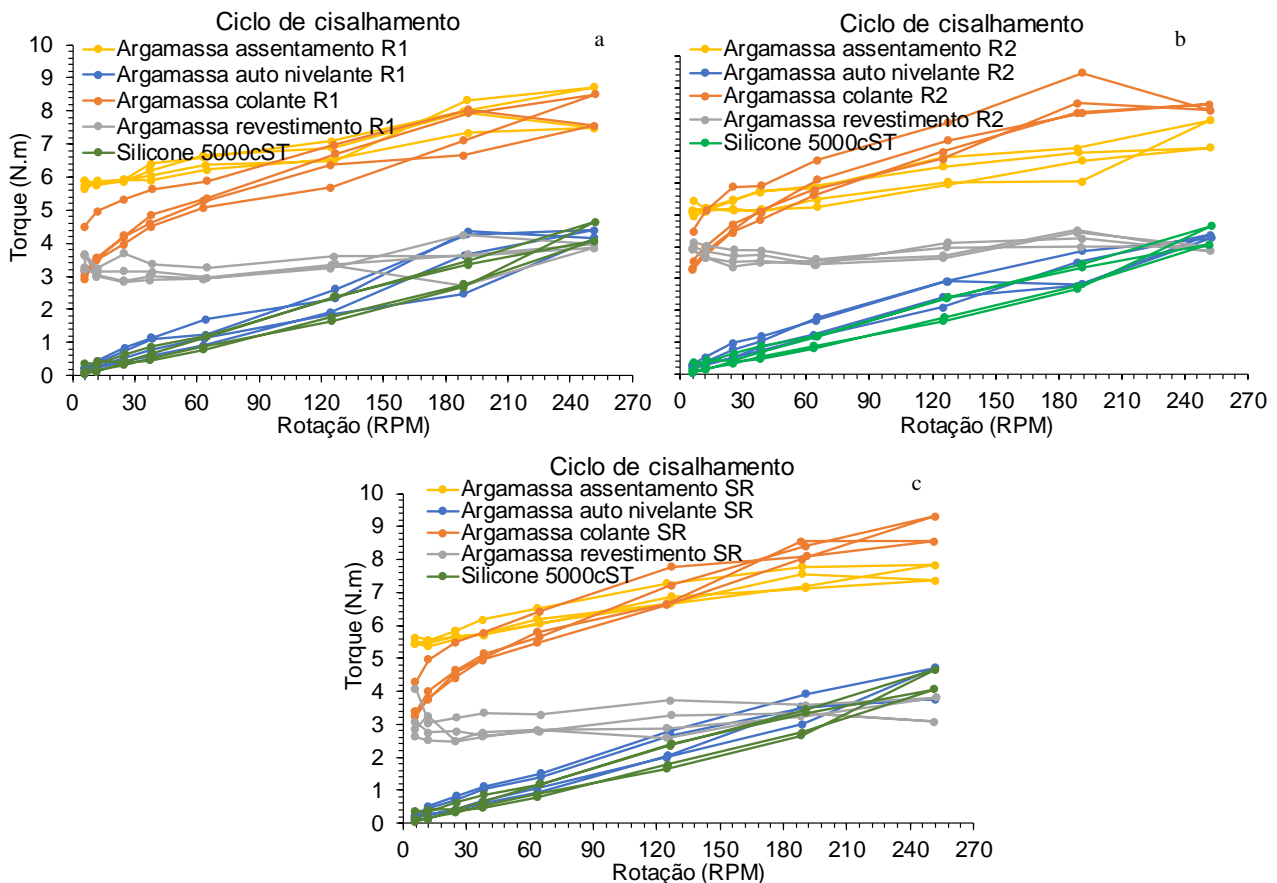


Figura 50 - Ciclo de cisalhamento de argamassas e silicone de 5000cST. A – ciclo de cisalhamento configuração R1, b – ciclo de cisalhamento configuração R2 e c – ciclo de cisalhamento configuração SR. Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.2.2.3 Ciclo de cisalhamento – Reômetro Haake Mars 60

Por se tratar de um equipamento com torques reduzidos de funcionamento, além das configurações de ensaio (tamanho de recipiente e geometria de ensaio), ensaios com alguns materiais foram passíveis de serem executados, sendo eles utilizando-se os silicones de viscosidade 100, 1000 e 5000 e 12500 cSt, e as argamassas auto nivelante e colante. Conforme apresentado na Figura 51, foram realizadas comparações com os

ensaios realizados com silicone, buscando-se apresentar o material com o silicone de comportamento equivalente/mais próximo. É possível observar boa correlação do comportamento reológico, entre a argamassa auto nivelante e o silicone de 1000 cSt, principalmente quando realizada com a geometria de cilindros concêntricos. Vale ressaltar, no entanto, que o silicone não apresenta tensão de escoamento, pela falta de partículas em sua composição. Desta forma, quando comparado com a argamassa colante (Figura 51-b), buscou-se apresentar, dentre os avaliados, um silicone com máxima tensão de cisalhamento semelhante.

