

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

LUÍS EDUARDO AZEVEDO MODLER

**AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO PERÍODO DE CONSOLIDAÇÃO DE  
ARGAMASSAS COLANTES**

Santa Maria RS

2017



Luís Eduardo Azevedo Modler

**AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO PERÍODO DE CONSOLIDAÇÃO DE  
ARGAMASSAS COLANTES**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS) como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Gihad Mohamad

Santa Maria, RS

2017

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Central da UFSM, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

MODLER, LUÍS EDUARDO AZEVEDO  
AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO PERÍODO DE CONSOLIDAÇÃO DE  
ARGAMASSAS COLANTES / LUÍS EDUARDO AZEVEDO MODLER.- 2017.  
160 p.; 30 cm

Orientador: GIHAD MOHAMAD  
Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa  
Maria, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Civil, RS, 2017

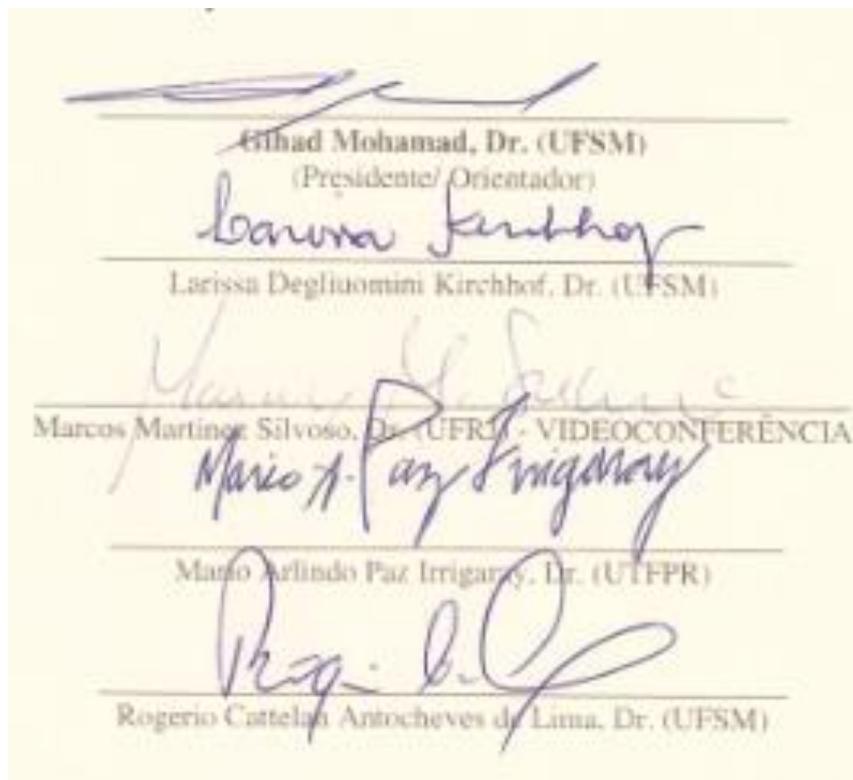
1. Materiais Cimentícios 2. Argamassa Colante 3.  
Reologia I. MOHAMAD, GIHAD II. Título.

Luís Eduardo Azevedo Modler

**AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO PERÍODO DE CONSOLIDAÇÃO DE  
ARGAMASSAS COLANTES**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS) como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil.

**Aprovado em 27 de novembro de 2017:**



Santa Maria, RS  
2017



## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos que incondicionalmente acreditaram no potencial de seu autor. Aos que, independentemente de tudo, mesmo sem a total compreensão de qual o seu significado, ficaram ao meu lado numa total atitude de apoio e expectativa. À minha esposa, a professora Nébora Lazzarotto Modler, companheira da vida, colega de trabalho, cúmplice nos caminhos escolhidos e ouvido para as discussões acerca dos rumos deste trabalho, dedico, mais que os resultados desse processo, o meu amor, para a continuidade de nossa caminhada juntos. Aos meus filhos, Maria Eduarda, imbuída dos mesmos ideais de construção de melhores condições de vivência para todos, Artur, meu socialista eventual e colorado para todas as horas, Bianca, luz e sagacidade em constante evolução, enfim, a eles, meus filhos, que são minha maior contribuição para fazer desse mundo um lugar melhor, dedico o tempo em que estive ausente, mesmo estando na mesma casa. À minha mãe Zenita e à minha irmã Luciane, professoras que dedicaram a vida na construção de uma educação melhor, militando sempre do lado mais sensível desta batalha infinda, o estudante da rede pública municipal e estadual, dedico minha eterna devoção, admiração e amor pelo resto de nossas vidas.



## AGRADECIMENTOS

No caminho que culminou na apresentação final deste trabalho foram muitas as pessoas que dedicaram, de várias formas, seu tempo e seu empenho no intuito de me auxiliar de alguma maneira, propiciando as condições para que chegasse a este ponto. Desta forma, nomino abaixo os que mais presentes estiveram, escusando-me, desde já, àqueles que por ventura minha memória falha não me tenha permitido a citação.

Ao professor Dr. Gihad Mohamad, meu orientador e amigo, por ter sugerido o tema, acreditado e contribuído com os rumos do trabalho desde o início e, acima de tudo oferecer sua imensa generosidade e infinita compreensão durante todo o processo.

Ao professor Dr. André Lübeck pela grande amizade forjada nos momentos de debate técnico e científico, mas também, e principalmente, nas conversas dos dia-dias sobre a vida e o mundo que nos cerca.

Aos demais colegas de grupo de pesquisa que, em algum momento, estiveram imbuídos da tarefa de contribuir com o andamento do trabalho. Nominalmente, cito os colegas Marcelo e Maurício, mas nos seus nomes agradeço a todos os demais.

Aos colegas e amigos de primeira hora, os professores Almir, Rogério e Magnos, pelo companheirismo dentro da jornada.

À Equipe técnico/administrativa do Laboratório de Materiais de Construção Civil e do Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da UFSM, pelo apoio constante no desenvolvimento do trabalho.

Agradeço à Universidade Federal da Fronteira Sul e, em especial, aos colegas do curso de Arquitetura e Urbanismo, pelo apoio e pela amizade com que me presentearam nos últimos anos.

Também devo especial agradecimento à professora Helen Treichel e ao professor José Mario Grzybowski, pelo apoio prestado e ensinamentos transmitidos que viabilizaram tanto o tratamento estatístico quanto a otimização dos dados.

Agradeço à Dra. Doerthe pelo apoio inestimável no treinamento do uso do reômetro de placas paralelas e principalmente pelas dúvidas tiradas durante todo o processo. Também ao professor Dr. Miguel pelo pronto acolhimento no Laboratório de Física do Solo da UFSM, o que permitiu a condução do trabalho aos rumos a que se chegou.

Agradeço à Empresa FIDA, na pessoa do Eng. Paulo Anversa, pela doação dos materiais necessários à condução dos experimentos, bem como pelas informações relevantes sobre seus produtos.

Finalmente, agradeço à minha grande família, composta por Souzas, Lazzarottos e Dal Ris, pelo companheirismo de sempre e pela prontidão nos momentos de maior necessidade. A todos meu eterno amor e gratidão.



Os homens fazem sua própria história, mas não a fazem como querem; não a fazem sob circunstâncias de sua escolha e sim sob aquelas com que se defrontam diretamente, legadas e transmitidas pelo passado.

Karl Marx



## RESUMO

### AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO PERÍODO DE CONSOLIDAÇÃO DE ARGAMASSAS COLANTES

AUTOR: Luís Eduardo Azevedo Modler

ORIENTADOR: Gihad Mohamad

O presente trabalho apresentou uma análise do processo de consolidação de argamassas colantes, tendo como método de abordagem a técnica de reometria oscilatória. O método foi aplicado a uma série de misturas de argamassas que tiveram as proporções entre seus componentes variando dentro de limites estipulados pelo autor, a partir de um planejamento experimental seguindo a metodologia de delineamento composto central rotacional (DCCR), no qual as proporções entre os componentes das argamassas colantes representaram as variáveis independentes. As amostras foram submetidas a uma deformação por cisalhamento controlada pelo equipamento, sendo medida a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) resultante, bem como o ângulo de fase ( $\delta$ ). A deformação foi aplicada à amostra com uma frequência de 1 Hz, resultando em dado de leitura por minuto ao longo de 200 minutos. Na abordagem proposta foram avaliadas como variáveis dependentes os parâmetros de compacidade das misturas, conforme o método denominado *Wet Packing Method* (WPM) e as variáveis reológicas fundamentais, lidas a partir da reometria oscilatória, e derivadas, calculadas a partir das primeiras. O objetivo principal do trabalho foi a compreensão do processo de consolidação como fenômeno intrínseco das argamassas colantes bem como relacionar sua cinética com os parâmetros adotados como variáveis independentes. A metodologia de análise envolveu avaliações quali-quantitativas da variação das grandezas reológicas ao longo dos ensaios executados além de uma análise estatística relacionando os valores de  $\tau$  e  $\delta$  com as variáveis independentes. Os resultados mostram que o processo de consolidação das argamassas colantes é um fenômeno contínuo que ocorre ao menos desde os primeiros 30 minutos após a mistura. Demonstrou-se também que as propriedades reológicas fundamentais escolhidas têm a capacidade de descrever o fenômeno a partir de sua determinação via reometria oscilatória. As variáveis independentes apresentaram, em diferentes níveis, influência sobre o fenômeno da consolidação observado. Observou-se que os teores de umidade e de areia tendem a protelar o processo como um todo e que os teores de polímeros utilizados (EVA e HEC) têm efeito contrário. Observou-se relação entre a compacidade das misturas granulares e o processo de consolidação no sentido de que as misturas com estrutura granular mais compacta tendem a protelar o processo de consolidação devido ao maior teor de água em excesso em relação às misturas com menores índices de compacidade.

**Palavras-chave:** Argamassas colantes. Reometria oscilatória. Empacotamento de partículas.



## ABSTRACT

# RHEOLOGICAL EVALUATION OF CONSOLIDATION PERIOD OF DRY SET MORTARS

AUTHOR: Luís Eduardo Azevedo Modler

ADVISOR: Gihad Mohamad

This work has presented an analysis of the consolidation process of dry set mortars, using the oscillatory rheometry technique as a method of approach. The method was applied to a set of mortar mixtures, whose proportions between its components were varied within limits stipulated by the author by means of an experimental planning, following the Central Composite Rotational Design (CCRD) methodology, in which the proportions between the dry set mortars components represented the independent factors. The samples were subjected to a shear strain controlled by the device, while both the resulting shear stress ( $\tau$ ) and the phase angle ( $\delta$ ) were measured. The strain was applied to the sample in a 1Hz frequency, resulting in one extraction per minute over 200 minutes. In the proposed approach the compactness properties of mixtures were evaluated as dependent factors, from the Wet Packing Method (WPM), as also were the fundamental rheological properties, interpreted from the oscillatory rheometry, and their derived factors, calculated from the former ones. This work aimed to comprehend the consolidation process as an inherent phenomenon of dry set mortar, as well as to relate their kinetics to the parameters assumed as independent factors. The analyzing methodology involved qualitative and quantitative evaluations of the rheological quantities over the performed tests, in addition to a statistical analysis which related the  $\tau$  and  $\delta$  values to the independent factors. The results showed that the consolidation process of dry set mortars is a continuous phenomenon that occurs at least since the first 30 minutes after the mixture. It was also evidenced that the chosen fundamental rheological properties can describe the phenomenon from their measurement via oscillatory rheometry. The independent factors presented, at different levels, influence on the observed consolidation phenomenon. It was observed that the contents of moisture and sand tend to delay the process as a whole and that the polymers contents used (EVA and HEC) have the opposite effect. It was possible to notice a relationship between the granular mixtures compactness and the consolidation process, as the mixtures with compacter granular structure tend to delay the consolidation process more than mixtures with lower compactness levels, due to their bigger content of excess water.

**Key-words:** Dry set mortars. Oscillatory Rheometry. Packing density of solid particles.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Taxa da evolução de calor de um cimento Portland .....	39
Figura 2 - Modelo de placas paralelas .....	58
Figura 3 - (a) Curvas de fluxo e (b) de viscosidade de dois fluidos ideais.....	61
Figura 4 - Modelo amortecedor/mola em série .....	63
Figura 5 - Modelo amortecedor/mola em paralelo .....	64
Figura 6 - Curvas características de fluxo .....	66
Figura 7 - Ciclos de cisalhamento em Wong e Kwan (2008c).....	74
Figura 8 - Aspecto geral da montagem do ensaio .....	75
Figura 9 - Perfil típico de carga vs. deslocamento de um ensaio de squeeze-flow realizado com deslocamento controlado .....	78
Figura 10 - Forma genérica de gráfico resultante do <i>pull out flow Força X Tempo</i> .....	82
Figura 11 - (a) Modelo de placas paralelas em testes oscilatórios; (b) Amplitude da deflexão e ângulos de deflexão .....	83
Figura 12 - Teste oscilatório para material elástico.....	85
Figura 13 - Teste oscilatório para material viscoso.....	86
Figura 14 - (a) Aumento da amplitude em testes de varredura. (b) Perfil típico de teste de varredura.....	90
Figura 15 - Divisão das áreas a partir da diferenciação de $\delta$ .....	98
Figura 16 - Funil de Büchner.....	103
Figura 17 - (a)Planilha de cálculo/(b)diagrama da densidade de empacotamento- WPM ....	104
Figura 18 - Resultado Teste de Varredura.....	106
Figura 19 - Reômetro modular compacto.....	107
Figura 20 - Acessórios do ensaio (a) Placas estriadas (b) Anel molde da amostra.....	108
Figura 21 - (a) Posicionamento da placa superior (b) Ajuste ( <i>trimming</i> ) da amostra .....	109
Figura 22 - Dados brutos $\tau$ X Time extraídos de Rheoplus .....	110
Figura 23 - Exemplo de ajuste com curva sigmoidal .....	112
Figura 24 - Exemplo de ajuste com polinômios .....	113
Figura 25 - Diagrama $\mu$ X $\mu w$ – no detalhe $\mu a$ X $\mu w$ .....	120
Figura 26 - Taxa de vazios mínima X C/A.....	121
Figura 27 - Análise de Regressão e ANOVA – Densidade de empacotamento.....	124
Figura 28 - Valores de $G'$ para os tempos N1, N2, N3, N4, N5 e N6 .....	127
Figura 29 - Valores de $\delta$ para os tempos N1, N2, N3, N4, N5 e N6.....	128

Figura 30 - Posição de T2 em função de (a) C/A; (b) W; (c) %EVA; (d) %HEC.....	130
Figura 31 - Normalização de $\tau$ X Parcela elástica de $\tau$ .....	134
Figura 32 - Curvas granulométricas da areia e das misturas.....	156
Figura 33 - ANOVA – Empacotamento das partículas.....	161
Figura 34 - ANOVA – Propriedades Reológicas.....	161
Figura 35 - Parâmetros matemáticos de otimização .....	162
Figura 36 - Módulo de Armazenamento $G'$ .....	164
Figura 37 - Ângulo de Fase $\delta$ .....	165
Figura 38 - Derivadas do ângulo de fase.....	166
Figura 39 - Tensão de Cisalhamento.....	167
Figura 40 - Normalização de $\tau$ .....	168

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Propriedades fundamentais e opcionais das argamassas colantes.....	33
Tabela 2 - Relações entre as propriedade de mistura .....	51
Tabela 3 - Funções de entrada e resultantes em testes oscilatórios .....	87
Tabela 4 - Classificação do comportamento viscoelástico dos materiais.....	89
Tabela 5 - Codificação do planejamento fatorial adotado.....	93
Tabela 6 - Valores de umidade utilizados .....	94
Tabela 7 - Valores de relação C/A utilizados .....	95
Tabela 8 - Valores de %EVA utilizados.....	95
Tabela 9 - Valores de relação %HEC utilizados .....	96
Tabela 10 - Planejamento Fatorial utilizado.....	97
Tabela 11 - Divisão do conjunto de dados .....	99
Tabela 12 - Divisão do período de aquisição de dados .....	99
Tabela 13 - Planejamento das análises das misturas anidras.....	100
Tabela 14 - Propriedades das misturas .....	117
Tabela 15 - Misturas anidras para aplicação do <i>WPM</i> .....	119
Tabela 16 - Variáveis de resposta <i>WPM</i> .....	121
Tabela 17 - Quadro resumo análise de regressão - efeitos .....	138
Tabela 18 - Tabela de Pesagem para os experimentos .....	154
Tabela 19 - Características Físicas - EVA.....	155
Tabela 20 - Características Físicas - HEC .....	155
Tabela 21 - Características Físicas - Cimento .....	155
Tabela 22 - Valores das variáveis de resposta nos tempos determinados .....	158



## SUMÁRIO

<b>RESUMO.....</b>	<b>13</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>15</b>
<b>LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....</b>	<b>17</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>19</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>23</b>
1.1 JUSTIFICATIVA E DELINEAMENTO DA PESQUISA .....	23
1.2 FORMULAÇÃO DAS QUESTÕES DE ESTUDO.....	27
1.3 OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS .....	29
1.4 ESTRUTURA DA TESE .....	29
<b>2 REVISÃO DA BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>31</b>
2.1 ARGAMASSAS COLANTES .....	31
2.2 CIMENTO PORTLAND.....	37
2.3 USO DE POLÍMEROS EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS.....	40
2.3.1 Látices poliméricos: látex de EVA.....	41
2.3.2 Éteres de celulose - HEC .....	43
2.4 MÉTODO DE EMPACOTAMENTO POR VIA ÚMIDA.....	45
2.5 REOLOGIA DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS.....	57
2.5.1 Abordagem teórica .....	57
2.5.2 Técnicas de avaliação do comportamento reológico de materiais cimentícios .....	70
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>92</b>
3.1 DEFINIÇÃO DAS VARIÁVEIS E PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL .....	92
3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E DAS MISTURAS GRANULARES .....	99
3.2.1 Caracterização dos materiais e das misturas.....	99
3.2.2 Densidade de empacotamento das misturas .....	103
3.3 REOMETRIA OSCILATÓRIA .....	105
3.3.1 Teste de Varredura.....	105
3.3.2 Teste de reometria oscilatória para observação da consolidação .....	107

3.4 TRATAMENTO E ANÁLISE DOS DADOS.....	109
3.4.1 Ajuste matemático das propriedades reológicas fundamentais.....	109
3.4.2 Análise estatística.....	114
<b>4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....</b>	<b>116</b>
4.1 PROPRIEDADES A FRESCO E NO ESTADO ANIDRO DAS MISTURAS .....	116
4.2 ANÁLISE DO EMPACOTAMENTO DAS PARTÍCULAS - WPM.....	118
4.3 REOMETRIA OSCILATÓRIA.....	124
4.3.1 O processo de consolidação de argamassas colantes .....	124
4.3.2 Propriedades reológicas .....	137
<b>5 CONCLUSÕES .....</b>	<b>142</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>147</b>
<b>APÊNDICE A.....</b>	<b>154</b>
<b>APÊNDICE B .....</b>	<b>155</b>
<b>APÊNDICE C.....</b>	<b>158</b>
<b>APÊNDICE D.....</b>	<b>161</b>
<b>APÊNDICE E .....</b>	<b>162</b>
<b>APÊNDICE F .....</b>	<b>164</b>
<b>ANEXO CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO PELO FABRICANTE.....</b>	<b>169</b>

## 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 JUSTIFICATIVA E DELINEAMENTO DA PESQUISA

A atividade da construção como um fruto do engenho humano remonta a tempos imemoriais, desde que as populações buscaram alterar o meio ambiente em prol de sua própria sobrevivência. A construção de abrigos, fortificações, castelos, pontes, conventos, igrejas, casas ou quaisquer outros equipamentos voltados à manutenção e/ou melhoria das condições de vida das pessoas foi sempre uma ação de engenharia, ou seja, utilização de recursos disponíveis na natureza (materiais e energéticos) através do conhecimento acumulado (científico ou empírico) para ampliar a qualidade de vida de usuários diversos.

A demanda por serviços ligados a atividades de construção aumenta diretamente com o aumento da população, mas também com a evolução de conceitos ligados a necessidades básicas a serem atendidas que, por sua vez, também estão relacionadas ao contingente populacional. É o caso de obras ligadas ao saneamento básico, infraestrutura de transporte entre outras.

Salienta-se, considerando-se apenas a situação brasileira, a expansão do nível de investimentos em construção ao longo dos últimos anos. De acordo com FIESP (2015), os investimentos na cadeia da construção entre 2003 e 2014 quase duplicaram (em valores referenciais os investimentos de 2003 representavam apenas 55% dos de 2014). Ainda segundo a mesma publicação, o setor industrial de materiais, máquinas e equipamentos para construção teve um PIB de 53 bilhões de Reais em 2014, enquanto a venda de materiais de construção ocupava mais de 1 milhão de pessoas no mesmo ano.

A relação da prosperidade econômica com a pujança do setor tem demonstrado ser uma via de mão dupla. A construção civil prospera em tempos de economia estável e em desenvolvimento, bem como o próprio cenário econômico costuma refletir a ação de uma indústria da construção forte e atuante. O alcance dos efeitos da boa saúde da construção como setor econômico, é muito amplo. A empregabilidade rápida e, portanto, a rápida geração de renda, aumento no consumo e na arrecadação de impostos são alguns dos exemplos. Isto pode ser exemplificado pelo contingente profissional envolvido na cadeia da construção. Em 2014 foram 6,4 milhões de trabalhadores com registro em sua Carteira de Trabalho e Previdência Social (13,8% da força de trabalho no país). Considerando os investidores, trabalhadores por

conta própria, empregados sem carteira assinada e aprendizes, este valor sobe para 11,3 milhões de pessoas ocupadas no setor (FIESP, 2015).

Outros números relacionados à indústria da construção e sua influência sobre o bem-estar social e econômico podem ser destacados do cenário habitacional. Até 2014 o Programa Minha Casa Minha Vida havia contratado aproximadamente 3,5 milhões de moradias, perfazendo uma média de 700 mil unidades por ano. Tal investimento gerou, para além do movimento econômico inerente à atividade da construção, uma queda de 4,4% no déficit habitacional no país no período de 2010 a 2013 (IBGE, 2013).

Em 2013 o Brasil consumiu 70,9 milhões de toneladas de cimento Portland (353 kg per capita). Em 1983 foram consumidas 20,8 milhões de toneladas do mesmo material (164 kg per capita) (SNIC, 2014). Foram, então, importantes 240% de acréscimo no interstício de 30 anos, o que representa um crescimento médio de 8% ao ano. A partir dos dados da publicação, é possível verificar um aumento no consumo per capita de mais de 115%. Este aumento representa também um acréscimo da participação da atividade construtiva na economia nacional, no qual se constrói mais e para mais gente. Em SNIC (2016) os dados indicam que “as vendas de cimento para o mercado interno brasileiro no primeiro trimestre de 2016 atingiram 13,9 milhões de toneladas.”. Mesmo representando uma queda de 14,5% em relação ao mesmo trimestre de 2015, este valor é representativo da importância e da magnitude do setor da construção.

Ainda nos dados de SNIC (2014), são referidos cerca de 1,1 milhões de toneladas de cimento destinados à produção de argamassas industrializadas, o que representa cerca de 1,5% do consumo nacional. Nesse espectro encontram-se as argamassas de revestimento, assentamento de blocos e tijolos, rejuntas, argamassas de reparos e argamassas colantes.

O setor de materiais cerâmicos apresentou, segundo FIESP (2015), um crescimento no seu PIB de cerca de 9% ao ano desde 2007, dado que vem apontar o aumento da importância das argamassas colantes no cenário econômico da construção civil.

O enfoque dado ao estudo das argamassas colantes tem sido direcionado à avaliação das propriedades das argamassas disponíveis no mercado. Este fato fica aparente na consulta que se faz a diversos trabalhos publicados, como Maranhão e John (2008), Kudo *et al* (2013), Oliveira *et al* (2015), entre outros. Mesmo alguns trabalhos abordando argamassas em geral, têm utilizado argamassa pré-dosadas por fabricantes, como é o caso de Cardoso *et al* (2005).

Esta estratégia dos pesquisadores não pode ser sub-valorizada como método investigativo, visto que os resultados obtidos desvelam algumas questões de suma importância e suscitam algumas outras que acabam por justificar o presente trabalho.

Há, contudo, ao menos uma lacuna na avaliação de argamassas pré-dosadas: a falta de ingerência do pesquisador sobre fatores que podem ajudar a explicar determinados fenômenos. É o caso, por exemplo, das relações, volumétricas ou mássicas, entre os componentes granulares e desses, individualmente ou em conjunto, com a água de amassamento. Tais fatores são importantes nas avaliações relativas às propriedades a fresco de pastas, argamassas e concretos convencionais e, mesmo, na análise das propriedades no estado endurecido, sabidamente dependentes das primeiras.

Dessa forma, a inclusão no delineamento das pesquisas das relações entre componentes e sua manipulação pelo pesquisador, parece ser uma porta a ser aberta pela dosagem das argamassas colantes em laboratório.

Algumas iniciativas neste sentido podem ser encontradas na literatura. Em 2011 Maranhão *et al* fizeram comparação de argamassas colantes disponíveis no mercado com outras manipuladas em laboratório. Os autores avaliaram a deformabilidade de argamassas colantes a partir da sua formulação, variando o teor de cimento, a dosagem de um dos polímeros utilizados e o grau de saturação das amostras. Contudo, a abordagem escolhida pelos autores não permitiu avaliar a influência do teor de cimento na deformabilidade.

Também Oliveira (2004) dosou argamassas colantes em laboratório, avaliando as propriedades dos materiais quando submetidas à saturação e secagem. Contudo, como os objetivos do trabalho relacionavam as variáveis de resposta com a ação de polímeros comumente utilizados em argamassas colantes, a autora variou o tipo de polímero e seus teores de adição a uma argamassa, mantendo as demais relações entre os componentes fixas. Suas conclusões dão conta de que a saturação de argamassas colantes tem efeitos nocivos ao seu desempenho mesmo após a secagem do material.

A abordagem reológica acerca dos materiais cimentícios vem se tornando cada vez mais frequente no meio científico. São muitos os trabalhos que podem ser acessados levando em consideração as características relacionadas com a mobilidade dos materiais em certas condições de carregamento.

Algumas das referências mais óbvias a este fato encontram-se no campo dos materiais autoadensáveis, como é o caso do concreto autoadensável (CAA), a partir do qual é possível vislumbrar o quanto as características a fresco dos materiais cimentícios ganham em importância nos últimos anos. Esta postura de pesquisadores, tanto no Brasil quanto no mundo, possui várias razões, sendo algumas de cunho econômico, como a possibilidade de aceleração de etapas de concretagem, como no caso do CAA.

Neste sentido, Formagini (2005) afirmou que, entre as vantagens dos concretos autoadensáveis de altíssimo desempenho (CAAAD), estão aquelas que representam ganhos econômicos, como a maior produtividade das atividades ligadas à concretagem. Contudo, o autor salienta também que as vantagens técnicas, como melhoria das condições de acabamento e melhores índices de durabilidade, devidos à baixa permeabilidade do material, entre outras, devem ser também consideradas como advindas das propriedades reológicas superiores do material estudado.

Marangon (2011) afirmou que as características autoadensáveis dos concretos vêm “abrindo novos horizontes nas possibilidades de aplicação de um material que desde sua criação tem se revelado versátil e eficaz.”. Também afirma o autor que a evolução dos componentes utilizados na composição dos CAA, bem como de novas abordagens conceituais, permite o estabelecimento de novos marcos tecnológicos, como é o caso dos concretos autoadensáveis fibrosos abordados naquele trabalho.

Nunes *et al* (2009) abordaram a avaliação de diferentes tipos de argamassa destinadas ao uso em CAA, variando quatro parâmetros da mistura, gerando modelos matemáticos que previram a influência de cada um dos parâmetros e de suas combinações na deformabilidade como medida de fluidez e na viscosidade como medida de coesão das argamassas. Segundo os autores, o equilíbrio de tais propriedades, coexistindo no material, são um requisito para a utilização destas argamassas no CAA.

Kwan, Fung e Wong (2010) justificaram os estudos reológicos de argamassas não apenas por ser um importante componente do concreto e, portanto, influenciar de forma decisiva nas características de desempenho do mesmo, mas também por ser a argamassa um material de construção importante tanto tecnicamente como economicamente. Citando o trabalho de Lachemi *et al* de 2007, os autores sublinham a importância das propriedades reológicas da argamassa no desempenho do concreto e apontam para a possibilidade de uso das propriedades reológicas das argamassas como parâmetro de dosagens de CAA.

Kwan, Fung e Wong (2010) apresentam estudo relativo às propriedades reológicas de argamassas de cimento e areia influenciadas pela espessura de película d'água (*water film thickness-WFT*). A *WFT* se apresenta como uma propriedade inerente da mistura granular variável com o teor de umidade ou água de amassamento. Os autores demonstraram que a *WFT* exerce influência direta sobre as propriedades reológicas das misturas, ou seja, pode ser usada como parâmetro de avaliação do comportamento reológico e, através desse, de diversas propriedades ligadas ao desempenho do material.

O conceito de *WFT* foi abordado no trabalho de Kwan e Wong (2008) como um parâmetro resultante da correlação entre o teor de umidade presente em misturas granulares e a área específica dos grãos da mistura. Neste trabalho, os autores aplicam o método *WPM* (*Wet Packing Method*), desenvolvido pelo mesmo grupo de pesquisas e publicado em Wong e Kwan (2008a), a materiais cimentícios utilizando composições de cimento Portland, cinza volante e sílica ativa e avaliando sua densidade de empacotamento a partir do uso de superplastificante nos materiais puros ou em combinações variadas.

O referido método *WPM* foi aplicado pelos autores em uma série de artigos publicados no período de 2008 a 2014 e que fazem parte das referências deste trabalho. O método proposto representa uma alternativa aos métodos a seco para se avaliar o empacotamento das partículas, utilizados em outros trabalhos. A justificativa dos autores para o uso do *WPM* utiliza como argumento o fato de que o uso da água permite avaliar a compactação em situações mais próximas ao real, visto que as misturas cimentícias serão produzidas em meio supersaturado. Também se provou que o *WPM* apresenta resultados menos suscetíveis a diferentes processos de compactação, que tendem a alterar os resultados quando são utilizadas energias de compactação diferenciadas. Além disso, o método mostrou-se eficaz na avaliação de fatores que não são considerados, ou o são de forma parcial, pelos métodos a seco. É o caso da morfologia (esférica ou irregular) das partículas, do uso ou não de diferentes aditivos superplastificantes e do teor de ar incorporado à mistura (KWAN e WONG, 2008).

Os conceitos de espessura da película d'água (*WFT*) e espessura da película de pasta (*PFT*) foram apontados como influência direta nas propriedades reológicas como tensão de escoamento, fluidez, coesão, viscosidade e aderência inicial, através de um método desenvolvido pelos mesmos autores (KWAN e LI, 2012).

Neste mesmo sentido, Lee, Hover e Lee (2015) buscaram demonstrar a influência do teor de pasta no concreto e em argamassas no tempo de pega, através de leituras de resistência à penetração dos materiais, conforme preconizado na ASTM C403-08. Menciona-se no trabalho, que um reduzido teor de pasta pode levar a elevados valores de resistência à penetração, o que pode representar uma redução nos tempos de pega observados.

## 1.2 FORMULAÇÃO DAS QUESTÕES DE ESTUDO

A partir do cenário relativo ao tema do presente trabalho delineado no item **1.1**, foram formuladas as questões que irão nortear os objetivos do trabalho bem como a metodologia proposta para que se atinjam tais objetivos. Estas questões surgem também como resultado do

trabalho de revisão da bibliografia pertinente aos assuntos relacionados. O fato de o capítulo relativo à revisão bibliográfica estar posicionado no texto em ponto posterior à formulação das questões de estudo justifica-se pela dinâmica da construção do presente trabalho. As leituras que dão origem à problematização do tema em questão fomentam a formulação das questões de estudo que, por sua vez, direcionam a proposição de objetivos e metodologia que, ato contínuo, demandam a realização de leituras mais aprofundadas e em diferentes direções.

Isto posto, propõe-se as seguintes questões de estudo para o trabalho:

- i- Propriedades reológicas mensuráveis sofrem alteração ao longo do processo de consolidação de argamassas colantes?*
- ii- Propriedades reológicas mensuráveis podem descrever o processo de consolidação de argamassas colantes?*
- iii- O teor de umidade inicial apresenta significância estatística no comportamento reológico de argamassas colantes ao longo do seu período de consolidação?*
- iv- As relações volumétricas dos componentes sólidos das argamassas colantes apresentam significância estatística no comportamento reológico de argamassas colantes ao longo do seu período de consolidação?*
- v- Os teores dos polímeros utilizados apresentam significância estatística no comportamento reológico de argamassas colantes ao longo do seu período de consolidação?*
- vi- Existe correlação entre as condições de empacotamento das partículas dos componentes sólidos e as respostas reológicas das argamassas colantes ao longo do seu período de consolidação?*

A questão de estudo (*i*) representa o ponto de partida do trabalho e foi abordada, em primeiro lugar, pelo trabalho de pesquisa bibliográfica. Neste sentido, os trabalhos de Kudo (2012), Oliveira (2015) e Bellei (2016) apontaram caminhos a serem trilhados na busca destas repostas. Abordando análises de grandezas reológicas, os autores mostraram as transformações ocorridas ao longo do tempo após a mistura de materiais cimentícios com a água. As demais questões propostas (*ii*, *iii*, *iv*, *v* e *vi*) são abordadas a partir do desenvolvimento da metodologia delineada no Capítulo 3, no qual serão apresentados os detalhes da mesma.

### 1.3 OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS

#### GERAL

Analisar, a partir de uma abordagem reológica, o processo de consolidação de misturas de argamassas colantes utilizando a técnica da reometria oscilatória.

#### ESPECÍFICOS

*i-* Avaliar a influência das relações volumétricas e mássicas entre os componentes sólidos das argamassas colantes e desses com a água de amassamento nas condições de empacotamento das partículas de misturas de argamassas colantes.

*ii-* Analisar reologicamente as misturas de argamassas colantes ao longo do período em que tende a ocorrer o seu processo de consolidação.

*iii-* Avaliar a influência das relações volumétricas entre os componentes sólidos das argamassas colantes e desses com a água de amassamento no comportamento reológico das argamassas colantes ao longo do período de consolidação.

*iv-* Avaliar a correlação entre as condições de empacotamento das partículas das argamassas colantes e o processo de consolidação destes materiais.

### 1.4 ESTRUTURA DA TESE

A estrutura proposta para o presente trabalho busca responder às questões de estudo apresentadas anteriormente no item **1.2** e numeradas de *i* a *vi*. Neste sentido, este item visa, além de descrever as ações empreendidas em cada etapa do trabalho, conectar tais etapas da metodologia com as questões de estudo e com os objetivos traçados no item **1.3**.

O Capítulo 2 é destinado à revisão da literatura em consonância com os objetivos traçados e com assuntos correlatos no intuito de formar o embasamento teórico do trabalho que deve compor a argumentação necessária para que se proceda à justificação dos fenômenos observados.

Salienta-se que as respostas às questões de estudo formuladas devem ser dotadas do rigor exigido a uma investigação científica, considerando para tanto as peculiaridades inerentes aos processos escolhidos, aos materiais selecionados e ao tempo de trabalho disponível.

No Capítulo 3, denominado Materiais e Métodos, é apresentada a definição das variáveis de estudo a serem avaliadas no intuito de se atingir os objetivos traçados. Na sequência é apresentado o planejamento experimental utilizado no trabalho, bem como é descrito o conjunto de etapas desenvolvidas a partir do planejamento, culminando no tratamento dos dados utilizado.

O Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos em todo o processo experimental desenvolvido, ou seja, o comportamento das misturas em relação à sua compacidade, bem como a extração das propriedades reológicas na análise pela reologia oscilatória. Também são discutidos os resultados à luz dos conceitos apresentados na revisão bibliográfica.

O Capítulo 5 é dedicado às conclusões do trabalho frente à discussão desenvolvida no capítulo anterior. Também são encaminhados os possíveis desdobramentos do presente trabalho bem como sua aplicabilidade no desenvolvimento técnico-científico na área relacionada com o objeto de estudo do trabalho.

## 2 REVISÃO DA BIBLIOGRAFIA

### 2.1 ARGAMASSAS COLANTES

No trabalho de Oliveira (2015) as argamassas colantes são conceituadas como “materiais que servem de adesivo para o assentamento de revestimentos em pisos e paredes, como cerâmicas, porcelanatos, granitos e mármore.” Também menciona-se conceitualmente este tipo de material do ponto de vista de suas funções principais no trabalho de Petit e Wirquin (2013). Os autores salientam que as argamassas colantes são largamente utilizadas na fixação de placas cerâmicas como acabamento final e fixação de elementos componentes de sistemas de isolamentos, como placas de poliestireno. Os autores também afirmam que a composição de argamassas colantes é elaborada no intuito de garantir o desempenho frente às funções para as quais são utilizadas. É o caso, citado pelos autores, do uso dos éteres de celulose para melhoria de propriedades tanto no estado fresco como no estado endurecido, sendo que se sublinha o efeito retardador das reações de hidratação do cimento causado pelo polímero em questão.

Os constituintes das argamassas colantes incluem agregado (areia), aglomerante (cimento) e aditivos melhoradores de propriedades fundamentais no estado fresco e endurecido (polímeros). Em geral, os aditivos poliméricos são adicionados à mistura seca como pós redispersíveis em água, entre os quais destacam-se os de base látex poliméricos (EVA) e os ésteres de celulose (HEC). De acordo com Oliveira (2015),

[...] o EVA é responsável pelo aumento da adesividade ao revestimento cerâmico e também pelo aumento da capacidade de deformação da argamassa no estado endurecido, já o HEC é responsável pelo aumento da trabalhabilidade e da retenção de água.

No trabalho de Costa (2006), menciona-se que, do ponto de vista reológico, “a argamassa colante é um material multifásico formado pela pasta que envolve os agregados minerais”. Nesta suspensão multifásica, a pasta é formada pela água de mistura, o aglomerante responsável pela ação quimicamente reativa e por uma parcela inerte representada pela fração fina do agregado ( $\emptyset < 0,075mm$ ), e os agregados são a fração graúda do conjunto inerte ( $\emptyset > 0,075mm$ ). Ainda há que se considerar na composição das argamassas colantes, a presença dos aditivos poliméricos atuando diretamente, nos primeiros instantes após a mistura, sobre as propriedades da fase aquosa.

Ainda em Costa (2006), a autora menciona o fato de, no estado fresco, as argamassas colantes comportarem-se como um conjunto de partículas imersas em uma matriz ou pasta. Este cenário é o que assegura a coesão do sistema e a lubrificação das partículas permitindo sua mobilidade. Fica claro, pelos comentários da autora, que a relação entre pasta e agregados no que toca aos teores de uma e de outros, à morfologia dos agregados, reologia da pasta entre outros fatores, governa as propriedades do estado fresco. Ou seja, a inadequação de tais relações trará prejuízos tanto nas propriedades citadas (coesão e mobilidade) como em outras mencionadas ao longo do trabalho, como é o caso da adesão inicial, e retenção de água

A NBR 14081-1(ABNT, 2012a) estabelece a classificação das argamassas colantes em três categorias, de acordo com sua finalidade e determina atributos fundamentais que devem conferir índices de desempenho adequados a cada um dos tipos:

- ACI – uso em ambientes internos ou sem a exposição a intempéries. Recomendada para fixação de materiais com absorção acima de 0,5%.

- ACII – utilizada em ambientes externos com ação de ciclos higrométricos.

- ACIII – apresenta aderência superior sendo recomendada para uso em peças com absorção abaixo de 0,5%, podendo também ser utilizada em ambientes externos. Os requisitos superiores da ACIII acabam por demandar o uso de polímeros vinílicos, acrílicos, entre outros, no intuito de melhorar suas propriedades de desempenho como adesão e flexibilidade.

A norma citada ainda estabelece um segundo nível de classificação, atribuindo os índices ‘E’ e ‘D’ às argamassas colantes dos tipos ACI, ACII e ACIII. O índice ‘E’ refere-se àquelas argamassas colantes dotadas do tempo em aberto estendido e o índice ‘D’ refere-se ao deslizamento reduzido das mesmas argamassas colantes.

A Tabela 1 apresenta os requisitos das propriedades fundamentais e opcionais das argamassas colantes conforme citado em ABNT (2012a)

A série normativa editada pela Associação Brasileira de Normas Técnica, NBR 14081, além das propriedades presentes na Tabela 1, discrimina uma série de avaliações a serem desenvolvidas na caracterização de argamassas colantes. O ensaio para determinação da resistência de aderência é normatizado pela NBR 14081-4 (ABNT, 2012d) em conjunto com a NBR 14081-2 (ABNT, 2012b), que apresenta os requisitos para a execução do substrato padrão de argamassa. O ensaio de deslizamento utilizado para determinar a capacidade inerente da argamassa colante de manter-se com baixa deformação quando, sobre a mesma, atuam as forças características do assentamento vertical, é normatizado pela NBR 14081-5 (ABNT, 2012e), sendo que o ensaio deve ser realizado sobre o mesmo substrato padrão.

Tabela 1- Propriedades fundamentais e opcionais das argamassas colantes

Propriedade	Método de ensaio	Argamassas colantes industrializadas					
		AC I	AC II	AC III	Tipo E	Tipo D	
Tempo em aberto (min)	ABNT NBR 14081-3 (2012)	$\geq 15$	$\geq 20$	$\geq 20$	Argamassa do Tipo I, II e III, com tempo em aberto estendido, no mínimo, 10 min além do especificado como propriedade fundamental.	Argamassa do Tipo I, II e III, com deslizamento menor ou igual a 2mm	
Resistência de aderência à tração aos 28 dias (MPa)							
Cura normal	ABNT NBR 14081-4 (2012)	$\geq 0,5$	$\geq 0,5$	$\geq 1,0$			
Cura submersa		$\geq 0,5$	$\geq 0,5$	$\geq 1,0$			
Cura em estufa		-	$\geq 0,5$	$\geq 1,0$			

(Fonte: ABNT, 2012a-adaptada)

Pereira (2012) abordou as propriedades das argamassas colantes julgadas importantes no desenvolvimento da resistência de aderência dos revestimentos cerâmicos. Segundo o autor, o comportamento reológico, o tempo em aberto, a retenção de água, a resistência de aderência, além de agentes externos, são fatores a serem investigados no intuito de se compreender o mecanismo de aderência de peças cerâmicas com uso de argamassas colantes. Fica claro no referido trabalho, que as propriedades no estado fresco das argamassas colantes representam importante fator no seu desempenho em serviço, no caso, caracterizado pela resistência de aderência.

Esta importância das propriedades no estado fresco encontra-se referenciada em um número significativo de trabalhos. Em Cardoso, Pileggi e John (2005), os autores salientam a importância destas propriedades afirmando:

As propriedades da argamassa no estado fresco são muito importantes, pois elas influenciam na execução do revestimento e podem beneficiar ou prejudicar o acabamento e a durabilidade do revestimento final. Conhecer o comportamento das argamassas no estado fresco possibilita uma aplicação adequada, além de permitir a redução da ocorrência de manifestações patológicas após o endurecimento dos revestimentos, como fissuração, deslocamento e eflorescências.

A retenção de água, considerada como a “capacidade da argamassa de, em seu estado fresco, manter sua trabalhabilidade e consistência, mesmo em situações que provocam perda de água de amassamento, seja pela absorção do substrato ou pela evaporação” (OLIVEIRA, 2015), tem influência direta na presença ou ausência da água durante o processo de amassamento e aplicação da argamassa, o que representa papel fundamental no desempenho destes materiais.

Além da homogeneização dos materiais granulares, a forma de suspensão promove o adequado espalhamento no substrato, o que vem a contribuir com um bom desempenho no estado endurecido. É também função da umidade a promoção das reações químicas capazes de produzir o endurecimento das argamassas através do processo de hidratação dos grãos de cimento e, no caso das argamassas colantes, do processo de polimerização dos aditivos.

A retenção de água é influenciada por diversos fatores dentre os quais se destacam a composição da argamassa e, adicionalmente, o uso de aditivos incorporadores de ar e retentores de água. A ação de aditivos na capacidade de reter a umidade é primordial, já nos primeiros instantes após a mistura dos materiais secos com a água, visto que, após algum tempo, o processo de hidratação do cimento deve limitar a mobilidade da fase aquosa pelo próprio enrijecimento do material. Contudo, logo após a mistura, a supersaturação tende a permitir instantaneamente a evaporação e a perda d'água para superfícies que eventualmente entrem em contato com a argamassa.

No caso das argamassas colantes, a manutenção da umidade inicial, pelo maior tempo possível, representa a possibilidade de uso do material durante períodos maiores após a mistura (tempo de consolidação), além facilitar seu espalhamento no substrato (formação de cordões de argamassa) de forma adequada e em áreas maiores, sem perder a capacidade de assentamento (tempo em aberto).