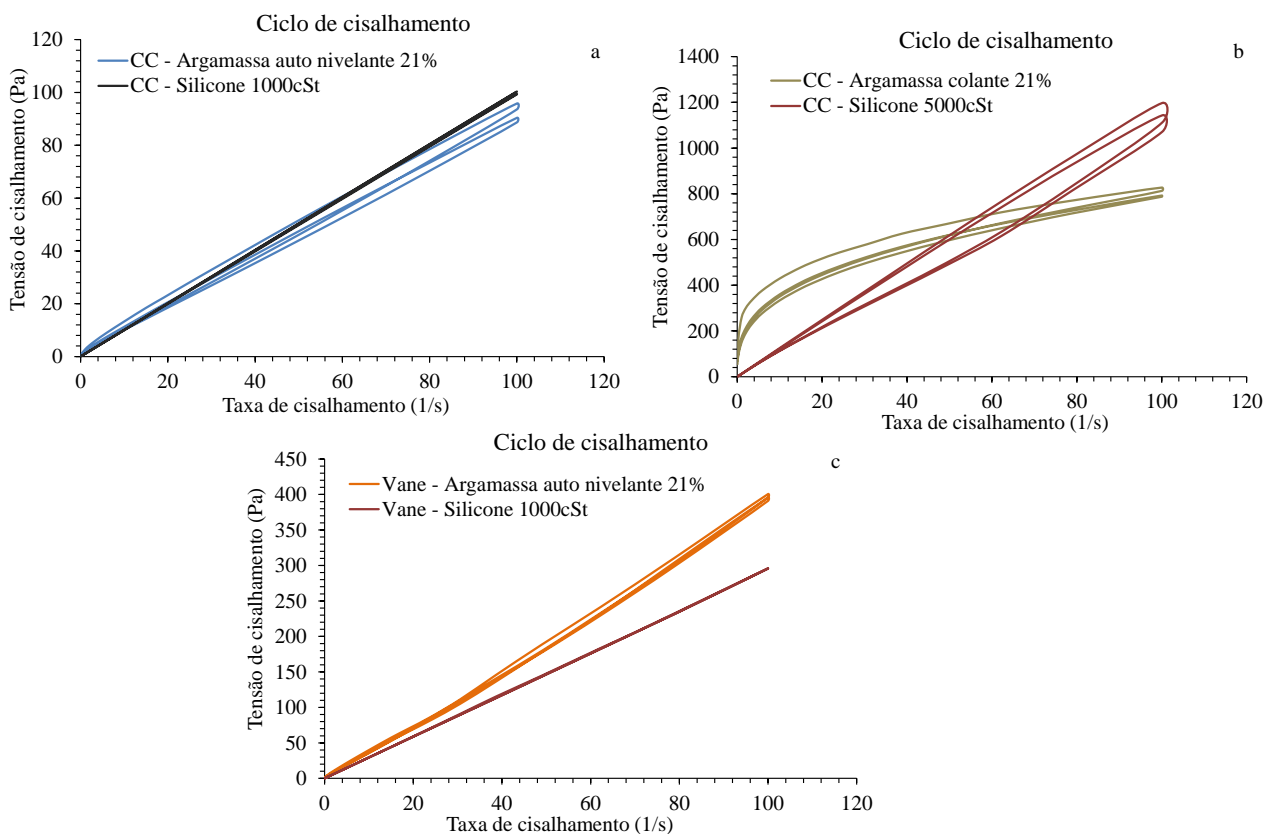


Figura 51 - Ciclos de cisalhamento argamassas e silicones reômetro Haake Mars. a – geometria cilindros concêntricos, silicone 1000 cSt e argamassa auto nivelante, b – geometria cilindros concêntricos, silicone 5000 cSt e argamassa colante, c – geometria Vane, silicone 1000 cSt e argamassa auto nivelante. Fonte: Elaborado pelo autor.

## 6 BENCHMARK ENTRE EQUIPAMENTOS – REÔMETRO PHESO X REÔMETRO HAAKE MARS 60

Neste capítulo serão apresentados o dimensionamento e desenvolvimento de novas geometrias de ensaio, ensaios realizados com elas e a comparação de seus resultados entre ambos os equipamentos. Na sequência serão apresentados resultados realizando a conversão das unidades dos resultados obtidos com argamassas no reômetro Pheso – Calmetrix para unidades do sistema internacional.

## 6.1 Desenvolvimento de geometrias de ensaio

O dimensionamento das novas geometrias Vane e cilindros concêntricos para o reômetro Pheso – Calmetrix foi balizado a partir das geometrias utilizadas no reômetro Haake Mars 60, utilizando relações entre os recipientes, volume e geometrias de ensaio, conforme apresentado nas tabelas a seguir.

Tabela 5 - Dimensões dos recipientes de ensaio dos equipamentos.

Equipamento	Dimensões recipientes de ensaio		
	Altura (Hp)	Diâmetro (Dp)	Volume (Vp)
Pheso	200	210	6927,21
Mars	61	27	34,93

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 6 - Dimensões das geometrias de cilindros concêntricos dos equipamentos.

Equipamento	Cilindros concêntricos						
	Altura (Hg)	Largura (Lg)	Distancia fundo	Relação distancia fundo	Volume material	Relação Hg/Hp	Relação Lg/Dp
Pheso	114,754	155,556	36,060	0,180	3411,455	0,574	0,741
Mars	35,000	20,000	11,000	0,180	17,200	0,574	0,741

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 7 - Dimensões das geometrias Vane dos equipamentos.

Equipamento	Vane							
	Altura (Hg)	Largura (Lg)	Distancia fundo	Relação distancia fundo	Espessura aleta	Volume material	Relação Hg/Hp	Relação Lg/Dp
Pheso	52,459	171,111	27,860	0,139	7,778	5593,200	0,262	0,815
Mars	16,000	22,000	8,500	0,139	1,000	28,200	0,262	0,815



Fonte: Elaborado pelo autor

A partir dos seguintes critérios foram calculadas as novas dimensões:

- Altura (Hg) e largura (Lg): Manteve-se constante a relação Hg/Hp e Lg/Dp entre as geometrias e os respectivos recipientes de ensaio;
- Distância fundo: Manteve-se constante a relação entre a distância da geometria do fundo do recipiente e a altura do recipiente de ensaio;
- Espessura aleta (Geometria Vane): Manteve-se constante a relação da espessura da aleta e a relação entre os respectivos recipientes de ensaio;
- Volume de material: Manteve-se constante a relação considerando a proporção total entre o volume de ensaio utilizado e o volume total do recipiente de ensaio.

A partir da definição das dimensões, realizou-se a impressão 3D das novas geometrias, apresentada a seguir:

## 6.2 Conversão de viscosidades dos silicones

O parâmetro fornecido pelo fornecedor de silicones foi a viscosidade cinemática, sendo necessário portanto realizar a conversão para viscosidade dinâmica. A viscosidade dinâmica é a relação entre a viscosidade cinemática e a densidade do material, conforme apresentado na equação 8.

$$\text{Viscosidade dinâmica (cP)} = \text{Viscosidade cinemática (cSt)} \times \text{Massa específica do fluido } \left(\frac{\text{g}}{\text{m}^3}\right) \quad 8$$

Além disso, necessita-se também realizar uma conversão de unidades, visto que a viscosidade cinemática fornecida foi em centistokes, resultando, a partir da conversão, em uma viscosidade dinâmica em centipoise. No entanto, a unidade de viscosidade dinâmica de interesse é a de Pascal\*segundo, sendo necessário, portanto, dividir o valor encontrado em centipoise por 1000.

A partir dessas conversões, atingiram-se os seguintes valores de viscosidade dinâmica dos silicones utilizados:

Tabela 8 – Valores de viscosidades dos silicones utilizados. Fonte: Elaborado pelo autor.

Unidade	Silicone			
Visc. Cin. (cSt)	100	1000	5000	12500
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	0,971			
Visc. Din. (cP)	97,1	971,0	4855,0	12137,5
Visc. Din. (Pa.s)	0,0971	0,971	4,855	12,1375

Fonte: Elaborado pelo autor

Após as conversões dos silicones, foram realizadas as comparações entre os resultados obtidos (Viscosidade Aparente) e os resultados esperados (Viscosidade Dinâmica), apresentados nas tabelas a seguir. Apesar de ambos resultados tratar do mesmo parâmetro, optou-se por apresentá-los como viscosidade “aparente” e viscosidade “dinâmica” para facilitar o entendimento.

Tabela 9 – Valores de viscosidade aparente (Pa.s) obtidos através do ensaio de reometria rotacional no reômetro Mars 60 utilizando a geometria vane. Fonte: Elaborado pelo autor.

Geometria	Visc. Cinemática (cSt)	Visc. Aparente (Pa.s)	Visc. Dinâmica (Pa.s)
Vane	100	0,66	0,097
	1000	2,95	0,971
	5000	32,78	4,855
	12500	133,79	12,138

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 10 - Valores de viscosidade aparente (Pa.s) obtidos através do ensaio de reometria rotacional utilizando a geometria cilindros concêntricos. Fonte: Elaborado pelo autor.

Geometria	Visc. Cinemática (cSt)	Visc. Aparente (Pa.s)	Visc. Dinâmica (Pa.s)
CC	100	0,16	0,097
	1000	1,00	0,971
	5000	17,99	4,855
	12500	53,04	12,138

Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados de viscosidade aparente obtidos a partir dos ciclos de cisalhamento com as geometrias vane e cilindros concêntricos, apresentam variação considerável quando comparados com a viscosidade dinâmica obtida a partir da conversão da viscosidade cinemática. Os valores apresentam ainda maior variação para a geometria vane (3-11x), enquanto para a geometria de cilindros concêntricos são da ordem de 1-4,5x. Em se tratando de uma conversão de parâmetros, no caso, viscosidade cinemática para dinâmica, tal discrepância pode ser explicada por não existir uma indicação específica de ensaio a ser realizado para que seja obtido esse valor de viscosidade dinâmica como resultado, e, ainda, conforme apresentado, não necessariamente ter sido o ensaio adequado a ser utilizado para que se atinja esse resultado.

### 6.3 Comparação de resultados

A comparação de resultados entre equipamentos é de extrema relevância, principalmente considerando a aplicação e capacidade de ambos reômetros. Tal correlação torna possível a avaliação de diferentes fases de materiais cimentícios em cada equipamento, e.g., pasta de cimento-argamassa-concreto, para posterior análise da influência de cada uma delas na composição, além de, por exemplo, avaliação de mudanças na escala e, também, como no caso, obtenção de unidades do sistema internacional de parâmetros reológicos (tensão de cisalhamento em Pascal, por exemplo).

Após a produção das geometrias vane e cilindros concêntricos para o reômetro Pheso – Calmetrix foram realizados os ensaios de ciclo de cisalhamento em ambas, para os silicones de 5000 e 12500 cSt.

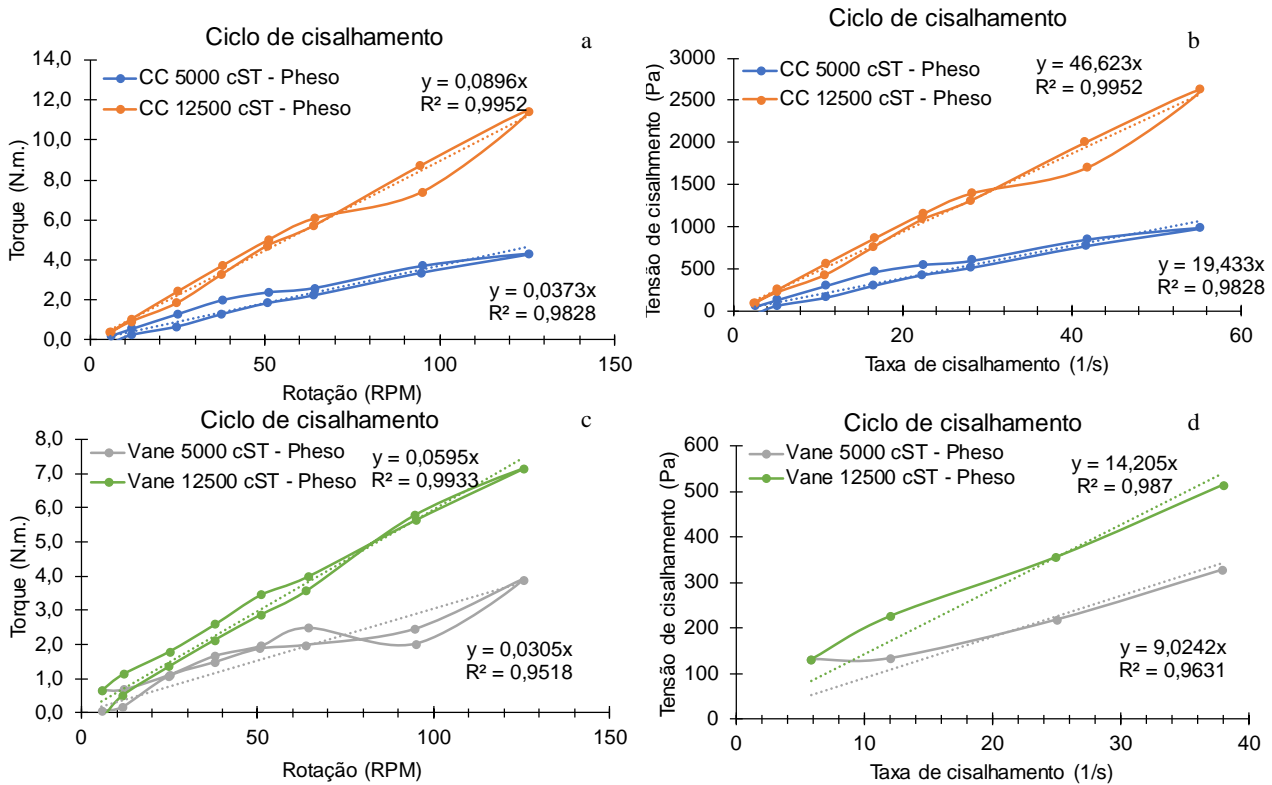


Figura 52 – Resultado de ciclo de cisalhamento no reômetro Pheso – Calmetrix de diferentes silicones com as geometrias vane e cilindro concêntricos. A e b – silicones 5000 e 12500 cSt com geometria de cilindros concêntricos, c e d – silicones de 5000 e 12500 cSt com geometria vane. Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Figura 55 a e c, são apresentados os resultados obtidos no reômetro Pheso - Calmetrix, nas unidades de torque (N.m) e rotação (RPM) para as geometrias cilindros concêntricos e vane, respectivamente. A partir das equações (6) e (7), calculou-se então a tensão e taxa de cisalhamento aplicada no material, e os resultados são apresentados na Figura 55 b e d.