A NBR 13277 (ABNT, 2005a) determina método para avaliar a capacidade de retenção de água em argamassas convencionais através de aplicação de sucção sobre a amostra de material, medindo a quantidade de água retirada da mesma.

Adesão inicial é a propriedade das argamassas de aderir e manter-se aderida ao substrato quando, sobre ele, é lançada de forma manual ou mecânica. Carazek (2010) denomina esta propriedade de pegajosidade e relaciona o fenômeno com a tensão superficial da pasta no início do processo, ou seja, logo após a mistura.

Ao diminuir a tensão superficial tende-se a aumentar o espalhamento e umedecimento do substrato, aumentando a área de contato da argamassa com a base, o que acaba por aumentar a eficiência da ligação. A adesão inicial também pode ser relacionada com a formação de vácuo na superfície de contato, obtido pela energia de lançamento da argamassa. Neste fenômeno, a plasticidade e a viscosidade da argamassa representam papel fundamental. Portanto, mais uma vez, a reologia da argamassa responde por importante propriedade fundamental da mesma nos primeiros períodos de seu uso. O fenômeno que ocorre após os primeiros instantes de contato da argamassa com o substrato pode ser denominado de ganho de aderência e envolve, além das forças de sucção e contato mencionadas, o resultado da consolidação da argamassa devido à

hidratação do cimento, secagem por evaporação e, no caso das argamassas colantes, ao processo de formação de filme polimérico.

Este processo de aderência envolve, intrinsecamente, fatores positivos e negativos à manutenção da união entre argamassa e substrato, como é o caso da hidratação do cimento, que aumenta a força de contato, e da retração química, o que introduz forças de cisalhamento na região de contato. Tais fatores transformam o processo de aderência a substratos em um fenômeno de grande complexidade que deve ser estudado com maior profundidade (CARAZEK, 2010).

A NBR 14081-1 (ABNT, 2012a) descreve o deslizamento como a medida do deslocamento vertical sofrido por uma placa cerâmica aplicada sobre a argamassa colante ainda no estado fresco, sob a ação do seu próprio peso.

A tensão de escoamento da argamassa é a propriedade fundamental envolvida no fenômeno. Quando o peso da placa somado ao peso próprio da argamassa resultar em tensão maior do que a tensão de escoamento do material, ocorrerá o deslocamento da placa em relação ao substrato, sendo que a viscosidade da argamassa irá influenciar a velocidade com que o escoamento irá ocorrer.

O tempo em aberto compreende o maior intervalo entre a aplicação da argamassa colante sobre o substrato e o assentamento da placa cerâmica, desde que se obtenha uma resistência de aderência adequada ao seu uso. Esta definição, presente na NBR 14081-1 (ABNT, 2012a), leva em consideração a necessidade de adequação de uma propriedade a fresco da argamassa com uma medida obtida no seu estado endurecido, a partir de um ensaio de arrancamento preconizado pela NBR 14081-3 (ABNT, 2012c) que determina certo nível de tensão de arrancamento a confirmar ou não o tempo em aberto determinado pela norma.

Tal abordagem da normativa apresenta ao menos dois aspectos que podem ser questionados dos pontos de vista metodológicos e dos resultados obtidos. Em primeiro lugar, a metodologia não permite avaliar o quanto o tempo em aberto de uma determinada amostra de argamassa colante está acima ou abaixo do especificado na norma. A partir do resultado obtido, somente pode-se afirmar que o tempo em aberto é ou não maior do que aquele determinado pela norma. Em segundo, o ensaio de arrancamento apresenta grande variabilidade de resultados e, mesmo com o tratamento de dados preconizado pela norma, não permite, a partir de uma medida indireta, uma conclusão segura acerca da adequação ou inadequação da amostra ao requisito da norma. Resta que a avaliação de uma propriedade a fresco como o tempo em aberto deve ser conduzida de forma focada no processo e formação do filme polimérico, ou

seja, um processo contínuo desde o espalhamento da argamassa no substrato até o ponto em que o filme polimérico formado passe a ser um empecilho ao bom desempenho do material.

O tempo de consolidação considerado como “[...] o tempo disponível para a aplicação da argamassa no substrato, sem a perda de suas propriedades no estado fresco ou prejuízo das suas propriedades no estado endurecido” (OLIVEIRA, 2015), da mesma forma que o tempo em aberto representa um processo de transformação da argamassa colante de uma suspensão supersaturada em uma massa rígida já incapaz de obter o desempenho adequado que se deseja.

Em geral, pode-se considerar o tempo de consolidação de argamassas colantes como aquele em que o material, antes anidro, fica em contato com a água sem que suas propriedades fundamentais do estado fresco sejam afetadas de modo a impedir sua boa utilização, o que, considera-se também, não afetaria seu desempenho no estado endurecido. Assim como o tempo em aberto, o tempo de consolidação, ou tempo útil, sofre forte influência das condições ambientais no momento da mistura. Assim a temperatura, a umidade, a ventilação e a radiação serão responsáveis por parte do desempenho da argamassa neste aspecto. Contudo, condições relativas à composição e ao modo de preparo das argamassas também exercem importante influência na manutenção das condições iniciais de utilização do material.

De acordo com Oliveira (2004), o desenvolvimento das argamassas colantes acompanhou o aumento no consumo de placas cerâmicas, bem como a alteração de propriedades dos elementos a serem fixados em paredes, tanto internas como externas. A busca por mudanças veio na esteira da necessidade de melhores desempenhos, maior produtividade e menores custos. O que as novas argamassas para assentamento de placas cerâmicas trouxeram neste sentido, foi maior agilidade de assentamento, menores espessuras para aplicação em relação às argamassas tradicionais com até 20mm de espessura e uma compatibilização com os novos produtos cerâmicos disponíveis no mercado, especialmente aqueles com baixas taxas de absorção. Tais inovações, contudo, não se apresentam isentas de problemas, o que pode ser evidenciado por um número significativo de patologias de revestimentos cerâmicos devidos a problemas de aderência, em especial os problemas detectados em fachadas (SILVA, 2001).

O início da utilização de polímeros como modificadores das propriedades das argamassas deu-se nos anos 1960, na Europa e Estados Unidos. No Brasil o uso de argamassa colante teve início nos anos 1970, já com características semelhantes às encontradas atualmente, especificamente no fato de ser um produto pronto, ensacado, somente necessitando de adição de água (*dry-set mortar*).

## 2.2 CIMENTO PORTLAND

Em trabalhos como os de Mehta e Monteiro (2014) e Fontes (2008) podem ser encontradas referências à composição básica do cimento Portland. Basicamente o material é composto de calcário, argila alumina e óxido de ferro e é produzido pela moagem e calcinação destes componentes.

O principal constituinte do cimento é denominado de clínquer Portland, que resulta da calcinação de uma mistura de calcário e argila a aproximadamente 1450°C, em que, eventualmente, se adiciona elementos corretores químicos de origem silicosa, no intuito de garantir um determinado proporcionamento dos principais compostos do cimento a ser produzido (BATTAGIN, 2011). O clínquer então é moído com formas de sulfato de cálcio em proporção de 3% a 5%, o que se destina à regulação do tempo de pega ou endurecimento inicial do cimento.

Os materiais utilizados na fabricação do clínquer contêm os óxidos principais dos seus compostos: CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A partir da combinação entre os constituintes da matéria-prima, adotando-se uma notação específica<sup>1</sup>, tem-se os compostos principais do cimento:

- silicato tricálcico – C<sub>3</sub>S (alita)
- silicato dicálcico – C<sub>2</sub>S (belita)
- aluminato tricálcico – C<sub>3</sub>A
- ferroaluminato tetracálcico – C<sub>4</sub>AF
- sulfato de cálcio – CS

O proporcionamento dos compostos do cimento é responsável pelas principais propriedades do material relacionadas com a sua transformação via hidratação dos grãos, tais como liberação de calor de hidratação, ganho de resistência nas primeiras idades, retração, etc.

Em geral a alita responde por 40% a 70% da massa do cimento, a belita por um montante de 10% a 20% enquanto que os aluminatos presentes no que se chama de fase intersticial do material que preenche os espaços deixados pelos cristais de alita e belita e que se funde durante o processo de clinquerização, ocupam de 15% a 20% da massa do material, o restante da massa é ocupada por outros óxidos presentes como o óxido de cálcio e o óxido de magnésio (BATTAGIN, 2011).

A alita possui importante papel no endurecimento e na resistência mecânica do cimento, especialmente às primeiras idades, enquanto que a belita, possuindo taxas de hidratação

---

<sup>1</sup> Na química do cimento adota-se de forma corrente: CaO=C; SiO<sub>2</sub>=S; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=A; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=F; MgO=M; SO<sub>3</sub>=S'; CO<sub>2</sub>=C'; H<sub>2</sub>O=H.

menores, apresentará ganho de resistência mecânica em idades mais avançadas. O  $C_3A$ , sendo o material mais reativo, atua no início de pega do cimento. O  $C_4AF$  não tem grande contribuição na resistência mecânica, mas sim na resistência química dos produtos cimentícios, especialmente na resistência ao ataque de sulfatos.

O óxido de cálcio presente, em sua forma livre, na mistura em teores acima de 2% pode ser resultado de moagem deficiente, mistura ou queima insatisfatórias, o que impede a adequada combinação entre os óxidos originalmente presentes. Assim, elevados teores de cal livre entre os compostos do cimento acarretam processos de expansão da pasta durante a hidratação. O mesmo vale para o óxido de magnésio que, em teores abaixo de 2%, funciona como fundente no clínquer, mas em teores elevados pode levar à expansão da pasta, o que vem a prejudicar o desempenho dos produtos cimentícios após a hidratação.

O sulfato de cálcio é adicionado ao cimento no intuito de retardar o início da pega que, na sua ausência, tenderia a ocorrer de forma instantânea após a mistura do cimento com a água. Seus teores, que variam de 2% a 5%, dependem da reatividade do  $C_3A$ , da presença dos álcalis do cimento ( $Na_2O$  e  $K_2O$ ) e da finura do material.

Cincotto (2011), afirma que a função principal dos cimentos em mistura com água, formando uma suspensão supersaturada, é a de “aglomerar partículas e ligá-las pela formação de produtos hidratados com desenvolvimento de resistência mecânica”. A autora salienta a complexidade do processo de hidratação do cimento, pois, ainda que cada um dos compostos possua uma interação característica com a água, a cinética do conjunto dependerá sempre da interação entre os mesmos, ou seja, seu proporcionamento na massa do conjunto.

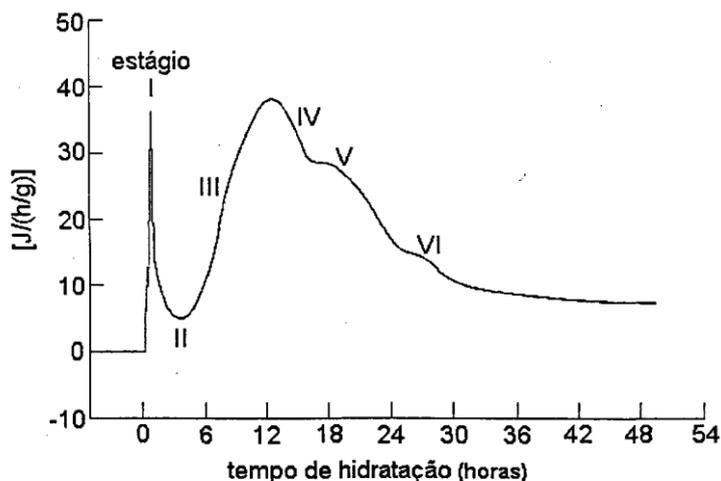
Em Silva (2001), é apresentada uma sucinta descrição do processo de hidratação dos grãos de cimento, relacionando o andamento do processo com a liberação de calor. Segundo a autora, a avaliação do processo de liberação de calor de hidratação é uma das técnicas mais utilizadas no estudo do processo de transformação do cimento anidro em fases hidratadas, tais como o C-S-H e o  $Ca(OH)_2$ , durante os primeiros dias do processo. Desta forma, a autora descreve o processo de hidratação do cimento a partir de aumentos e decréscimos na taxa de liberação de calor devido à reação entre o cimento e a água presente na mistura.

Os primeiros minutos após o contato da água com os grãos de cimento liberam uma quantidade considerável de íons, devido à dissolução de sulfatos alcalinos. Assim, a fase aquosa em torno dos grãos em hidratação inicial encontra-se com elevada concentração de íons  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $SO_4^{2-}$  e  $Ca^{2+}$ , sendo tais reações as responsáveis pelo pico de liberação de calor que ocorre em questão de minutos após a mistura do cimento com a água. Este pico está marcado na Figura 1 como estágio I do processo.

A alta concentração iônica na região do contato da água com os grãos de cimento e a deposição de um gel hidratado sobre os grãos de cimento acabam por criar uma barreira física que diminui a velocidade da continuidade das reações. O Estágio II é marcado, então, por uma importante redução na taxa de liberação do calor de hidratação, é denominado de indução ou dormência e ocorre entre 30 minutos e 2 horas após a mistura do cimento com a água.

Após o Estágio II, alterações na estrutura química provocam a destruição da camada de gel hidratado dando início a outro período de aumento do calor de hidratação, rápida formação de C-S-H e hidróxido de cálcio, ocorrendo de 3 a 12 horas após a mistura (Estágio III). Além da liberação mais intensa de calor, o aumento da reatividade é percebido pela diminuição da concentração de íons em solução, especialmente os íons  $\text{Ca}^{2+}$ . Fisicamente a cinética do processo neste estágio é representada pela nucleação e aumento do C-S-H.

Figura 1 - Taxa da evolução de calor de um cimento Portland



Fonte: (ODLER, 1998 apud SILVA 2001)

Os estágios IV, V e VI são marcados por diminuição na liberação de calor devido à escassez de íons cálcio e sulfato, o que remete a um mecanismo diverso do anterior, o de difusão iônica. Alguns cimentos poderão ter incremento de taxa de liberação de calor nos casos de elevados teores de  $\text{C}_3\text{A}$ . A formação de C-S-H e hidróxido de cálcio ocorre de forma muito mais lenta e esses estágios duram até 30 horas após a mistura. Após estes fenômenos a hidratação prossegue por um processo topoquímico, ou seja, grão a grão, até que não exista mais água disponível.

## 2.3 USO DE POLÍMEROS EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Segundo GORNINSKI (2002), o uso de polímeros se apresentava como um importante meio de alavancar a qualidade e a quantidade de construções, no sentido que estes materiais propiciam melhor desempenho em determinadas propriedades dos materiais cimentícios. Então, a autora aponta uma série de ações do meio técnico e científico no intuito de aprimorar o conhecimento acerca dos materiais poliméricos utilizados como adições aos materiais cimentícios.

Wang *et al* (2016) fizeram uma abordagem dos avanços científicos no conhecimento acerca do uso de polímeros em materiais cimentícios. Os autores indicam diversos marcos científicos que demonstram que o entendimento sobre a atuação dos polímeros em materiais à base de cimento Portland, como concretos e argamassas, vem evoluindo no sentido de permitir novos cenários de utilização. Em meados do Século XX, as tentativas de uso eram guiadas por duas premissas equivocadas. Era imperativo associar um material tradicional, no caso o concreto, com materiais ditos modernos, os polímeros e, em segundo, era de concordância no meio técnico que o uso de qualquer polímero tenderia a melhorar alguma propriedade dos materiais à base de cimento. Fica claro na revisão feita pelos autores que, além da destruição dos argumentos anteriores, o avanço na área permitiu que questões de ordem prática, como a análise de custos, por exemplo, fossem amplamente consideradas quanto ao uso de polímeros em materiais cimentícios.

Segundo GORNINSKI (2002), a associação de polímeros a materiais cimentícios possibilita, a depender da formulação e do tipo de polímero utilizado, melhoria de propriedades essenciais dos materiais à base de cimento Portland, tais como a resistência mecânica, porosidade e absorção, resistência química e aderência a substratos. A autora afirma que tal associação se dá “por substituição de parte ou todo do aglomerante, que é normalmente o cimento Portland, do concreto convencional, ou pela adição de um polímero à matriz hidratada do concreto”.

O principal avanço no conhecimento acerca do uso de polímeros em materiais à base de cimento Portland, segundo Wang *et al* (2016), foi a descoberta empreendida por Van Gemert e Knapen, que de 2005 a 2009, concluíram que o uso de polímeros na forma de pós solúveis em água, devido a condições termodinâmicas, acarretam alteração no mecanismo de atuação dos mesmos. No caso do uso de polímeros líquidos, os mesmos atuam formando pontes poliméricas nas “bordas de fissuras” do concreto, ou seja, sua atuação dá-se na escala micro. Já o uso de

polímeros em pós solúveis acarreta a formação de pontes poliméricas entre as placas hexagonais de portlandita, ou seja, estes polímeros atuam no que os autores chamam de nano-área.

Segundo Ohama (1984) apud Silva (2001), são empregados de forma mais recorrente em materiais à base de cimento Portland, cinco tipos de materiais poliméricos: “pós redispersíveis em água, látices poliméricos (dispersões), polímeros líquidos, monômeros e polímeros solúveis em água.”

“Polímeros ou macromoléculas são compostos orgânicos construídos por encadeamento de um grande número de moléculas muito menores” denominadas monômeros ou meros. As reações pelas quais os monômeros se combinam são denominadas genericamente de polimerização (GORNINSKI, 2002). O número de meros que se combinam para formação de um polímero é denominado de grau de polimerização (DP ou n). Quando mais de um tipo de monômero é combinado na formação de um polímero, este será conceituado como copolímero, sendo os monômeros combinados denominados comonômeros. Os diferentes tipos de estruturas poliméricas são oriundos da forma com que as cadeias são formadas.

Em Silva (2001), encontra-se uma definição funcional dos aditivos poliméricos para uso em materiais à base de cimento. Segundo a autora (citando OHAMA, 1998), os referidos materiais “são também chamados de modificadores do cimento”, que se destinam a modificar e/ou melhorar determinadas propriedades de pastas, argamassas e concretos, tais como a resistência, a deformabilidade, a adesão, entre outras. Os materiais assim aditivados podem ser chamados, então, de pastas, argamassas ou concretos modificados com polímeros.

A ação dos polímeros nos materiais à base de cimento Portland é dependente do tipo de polímero utilizado, pois depende diretamente da forma de ação do material sobre a fase aquosa da mistura e das reações de polimerização.

Segundo Silva (2001), a produção de argamassas colantes representa uma das áreas de maior uso de polímeros em materiais de base cimentícia. Também salienta-se que atualmente os polímeros mais utilizados nessas argamassas são os celulósicos (solúveis em água) e os pós redispersíveis. No caso do presente trabalho, são abordados HEC e o Látex de EVA, cujas principais características são apresentadas a seguir.

### **2.3.1 Látices poliméricos: látex de EVA**

Silva (2001) menciona que os látices poliméricos, para serem aptos ao uso em materiais à base de cimento, devem possuir algumas propriedades que são requisitos essenciais. Dentre

estes requisitos, a autora menciona (citando KARDON, 1997), por exemplo, o tipo e a quantidade de ligações cruzadas; a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e a temperatura mínima de formação de filme ( $MFT$ ). No caso da  $MFT$ , a inadequação com relação às condições de exposição do material resulta na não formação de filme, o que leva o polímero a exercer somente um efeito fíler na mistura, prejudicando, em consequência, o desempenho esperado a partir de sua ação. Além disso, a resistência química à presença de álcalis é requerida, visto que o  $pH$  da fase aquosa que se encontra dentro dos poros de materiais cimentícios será básico.

Segundo Silva e Monteiro (2005), “os látices poliméricos são dispersões de partículas poliméricas orgânicas em um líquido, normalmente água”, sendo que este material possui capacidade de formação de filme tanto em água como em solução alcalina, como no caso da fase aquosa de materiais à base de cimento. Desta forma, a ação dos látices altera várias propriedades de pastas, argamassas e concretos, especialmente no estado endurecido. Como o filme polimérico acaba por selar parcialmente os poros e cobrir partículas anidras e hidratadas, a presença do polímero tende a resultar em melhorias na adesão, tenacidade à flexão, módulo de elasticidade e impermeabilidade. Além destes efeitos físicos da presença dos látices em matrizes cimentícias, Silva e Monteiro (2005) encontraram evidências de alteração da cinética da hidratação do cimento pela presença do látice EVA, desde os primeiros instantes de mistura. Os autores utilizaram no estudo uma técnica inovadora de avaliação das fases hidratadas por microscopia de transmissão de raios-X moles (*soft X-rays*) a partir da pulverização de  $C_3S$  e  $C_3A$  com posterior mistura em solução alcalina contendo adição de polímeros.

No trabalho de Betioli *et al* (2012), o EVA é conceituado como um pó redispersível em água que, adicionado em argamassas de concretos, promove o incremento de algumas propriedades, tais como a resistência à fratura, impermeabilidade e resistência de aderência sobre diversos substratos. Os autores investigaram os efeitos da adição do EVA em pastas de cimento no que toca ao processo de hidratação do cimento e às propriedades reológicas das pastas. Os resultados apontaram para o fato de que os efeitos sobre a hidratação foram de menor importância, e que existe no processo um efeito de rolamento das partículas que influencia a trabalhabilidade do material.

O efeito sobre a cinética de hidratação do cimento apontada no trabalho de Betioli *et al* (2012) ocorreu no sentido de amplificar o período de indução durante a hidratação. Os resultados de calorimetria mostraram que o efeito de retardo na hidratação do cimento se mostrou através de uma variação de 90 a 120 minutos no período de indução quando foi adicionado EVA em um teor de 10% em relação à massa de cimento. No período de aceleração, a variação de 5% de adição do polímero foi de 100 minutos, para 120 minutos, chegando a 150

minutos quando o teor de substituição foi de 10%. Foi ainda relatado que o fluxo de calor de hidratação apresentou uma redução de 3,8 W/kg para 2,8W/kg, quando foi adicionado o polímero à mistura, o que, apesar dos autores defenderem uma menor importância do efeito, representa, em boa medida, uma importante redução de 26%.

Tais resultados convergem com os apresentados no trabalho de Silva e Monteiro (2005), que concluíram que o EVA retardou em pelo menos uma hora a formação de fases hidratadas do C<sub>3</sub>S após o contato com a água.