É observada uma esperada tendência crescente nas curvas, assim com as viscosidades cinemática dos silicones avaliados. Apesar de terem sido utilizadas altas rotações no reômetro Pheso – Calmetrix, resultando em taxas de cisalhamento maiores, optou-se por apresentar os resultados em faixas de taxa de cisalhamento semelhantes para uma melhor comparação.

Após a conversão dos resultados para unidades do sistema internacional para a tensão e a taxa de cisalhamento (Pa.s e 1/s), foi realizada a comparação entre os resultados obtidos no reômetro Pheso – Calmetrix e no reômetro Haake mars 60, conforme apresentado na Figura 53. Em ambos os silicones, quando avaliados na geometria de cilindros

concêntricos, obteve-se uma boa correlação, com pequena variação na viscosidade. Para o caso da geometria vane, no entanto, não se atingiu uma boa correlação. Esse resultado inesperado para a geometria vane pode ser explicado pelas relações utilizadas para o desenvolvimento da geometria. Como optou-se por manter o mesmo critério entre os dimensionamentos de ambas as novas geometrias, um dos parâmetros para a geometria vane acabou sendo alterado: a relação entre o comprimento e a altura da aleta.

Por ter apresentado uma melhor correlação entre ambos os equipamentos e materiais, optou-se então por utilizar os resultados da geometria cilindro concêntricos para a continuidade das conversões.

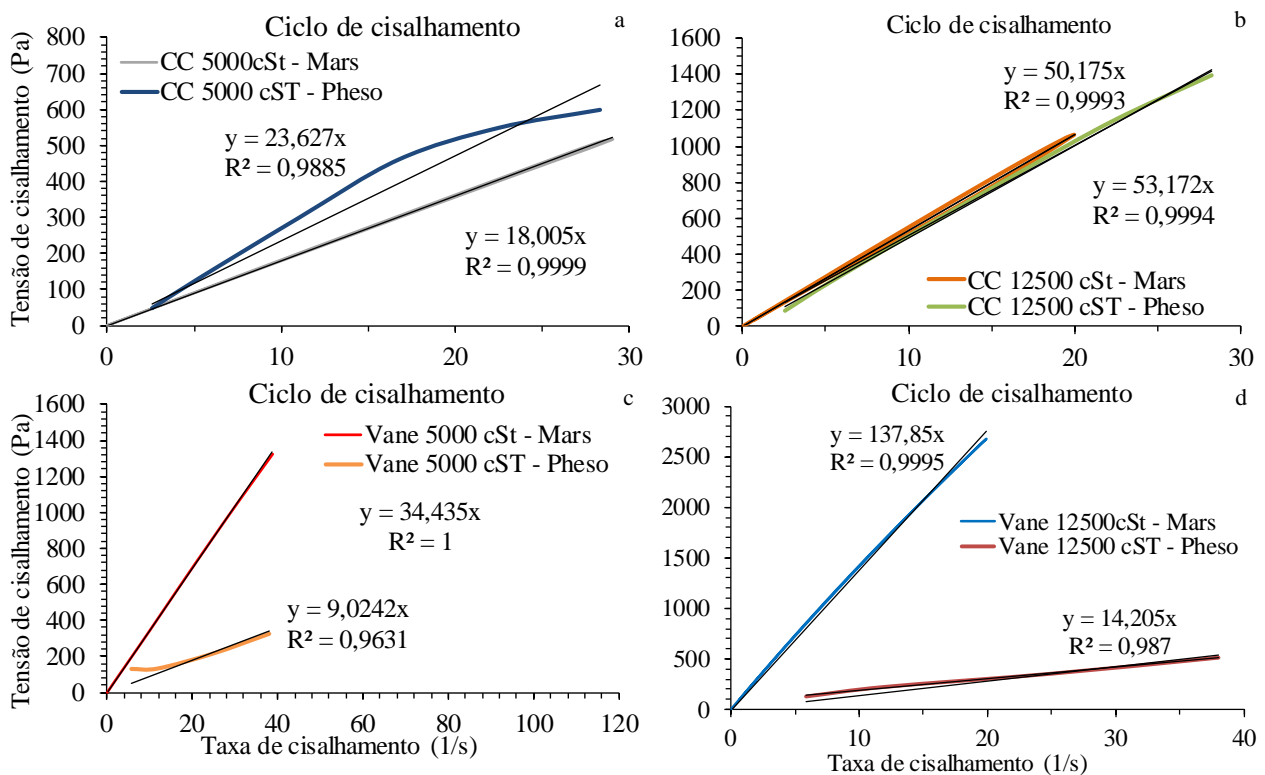


Figura 53 - Resultado de ciclo de cisalhamento no reômetro Pheso – Calmetrix e reômetro Haake Mars 60 de diferentes silicones e geometrias. A e b – silicones 5000 e 12500 cSt com geometria de cilindros concêntricos em ambos os equipamentos, c e d – silicones de 5000 e 12500 cSt com geometria vane em ambos os equipamentos. Fonte: Elaborado pelo autor.

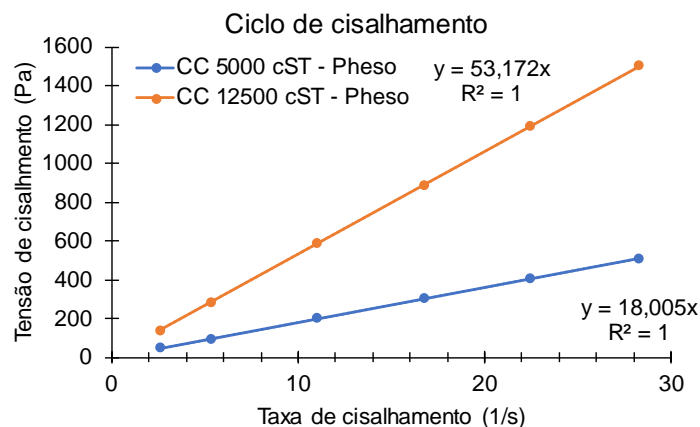


Figura 54 – Resultado normalizado de ciclo de cisalhamento do reômetro Pheso – Calmetrix com a geometria cilindro concêntrico e silicones de 5000 e 12500 cSt. Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir da correlação entre as curvas, realizou-se então uma normalização do resultado do reômetro Pheso – Calmetrix utilizando como base o reômetro Haake mars 60 a partir da inclinação da curva encontrada nos silicones de 5000 e 12500 cSt com a geometria de cilindros concêntricos. Apesar de valores próximos de taxa de cisalhamento em ambos os ensaios para ambos os equipamentos, os valores não eram exatamente os mesmos. Desta forma, com essa normalização, encontrou-se então as respectivas tensões de cisalhamento para as taxas de cisalhamento aplicadas no ensaio.

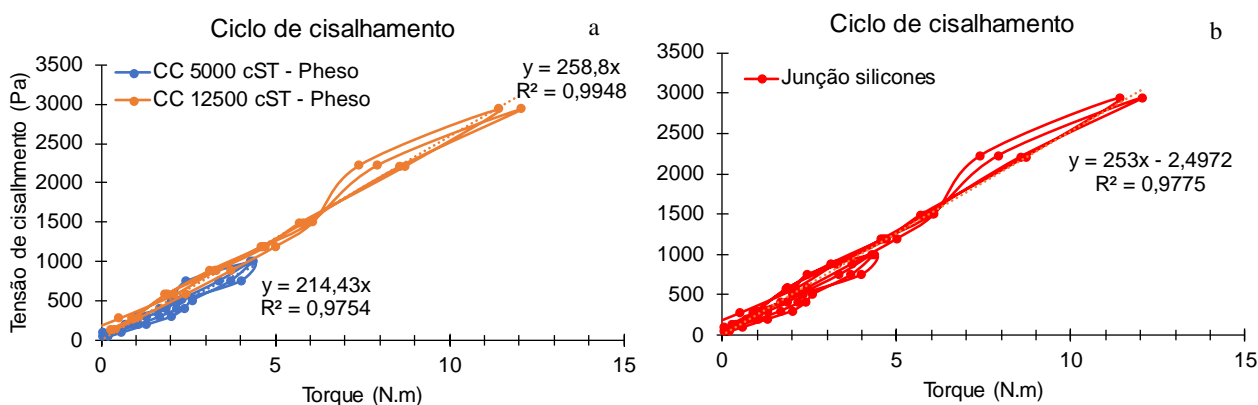


Figura 55 - Resultado de ciclo de cisalhamento do reômetro Pheso – Calmetrix com a geometria cilindro concêntrico e silicones de 5000 e 12500 cSt, curva de conversão de torque em tensão de cisalhamento. Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir dos valores de tensão de cisalhamento “normalizados”, plotou-se a curva tensão de cisalhamento *versus* torque, para que se encontrasse qual era a conversão de uma unidade

de torque (N.m) para uma unidade de tensão de cisalhamento (Pa), e assim, obter um valor aplicável para a geometria Attritor. A partir da junção dos resultados dos dois silicões avaliados, plotou-se uma mesma curva, a fim de se obter a equação de sua inclinação (Figura 55).

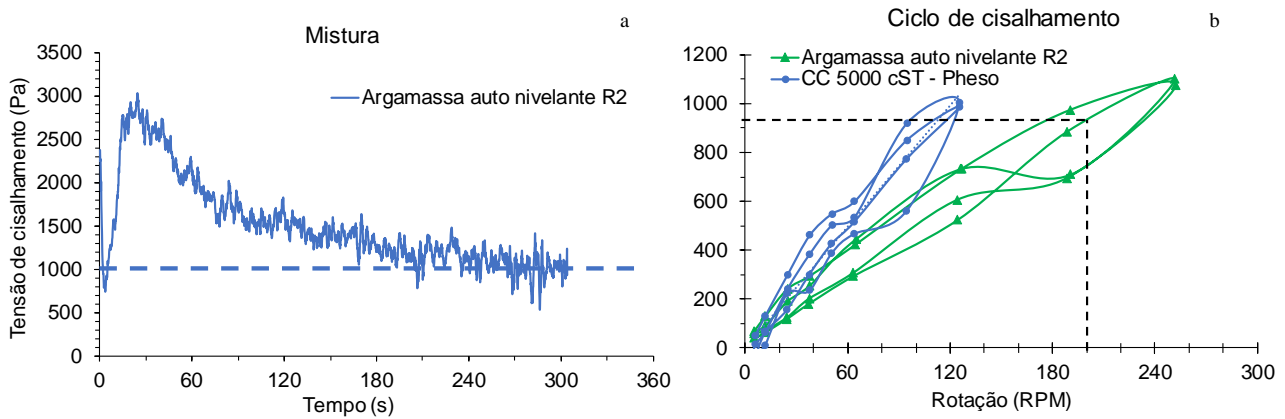


Figura 56 – Resultado de curva de mistura (a) e de ciclo de cisalhamento (b) de argamassa auto nivelante do reômetro Pheso – Calmetrix para validação de conversão. Fonte: Elaborado pelo autor.

Com esse valor de conversão, fez-se então a validação dos resultados em uma argamassa auto nivelante misturada com a configuração R2. Na Figura 56 a, é apresentada a curva de mistura deste material, já com os valores em tensão de cisalhamento. Ao final do ensaio, na região do platô da curva, atinge-se um valor aproximado de tensão de cisalhamento de 1000 Pa.s. Quando comparado com o ciclo de cisalhamento da Figura 56-b, é observado um valor semelhante para uma mesma rotação (200 RPM, valor utilizado para o procedimento de mistura). A principal diferença, que promove esse aumento na tensão de cisalhamento quando considerado o valor obtido na curva de mistura, é promovida pela utilização do raspador, que causa um maior distúrbio no fluxo durante o ensaio, sendo que este acessório, não é utilizado para o ciclo de cisalhamento da Figura 56-b. Ainda, plotou-se o resultado do ciclo de cisalhamento juntamente com o silicone de 5000 cSt, para utilizar esse resultado como referência, promovendo maior robustez na análise e validação.

Na Figura 57, são apresentados os resultados de reometria de mistura e ciclo de cisalhamento, com unidades de tensão de cisalhamento em Pascal. Tais curvas são as mesmas já apresentadas anteriormente, tendo sido apenas realizada a conversão de unidades.