Betioli *et al* (2012) afirmam ainda que as alterações na consistência das pastas estudadas não poderiam ser relacionadas somente à cinética de hidratação mas, na verdade, aspectos físicos e químicos, relacionados às características superficiais das partículas de EVA imersas em um meio iônico do sistema cimentício, deveriam ser considerados. Os autores avaliaram, então, a reologia das pastas em tempos diferentes (15 minutos e 60 minutos de hidratação) através de reologia rotacional. É possível observar que o EVA tem influências diversas sobre a mistura. Por exemplo, após os primeiros 15 minutos de hidratação, o EVA teve dois estágios diferentes de ação. Sob baixas taxas de cisalhamento o material apresentou aumento de fluidez quando foi adicionado o polímero, o que se deve, provavelmente ao efeito de rolamento das partículas esféricas do EVA. Contudo quando as taxas de cisalhamento foram aumentadas, houve um espessamento das pastas com adição de EVA. A explicação deste fenômeno, segundo os autores, passa pelos processos de adsorção e dessorção das partículas de polímeros sobre os grãos de cimento anidros e hidratados, e está relacionada à diminuição do espaço entre as partículas ou aumento da densidade. Aos 60 minutos o efeito do EVA teve relação com a hidrólise alcalina do EVA, que fez com que suas partículas atuassem menos como esferas soltas na mistura e mais como barreiras eletrostáticas sobre os grãos de cimento.

### **2.3.2 Éteres de celulose - HEC**

Em Silva e Monteiro (2005) e em Khayat (1998), conceitua-se os éteres de celulose como polímeros semi-sintéticos com muitos grupos hidrofílicos que se ligam uns aos outros e aos quais as moléculas de água são adsorvidas por pontes de hidrogênio. Desta forma, há a tendência de aumento da viscosidade da fase aquosa e da adesão a outros materiais, numa relação direta com a massa molecular do polímero. As moléculas de água são adsorvidas nos grupos hidrofílicos do polímero ficando presas no gel formado na solução aquosa. A partir deste mecanismo, a mobilidade da água é restringida, conferindo elevada retenção de umidade a

materiais de base cimentícia com adição do HEC. Silva e Monteiro (2005) afirmam, ainda, que “tendo em vista estas alterações na fase aquosa, é de se esperar que todo o mecanismo de hidratação do cimento, na presença dos éteres de celulose, seja afetado”.

Silva (2001) aponta que o HEC é um polímero termoplástico, de alta massa molecular, obtido a partir da modificação da celulose pela substituição de grupos hidroxila por grupos hidroxietil, pela reação álcali-celulose e óxido de etileno. Como resultado desta modificação, ocorre a redução da cristalinidade da celulose e a solubilidade do produto em água.

No trabalho de Khayat (1998), apresentam-se três modos de atuação dos polímeros em materiais de base cimentícia, a depender do tipo e da concentração do polímero. No caso do HEC o autor cita:

- (1) Adsorção – as moléculas de polímero aderem às moléculas de água, fixando parte da água da mistura, aumentando sua viscosidade e, conseqüentemente, a do produto à base de cimento.
- (2) Associação – as moléculas adjacentes às cadeias poliméricas podem desenvolver forças atrativas, restringindo a mobilidade da água e causando a formação do gel, o que aumenta a viscosidade.
- (3) Entrelaçamento – sob taxas de cisalhamento baixas e em altas concentrações do polímero, as cadeias poliméricas podem se entrelaçar, resultando em aumento da viscosidade aparente. Sob taxas de cisalhamento maiores, este entrelaçamento pode se desagregar e surgir um alinhamento das cadeias poliméricas na direção do fluxo, diminuindo o espessamento (fluidificação).

A desidratação parcial do HEC em solução aquosa dá origem a um gel que pode absorver grandes quantidades de água. A partir da formação deste gel, ocorre o aumento da viscosidade da solução. Por isso, o HEC e outros polímeros similares são denominados de espessantes ou modificadores de viscosidade (SILVA, 2001).

No trabalho de Betioli *et al* (2009), os autores afirmam que a presença de aditivos químicos em misturas cimentícias aumenta a complexidade do sistema devido às interações físico-químicas das adições com os materiais em processo de hidratação, sendo que, no caso dos éteres de celulose, o entendimento dos fenômenos de interação é apenas parcial. Sendo conhecido o poder de retenção de água e aumento de viscosidade da fase aquosa, a cinética de hidratação altera-se também com períodos de indução e consolidação mais longos na presença dos éteres de celulose.

Os resultados do trabalho de Betioli *et al* (2009) mostram que a presença do polímero alterou o fluxo de calor durante o período de hidratação, confirmando o atraso nas reações

previsto pelas referências do trabalho. Também houve uma diminuição do pico de calor, relacionada com o teor de polímero adicionado à pasta.

Com relação à reometria oscilatória, os resultados mostraram que a presença do polímero alterou o comportamento reológico ao longo do período de hidratação. A tensão de escoamento medida por este método mostrou ser um parâmetro importante na avaliação do processo de consolidação das pastas. Até os 120 minutos de hidratação, as pastas com HMEC apresentaram tensão de escoamento ligeiramente maior do que a pasta sem o polímero. A inversão deste cenário acabou por reforçar o efeito de retardo nas reações, já demonstrado na calorimetria.

No trabalho de Pichniarczyk (2015), o autor demonstra que a presença de aditivos celulósicos interfere no processo de hidratação de diferentes fases do cimento ( $C_3S$  e  $C_3A$ ). Segundo o trabalho, a presença do polímero inibiu a hidratação de  $C_3A$  em água com ou sem a presença de gesso, diminuindo a formação da etringita, mesmo fenômeno observado na análise do  $C_3S$  e de misturas entre as duas fases, sendo observada uma quantidade mínima de etringita formada após uma semana de hidratação. O autor concluiu que a presença do aditivo celulósico interfere no mecanismo de atuação do gesso no processo de hidratação das fases do clínquer analisadas.

O trabalho de Silva e Monteiro (2005) demonstrou, em acordo com as referências, que a presença de éteres de celulose altera a cinética de hidratação do cimento. A restrição da mobilidade da água e o consequente aumento de viscosidade acabam por limitar, também, a mobilidade iônica na solução, retardando os mecanismos de dissolução de fases anidras e formação de hidratos. Uma das razões prováveis para este fenômeno é a adsorção das partículas poliméricas à superfície dos grãos de cimento, o que consistiria em uma barreira física adicional à hidratação dos mesmos. Os autores ainda comentam que a interação química entre o polímero e o  $C_3A$  deve ser considerada devido à aglomeração de glóbulos em torno das partículas do composto.

## 2.4 MÉTODO DE EMPACOTAMENTO POR VIA ÚMIDA

O estudo do empacotamento de partículas em uma mistura granular refere-se à possibilidade de que certo conjunto de partículas possa, sob determinadas condições, ocupar um volume em que se obtenha a menor quantidade de vazios possível. Este conceito está presente em uma série de estudos e tecnologias relativas ao desenvolvimento e uso de materiais granulares de base cimentícia, como é o caso de argamassas e concretos.

Uma abordagem mais criteriosa sobre o uso de teorias de empacotamento utilizadas teve lugar no meio técnico através do trabalho de De Larrard, que desenvolveu o Modelo de Empacotamento Compressível (MEC) como um aprimoramento de outros modelos de empacotamento desenvolvidos no *Laboratoire Central des Ponts et Chaussées* (FORMAGINI, 2005).

Formagini (2005) divide o método em dois módulos, o empacotamento virtual, que representa a teoria que fundamenta o cálculo das compacidades de diversos casos de misturas granulares, e o empacotamento real, em que as relações definidas anteriormente são ligadas de forma física e experimental às propriedades reais das misturas.

Assim, a compacidade virtual de empacotamento ( $\beta$ ) é definida como a máxima compacidade de uma mistura granular monodispersa (mistura em que os grãos encontram-se numa mesma faixa granulométrica), sem que haja deformação dos grãos e empilhando-os um a um em um volume infinito. Desta forma, um conjunto de partículas cúbicas seria dotada de  $\beta=1$ , enquanto que esferas de mesmo diâmetro possuem compacidade variando de 0,52 até 0,68, a depender do arranjo adotado.

No caso de misturas contendo mais de uma classe granulométrica, será definida aquela que assegura a continuidade sólida do corpo granular como a classe de grãos dominante. No trabalho de Formagini (2005), são apresentados diversos exemplos de interação entre grãos de classes diferentes.

A interação entre duas ou mais partículas altera o valor que seria considerado como a compacidade das partículas se cada fração fosse considerada isoladamente, no sentido de aumentar ou diminuir tal valor. Nesse aspecto, no trabalho de Wong e Kwan (2008b) são mencionados quatro diferentes efeitos entre as partículas de uma hipotética mistura binária com possibilidade de aumentar ou diminuir a compacidade da classe dominante de partículas.

Segundo Wong e Kwan (2008b), quando partículas menores são adicionadas, em pequenas quantidades, a um meio de partículas maiores, as menores irão preencher os vazios deixados entre as partículas maiores. Este efeito denominado ‘efeito de preenchimento’ (*filling effect*) irá aumentar a compacidade do conjunto de partículas maiores.

Quando partículas maiores são adicionadas, em pequenas quantidades, a um meio formado por partículas menores, as partículas maiores ocupam um volume sólido ocupado anteriormente por um conjunto maior de partículas e vazios. Este efeito denominado pelos autores de ‘efeito de ocupação’ (*occupying effect*) também tende a aumentar a compacidade das partículas menores.

Contudo, quando duas classes granulométricas de partículas são misturadas em quantidades volumétricas similares, existirão interações entre as partículas, de forma que as partículas menores vão afastar as maiores umas das outras, causando diminuição da compacidade dessas através do efeito de afastamento (*loosening effect*); ou as partículas maiores irão funcionar como uma superfície de contato para as menores, igualmente diminuindo a compacidade através do efeito parede (*wall effect*)

A ação do efeito de afastamento e do efeito parede ocorrem quando, segundo Formagini (2005), as classes granulométricas envolvidas na mistura não diferem muito. O limite estimado pelo autor é o de que o diâmetro dos grãos da classe 2 seria maior do que o tamanho dos vazios deixados pelos grãos da classe 1.

Em Wong e Kwan (2008a), os autores advogam o desenvolvimento e aplicação de um método alternativo para avaliar misturas granulares, especificamente misturas contendo materiais cimentícios. A concepção do método parte do princípio de que em uma mistura composta por partículas de vários tamanhos, o teor de vazios resultante da melhor acomodação de todos os grãos de todas as classes granulares deve ser preenchido por material que, em primeiro lugar, preencha tais vazios e depois, se em excesso, permita a fluidificação da mistura. É o caso da água preenchendo os vazios e lubrificando as pastas cimentícias, e das próprias pastas preenchendo os vazios e lubrificando as argamassas. Esta abordagem é adotada a partir da consideração do que os autores denominam de princípio de similaridade geométrica com relação a uma mistura destinada à produção do concreto, onde a argamassa preenche os vazios e permite a lubrificação e mobilidade dos agregados graúdos.

Este raciocínio inicial permite a seguinte condução das conclusões a respeito dos fenômenos envolvidos: ao buscar-se uma menor porosidade de uma mistura granular<sup>2</sup>, existirá uma menor demanda do material (água ou pasta) a fim de preencher os vazios deixados pela mistura granular. Desta forma, a partir, por exemplo, de um mesmo teor de água (relação água/cimento), “sobraria” mais água para lubrificar as partículas em uma pasta de cimento. Esta maior lubrificação permitiria uma maior mobilidade dos grãos, aumentando a fluidez e melhorando índices de trabalhabilidade e/ou grandezas reológicas do material resultante.

Alguns feitos tecnológicos na área do concreto são citados por Wong e Kwan (2008a), demonstrando a aplicabilidade de métodos de incremento da compacidade de misturas granulares no intuito de aumentar a resistência mecânica (De Larrard e Sedran (1994) e Richard

---

<sup>2</sup> Aqui o termo porosidade refere-se ao teor de vazios resultante da composição da mistura a partir de um determinado método de mistura. Ou seja, tal conceito está ligado à compacidade real mencionada em Formagini(2005).

e Cheyrezy (1995)), além de Sedran *et al* (1996) que, a partir da maximização da compacidade das misturas granulares, aumentaram a trabalhabilidade dos concretos produzidos. Os ganhos de resistência e os ganhos de fluidez e consistência deram-se em função da otimização do esqueleto granular, otimizando a distribuição granulométrica, o que diminui a quantidade de vazios a serem preenchidos pela água e pela pasta.

Contudo, a partir das referências abordadas, os autores afirmam que, embora os avanços nos estudos da compacidade sejam importantes, a abordagem dos conceitos ao cenário dos materiais muito finos, tais como os materiais cimentícios, ainda permaneciam como uma tarefa muito difícil.

Com relação a estes materiais, é recorrente a abordagem da compacidade a partir da quantidade de água necessária para se obter uma determinada consistência. Contudo, existe um considerável grau de arbitrariedade neste tipo de abordagem, visto que a consistência não representa uma qualidade intrínseca do material, mas uma relação de suas propriedades plásticas no estado fresco com o fim para o qual foi definida sua produção. Claro exemplo desta situação, refere-se a diferentes tipos de argamassa destinados a, por exemplo, assentamento de blocos, revestimentos, fixação de placas cerâmicas em paredes ou pisos. Cada uma destas finalidades demanda algumas características específicas relacionadas à consistência da argamassa, que além de diferirem entre si, são altamente dependentes de critérios ligados ao operador, tipo de substrato, tipo de bloco, entre outros.

Relacionam-se na bibliografia os métodos de determinação da compacidade de materiais granulares, como aqueles diretos, em que a medida da compacidade é tomada através da determinação do índice de vazios ou do volume de sólidos de uma determinada mistura, ou aqueles indiretos, em que determina-se a demanda de água para que a mistura alcance um certo índice de consistência.

Em Fung, Kwan e Wong (2009), os autores demonstraram que os métodos baseados unicamente na demanda de água para atingir uma determinada consistência não são os mais apropriados. Tais métodos, preconizados na maioria das normas internacionais relacionadas ao assunto, apresentam valores diferentes de compacidade, além de não considerarem o volume de ar incorporado às misturas de forma adequada, nem a ação lubrificante da água no processo de ganho de fluidez.

A presença de água em misturas com partículas finas sugere a existência de dois estados diferentes: o capilar, em que a água se encontra dentro dos aglomerados de grão formados durante a mistura, e o pendular, em que há excesso de água e os grãos encontram-se unidos por

'*ponte líquidas*'. A partir de métodos tradicionais de avaliação é difícil diferenciar um estado do outro.

No trabalho de França (2013) a autora apresenta uma robusta abordagem acerca da relação da água com misturas granulares, a partir da análise da formação de uma microestrutura da mistura a fresco. A autora descreve o processo de umedecimento do conjunto de grãos avaliando o tamanho dos grânulos formados a partir do momento em que o líquido é inserido na mistura granular anidra. As ponderações presentes no trabalho de França (2013) conduzem à conclusão da interferência do método de mistura na eficiência da molhagem dos grãos. A autora apresenta dados referenciados que dão conta de que, a partir de um teor de 40% do total da umidade a ser inserida em uma determinada mistura, os efeitos passam a ser observados.

No trabalho de Costa *et al* (2013), são mencionados fatores que influenciam o comportamento de argamassas colantes. Os autores afirmam que o tamanho e a forma dos grãos de areia desempenham importante papel no desempenho das argamassas colantes, influenciando, entre outros aspectos, a mobilidade dos grãos e, conseqüentemente, a maneira como a pasta recobre estes grãos, o que acaba por afetar também a resistência de aderência do material em uso. Grão muito finos tendem a aumentar a demanda de água pelo aumento da área a ser recoberta, enquanto que grãos maiores, se em excesso, tendem a dificultar a mobilidade, diminuindo, também, a eficiência no recobrimento dos grãos pela pasta.

No intuito de minimizar os efeitos dos diferentes teores de umidade no arranjo das partículas, e uniformizar a determinação da densidade de empacotamento, no presente trabalho o processo de mistura será conduzido como uma adaptação do exposto no trabalho de Wong e Kwan (2008a). No trabalho, os autores preconizam a mistura do pó na água em quantidades parciais no intuito de a mistura apresentar-se, a todo momento, em um estado supersaturado.

Com relação aos métodos diretos de medição do empacotamento de partículas, os problemas verificados incluem a grande influência na compactação nos resultados e, no caso de partículas muito finas, as forças de interação entre as partículas, como por exemplo forças de *Van Der Waals* e forças eletrostáticas (WONG e KWAN, 2008a).

No trabalho de Kwan e Wong (2008b), mencionam-se algumas abordagens relacionadas à determinação do empacotamento de partículas finas, como as dos materiais cimentícios, como o de De Larrard (1999) e Dewar (1999). Nos dois casos, os autores citados buscaram a determinação do empacotamento, baseando o resultado na avaliação da consistência de uma pasta. No caso de De Larrard, o empacotamento foi determinado pela quantidade de água necessária à produção de uma pasta espessa, e em Dewar (1999), a determinação foi feita

através de um teste de consistência padronizado. Segundo Kwan e Wong (2008b), tais procedimentos ignoram a presença de ar na estrutura das pastas produzidas.

Assim, o grupo de pesquisa responsável pelos trabalhos mencionados anteriormente propõe uma combinação entre os métodos diretos a seco de medição da “densidade de empacotamento” e os métodos indiretos úmidos, o que resulta em um método via úmida que mede a densidade de empacotamento através de um determinado protocolo de mistura e compactação (KWAN e WONG, 2008). Ficou demonstrado que o método proposto apresentou valores mais uniformes, menos suscetíveis a diferenças de procedimentos de compactação e uma adequada sensibilidade ao uso de plastificantes.

O método proposto é denominado *Wet Packing Method – WPM* (método úmido de empacotamento) e, conforme mencionado anteriormente, mede diretamente a densidade de empacotamento por via úmida a partir da variação do teor de umidade, buscando o ponto de máximo do empacotamento ou o ponto de mínimo dos vazios remanescentes na mistura. A formulação utilizada no método será apresentada a seguir, levando em consideração os conceitos utilizados nos trabalhos referenciados.

Além da aplicação do *WPM* em materiais com granulometrias similares ao cimento, o grupo de pesquisa mencionado lançou mão do mesmo no intuito de avaliar a compacidade de misturas de agregados sem qualquer ligante (KWAN, LI e FUNG, 2011), além da compacidade de concretos (LI e KWAN, 2013). Em todos os casos, foi comprovada a aplicabilidade do método na determinação do melhor arranjo entre as partículas das misturas.

O método preconizado, em Kwan e Wong (2008a), relaciona uma série de conceitos que são abordados no contexto do próprio método, mas que são afeitos, de forma genérica, às demais referências deste trabalho.

Os vazios em uma mistura granular são os espaços intersticiais entre as partículas sólidas. O teor de vazios ( $\varepsilon$ ) é a relação entre o volume de vazios  $v$  e o volume total da mistura, considerando o próprio volume de vazios ( $V_T$ ), como na equação (1).

$$\varepsilon = \frac{v}{V_T} \quad (1)$$

Já a taxa de vazios ( $\mu$ ) diferencia-se do teor de vazios por relacionar o volume de vazios com o volume de sólidos ( $V_S$ ), como na equação (2). As duas propriedades de mistura relacionam-se entre si, então, pela equação (3).

$$\mu = \frac{v}{V_S} \quad (2)$$

$$\varepsilon = \frac{\mu}{1 + \mu} \quad (3)$$

As demais propriedades relacionadas com os vazios da mistura seguem o mesmo raciocínio de compreensão, ou seja, relacionam os volumes da mistura granular com o volume total ou com o volume dos sólidos presentes. A Tabela 2 apresenta a denominação e a expressão relacionada a cada propriedade de mistura.

As propriedades apresentadas na Tabela 2 fazem parte da abordagem do *WPM* devido ao fato de que a mistura granular é composta pelos grãos sólidos e por uma certa quantidade de vazios e estes vazios, podem estar preenchidos com ar ou água, ou ambos.

A concentração de sólidos presentes na mistura ( $\phi$ ) é a relação entre o volume de sólidos ( $V_S$ ) do material granular e o volume total ( $V_T$ ), como na equação (4) e na equação (5).

$$\phi = \frac{V_S}{V_T} \quad (4)$$

$$\phi = 1 - \varepsilon = \frac{1}{1 + \mu} \quad (5)$$

Tabela 2 - Relações entre as propriedade de mistura

Propriedade de Mistura	Expressão	Relação com as demais propriedades
Teor de água	$\varepsilon_w = \frac{v_w}{V_T}$	$\varepsilon_w = \frac{\mu_w}{1 + \mu_w + \mu_a}$
Teor de ar	$\varepsilon_a = \frac{v_a}{V_T}$	$\varepsilon_a = \frac{\mu_a}{1 + \mu_w + \mu_a}$
Taxa de água	$\mu_w = \frac{v_w}{V_S}$	
Taxa de ar	$\mu_a = \frac{v_a}{V_S}$	

Fonte: (Wong e Kwan, 2008a)

As expressões acima representam o embasamento matemático do método, que, além disso, possui um embasamento experimental delineado a seguir.

O procedimento experimental adotado baseia-se em conceitos e conclusões dos próprios autores acerca dos fenômenos envolvidos. Então, o *WPM* apresenta algumas características salientadas e discutidas no corpo das publicações já referenciadas. Nesta revisão, aponta-se de forma geral estas características, salientando sua importância para a abordagem que se deseja para o presente trabalho.

O *WPM* envolve a mistura de grãos secos de diferentes tamanhos e formatos com água, buscando uma mistura homogênea, a partir de um determinado procedimento de mistura. Neste aspecto, o método se relaciona de forma satisfatória com as características gerais das argamassas colantes, visto que as mesmas são, de fato, misturas com tais características de composição.

O método não depende de qualquer observação direta da consistência da mistura produzida. No procedimento adotado, varia-se a relação entre a água e os materiais sólidos ( $W/S$ ) e mede-se a densidade aparente da mistura resultante para cada teor adotado. Tal procedimento concorda com a bibliografia quando desvincula a avaliação do comportamento de mistura de ensaios “*single point*”, os quais, como mencionado anteriormente, apresentam um certo grau de arbitrariedade que tende a distorcer resultados e avaliações. Além disso, o uso da densidade aparente da mistura permite que a quantidade de ar presente na mistura seja sempre levada em consideração, ao contrário de métodos tradicionais, tanto diretos ou indiretos.