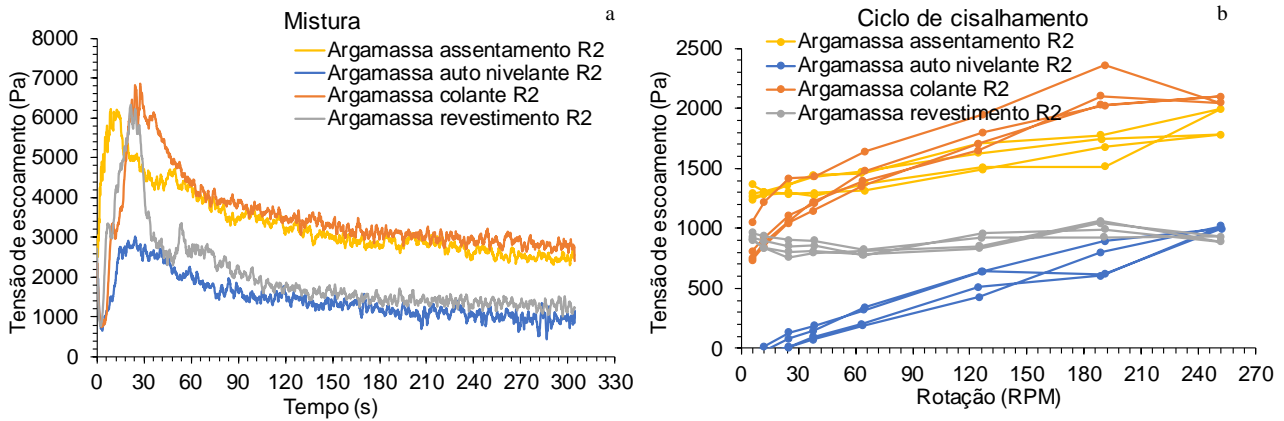


Figura 57 - Resultado de curva de mistura (a) e de ciclo de cisalhamento (b) de diferentes argamassas no reômetro Pheso – Calmetrix apresentadas em unidade de tensão de cisalhamento. Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir da possibilidade de correlacionar o resultado do reômetro Pheso – Calmetrix com o reômetro Haake mars 60, torna-se possível a realização da calibração da constante de torque do equipamento de uma nova maneira. Fazendo o caminho inverso, utilizando o resultado do material de referência como base, têm-se a possibilidade de calcular a constante de torque.

## 7 CONCLUSÕES FINAIS

- A utilização do ganho 32 e a nova forma de cálculo e aplicação da linha base com uma duração de patamar mais prolongada, promoveram a possibilidade de melhor visualização dos resultados e, além disso, resultados mais precisos, menos instáveis, e maior sensibilidade do equipamento Pheso – Calmetrix;
- Constatou-se a partir da avaliação das curvas de resultados “pré e pós aquecimento” do equipamento Pheso - Calmetrix, variação na leitura de torque, sendo esta mais acentuada principalmente em condições extremas de utilização do equipamento, mas também observada na outra condição de ensaio avaliada, demonstrando a necessidade da utilização de menores rotações máximas por período prolongados, e/ou maior intervalo entre a realização de ensaios;
- Com uma maior sensibilidade de leitura de torque, foi possível obter resultados satisfatórios para as análises de eficiência de mistura e comportamento reológico de argamassas, trabalhando com um volume de material reduzido para o ensaio (2,55L);



- Os silicones nas condições avaliadas permitiram a análise da faixa mínima de funcionamento do equipamento Pheso – Calmetrix;
- A aplicação do acessório raspador mostrou-se de grande importância para a realização de misturas de argamassas no reômetro Pheso – Calmetrix, principalmente quando utilizado na posição R2. Além da melhora na eficiência de mistura, promoveu também uma maior eficiência durante a realização da mistura no equipamento para o usuário, não demandando raspagens manuais, tornando o processo mais automático e reproduzível por diferentes usuários, fornecendo, assim, maior repetibilidade no processo de mistura. Além disso, permitiu a realização de misturas em tempo reduzido, demandando, assim, menor energia de mistura total;
- Para uma comparação dos resultados obtidos com a utilização do acessório raspador e resultados anteriores, recomenda-se realizar uma normalização destes resultados em função da superfície de contato com o material. Pelo fato de existir uma maior área de contato (área do raspador), atinge-se torques maiores durante o processo de mistura;
- A captura de imagens durante o processo de mistura e caracterização reológica promoveu mais uma variável de análise, fornecendo mais resultados, confiabilidade e um melhor entendimento dos resultados obtidos.
- A forma como foi obtida a constante de torque do equipamento é adequada, comprovada através do resultado semelhante entre os dois equipamentos quando utilizados materiais de referência (Silicones industriais);
- O desenvolvimento de novas geometrias promoveu maior flexibilidade aos ensaios, permitindo a correlação entre os dois reômetros avaliados;
- A correlação entre os reômetros possibilitou a conversão dos resultados obtidos no reômetro Pheso – Calmetrix em unidades do sistema internacional de tensão de cisalhamento (Pascal);

## 8 REFERÊNCIAS

**116R-00 Cement and Concrete Terminology.** American Concrete Institute, 2000.

ALDERMAN, N. J.; MEETEN, G. H.; SHERWOOD, J. D. Vane Rheometry of Bentonite Gels. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, v. 39, n. 3, p. 291–310, 1 jan. 1991.

ALFERES FILHO, R. S.; MOTEZUKI, F. K.; ROMANO, R. C. O.; PILEGGI, R. G.; FIGUEIREDO, A. D.; ALFERES FILHO, R. S.; MOTEZUKI, F. K.; ROMANO, R. C. O.; PILEGGI, R. G.; FIGUEIREDO, A. D. Avaliação da aplicabilidade de reometria para concretos autoadensáveis com fibra de aço. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 9, n. 6, p. 969–988, dez. 2016.

ALONSO CARDOSO, F. **Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica...** 2009. Universidade de São Paulo, 2009. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-21122009-125012/pt-br.php>>. Acesso em: 29 maio. 2019.

BANFILL, P. F. G. Rheology of Fresh Cement and Concrete. p. 71, 1991a.

BANFILL, P. F. G. The Rheology of Fresh Mortar. **Magazine of Concrete Research**, v. 43, n. 154, p. 13–21, mar. 1991b.

BARNES, H. A. **A handbook of elementary rheology.** Aberystwyth: Univ. of Wales, Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 2000. 200 p.

BIM, E. **Máquinas elétricas e acionamento uma introdução.** [s.l: s.n.]155 p.

**Calmetrix Pheso Rheometer.** 2020. Disponível em: <<https://www.calmetrix.com/pheso>>. Acesso em: 27 maio. 2020.

CARDOSO, F. A.; CAMPORA, F. L.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. Influência do tipo de mistura no comportamento reológico de argamassas avaliado por Squeeze-Flow. *Em: Anais do VII Simpósio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas (VII SBTA).* [s.l: s.n.]

CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G.; BANFILL, P. F. G. Characterisation of Rendering Mortars by Squeeze-Flow and Rotational Rheometry. **Cement and Concrete Research**, v. 57, p. 79–87, mar. 2014.

CAZACLIU, B. In-Mixer Measurements for Describing Mixture Evolution during Concrete Mixing. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 86, n. 12, p. 1423–1433, dez. 2008.

CENG, P. M. **Industrial Brushless Servomotors**. 1. ed. [s.l.] Oxford: Newnes, 2000.

CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. **Non-newtonian flow and applied rheology**. 2. ed. [s.l.: s.n.]523 p.

DACZKO, J. A. Stability of Self-Consolidating Concrete, Assumed or Ensured? *Em*: **Proceedings of the First North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete**. [s.l.: s.n.]

DZUY, N. Q.; BOGER, D. V. Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions. **Journal of Rheology**, v. 27, n. 4, p. 321–349, ago. 1983.

DZUY, N. Q.; BOGER, D. V. Direct yield stress measurement with the vane method. **Journal of rheology**, v. 29, n. 3, p. 335–347, 1985.

ELLIS, G. Basics of the Electric Servomotor and Drive. *Em*: **Control System Design Guide**. [s.l.] Elsevier, 2004. p. 303–339.

FEHLING, E.; SCHMIDT, M.; STÜRWARD, S. (ed.). **Ultra high performance concrete (UHPC): proceedings of the Second International Symposium on Ultra High Performance Concrete, Kassel, Germany, March 05-07, 2008**. Kassel: Kassel University Press, 2008. 902 p.

FERRARIS, C. F.; BROWER, L. E.; BANFILL, P.; BEAUPRÉ, D.; CHAPDELAINÉ, F.; DE LARRARD, F.; DOMONE, P.; NACHBAUR, L.; SEDRAN, T.; WALLEVIK, O. **Comparison of concrete rheometers: international test at LCPC (Nantes, France) in October, 2000**. [s.l.] US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 2001.

FERRARIS, C. F.; FERRARIS, C. F.; BEAUPR, D.; CHAPDELAINÉ, F. ũrd?` ũrric; DOMONE, P.; KOEHLER, E.; SHEN, L.; SONEBI, M.; STRUBLE, L.; TEPKE, D. **Comparison of concrete rheometers: International tests at MB (Cleveland OH, USA) in May, 2003**. [s.l.] US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 2004.

FEYS, D.; SONEBI, M.; AMZIANE, S.; DJELAL, C.; FABBRIS, F.; FATAEI, S.; GREIM, M.; IVANOVA, I.; KELLER, H.; KHAYAT, K.; LIBESSART, L.; MECHCHERINE, V.;

NAVARRETE, I.; SECRIERU, E.; VANHOVE, Y. An Overview of RILEM TC MRP Round-Robin Testing of Concrete and Mortar Rheology in Bethune, France, May 2018. p. 10, [s.d.]

FLATT, R. J.; BOWEN, P. Electrostatic Repulsion between Particles in Cement Suspensions: Domain of Validity of Linearized Poisson–Boltzmann Equation for Nonideal Electrolytes. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 6, p. 781–791, jun. 2003.

FRANÇA, M. S. de. **Comportamento de mistura de sistemas cimentícios multifásicos reativos**. 2012. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-26072013-181107/>>. Acesso em: 10 ago. 2017.

FUJII-YAMAGATA, A. L.; CARDOSO, F. A.; SAROU-KANIAN, V.; DAUBRESSE, A.; PRAT, E.; CHAOUCHE, M. Skin Formation in Adhesive Mortars Evaluated by MRI and Interfacial Rheology. **Cement and Concrete Composites**, v. 99, p. 251–261, maio 2019.

GEIKER, M. R.; BRANDL, M.; THRANE, L. N.; BAGER, D. H.; WALLEVIK, O. The Effect of Measuring Procedure on the Apparent Rheological Properties of Self-Compacting Concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 11, p. 1791–1795, nov. 2002.

GONÇALVES, J. P.; TAVARES, L. M.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R.; CUNHA, E. R. Comparison of Natural and Manufactured Fine Aggregates in Cement Mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 6, p. 924–932, jun. 2007.

GRANDES, F. A. **Mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial de argamassas em squeeze flow**. 2019. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-18072019-092659/>>. Acesso em: 22 maio. 2020.

HAFID, H.; OVARLEZ, G.; TOUSSAINT, F.; JEZEQUEL, P. H.; ROUSSEL, N. Effect of Particle Morphological Parameters on Sand Grains Packing Properties and Rheology of Model Mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 80, p. 44–51, fev. 2016.

HAIMONI, A.; HANNANT, D. J. Developments in the shear vane test to measure the gel strength of oilwell cement slurry. **Advances in Cement Research**, v. 1, n. 4, p. 221–229, 1988.

JUST, A.; YANG, M. Attrition Dry Milling In Continuous And Batch Modes. p. 6, [s.d.]

KEENTOK, M.; MILTHORPE, J. F.; O'DONOVAN, E. On the Shearing Zone around Rotating Vanes in Plastic Liquids: Theory and Experiment. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, v. 17, n. 1, p. 23–35, 1 jan. 1985.

KOEHLER, E. P.; FOWLER, D. W. **Development of a portable rheometer for fresh portland cement concrete**. [s.l: s.n.].

LEUENBERGER, H.; PUCHKOV, M.; KRAUSBAUER, E.; BETZ, G. Manufacturing Pharmaceutical Granules: Is the Granulation End-Point a Myth? **Powder Technology**, v. 189, n. 2, p. 141–148, jan. 2009.

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D. Supplementary cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, Conferences Special: Cement Hydration Kinetics and Modeling, Quebec City, 2009 & CONMOD10, Lausanne, 2010. v. 41, n. 12, p. 1244–1256, dez. 2011.

MACOSKO, C. W. **Rheology: principles, measurements, and applications**. New York: VCH, 1994. 550 p.

MANNHEIMER, R. J. Effect of slip on flow properties of cement slurries can flaw resistance calculations. **Oil And Gas Journal**, p. 144–147, 1983.