Há que se considerar, ainda, alguns aspectos conceituais e fenomenológicos envolvidos na avaliação da compacidade de misturas granulares como as argamassas. A este respeito, Wong e Kwan, (2008a) argumentam em favor do método proposto que a “densidade de empacotamento não é o mesmo que a concentração de sólidos, a qual varia com a relação água/cimento [ $W/CM$ ].” Com valores relativamente altos de  $W/CM$ , as partículas das misturas encontram-se em suspensão no meio líquido, resultando deste estado que a concentração de sólidos decresce com o aumento da  $W/CM$ . Para valores baixos de  $W/CM$ , a quantidade de água não é suficiente para permitir a completa mistura das partículas sólidas e a formação de uma pasta, o que resulta em diminuição da concentração de sólidos enquanto a  $W/CM$  também decresce. Esta dualidade de comportamento reflete a existência de um ponto de máximo no desenvolvimento da concentração de sólidos a partir da variação da  $W/CM$ .

Esta máxima concentração de sólidos vem a ocorrer quando as partículas se encontram empacotadas da maneira mais densa possível, e é tomada no *WPM* como a densidade de empacotamento da mistura em questão. Então, a determinação da densidade de empacotamento

de uma determinada mistura granular composta por grãos de diferentes tamanhos passa pela variação de seu teor de umidade e pela medição da densidade aparente a cada teor de umidade proposto. O maior valor da densidade aparente será tomado como a densidade de empacotamento da mistura.

A abordagem descrita anteriormente, baseada no exposto no trabalho de Wong e Kwan, (2008a), está relacionada diretamente à determinação da densidade de empacotamento de materiais cimentícios, ou seja, misturas destinadas à produção de pastas. Efetivamente, o trabalho citado utiliza cimento comum no desenvolvimento do procedimento experimental da metodologia proposta, além de outros materiais mais finos (cinza volante e sílica ativa) na composição de misturas, no intuito de comprovar a aplicabilidade do método para diferentes composições.

Em Kwan e Wong (2008), os autores aplicam o método em misturas contendo os mesmos materiais (cimento comum - OPC, cinza volante-PFA e sílica ativa-CSF), avaliando também a fluidez das pastas produzidas (materiais simples, misturas binária e misturas ternárias), no intuito de estudar os efeitos da densidade de empacotamento e do teor de umidade ( $W/CM$ ) na reologia das pastas, através do ‘*mini-slump test*’.

Os resultados mostraram que a densidade de empacotamento teve correlação direta com o comportamento reológico das misturas, ou seja, os maiores valores de fluidez estavam ligados às maiores densidades de empacotamento.

A análise dos autores serviu para que fosse introduzido no método o conceito de água em excesso (*excess water ratio*), já referenciado em outros trabalhos. A taxa de água em excesso ( $\mu'_w$ ) é conceituada como a diferença entre a taxa de água  $\mu_w$  ( $W/CM$  em volume) e a demanda de água  $\mu_{min}$  (mínima taxa de vazios). A equação (6) apresenta esta relação.

$$\mu'_w = \mu_w - \mu_{min} \quad (6)$$

O conceito relacionado à taxa de água em excesso deriva do seguinte ponto de raciocínio: a demanda de água é dada pela quantidade de vazios a serem preenchidos pela água, ou seja, os espaços intersticiais existentes entre as partículas sólidas. Ao inserir água no sistema granular, essa irá, primeiramente, preencher tais espaços de forma completa. Após este preenchimento, as quantidades extras de água adicionadas irão constituir um excesso de água, atuando diretamente no aumento da fluidez da mistura granular.

Então o princípio fenomenológico ligado à investigação da densidade de empacotamento é o de que, quanto maior a densidade de empacotamento, menor será a taxa de

vazios  $\mu_{min}$  e, portanto, menor será a quantidade de água necessária para o preenchimento destes vazios. Logo, para uma mesma  $W/CM$ , ‘sobrará’ mais água na mistura para promover o aumento de fluidez ou melhorias na trabalhabilidade. De forma análoga, pode-se afirmar que para um mesmo nível de trabalhabilidade, é possível diminuir a  $W/CM$ , o que representa um potencial ganho de resistência.

No trabalho de Kwan e Wong (2008), os autores apresentam, como importante informação, o fato de que as misturas com maior densidade de empacotamento tiveram melhores desempenhos com relação à sua fluidez, o que demonstrou a importância da redução do volume de vazios das misturas no incremento das propriedades de fluído das pastas produzidas. Os resultados em geral foram afetados também pelo formato das partículas e pelo seu tamanho. Por exemplo, a análise da densidade de empacotamento da sílica ativa apresentou valores menores do que a do cimento comum. Embora o formato das partículas esféricas da sílica seja potencialmente mais benéfico do que as partículas irregulares do cimento em relação ao empacotamento, a maior finura da sílica aumenta o efeito de forças interpartículas, como as forças de *Van der Waals*, causando o afastamento entre as mesmas.

No desenvolvimento experimental do *WPM* para materiais cimentícios (pastas compostas por partículas finas e água), preconiza-se uma adequada metodologia de mistura desenvolvida pelos autores a partir de avaliações feitas anteriormente. O “protocolo experimental de empacotamento” é descrito no capítulo relativo à metodologia aplicada no presente trabalho.

A partir dos resultados obtidos no desenvolvimento do protocolo de misturas, a taxa de vazios, de ar e a concentração de sólidos podem ser determinadas a partir da formulação e procedimentos a seguir.

Se  $M$  e  $V$  a massa e o volume de material dentro do cilindro, respectivamente, e se a mistura contém mais de um tipo de material cimentício denotados por  $\alpha, \beta, \gamma$  e assim por diante, o volume de sólidos dos materiais ( $V_s$ )<sup>3</sup> e o volume de água ( $V_w$ ) dentro do cilindro podem ser obtidos pelas equações (7) e (8).

$$V_s = \frac{M}{\rho_w u_w + \rho_\alpha R_\alpha + \rho_\beta R_\beta + \rho_\gamma R_\gamma} \quad (7)$$

---

<sup>3</sup> Os autores usam a notação  $V_c$  no desenvolvimento do método pois neste estágio os materiais sólidos são todos considerados cimentícios, por se tratar unicamente de pastas.

$$V_w = \mu_w V_s \quad (8)$$

Nas quais:

$\rho_w$  - densidade da água;

$\rho_\alpha, \rho_\beta, \rho_\gamma$  - são as densidades dos materiais cimentícios na mistura;

$R_\alpha, R_\beta, R_\gamma$  - são as frações volumétricas dos materiais cimentícios na mistura

Tendo obtido  $V_s$  e  $V_w$ , a taxa de vazios ( $\mu$ ), a taxa de ar ( $\mu_a$ ) e a concentração de sólidos podem ser determinadas a partir das equações (9), (10) e (11)

$$\mu = \frac{(V - V_s)}{V_c} \quad (9)$$

$$\mu_a = \frac{(V - V_c - V_w)}{V_c} \quad (10)$$

$$\phi = \frac{V_c}{V} \quad (11)$$

O método proposto utiliza, em todas as suas análises, relações volumétricas entre seus componentes. Em outros métodos, tais relações são, em geral, mássicas. Contudo, embora os métodos (em especial os métodos a seco) relacionados com a avaliação da compacidade através de relações mássicas tenham suas vantagens, há que se considerar que a relação entre diferentes materiais, no que tange à avaliação da compacidade e, conseqüentemente, de suas características no estado fresco, se dão através do volume ocupado pelos seus grãos. Também há relação da área superficial dos grãos com a quantidade de água disponível para, primeiro, recobrir tais grãos e, segundo, permitir a mobilidade da mistura. As relações de massa acabam por não permitir a avaliação de alguns fenômenos de acordo com a metodologia proposta.

No trabalho de Fung, Kwan e Wong (2009), o método *WPM* foi aplicado para avaliar as características de empacotamento de agregados finos comparando o mesmo com um método a seco. Na metodologia proposta na publicação, os autores aplicaram o *WPM* e um método a seco preconizado na Norma Britânica BS 812: Part 2: 1995, avaliando, ainda, a influência de diferentes tipos de compactação e do uso de aditivo superplastificante sobre 6 classes de tamanhos dos grãos obtidas por peneiramento. Além disso, foram compostas 4 misturas, incluindo mesclas das classes de tamanhos de grãos sob 2 condições a seco e 2 condições a

úmido. O trabalho conclui que o *WPM* possibilitou a observação de valores até 24% maiores da densidade de empacotamento do que no método a seco. Além disso, o uso do superplastificante apresentou efeitos secundários no aumento da densidade de empacotamento. Também é possível observar na publicação que a mistura de partículas de mesmo tamanho possibilita maiores índices de empacotamento, e que o *WPM* foi ainda mais sensível a esta mistura do que o método a seco.

No trabalho de Kwan e Fung (2009), o *WPM* teve sua aplicabilidade avaliada no estudo das condições de empacotamento de argamassas e composições de agregados miúdos de diferentes classes de tamanhos. A comparação do *WPM* foi levada a cabo com relação a modelos de predição da densidade de empacotamento das misturas.

Foram testadas 4 misturas de agregados finos com 4 classes de tamanhos diferentes, sob 6 condições de mistura, relacionando o método (seco ou úmido), o uso e o tipo de compactação, e o uso de superplastificante.

Com relação às argamassas avaliou-se “a densidade de empacotamento das partículas sólidas” de cada mistura produzida (KWAN e FUNG, 2009). Como não existem métodos a seco para avaliação do empacotamento de argamassas, as amostras foram avaliadas somente pelo *WPM*. Foram produzidas, ao todo, 12 argamassas diferentes, com uma mesma relação volumétrica entre o cimento e o agregado (3:4), mas com diferentes relações entre as classes de grãos dos agregados.

A variação da densidade de empacotamento das argamassas produzidas com diferentes relações entre as classes de grãos do agregado produziu uma diferença de cerca de 20% entre o maior e o menor valor do teor de vazios, que, em última análise, pode ser tomado como a demanda de água da mistura. Desta forma, demonstrou-se que, primeiro, a composição granulométrica do agregado na argamassa influi diretamente no empacotamento da mistura, o que está ligado a fenômenos outros, como a mobilidade da argamassa e/ou suas propriedades reológicas. Em segundo, que o *WPM* tem aplicabilidade na avaliação das características de compacidade de misturas contendo materiais finos como o cimento em conjunto com agregados miúdos.

O trabalho de Wong e Kwan (2008c) analisa o papel da relação entre o excesso de água e a área superficial na reologia das pastas de cimento. O estudo se justifica pelo fato de que a pasta de cimento dispersa e lubrifica as partículas de agregado, sendo seu teor e suas propriedades reológicas, fatores chave que influenciam diretamente as propriedades a fresco do concreto. Por analogia, pode-se imaginar o mesmo argumento aplicado às argamassas. De acordo com os autores, a taxa de água em excesso, aquela adicionada à mistura além de

necessária para o preenchimento dos vazios intersticiais da mesma, produz uma fina película de água que recobre a superfície de cada partícula. Quanto maior a taxa de água em excesso, mais espessa será a película formada em torno dos grãos. Uma camada mais espessa aumenta o espaço entre partículas adjacentes e reduz, por consequência, a interação física entre elas durante o fluxo da pasta.

O aumento da densidade de empacotamento de materiais cimentícios através da adição de partículas mais finas poderia, então, contribuir com a diminuição do volume de vazios na mistura, provocando um maior espessamento da película de água em torno dos grãos, melhorando as características de fluidez.

Contudo, a adição de partículas mais finas provoca um aumento na área superficial das partículas que deve ser recoberta pela película de água. Então, esta adição possui dois efeitos que se opõem mutuamente, ou seja, enquanto aumenta a compactidade, tendendo a aumentar a espessura da película de água, aumenta também a área a ser recoberta pela mesma película, o que provoca a diminuição da referida espessura.

## 2.5 REOLOGIA DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS

### 2.5.1 Abordagem teórica

Castro (2007) destacou que o termo reologia origina-se da palavra grega *rhein*, que significa “escorrer”, e corresponde ao estudo da deformação e do escoamento da matéria. Ainda segundo a autora, a reologia é um ramo da física em que se aborda o estudo da mecânica dos corpos deformáveis sejam eles sólidos, líquidos ou gasosos.

Além desta abordagem genérica Costa (2006) afirma que “de um modo geral, a reologia, como ciência, aborda o comportamento dos fluidos homogêneos, dentre os quais se destacam os líquidos, suspensões de partículas e emulsões.” Obviamente a abordagem encontrada no trabalho da autora adequa-se à proposta do seu trabalho e, portanto, ressalta a importância da reologia para o estudo dos fluidos. Porém, a abordagem mais genérica pode, também, auxiliar no entendimento dos fenômenos envolvidos em qualquer estudo.

No trabalho de Glatthor e Schweizer (1994), bem como no de Mezger (2014), a reologia é conceituada como o campo da ciência que estuda o fluxo (movimento) e a deformação da matéria, relacionando tais propriedades com o estado de carregamento, especificamente a tensão e a deformação de cisalhamento e o tempo. Em sua tese de doutorado, Cardoso (2009)

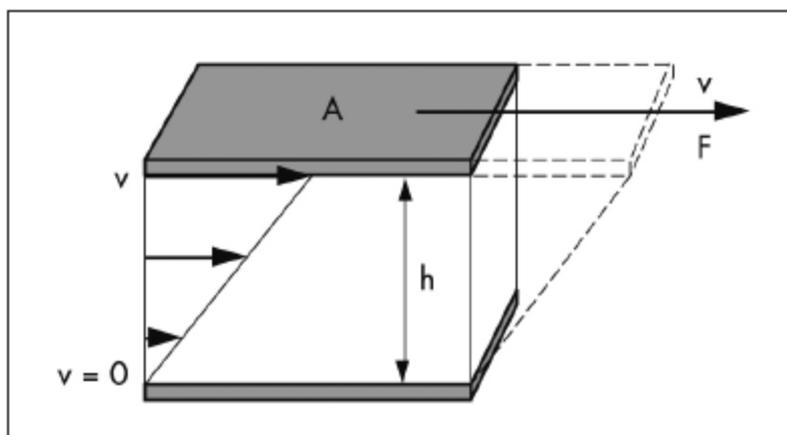
afirma, em concordância com os autores citados, que “o comportamento reológico dos materiais é representado por relações entre o fluxo ou deformação com as forças a que são submetidos.”

Nos trabalhos de Banfill (1994) e Mezger (2014) amplia-se a abrangência do estudo reológico de materiais, mencionando que, apesar de a reologia ser considerada a ciência do fluxo, a mesma, através de seus experimentos, não revela apenas as informações relativas ao fluxo dos líquidos, mas também aquelas relativas à deformação dos sólidos. Banfill (1994) afirma, ainda, que sua aplicação a suspensões, como os concretos, tem ampla documentação em trabalhos anteriores.

A definição dos termos e grandezas relacionados com a reologia, bem como o entendimento de seus significados físicos e inter-relações físicas e matemáticas, são objetos de estudo de diversas obras de diferentes áreas do conhecimento. Fundamentalmente, a reologia representa um ramo da física e da físico-química, visto que trabalha com grandezas e variáveis relacionada à mecânica, tais como forças, deflexões e velocidades (MEZGER, 2014).

A definição dos parâmetros fundamentais da reologia pode ser apreendida a partir da consideração clássica do modelo de placas paralelas, em que uma amostra de um fluido fica contida entre duas superfícies planas e paralelas entre si, sendo aplicada uma força ( $F$ ) à placa superior em relação à placa inferior estacionária, o que resulta no surgimento de uma velocidade ( $v$ ) na placa superior na mesma direção de  $F$  e de um deslocamento ( $s$ ) nessa mesma direção da placa superior em relação à inferior (Figura 2). A distância entre as duas placas é mantida constante ( $h$ ) e é igual à altura da amostra.

Figura 2 - Modelo de placas paralelas



Fonte: (Mezger, 2014)

O modelo preconizado na Figura 2 visa explicar o fenômeno do escoamento do material contido entre as duas placas, a partir do cisalhamento provocado pela força  $F$  à amostra ao longo da altura  $h$ . Para tanto, assume-se que o sistema apresenta as seguintes condições de cisalhamento:

- a amostra encontra-se perfeitamente aderida às placas, sem qualquer deslizamento entre a amostra e as placas durante o fluxo e;
- o material apresenta condições de escoamento laminar, ou seja, não ocorre formação de vórtices ou turbulências. Desta condição decorrem duas observações relativas ao movimento observado. Em primeiro lugar o movimento pode ser entendido como similar ao deslizamento de diversas “camadas” de material umas sobre as outras e, em segundo lugar, a variação da velocidade da camada superior (aderida à placa superior em movimento) em relação à camada inferior (aderida à placa inferior, estacionária) se dá de forma linear ao longo da altura da amostra.

Diretamente do modelo das placas paralelas obtém-se o conceito e a formulação da tensão de cisalhamento como grandeza reológica fundamental. Considerando a aplicação de  $F$  e a área de Cisalhamento  $A$ , a Equação (12) é apresentada a seguir:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (12)$$

A partir da consideração do sistema laminar de fluxo, tem-se que, sendo constante a espessura infinitesimal de cada camada da amostra  $dh$ , igualmente constante, a diferença de velocidade  $dv$  entre duas camadas adjacentes, a razão entre estas duas grandezas também será constante como apresentado na equação (13).

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dh} = \text{constante} \quad (13)$$

$\dot{\gamma}$  é denominada taxa de cisalhamento, cuja unidade é  $s^{-1}$ . Nota-se que  $\dot{\gamma}$  independe da posição em relação a  $h$ , ou seja, no regime laminar, a amostra apresenta apenas um valor de  $\dot{\gamma}$ .

De acordo com Mezger (2014), tanto a taxa de cisalhamento quanto a velocidade de deslocamento da placa superior fornecem informações sobre a velocidade do fluxo do material através do movimento imposto pela força  $F$ . Contudo, o uso de  $\dot{\gamma}$  apresenta como vantagem o fato dessa apresentar um único valor ao longo de toda a altura  $h$  da amostra, o que não ocorre

com a velocidade  $v$  que varia de  $v = 0$  junto à placa inferior a  $v = v_{max}$  junto à placa superior em movimento.

Fluídos em movimento apresentam, em última análise, um permanente movimento relativo entre suas moléculas, processo que é acompanhado pelo surgimento de forças internas de atrito, o que gera certa resistência ao movimento imposto. Esta resistência será ligada à viscosidade do material (MEZGER, 2014). “Matematicamente, a viscosidade pode ser entendida como a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento de um material” (CASTRO, 2007). Se o fluxo for dito viscoso, a energia dissipa-se na forma de calor e a tensão depende da taxa de deformação. Então, quanto menor for a viscosidade do material, menor é a tensão capaz de imprimir sobre a amostra uma dada taxa de cisalhamento constante. Pode-se entender, ainda, que a viscosidade representa uma medida da coesão entre as moléculas do material. Fluidos mais viscosos apresentam maior coesão do que aqueles com menor viscosidade (COSTA, 2006).

A viscosidade de fluidos ideais é um valor constante, representado pela relação entre a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e a taxa de cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ), com apresentado na equação (14).

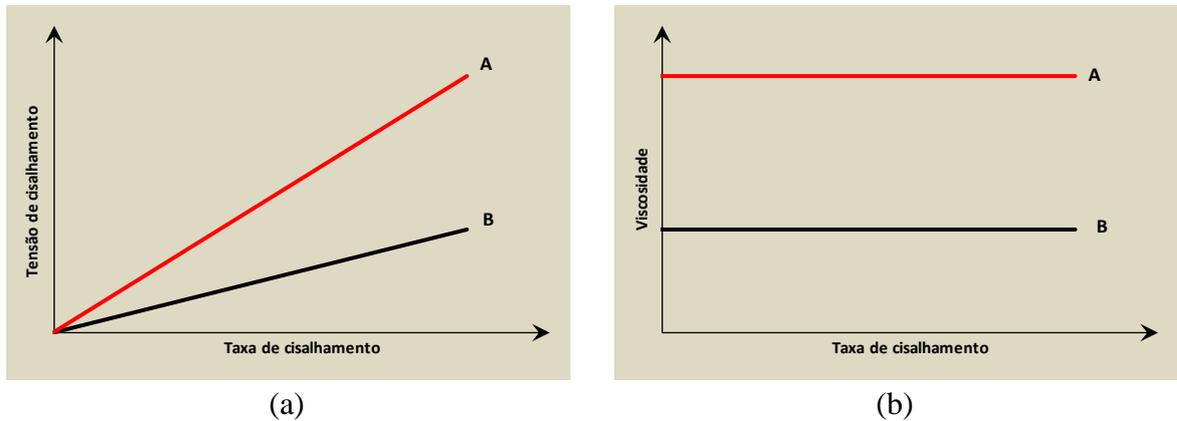
$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (14)$$

Os fluidos ideais estudados pela reologia, também chamados de fluidos newtonianos, apresentam o comportamento de fluxo que pode ser descrito pela equação (14). Graficamente este comportamento pode ser representado por curvas de fluxo ou curvas de viscosidade.

A Figura 3(a) mostra genericamente as curvas e fluxo de dois fluidos newtonianos. A diferença de inclinação das retas A e B é dada pela diferença de viscosidade dos 2 materiais. Na Figura 3(b) os dois materiais são representados através de suas curvas de viscosidade. As retas horizontais são características dos fluidos newtonianos com viscosidade constante.

A caracterização reológica de fluidos newtonianos pode ser levada a cabo através de procedimentos e equipamento simples, principalmente devido ao fato de apresentarem apenas um valor de viscosidade ( $\eta = \text{constante}$ ). Contudo, os mesmos procedimentos que em Banfill (2006) são chamados de ensaios monoponto (*singlepoint tests*) são insuficientes para descrever o comportamento reológico de fluidos não-newtonianos, ou seja, aqueles que não apresentam relação linear entre  $\tau$  e  $\dot{\gamma}$  e/ou não tenham o fluxo iniciado instantaneamente ao se aplicar uma tensão de cisalhamento (materiais com tensão de escoamento).

Figura 3 - (a) Curvas de fluxo e (b) de viscosidade de dois fluidos ideais



Fonte: (Mezger, 2014 - adaptada)

Outra característica importante dos fluidos newtonianos é a ausência de deformação elástica. Quando um fluido newtoniano é submetido a uma força que o faz fluir, a energia de deformação acaba por gerar certa quantidade de calor, resultado do movimento relativo entre as moléculas do material.

Esta energia, transformada em calor, é consumida no sistema. Uma parte aquece o próprio fluido e outra aquece o entorno. Ao se remover a carga, a deformação permanece no último estado observado no momento da retirada da mesma, ou seja, o processo é irreversível. Este comportamento dos fluidos newtonianos é denominado de “comportamento viscoso ideal” (MEZGER, 2014).