MARTINS, E. J. **Procedimento para dosagem de pastas para argamassa auto nivelante**. 2009. UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ, Curitiba, 2009.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Capítulo 2 Microestrutura do concreto. *Em: Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais*. 3. ed. [s.l: s.n.]

MELO, D. F. M. de. **Comportamento reológico de solos sujeitos a corridas de lama por liquefação estática**. 2014. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3145/tde-23122014-153333/>>. Acesso em: 25 maio. 2020.

MENDES, G. A. **Dosagem de argamassa auto nivelante com adição de resíduos do corte de mármores e graníticos (rcmg): análise das propriedades físicas e mecânicas**. 2019. UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA – UDESC CENTRO DE CIÊNCIAS TECNOLÓGICAS – CCT, Joinville, 2019.

NGUYEN, Q. D.; BOGER, D. V. Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. **Rheologica acta**, v. 26, n. 6, p. 508–515, 1987.

OLIVAS, A.; FERRARIS, C. F.; MARTYS, N. S.; GEORGE, W. L.; GARBOCZI, E. J.; TOMAN, B. **Certification of SRM 2493: standard reference mortar for rheological measurements**. Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology, 4 out. 2017. . Disponível em: <<https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/SpecialPublications/NIST.SP.260-187.pdf>>. Acesso em: 12 maio. 2020.

OLIVEIRA, I.; STUDART, A.; PILEGGI, R.; PANDOLFELLI, V. **Dispersão e empacotamento das partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico**. São Paulo: Fazendo Arte Editorial, 2000. 224p p.

OLIVEIRA, R. S. D. **FUNDAMENTOS PARA A PADRONIZAÇÃO METROLÓGICA DA GRANDEZA TORQUE DINÂMICO**. 2015. UFBA, 2015.

PIERRE, A.; PERROT, A.; HISTACE, A.; GHARSALLI, S.; KADRI, E.-H. A Study on the Limitations of a Vane Rheometer for Mineral Suspensions Using Image Processing. **Rheologica Acta**, v. 56, n. 4, p. 351–367, abr. 2017.

PILEGGI, R. G. **Ferramenta para o estudo e desenvolvimento de concretos refratários**. 2001. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2001.

REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Ternary system Portland cement – Calcium aluminate cement – Calcium sulfate applied to self-leveling mortar: a literature review. n. Revista Cerâmica, p. 30, Aceito para publicação 2020.

**RheoCAD Rheometer**. 2020. Disponível em: <<https://cad-instruments.eu/rheometer-mortar-concrete.html>>. Acesso em: 27 maio. 2020.

SAAK, A. W.; JENNINGS, H. M.; SHAH, S. P. The Influence of Wall Slip on Yield Stress and Viscoelastic Measurements of Cement Paste. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 2, p. 205–212, fev. 2001.

SAKANO, V. K. **Metodologia para aquisição de sinal elétrico e tratamento de dados em reômetros servo controlados**. 2016. Universidade de São Paulo, 2016. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-01072016-114532/>>. Acesso em: 11 fev. 2019.

SANO, A. **UMA ANÁLISE DA EFICIÊNCIA DE UMA TRANSMISSÃO CVT**. 2013. UNESP, São Paulo, 2013.

SCHILLING, R. E. Choose the Right Grinding Mill. p. 6, [s.d.]

SCHRAMM, G. A Practical Approach to Rheology and Rheometry. p. 291, 1998.

SD; HSA; LAB SERIES. **Dry grinding attritors** Union Process, 2020.

**Servoconversor SCA06 Manual de Programação**. . [s.l.] WEG, 2018. .

SHEN, L.; STRUBLE, L.; LANGE, D. New Method for Measuring Static Segregation of Self-Consolidating Concrete. *Journal of Testing and Evaluation*. n. 35, 2007.

SOUALHI, H.; KADRI, E.-H.; NGO, T.-T.; BOUVET, A.; CUSSIGH, F.; TAHAR, Z.-E.-A. Design of portable rheometer with new vane geometry to estimate concrete rheological parameters. **JOURNAL OF CIVIL ENGINEERING AND MANAGEMENT**, v. 23, n. 3, p. 347–355, 23 jun. 2016.

SOUZA, N. C. de. **Análise de desempenho do contrapiso auto nivelante em relação ao sistema tradicional**. 2013. UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS ESCOLA DE ENGENHARIA, Belo Horizonte, 2013.

SZEGVARI, A.; YANG, M.; SZEGVARI, A. Attritor Grinding and dispersing equipment. **Union Process Inc., Akron, Ohio**, 1999.

TADROS, T. F. **Rheology of dispersions principles and applications**. [s.l.] Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2010. 218 p.

Testing of mineral oils and related materials - Determination of density. 2011.

TEUBERT, J. Ermittlung eines Zementabhängigen Grenzwasserzementwertes als Kenngröße für Sichtbeton. v. 11, p. 654–659, 1969.

**Thermo Scientific HAAKE MARS Rheometer Instruction Manual**. . [s.l.] Thermo Scientific, 2014. .

**ThermoFisher HAAK MARS Rheometer**. 2020. Disponível em: <<https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/379-0340#/379-0340>>. Acesso em: 27 maio. 2020.

TORRES, D. D. R.; PILEGGI, G. INFLUÊNCIA DA DISTRIBUIÇÃO MORFOLÓGICA DOS AGREGADOS NAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS DE ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO. **São Paulo**, p. 10, 2017.

VALENCIA, G. A. **Estudo das características de dispersão de suspensões de carbonato de cálcio**. 2017. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3146/tde-08082017-105336/>>. Acesso em: 22 maio. 2020.

**Viskomat Rheometer**. 2020. Disponível em: <[http://www.schleibinger.com/cmsimple/en/?Rheometers:Viskomat\\_NT\\_-\\_Rheometer\\_for\\_Mortar\\_and\\_Paste:Accessories](http://www.schleibinger.com/cmsimple/en/?Rheometers:Viskomat_NT_-_Rheometer_for_Mortar_and_Paste:Accessories)>. Acesso em: 27 maio. 2020.

WALLEVIK, J. E. Rheological Properties of Cement Paste: Thixotropic Behavior and Structural Breakdown. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 1, p. 14–29, jan. 2009.

WANG, W.; KEE, D. D.; KHISMATULLIN, D. Numerical Simulation of Power Law and Yield Stress Fluid Flows in Double Concentric Cylinder with Slotted Rotor and Vane Geometries. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, v. 166, n. 12–13, p. 734–744, jul. 2011.

WENDLING, M. Amplificadores Operacionais. v. 2, p. 44, 2010.