O modelo de placas paralelas também pode ser usado para ilustrar o comportamento elástico de materiais, ou seja, aquele em que a energia de deformação é totalmente recuperada após a retirada da força aplicada. A partir deste modelo é possível definir parâmetros reológicos específicos dos materiais que apresentam tal comportamento.

Na Figura 2 a amostra é restrita por duas placas paralelas entre si inicialmente em repouso, quando a deflexão  $s$  é nula. A distância entre as placas é igual à altura da amostra.

Quando uma força  $F$  é aplicada sobre a placa superior, essa se movimenta na direção de  $F$  surgindo um ângulo de deflexão  $\varphi$  que relaciona-se à máxima deflexão  $s$ , medida junto à placa superior como na equação (15).

$$\operatorname{tg}\varphi = \frac{s}{h} \quad (15)$$

A deformação por cisalhamento  $\gamma$  é, então, a relação entre a deflexão  $s$  e a altura  $h$ , ou seja, a própria  $tg\varphi$  (Equação (16)).

$$\gamma = tg\varphi = \frac{s}{h} \quad (16)$$

Pode-se demonstrar que a taxa de deformação  $\dot{\gamma}$  é representada pela derivada no tempo da deformação de cisalhamento  $\gamma$ , conforme apresentado na Equação (17).

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad (17)$$

No caso de materiais elásticos, relaciona-se a tensão de cisalhamento  $\tau$  com a deformação por cisalhamento  $\gamma$  através da Lei de Hooke para o cisalhamento (Equação (18)):

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (18)$$

onde  $G$  é o módulo de elasticidade no cisalhamento para materiais elásticos ou que trabalhem em regime elástico.

Quando um material perfeitamente elástico é submetido a uma força de cisalhamento, como na Figura 2, a energia de deformação é completamente armazenada por sua estrutura molecular. Esta energia assim armazenada pode ser plenamente recuperada quando a força, causa da deformação, for retirada do sistema, o que acarreta o retorno do corpo ao estado original anterior à aplicação da força, configurando um processo completamente reversível. Tal comportamento é denominado “comportamento elástico ideal”.

Modelos mecânicos são usados na literatura de modo a exemplificar o comportamento dos fluídos a partir de uma análise reológica de suas propriedades. Os materiais viscosos podem ser representados pelo modelo ‘amortecedor’, em que um fluido é comprimido em uma câmara por um pistão, fluindo para a câmara adjacente por orifício anelar em torno do pistão. Esse fluxo se dá com velocidade dependente da força aplicada e da viscosidade do fluido. Ao cessar a força, o pistão encerra o movimento sem que haja qualquer recuperação elástica do movimento.

Já os materiais elásticos são representados pelo modelo ‘mola’, em que a força provoca alongação ou encurtamento da mola com amplitude dependente da intensidade da força e da

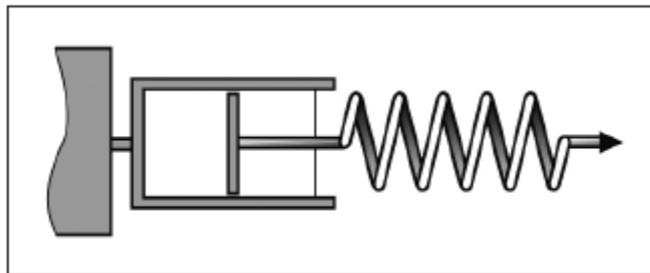
rigidez da mola, que é relacionada diretamente com o módulo de elasticidade do fluido e independe do tempo.

Entre estes dois extremos ideais, Mezger (2014) classifica materiais que apresentam comportamento misto entre o viscoso e o elástico. Os materiais viscoelásticos apresentam parcelas de comportamento elástico, de acordo com a Lei de Hooke, e viscoso, de acordo com a lei de Newton, sendo que tais parcelas manifestam-se simultaneamente. Estes materiais apresentam comportamento dependente do tempo, defasagem entre aplicação de força e observação da deformação, tanto no carregamento quanto no descarregamento, apresentando, ainda, diferenciação entre sólidos viscoelásticos e líquidos viscoelásticos, a depender de suas propriedades reológicas.

No caso dos líquidos viscoelásticos, o modelo idealizado pelo físico e matemático James C. Maxwell no século XIX ilustra seu comportamento através da composição de um amortecedor e de uma mola ligados em série (Figura 4).

O modelo de Maxwell preconiza que ambos os componentes, mola e amortecedor, possam sofrer deflexão pela ação de uma força de forma independente. A mola sofrerá deformação obedecendo à Lei de Hooke enquanto o amortecedor segue a Lei de Newton no seu movimento.

Figura 4 - Modelo amortecedor/mola em série



Fonte: (Mezger, 2014)

A aplicação da força gera deformação instantânea na mola, proporcional à amplitude da força aplicada. Mantendo-se constante o valor da força aplicada, após a estabilização da mola, o pistão do amortecedor inicia seu movimento contínuo enquanto a força for mantida. Ao ser removida a força aplicada, a mola retornará ao estado anterior, recuperando totalmente sua

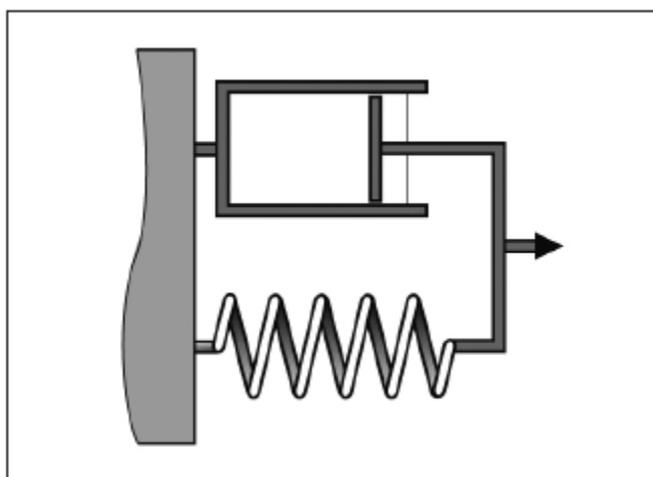
forma original anterior à aplicação da força. Contudo, o deslocamento do pistão do amortecedor não apresenta qualquer recuperação.

Compreende-se, então, o comportamento de um fluido viscoelástico submetido a uma tensão de cisalhamento como composto por duas parcelas, sendo uma elástica e uma viscosa. O processo de deformação destes materiais configura-se num processo irreversível, visto que a parcela viscosa da deformação total será permanente mesmo após a retirada da tensão. Os materiais com este tipo de comportamento são chamados de “fluidos de Maxwell” (MEZGER, 2014).

No caso dos materiais sólidos que apresentam comportamento viscoelástico, o modelo físico utilizado para seu entendimento é denominado modelo de Kelvin/Voigt e coloca um pistão de amortecedor ligado a uma mola de forma paralela (Figura 5).

Inicialmente em repouso, ambos os componentes não apresentam qualquer deformação. Com a aplicação de uma força, como ilustrado, o conjunto passa a movimentar-se na direção da força de forma contínua, movimento este representado pela deformação da mola e pelo deslocamento do pistão. Considera-se que os dois elementos somente podem movimentar-se em conjunto e simultaneamente, o que impede a deformação instantânea da mola devido ao movimento contínuo do pistão. Ao se retirar a força, o conjunto retorna ao seu estado original. Este processo ocorre de forma diferenciada dos materiais elásticos, visto que o pistão oferece resistência viscosa ao movimento de retorno imposto pela mola.

Figura 5 - Modelo amortecedor/mola em paralelo



Fonte: (Mezger, 2014 - adaptada)

Como resultado da aplicação de carga cisalhante sobre este tipo de material, tem-se que o mesmo apresentará defasagem no tempo desde a retirada da carga até que se atinja o estado indeformado final.

Diversos autores apresentam referência aos conceitos mencionados anteriormente, relacionando-os diretamente com os materiais cimentícios. É o caso de Banfill (1994), que faz uma revisão aprofundada de conceitos de reologia aplicada às pastas, argamassas e concretos.

No trabalho mencionado, o autor apresenta uma classificação de fluidos baseada no seu comportamento reológico. Como mencionado anteriormente, o estudo dos fluidos tem como base teórica os fluidos newtonianos, representados pela linearidade entre tensão e taxa de deformação. Tal consideração imprime também um caráter de dependência única entre as duas grandezas, ou seja, outras variáveis não influem na relação, tais como o tempo ou a própria deformação.

Os fluidos não-newtonianos são aqueles que diferem dos primeiros sob algum aspecto. Por exemplo, os fluidos em que o fluxo somente se inicia após a tensão aplicada atingir um determinado valor são denominados fluidos de Bingham, e ao limite de tensão que dá início ao fluxo denomina-se de tensão de escoamento. Estes materiais apresentam, então, uma relação diversa entre tensão e deformação. Disto resulta o fato de que a viscosidade destes materiais não é constante sob uma dada temperatura ou pressão. A viscosidade dependerá, entre outros fatores, da chamada história de cisalhamento do material, que se relaciona com as formas de mistura e repouso do material antes da aplicação da tensão de cisalhamento

Banfill (1994) apresenta também descrição das características gerais dos fluidos newtonianos e não-newtonianos, conforme ilustrado na Figura 6. Descreve-se, então, o comportamento reológico de fluidos newtonianos, como a água e óleo, através da simples relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento, em que o índice de correlação é a viscosidade, conforme se ilustra na Equação (19) derivada da Equação (14)

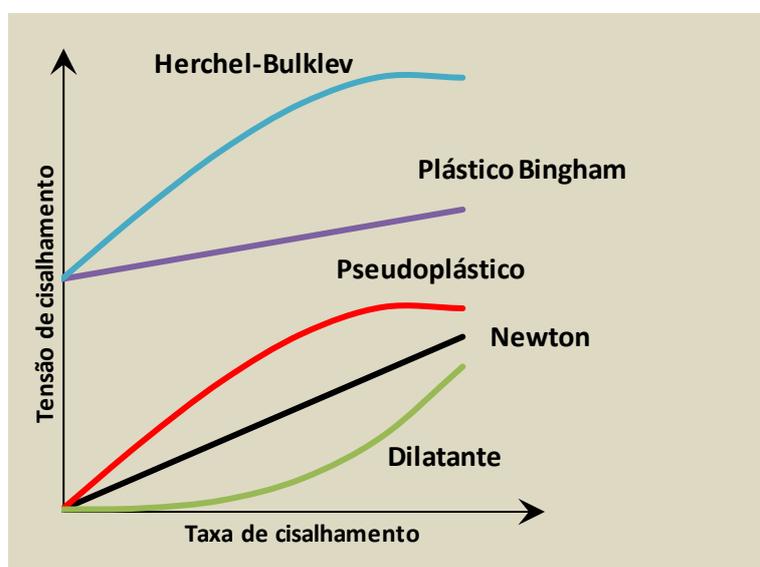
$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (19)$$

Menciona-se ainda os líquidos pseudoplásticos dotados de comportamento mais complexo descrito pela equação (20)

$$\tau = A \cdot \dot{\gamma}^n \quad (20)$$

Na equação (20) o expoente  $n$  descreve o comportamento geral do material, ou seja, se  $n < 1$  há um refinamento do material enquanto se aumenta a taxa de cisalhamento, diminuindo sua viscosidade. Já se  $n > 1$  haverá um espessamento do material com o aumento da taxa de cisalhamento, o que significa aumento da viscosidade enquanto aumenta a taxa de cisalhamento aplicada sobre o material.

Figura 6 - Curvas características de fluxo



Fonte: (Banfill, 1994 - adaptada)

O modelo plástico de Bingham é descrito no trabalho de Banfill (1994) através da equação (21). Neste modelo, o material apresenta uma resistência inicial ao deslocamento caracterizada por  $\tau_0$ , ou seja, o fluxo não tem início até que o valor da tensão não exceda  $\tau_0$ , que é denominada tensão de escoamento. Além disso, estes materiais seguem, após o início do movimento por cisalhamento, uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento aplicada, conforme pode ser visualizado na Figura 6.

$$\tau = \tau_0 + \mu \cdot \dot{\gamma} \quad (21)$$

No trabalho de Banfill (2006) salienta-se a importância da abordagem reológica dos materiais cimentícios. Segundo o autor, a consideração destes materiais como fluidos

newtonianos é incorreta, pois os mesmos possuem uma tensão de escoamento, o que representa uma condição diferente dos fluidos ideais para o início do fluxo. Banfill (2006) atenta, a partir deste argumento, que leituras da trabalhabilidade a partir de métodos ‘mono ponto’ (*single point tests*) são inadequadas para avaliação reológica desses materiais.

Banfill (2006) sustenta, então, que os materiais cimentícios devem ser avaliados de forma distinta, pois os mesmos podem manter-se sem escoar sob seu peso próprio enquanto a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) for menor que sua tensão de escoamento ( $\tau_0$ ). A melhor caracterização deste tipo de material seria dada, então, pelo modelo de Bingham, como na Equação (21).

No trabalho de Wong e Kwan (2008c) encontra-se abordagem distinta da defendida por Banfill (2006) com relação ao modelo a ser adotado na descrição do comportamento reológico de pastas de cimento. Os autores aproximaram os dados de *tensão de cisalhamento X taxa de cisalhamento* do modelo de Herschel-Bulkley apresentado na Equação (22) e também visualizado na Figura 6.

$$\tau = \tau_0 + \mu \cdot K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (22)$$

Na equação (22)  $K$  e  $n$  são coeficientes empíricos de ajustamento os dados.

No trabalho de Wong e Kwan (2008c), efetivamente a tensão de escoamento de pastas de cimento foi definida a partir da equação do modelo Herschel-Bulkley, que melhor se ajustou aos dados de cada amostra fazendo-se a taxa de cisalhamento igual a zero. Também foi definida a viscosidade aparente de cada uma das amostras, como a relação entre a tensão e a taxa de cisalhamento quando a taxa de cisalhamento era igual a  $50 \text{ s}^{-1}$ . Aqui os autores fazem referência ao termo viscosidade aparente devido ao fato de a mesma representar um valor convencionalizado, diferente do que ocorre com fluidos newtonianos, nos quais o valor pode ser determinado por medição experimental direta.

Castro (2007) afirma que a viscosidade dos fluidos está ligada fisicamente à coesão entre as moléculas que formam as lâminas do material. No caso dos materiais cimentícios, como pastas, argamassas e concretos, a viscosidade relaciona-se de forma especial com a fase aquosa no caso das pastas e com a própria pasta no caso dos concretos e das argamassas, e à interação de cada uma das fases umas com as outras. Assim, a viscosidade de materiais multifásicos como

---

<sup>4</sup> As notações apresentadas pelos trabalhos referenciados diferem das apresentadas no presente texto, no intuito de que as grandezas similares sejam, aqui, apresentadas todas com a mesmas notações.

as argamassas depende da fase pasta, mas, também, da origem, forma e dimensões dos agregados. São importantes também, neste cenário, as interações entre a fase pasta das argamassas e os agregados que a compõem, que exercem influência sobre as grandezas reológicas, tais como viscosidade e tensão de escoamento. Tais interações físicas ou físico-químicas dependem das relações quantitativas, sejam mássicas ou volumétricas, entre os componentes das argamassas.

Para os fluidos newtonianos, considera-se que a viscosidade possui valor constante e que este valor seja suficiente para caracterizar completamente as propriedades do escoamento do fluido, desde que observada a condição de escoamento laminar a uma determinada temperatura mantida constante. No caso dos fluidos não-newtonianos, a viscosidade varia com a mudança da taxa de cisalhamento ou da tensão de cisalhamento, e será necessária uma avaliação do seu perfil reológico para que suas propriedades sejam definidas, sendo a viscosidade uma destas propriedades.

Schramm (2006) apud Castro (2007) salienta que a viscosidade pode depender de seis parâmetros independentes entre si, quais sejam: natureza físico-química do fluido; sua temperatura; a pressão a que esteja submetido; taxa de cisalhamento; tempo e o campo elétrico. No caso do tempo, este fator indica a dependência da viscosidade da história de cisalhamento, ou seja, do tempo em que uma dispersão foi submetida ao cisalhamento contínuo ou se ela foi mantida em repouso antes do ensaio.

Flatt e Bowen (2006) relacionam tensão de escoamento com a quantidade de partículas sólidas em uma mistura. Os autores afirmam que, quando uma suspensão possui um alto teor de sólidos e é posta em movimento por uma força de cisalhamento, as interações hidrodinâmicas e as aglomerações das partículas também desempenham um importante papel. Segundo os autores, quando as forças entre as partículas são principalmente de atração, existe um dado volume de sólidos que ‘constrói’ uma rede contínua de partículas e uma dada tensão de cisalhamento (tensão de escoamento) necessária para romper as ligações e dar início ao fluxo. Para Castro (2007), a tensão de escoamento nunca estará associada a um fluido de fase simples.

Banfill (2006) menciona que questionamentos acerca da validade da caracterização dos materiais cimentícios como fluidos de Bingham podem ser respondidos por diversas técnicas capazes de indicar a existência da tensão de escoamento, como é o caso da reometria rotacional (medição da tensão para início do movimento), penetrômetros e testes de compressão (força para inserção de uma agulha ou para o material escoar sob uma placa), entre outros. Em Banfill (2011), o autor volta ao assunto mencionando que o principal argumento dos pesquisadores

contrário a esta classificação é o de que os materiais cimentícios, capazes de manterem-se imóveis sob seu peso próprio, possuem, sim, uma elevada viscosidade aliada a uma baixa taxa de cisalhamento, o que acaba por impedir o movimento. As conclusões do referido trabalho afirmam a justeza da consideração dos materiais cimentícios como um fluido de Bingham, além de reafirmar a inadequação dos ensaios *single point*. A metodologia utilizou diferentes misturas com leituras de fluidez similares, mas que resultaram em comportamentos reológicos “grosseiramente diferentes”.

O trabalho de Paiva *et al* (2015) salienta, também, que os materiais cimentícios se apresentam, do ponto de vista reológico, como fluidos de Bingham. Os autores buscaram definir parâmetros que permitam a avaliação de propriedades reológicas de concretos a partir da argamassa que os compõe. Ainda segundo o trabalho, as propriedades no estado fresco de materiais à base de cimento Portland são fundamentais para seu desempenho no estado endurecido. Além disso, são mencionados os fatores que interferem no comportamento reológico das argamassas, bem como dos concretos produzidos: teor de umidade, empacotamento de partículas e área específica das mesmas.

O fato é que, segundo Banfill (2006), materiais cimentícios são dotados de tensão de escoamento, e esta tensão é uma consequência das forças entre suas partículas, sendo que as ligações entre elas são quebradas pela aplicação de forças de cisalhamento. A medição da tensão de escoamento depende do tempo e, portanto, da “história de cisalhamento” (*shear history*) do material.

Cardoso (2009) menciona que “as partículas sólidas no meio fluido perturbam as linhas de fluxo aumentando a resistência do sistema ao escoamento”, fenômeno que pode ser representado por um aumento na viscosidade. Este comportamento, ou seja, as características reológicas das suspensões relacionam-se com vários fatores, entre os quais é possível mencionar o teor de sólidos na mistura, características da fase líquida, propriedades física das partículas sólidas, entre outros (CARDOSO, 2009).

Estellé *et al* (2008) afirmam que o fluxo de suspensões concentradas apresenta-se de forma bastante complexa e que depende fortemente das propriedades físicas das partículas e da interação entre as mesmas. Os autores salientam que o comportamento deste tipo de material consiste em deformações elásticas e plásticas das partículas e seu rearranjo durante o fluxo com contribuições do atrito e de colisões entre as mesmas.

Kudo (2012) também relaciona a tensão de escoamento das suspensões com a formação de uma estrutura tridimensional pelas partículas sólidas, sendo a tensão de escoamento o valor mínimo de tensão absorvido pela suspensão para romper tal estrutura.

As grandezas reológicas representam medidas quantitativas do comportamento qualitativo dos materiais. No caso das argamassas, tensão de escoamento, viscosidade e as devidas relações entre tensão e deformação representam a leitura de propriedades de serviço como coesão, resistência à segregação e exudação, resistência ou facilidade de fluxo sob o próprio peso, entre outras. Banfill (2006) afirma que, embora as propriedades no estado fresco dos materiais cimentícios tenham um enorme efeito sobre seu desempenho, são poucas as iniciativas no intuito de melhor compreender a reologia destes materiais.

A coesão da mistura granular de argamassas está relacionada com a interação entre os materiais constituintes e desses com a água de mistura e amassamento. De acordo com Kaci *et al* (2011), esta propriedade mantém relação com a máxima resistência do material no estado fresco, a uma ação de tração imposta pelo deslocamento relativo de duas placas paralelas, entre as quais mantém-se uma camada de argamassa. Os autores afirmam, ainda, ser a coesão uma propriedade de caráter estático, não dependente da velocidade de movimento, afirmando que, no citado procedimento experimental, a coesão é a máxima força resistente ao movimento quando faz-se a velocidade de movimento tender a zero.

No trabalho de Pinson *et al* (2015) os autores enumeram quatro categorias de classificação da água presente em uma pasta de cimento. Segundo o trabalho, a água pode estar presente nos espaços inter-camadas ( $d < 1,0nm$ ), a qual somente pode ser retirada por secagem forçada; nos poros saturados com gel ( $1,0nm < d < 10,0nm$ ), que são os espaços mínimos deixados pelo preenchimento dos poros capilares com os produtos da hidratação do cimento; água presente nos poros capilares ( $d > 10,0nm$ ), que é a água que se movimenta nos processos de secagem e saturação e água adsorvida nos poros vazios, que é a umidade aderida às paredes dos poros capilares após a saída da água em movimento.

Ainda a respeito das propriedades no estado fresco, Banfill (2011) afirma, com relação aos concretos, que a negligência acerca das propriedades no estado fresco pode relegar o material supostamente mais bem desenvolvido a baixíssimos níveis de desempenho. Afirma ainda o autor que o estado fresco é aquele em que o material se encontra logo após a mistura sem que tenha passado tempo suficiente para que o mesmo comece a perder sua fluidez original.

### **2.5.2 Técnicas de avaliação do comportamento reológico de materiais cimentícios**

No estudo de fluidos não-newtonianos, como é o caso das argamassas, a avaliação de características a fresco através de ensaios monoponto (*single point tests*) não tem se mostrado

adequada, como referenciado anteriormente pelo trabalho de Banfill (2006). Já no trabalho de Costa (2006), a autora relaciona alguns ensaios monoponto, salientando a deficiência apresentada por cada um deles em descrever o material do ponto de vista reológico. A necessidade de definição de um perfil reológico e de parâmetros reológicos fundamentais como viscosidade e tensão de escoamento não é atendida por tais análises. Sempre que se define um dos parâmetros, o outro resta negligenciado.

Banfill (1990) relatou a utilização de equipamento denominado “consistímetro” para avaliação reológica de argamassas frescas. No trabalho, o autor testou diversas misturas de argamassas e comprovou a adequação de testes reológicos capazes de definir parâmetros relacionados com propriedades intrínsecas das misturas, como a tensão de escoamento e a viscosidade plástica. Neste cenário, a avaliação reológica de materiais similares às pastas, argamassas e concretos deve ser levada a cabo através de técnicas capazes de traçar um perfil reológico do material, relacionando diferentes níveis de carregamento com suas respectivas deformações, além de definir as propriedades reológicas fundamentais.

#### 2.5.2.1 Reometria rotacional

De acordo com Cardoso (2009), o uso de reometria rotacional, entre outras técnicas de caracterização reológica de materiais cimentícios, é proposto no intuito de superar as limitações impostas pelos métodos *single point*. Ou seja, ao invés de caracterizar o material através da leitura de um índice numérico obtido a partir de um fenômeno pontual, busca-se a interpretação de parâmetros obtidos em ensaios que demonstram um comportamento fenomenológico do material ao longo de todo o ensaio.

Neste cenário, os reômetros surgem como “equipamentos dedicados à avaliação de propriedades reológicas de fluidos, suspensões, argamassas e concretos” (CARDOSO, 2009). Tais equipamentos podem ser utilizados para que se obtenha do material em estudo parâmetros como viscosidade e tensão de escoamento, além de características de perfil reológico, como o desenvolvimento da tensão de cisalhamento com a taxa e cisalhamento ou ainda com a velocidade angular imposta pelo equipamento. Castro (2007) afirma que estes equipamentos permitem o desenvolvimento de estudos do comportamento de propriedades como tensão de escoamento e viscosidade plástica a partir de variáveis como tempo e temperatura.

Em Castro (2007) afirma-se, ainda, que os reômetros encontrados no mercado têm seu funcionamento baseado em dois princípios básicos, quais sejam: o controle do torque aplicado ao fluido medindo-se o cisalhamento (taxa de cisalhamento) resultante, e o controle da taxa de

cisalhamento aplicada sendo registrada a força necessária para tal. No primeiro caso, segundo a autora, a aplicação do ensaio se dá no intuito principal de se obter o valor da tensão de escoamento, e no segundo caso a propriedade principal a ser medida é o comportamento da viscosidade do material sob diversas taxas de cisalhamento.

Além disso, a avaliação da área de histerese das misturas pode trazer informações importantes sobre o caminho percorrido pelo material até o momento do teste. Ou seja, é possível avaliar o processo de mistura do material quanto à sua eficiência em homogeneizar os componentes da argamassa. No trabalho de França (2013), a autora adotou este parâmetro com o intuito de análise do processo de mistura de sistemas cimentícios multifásicos. A autora afirma que “a área de histerese corresponde à energia deformacional por unidade de volume do material em qualquer tempo. Isso consiste na relação entre energia armazenada e energia dissipada no sistema durante os ciclos de cisalhamento” (JAYASREE; KRISHNAN; GETTU, 2011 apud FRANÇA, 2013).

No caso de materiais compostos por partículas de diferentes tamanhos e formas, percebe-se que o histórico de cisalhamento do material, que inclui tanto a mistura quanto a execução do ensaio propriamente dito, tendem a reorientar as partículas na direção da deformação de cisalhamento, além de promover a quebra das ligações físicas existentes antes da aplicação da força.

De todo modo, conforme mencionado em Pileggi *et al.*, (2001), a área de histerese indica o estado de dispersão e o nível e perfil da curva de torque em função da rotação, que representa o comportamento reológico do material, o que representa um maior ou menor efeito do esforço aplicado durante o ensaio sobre as propriedades reológicas medidas. França (2013) afirma:

grandes áreas de histerese indicam que o processo de mistura não forneceu a energia necessária para a quebra de todos os aglomerados e, pequenas áreas de histerese inferem uma alta eficiência na quebra dos aglomerados durante a mistura.

Costa (2006) usou a reometria rotacional para caracterizar a viscosidade da fração passante na peneira #200 de argamassas colantes comerciais. Segundo a autora, esta parcela do material granular que compõe a argamassa colante é responsável por “grande parte da fração solúvel da argamassa”, sendo, então, necessária a determinação de sua viscosidade no intuito de conhecer também sua influência sobre o comportamento reológico das argamassas compostas de forma completa, juntamente com a fração graúda do agregado.

O ensaio de viscosidade em argamassas é executado em equipamentos denominados reômetro rotacional ou viscosímetro, dentre os quais é citado o Viscosímetro Brookfield, como o utilizado por Costa (2006) e Bellei (2015). O equipamento utilizado especificamente para a caracterização reológica de suspensões, tais como as argamassas e as pastas cimentícias, atua em faixas de torque limitadas, sendo necessária sua adequação ao uso em argamassas, que potencialmente necessitam de maiores valores de torque para que os dados possam ser lidos.

Segundo Cardoso (2009), os reômetros são capazes de determinar parâmetros reológicos como a viscosidade e a tensão de escoamento a partir da aplicação de um torque à amostra com leitura do cisalhamento resultante ou aplicação de uma taxa de cisalhamento controlada com leitura do torque necessário. A resistência do material é correlacionada à viscosidade através da tensão de cisalhamento resultante de uma determinada taxa de deformação.

Cardoso (2009) salienta, a exemplo do trabalho de Costa (2006), que a geometria a ser utilizada em materiais em suspensão é de fundamental importância nos ensaios reológicos. O autor exemplifica, como problemas que podem comprometer as análises, o deslizamento com a perda de contato entre o material e a ferramenta que aplica o cisalhamento ou a segregação entre pastas e agregados, especialmente em se tratando de argamassas.

No trabalho de Kudo (2012) a autora faz considerações acerca da aplicação de métodos de reometria rotacional a argamassas colantes. Segundo a autora, a utilização da metodologia vem sendo amplamente difundida em diversos trabalhos relacionados com as argamassas. Observa, porém, que no caso das argamassas colantes, este potencial não tem sido explorado na sua totalidade. No trabalho, a autora utilizou equipamento desenvolvido especificamente para argamassas, mas, em concordância com referências próprias, adotou também o procedimento de anotar os dados do trecho de desaceleração da taxa de cisalhamento.

Cardoso (2009) estipulou em seu programa experimental um escalonamento da velocidade de rotação aplicada à amostra no reômetro. O autor definiu uma faixa de variação de 50 rpm a 1250 rpm em patamares de 20 segundos cada, acelerando e posteriormente desacelerando. O processo todo consumiu pouco mais de 5 minutos (320 segundos). O autor não faz qualquer menção à aquisição de dados, como no trabalho de Kudo (2012).

No trabalho de Wong e Kwan (2008c) os autores definiram o ciclo de cisalhamento a ser aplicado a pastas cimentícias, conforme apresentado na Figura 7. Percebe-se que as amostras foram submetidas a um ciclo de pré-cisalhamento (*pré-shearing cycle*) de 150 segundos de duração, compreendendo a aceleração e a desaceleração, seguido de um ciclo de aquisição de dados com igual duração. Contudo, os autores fazem referência ao método utilizado para aquisição dos dados relativos às grandezas reológicas medidas. Tal aquisição foi efetuada

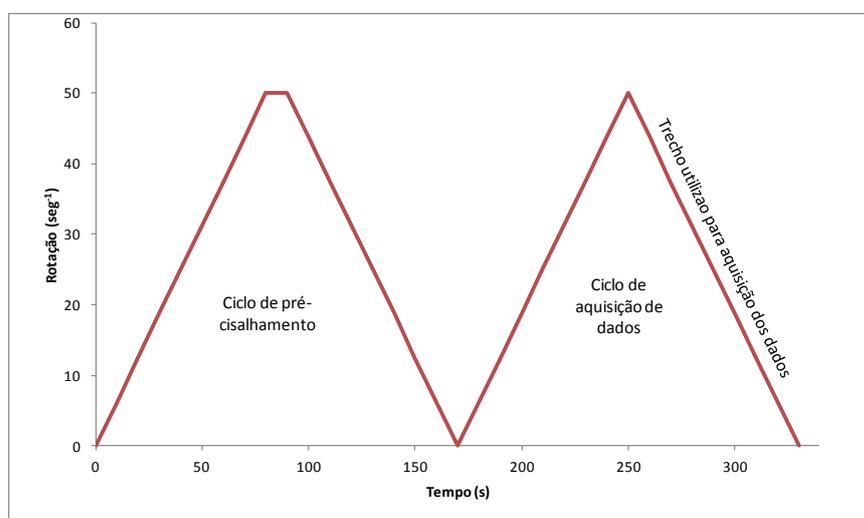
somente no trecho de desaceleração do segundo ciclo. Os autores mencionam que isto se faz necessário no intuito de minimizar os efeitos das eventuais diferenças de processo de mistura, deposição, transporte, entre outros fatores, que podem comprometer a repetibilidade dos resultados e, portanto, a confiabilidade dos mesmos.

Ao imprimir às amostras uma mesma “história de cisalhamento”, os autores buscam uniformizar as condições iniciais que permitam que a leitura dos resultados seja comparáveis entre si a partir dos parâmetros de entrada previamente definidos.

### 2.5.2.2 *Squeeze flow e pull out flow*

O ensaio denominado *Squeeze flow* é apresentado na bibliografia como uma solução rápida no intuito de caracterizar reologicamente fluidos, como as suspensões oriundas das mais diversas indústrias, como por exemplo a farmacêutica, a alimentícia ou a petroquímica. De acordo com Cardoso (2009), a vasta aplicação da técnica se deve ao fato de que o ensaio *Squeeze flow* pode evitar o surgimento de problemas comuns a avaliações reológicas, como a perda de contato entre o material e o equipamento que aplica a tensão de cisalhamento ou o entrelaçamento de fibras, entupimento de capilares, entre outros. Segundo Min, Erwin e Jennings (1994), condições semelhantes ao que se produz no ensaio podem ser observadas nos processos de mistura de pastas de cimento, argamassas e concretos e em processos de moldagem e extrusão. Além disso, os autores consideram que a pasta é frequentemente espremida entre os agregados de argamassas e concretos.

Figura 7 - Ciclos de cisalhamento em Wong e Kwan (2008c)



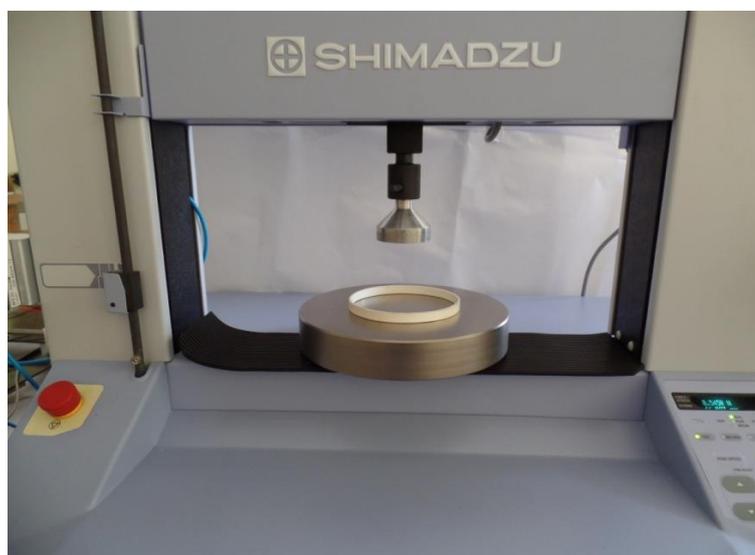
FONTE: (Wong e Kwan (2008c-adaptada)

De acordo com Costa (2006), no ensaio denominado *squeeze flow* a caracterização de argamassas colantes se dá pelo escoamento do material, que ocorre devido à aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra no estado fresco, fazendo com que o material sofra deslocamentos internos que, por sua vez, são devidos a esforços cisalhantes durante o fluxo. A Figura 8 mostra esquematicamente o conjunto de acessórios necessários à execução do ensaio.

O ensaio pode ser executado com controle de carga ou deslocamento, de acordo com as condições do equipamento adotado para tal. Contudo, a bibliografia consultada vem utilizando, de forma ampla, o controle de velocidade de deslocamento do pistão, com leitura da força resultante ou da tensão necessária para a impressão de tal deslocamento.

Uma grande variedade de condições de execução do ensaio pode influenciar a avaliação que se deseja efetuar, sendo necessário, em primeiro lugar, adequar o método básico ao tipo de material que se deseja analisar. É o caso do uso de contenção em materiais sem tensão de escoamento ou com valores extremamente baixos deste parâmetro, os quais não podem ser dispostos para a execução do ensaio sem que tenham seu fluxo iniciado antes da aplicação de qualquer valor de carregamento.

Figura 8 - Aspecto geral da montagem do ensaio



(FONTE: Marcelo Oliveira)

Também é importante que se avalie, a partir das condições de execução do ensaio, as implicações do modelo escolhido sobre as respostas esperadas. Por exemplo, a relação entre o

diâmetro da amostra (D) e a sua altura (h) interfere no tipo de deformação predominante no fenômeno (compressão ou cisalhamento). Também o atrito entre o material ensaiado e as placas que aplicam a compressão pode causar diferenças de comportamento ao longo da observação.

No trabalho de Cardoso (2009) o método *squeeze flow* foi aplicado de forma que o deslocamento das placas paralelas fosse controlado, registrando-se a força necessária para que se mantivesse a taxa de deslocamento escolhida. Contudo, o autor salienta que é possível que, mediante prévio planejamento, o ensaio mantenha controlada a taxa de variação da força aplicada, registrando-se a velocidade do deslocamento resultante. O autor definiu, para o seu trabalho, o ensaio com deslocamento controlado, justificando a escolha pelo fato de que seu objetivo era o de estudar reologicamente argamassas de revestimento, sendo que este método se adequaria melhor à análise do material por aproximar-se da situação real em que o material seria utilizado.

De acordo com Meeten (2004) apud Oliveira (2015), “o princípio do método está no fato de que a deformação efetiva do material ocorre por cisalhamento radial quando a razão entre o diâmetro e a espessura da amostra for elevada ( $D/h \gg 5$ )”. Ou seja, a amostra sofre deformação por cisalhamento na direção transversal à aplicação da carga. Contudo, este fenômeno somente se verifica se as condições geométricas permitirem.

Min, Erwin e Jennings (1994) demonstraram, em trabalho pioneiro sobre o uso do *squeeze flow* na caracterização de materiais cimentícios, que as condições experimentais definidas *a priori* interferem sobremaneira nos resultados observado durante o ensaio.

O uso de molde restritivo ao fluxo sob peso próprio é necessário à maioria dos materiais cimentícios, como mencionado por Min, Erwin e Jennings (1994), devido à sua impossibilidade de manter-se sem fluxo sob ação única da força gravitacional. Segundo os autores, a inclusão de um molde resulta na ação de uma força de parede nas bordas da amostra que não é bem conhecida. Além da inclusão do molde, este procedimento traz outra diferença em relação a geometrias tradicionais do ensaio. Trata-se do fato de que naquelas geometrias a amostra possui diâmetro menor do que o das placas que a comprimem. Tal diferença, segundo os autores, introduz efeitos na leitura das propriedades que precisam ser melhor conhecidos.

O referido trabalho propõe, então, avaliar a influência da variação da relação entre o diâmetro da placa superior e o molde restritivo na leitura das propriedades reológicas de pastas cimentícias através do uso de um diâmetro fixo da placa superior e quatro diferentes diâmetros do molde restritivo. Os dados demonstraram que o efeito do molde restritivo pode ser negligenciado para relações entre os diâmetros da placa superior e do molde restritivo maiores do que 1,7 (MIN, ERWIN E JENNINGS, 1994).

Em Costa (2006) a autora indica que a relação entre o diâmetro da amostra e sua altura deva ser superior a 5,0; sendo que, no referido trabalho, foi utilizado um molde restritivo de 10mm de altura e 50mm de diâmetro. Costa (2006) adotou um artifício experimental de forma a não ferir a indicação de Min, Erwin e Jennings (1994). A autora utilizou moldes partidos em 4 partes, de forma que estas partes pudessem movimentar-se sem oferecer restrição ao fluxo devido ao esforço imprimido pelo punção, o que vem a, se não eliminar, minimizar o efeito da ação das paredes do molde restritivo.

Outra interferência investigada por Min, Erwin e Jennings (1994) foi a condição de atrito entre a placa superior e a superfície da amostra. Para tal, os autores utilizaram 3 condições de atrito entre a placa e a amostra, a saber: condição sem lubrificante, com lubrificante (sem atrito) e com lixa cobrindo a placa superior (com atrito). A conclusão dos autores é de que as condições com e sem lubrificante não apresentaram diferenças significativas a não ser nos pontos iniciais do ensaio. Apesar disso, e pela facilidade de aplicação, os autores optaram por adotar nos passos seguintes da pesquisa o uso do lubrificante à base de Teflon na placa superior.

Assim, Min, Erwin e Jennings (1994) apresentam os resultados a partir da curva  $\sigma \times \dot{\epsilon}$  (*Tensão normal X Deformação aparente*), em que a deformação aparente é definida a partir da equação (23).

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{\dot{h}}{h(t)} \quad (23)$$

Na equação (23)  $\dot{h}$  é a velocidade constante da placa superior, sendo que os autores apresentam seus resultados em escala logarítmica.

Desta forma o perfil reológico do material ensaiado pode ser descrito como uma forma aproximada de ‘S’ (MIN, ERWIN E JENNINGS, 1994), que pode ser dividida em 3 regiões diferentes, conforme apresentado esquematicamente na Figura 9 (CARDOSO *et al*, 2005).

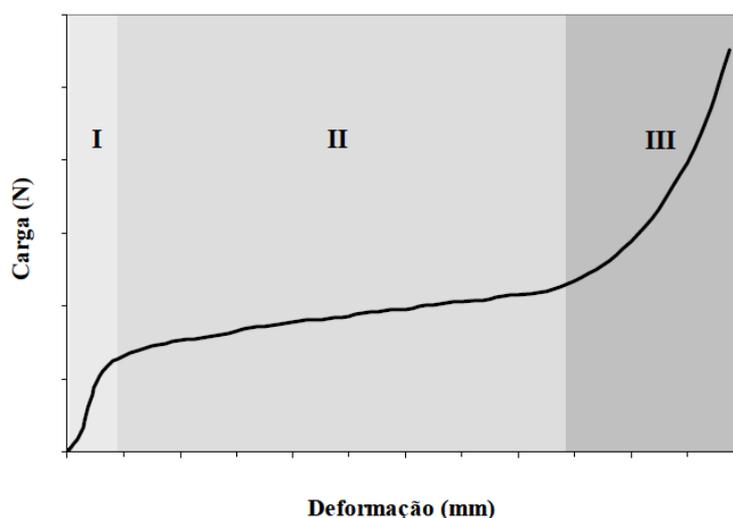
Cardoso *et al* (2005) citam o Estágio I como aquele em que as deformações são pequenas e a relação entre carregamento e deformação é linear, concluindo que o material se comporta como um sólido. Min, Erwin e Jennings (1994) indicam que a “Região I” será tanto maior quanto maior for a velocidade de deslocamento escolhida.

O Estágio II é caracterizado por uma deformação plástica com um pequeno aumento da tensão necessária para tal. De acordo com Cardoso *et al* (2005), em “deslocamentos intermediários, a compressão resulta em deformação radial alongacional e de cisalhamento”, o que supera o conjunto de forças que condicionavam o comportamento elástico do material. De

acordo com Min, Erwin e Jennings (1994), este comportamento contrasta com aquele observado em análises de fluxo por cisalhamento para pastas de cimento, pois nestes casos o material sofre uma quebra de sua estrutura granular após um ponto de escoamento com um alto valor de tensão.

O Estágio III caracteriza-se pelo surgimento de grandes deformações acompanhadas de aumento significativo das tensões normais (MIN, ERWIN E JENNINGS, 1994). Ainda segundo Min, Erwin e Jennings (1994), a localização do início do Estágio III dependerá do valor da taxa de deslocamento do pistão sendo que para valores baixos de velocidade de deslocamento serão observados os menores valores de deformação que dão início a este estágio. Cardoso *et al* (2005) relacionam o aumento da carga necessária ao aumento (constante) das deformações ao movimento de aproximação entre as partículas sólidas existentes no material, o que vem a gerar forças restritivas devido ao “embricamento ou entrelaçamento” desses grãos. Kudo (2012) afirma que o Estágio III “equivale ao enrijecimento por deformação”, termo citado também por Min, Erwin e Jennings (1994).

Figura 9 - Perfil típico de carga vs. deslocamento de um ensaio de squeeze-flow realizado com deslocamento controlado



Fonte: (CARDOSO *et al*, 2005)

No trabalho de Min, Erwin e Jennings (1994) o equacionamento do método *squeeze flow* mostrou que, no Estágio I (trecho linear), os resultados estão de acordo com os de ensaios de fluxo cisalhante (reometria), mas nos trechos II e III existe uma diferença de comportamento.

Os autores referem-se a esse fenômeno com a expressão “*strain hardening*”, ou seja, conforme se aumenta o deslocamento do prato superior, há um enrijecimento da argamassa. De modo oposto, no fluxo cisalhante há o que os autores chamem de “*strain softening*”, ou seja, o aumento do cisalhamento causa um amolecimento da mistura.

A formação do perfil reológico a partir do ensaio *squeeze flow* é dependente de fatores diversos relativos à mistura proposta, ou seja, sua composição, como conjunto de materiais sólidos e água, à velocidade de aplicação da carga, às eventuais reações físico-químicas já desencadeadas no momento da aplicação da carga, entre outros fatores.

Toutou; Roussel e Lanos (2005) apud França (2013) afirmam que “a tensão aparente de pastas de cimento submetidas a ensaios de *squeeze-flow* aumenta em baixa velocidade de compressão devido à drenagem do líquido através do esqueleto granular”, pois o “líquido tem tempo suficiente para mover-se, então o excesso de pressão da água no poro é dissipado aumentando a tensão de cisalhamento. Isso acontece muito menos quando as placas se movem em alta velocidade, o líquido permanece no mesmo lugar.” Tais afirmações vêm ao encontro do que foi mencionado anteriormente. O escoamento do líquido intragranular é mais ou menos facilitado a depender, em primeiro lugar, justamente da quantidade de água presente no momento do ensaio. A partir da relação entre água e materiais sólidos granulares se dá uma maior ou menor mobilidade da fase aquosa da mistura. Um fator importante neste cenário será, então, a área a ser umedecida pela fase aquosa.

Juntamente com a quantidade de água presente, a área superficial da mistura composta por partículas de diferentes tamanhos representa um aspecto importante de avaliação da mistura. Kwan e Wong (2008) apresentaram o conceito de teor de água em excesso em misturas de materiais cimentícios como aquela quantidade de água além da estritamente necessária para o preenchimento dos vazios entre os grãos. Também Kwan, Fung e Wong (2010) utilizaram o conceito de espessura média de película de água em torno dos grãos, como a relação entre o teor de água em excesso e a área superficial dos grãos.

Também podem ser detectados outros fatores relativos ao comportamento de misturas granulares frente à ação de uma força de compressão, como as características da fase aquosa e o formato aparente das próprias partículas. Neste sentido, Estellé *et al* (2008) utilizaram o método do *squeeze flow* para investigar propriedades de suspensões concentradas, com o objetivo de identificar os efeitos da evolução da energia nas propriedades de fluxo das suspensões e detectar a evolução do contato intergranular. Os autores utilizaram a metodologia para avaliar uma suspensão de esferas de vidro em um gel newtoniano, variando-se a concentração das partículas. Os autores excluíram os fatores viscosidade da fase aquosa e forma

e tamanho das partículas, devido ao fato de os mesmos exercerem forte influência nos resultados. Afirmam, também, que o comportamento do conjunto granular consiste em deformações elásticas e plásticas das partículas e seu rearranjo durante o fluxo, com contribuições devidas às colisões e a à fricção entre as partículas, e que, durante o teste em suspensões concentradas, a diminuição da altura da amostra reduz conseqüentemente a distância entre as partículas, o que aumenta o contato e a interação entre as mesmas.

Estellé *et al* (2008) concluíram, afinal, que a concentração volumétrica das partículas em suspensão influenciou diretamente no comportamento reológico do material. As misturas com menores concentrações tiveram seu perfil muito similar ao do próprio gel, ou seja, um fluido homogêneo. Já as misturas com maiores concentrações tiveram seu comportamento alterado para o de um fluido heterogêneo.

Para Oliveira *et al* (2015), o método do *squeeze flow* aparenta sensibilidade quanto ao período de consolidação das argamassa colantes investigadas, o que foi evidenciado por um aumento de carga com o passar do tempo após a mistura. Menciona-se, ainda, que a metodologia é capaz de diferenciar o tipo de mistura proposta, o que, no caso daquele trabalho, relaciona-se com o tipo de argamassa comercial utilizada na pesquisa, ou seja, ACI, ACII ou ACIII. Além disso, observou-se diferenças de comportamento entre diferentes fabricantes.

O ensaio denominado *pull out flow* é o procedimento adotado após o término da análise do *squeeze flow* sobre a mesma amostra, invertendo-se o sentido o movimento do pistão da placa superior do aparato. Oliveira (2015) o relaciona com propriedades ligadas à adesividade da argamassa, ou seja, a capacidade do material, no estado fresco, de aderir a outras superfícies após ser pressionado com alguma intensidade. Em Kaci *et al* (2011) afirma-se que o material submetido em seu estado fresco a um força de tração, tal qual ocorre no ensaio *pull out flow*<sup>5</sup>, tem solicitadas suas propriedades adesivas, tais como a coesão e a aderência, e que tais propriedades são qualitativamente relacionadas ao comportamento reológico do material.

Em Dias e Miranda (2012) o teste é definido, na sua versão placa-placa (*plate-plate*), pela disposição de uma amostra de fluido entre duas placas paralelas e planas, aplicando-se uma taxa de movimento à placa superior e registrando-se a força necessária para isso. Segundo os autores, o resultado do processo é uma “curva força-distância<sup>6</sup>” que deverá quantificar a resistência de adesividade do fluido em estudo como uma função do deslocamento da placa superior.

---

<sup>5</sup> Os autores se referem ao ensaio *pull out flow* pelo termo “*the probe tack test*”.

<sup>6</sup> A distância mencionada por Dias e Miranda (2012) refere-se ao afastamento entre as duas placas paralelas do aparato.

Segundo Kaci *et al* (2011), os testes de tração similares ao *pull out flow* são usados para investigar fenômenos de ruptura dinâmica de fluidos, particularmente o fenômeno denominado instabilidade de Saffman-Taylor, o qual aparece quando duas placas paralelas são separadas possuindo entre elas um fluido Newtoniano ou Não-Newtoniano.

Já no trabalho de Poivet *et al* (2004) menciona-se que há indícios de que este tipo de ensaio mostra que líquidos viscosos desenvolvem um comportamento transitório entre o regime de Saffman-Taylor e o regime de cavitação durante a aplicação da força. Tal caracterização dependerá da velocidade de tração, entre outros fatores, sendo que este comportamento se manifesta no processo de alívio das tensões aplicadas.

Lindner, Derks e Shelley (2005), em estudo dos padrões de Saffman-Taylor em filmes adesivos submetidos ao *probe-tack test*, observam que a formação de tais padrões tendem a acelerar a “descolagem” dos adesivos. Também salientam que o perfil descrito pela curva força-deslocamento do ensaio pode caracterizar o material em estudo sob tensão, e que seu formato dependerá dos mecanismos microscópicos de descolagem. Porém, os autores afirmam também que o mecanismo de ruptura representa um fenômeno bastante complexo e que a curva obtida é de difícil interpretação frente aos diferentes fenômenos físicos envolvidos.

Dias e Miranda (2012) abordam a questão da variação dos parâmetros de entrada do processo, ou seja, a viscosidade do fluido e a velocidade do deslocamento da placa superior, sob a ótica do efeito da inércia do fluido na formação dos padrões de Saffman-Taylor. Segundo os autores, estudos demonstram que a conjunção de baixas viscosidades do fluido com maiores velocidades conduzem para uma maior importância da inércia do fluido nos fenômenos de formação dos padrões mencionados.

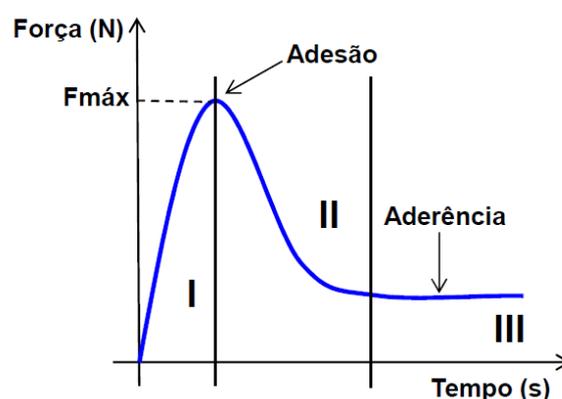
O processo descrito acima se reflete no formato genérico da curva apresentada no trabalho de Kaci *et al* (2011) através da Figura 10 descrevendo genericamente a fenomenologia do ensaio. O diagrama é dividido em 3 trechos, os quais são relacionados com os movimentos da pasta durante a subida da placa superior. Poivet *et al* (2004) afirmam que o trecho pós pico será desenvolvido de forma relacionada com o regime de alívio de tensões mencionados anteriormente.

O trecho I na Figura 10 é caracterizado por um aumento da força aplicada. A argamassa apresenta, principalmente, comportamentos elástico e visco-elástico. Ao final do trecho I a amostra apresenta o pico de carga o qual é relacionado com a adesividade do material, ou ainda sua resistência de adesão. O trecho II apresenta ruptura e fluxo interno da amostra contra as placas que estão se afastando. O decréscimo da força nesse trecho representa a ruptura dinâmica da argamassa. O trecho III é iniciado após o processo de ruptura estar concluído. O patamar que

caracteriza o trecho III está relacionado com a quantidade de material que permanece aderido à placa superior e, portanto, com a resistência de aderência do material (KACI *et al*, 2011).

Ainda segundo o trabalho de Kaci *et al* (2011), a força de pico, ou seja, o máximo valor do esforço aplicado na separação das placas, relaciona-se com uma propriedade dinâmica do material, a dissipação viscosa, e uma propriedade estática, a coesão. Estas duas propriedades podem ainda ser relacionadas com forças intermoleculares e capilares. No sentido em que o movimento de afastamento entre as placas, agregado à aderência da argamassa nas mesmas, provoca movimentos internos relativos entre pasta e agregados, parece claro que esforços de sucção devam ser mobilizados e que resistências internas tendam a impedir tal movimento.

Figura 10 - Forma genérica de gráfico resultante do *pull out flow* Força X Tempo



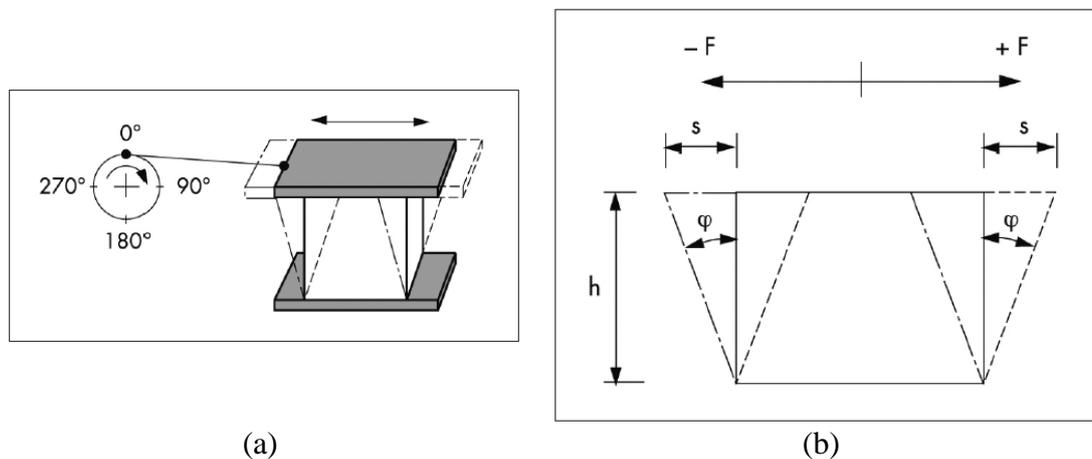
Fonte: (Kaci *et al*, 2011)

Salienta-se que através do ensaio *pull out flow* é possível determinarem-se parâmetros comparativos de propriedades adesivas das argamassas, quais sejam, adesão, através da força máxima de separação entre as placas, aderência pelo comportamento do material pós-ruptura da amostra, e coesão, pelo comportamento do material em estado de repouso, ou seja, velocidade nula. Tais propriedades representam importantes características dos materiais cimentícios, em especial das argamassas colantes.

### 2.5.2.3 Reometria oscilatória

Os testes oscilatórios que, segundo Mezger (2014), também denominados de “análise dinâmica mecânica” (sigla em inglês: *DMA*), representam um método de ensaio aplicável a uma grande gama de materiais desde líquidos com baixa viscosidade até sólidos rígidos. O teste representa a aplicação direta do modelo de placas paralelas, conforme mostrado na Figura 11 (a) que apresenta esquematicamente o modelo em que a placa superior é conectada a um volante. O movimento do volante em torno do seu eixo provoca o movimento oscilatório da placa superior em relação à placa inferior estacionária. A amostra contida entre as placas tem altura " $h$ " igual à distância entre as placas. Nestas condições, a placa superior descreve uma trajetória que vai da posição inicial com deflexão nula ( $s = 0$ ), alternando entre as deflexões máximas  $+s$  e  $-s$  assumindo nessas posições os ângulos de deflexão máximos  $+\varphi$  e  $-\varphi$  respectivamente (Figura 11 (b)).

Figura 11 - (a) Modelo de placas paralelas em testes oscilatórios; (b) Amplitude da deflexão e ângulos de deflexão



Fonte: (Mezger, 2014)

São consideradas as condições de cisalhamento do modelo de placas paralelas na definição dos ensaios oscilatórios, ou seja, existe uma perfeita adesão entre a amostra e as placas superior e inferior, e a deformação imposta pela deflexão da placa superior ( $s$  e  $\varphi$ ) ocorre de forma homogênea ao longo da altura  $h$  da amostra. Nestas condições, considera-se válido o exposto nas Equações (24) e (25).

$$\pm\tau = \pm\frac{F}{A} \quad (24)$$

$$\pm\gamma = \pm\frac{s}{h} = \pm\tan\varphi \quad (25)$$

Quando se submete um material elástico perfeito a testes oscilatórios, conforme descrito acima, a amostra tem seu comportamento regido pela lei de Hooke, conforme a Equação (26):

$$\tau(t) = G^* \cdot \gamma(t) \quad (26)$$

Na equação (26)  $G^*$  é o módulo complexo ao cisalhamento do material em questão, e  $\tau(t)$  e  $\gamma(t)$ , são as funções no tempo impostas à amostra por conta da oscilação da placa superior. Neste caso, Mezger (2014) descreve a fenomenologia que ocorre observando a amostra de material perfeitamente elástico submetida a um teste oscilatório através da Figura 12.

Na descrição do autor, quando o volante encontra-se na posição com ângulo de rotação igual a  $0^\circ$  ou  $180^\circ$ , a deformação por cisalhamento e a tensão de cisalhamento são nulas ( $\gamma(t) = 0$  e  $\tau(t) = 0$ ), mas nesta posição a velocidade do movimento é máxima e, portanto, a taxa de deformação também assume seu valor máximo ( $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}max$ ). Porém, quando o volante atinge os ângulos de rotação iguais a  $90^\circ$  e  $270^\circ$ , as grandezas mencionadas assumem seus valores máximos ( $\gamma(t) = \pm\gamma(t)max$  e  $\tau(t) = \pm\tau(t)max$ ), sendo que a taxa de deformação, neste momento, assume o valor nulo ( $\dot{\gamma} = 0$ ), visto que a placa superior tem sua trajetória invertida e, portanto, velocidade nula

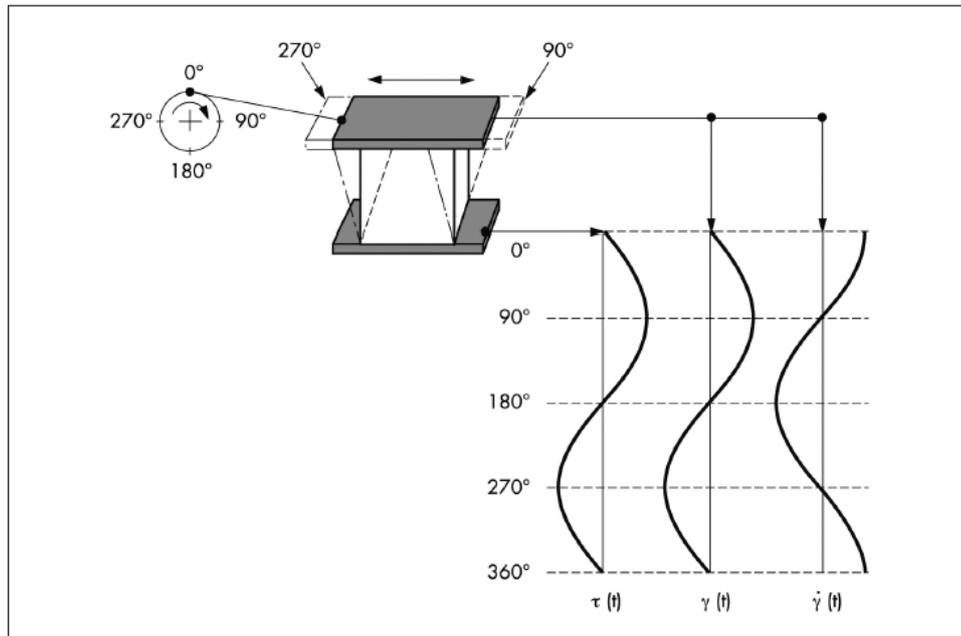
Nesse caso diz-se que as funções  $\gamma(t)$  e  $\tau(t)$  encontram-se em fase, ou seja, não existe defasagem entre a aplicação da força ou tensão e o surgimento da respectiva deformação. As funções geradas neste caso são do tipo senoidal conforme a Equação (27) que apresenta a função oscilatória para a deformação por cisalhamento.

$$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \text{sen } \omega t \quad (27)$$

Na Equação (27)  $\gamma_A$  é amplitude máxima da deformação, ligada à máxima deflexão da placa superior, e  $\omega$  é a frequência angular do movimento.

Como a taxa de deformação  $\dot{\gamma}(t)$  representa a derivada no tempo de  $\gamma(t)$ , sua função cosseno é a que se apresenta na Equação (28), ficando clara a defasagem entre as duas funções para o caso dos materiais perfeitamente elásticos.

Figura 12 - Teste oscilatório para material elástico



Fonte: (Mezger, 2014)

$$\dot{\gamma}(t) = \gamma_A \cdot \omega \cdot \cos\omega t \quad (28)$$

No caso dos materiais viscosos ideais, Mezger (2014) apresenta a Lei de Newton aplicada aos fenômenos oscilatórios (Equação (29)).

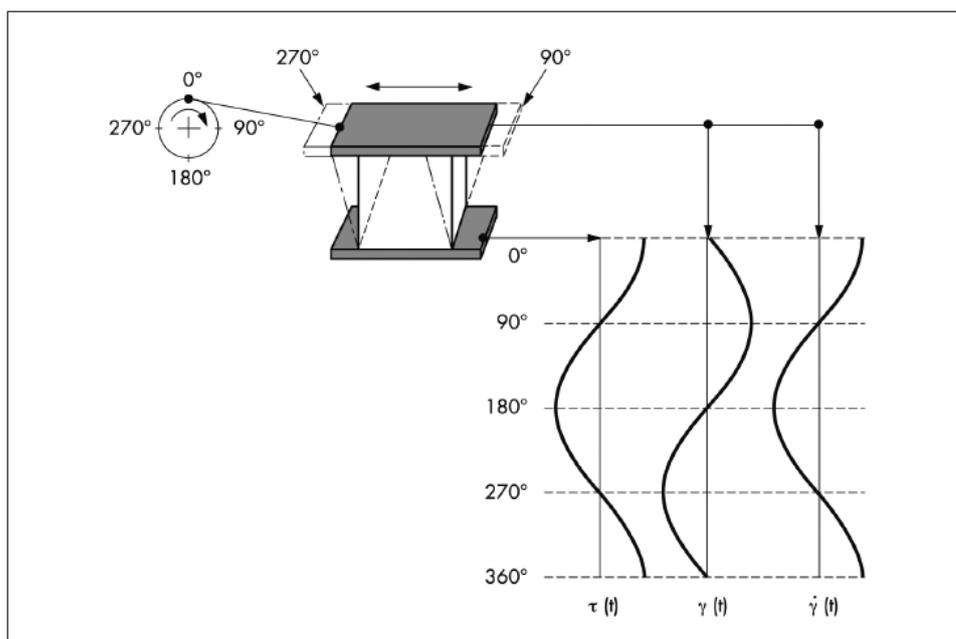
$$\tau(t) = \eta^* \cdot \dot{\gamma}(t) \quad (29)$$

Na Equação (29),  $\eta^*$  é a viscosidade complexa do material em estudo. O esquema do fenômeno oscilatório é apresentado na Figura 13

Tem-se, no caso dos materiais viscosos, uma defasagem entre a função que descreve a oscilação da tensão de cisalhamento  $\tau(t)$  e a que descreve a deformação de cisalhamento  $\gamma(t)$ . Esta defasagem para este tipo de material é de  $90^\circ$ . Diz-se, então que o ângulo de fase  $\delta=90^\circ$ .

Considera-se, a partir do exposto que, no que se refere a uma análise oscilatória, materiais viscosos e elásticos situam-se em dois extremos opostos de um espectro relacionado ao comportamento reológico. Com efeito, o parâmetro que define este posicionamento é o ângulo de fase  $\delta$  entre a tensão de cisalhamento  $\tau(t)$  e a deformação de cisalhamento  $\gamma(t)$ .

Figura 13 - Teste oscilatório para material viscoso



Fonte: (Mezger, 2014 - adaptada)

Quando a análise é feita considerando um material viscoelástico, o ângulo de fase  $\delta$  assumirá um valor intermediário, ou seja,  $0^\circ \leq \delta \leq 90^\circ$ . Desta forma, o estudo de um material viscoelástico utilizando testes oscilatórios apresentará o componente do ângulo de fase  $\delta$  nas funções que definem seu comportamento.

Mezger (2014) menciona que os testes oscilatórios podem ser conduzidos a partir do controle da tensão de cisalhamento, obtendo como resultado a deformação de cisalhamento, ou, ao contrário, controlando-se a deformação por cisalhamento e medindo-se a tensão necessária para a obtenção da primeira. Resumidamente apresenta-se as funções de entrada (controladas) e as funções resultantes para cada uma das situações mencionadas na Tabela 3.

Aplicando a Lei de Hooke em sua forma complexa, como na Equação (26), tem-se a Equação (30). Como já mencionado,  $G^*$  o módulo complexo do material, medido a partir de

testes oscilatórios compostos de duas parcelas denominadas de **módulo de armazenamento** ( $G'$ ) e **módulo de perda** ( $G''$ ).

Tabela 3 - Funções de entrada e resultantes em testes oscilatórios

Tipo de Teste	Função de entrada	Função resultante
Deformação controlada	$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \text{sen}(\omega t)$	$\tau(t) = \tau_A \cdot \text{sen}(\omega t + \delta)$
Tensão controlada	$\tau(t) = \tau_A \cdot \text{sen}(\omega t)$	$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \text{sen}(\omega t + \delta)$

$$G^* = \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} \quad (30)$$

O módulo de armazenamento  $G'$  “é a medida da energia de deformação armazenada pela amostra durante o processo de cisalhamento” (MEZGER, 2014). O autor ainda menciona que, após removida a força que causou a deformação por cisalhamento, esta energia passa a atuar no sentido de restaurar a forma original do material.  $G'$ , então, representa a parcela elástica do comportamento do material ao cisalhamento.

A parcela denominada módulo de perda ( $G''$ ) representa a medida da energia de deformação consumida na amostra durante o processo de cisalhamento. Esta energia não estará disponível após a retirada da carga de cisalhamento, de forma que a parcela de deformação a ela atribuída será permanente. Diz-se, então, que  $G''$  representa a parcela viscosa do comportamento do material.

A relação entre a parcela viscosa ( $G''$ ) e a parcela elástica ( $G'$ ) do comportamento viscoelástico do material é denominado “fator de amortecimento” (*damping factor*), e é representada pela tangente do ângulo de fase  $\delta$ , como apresentado na Equação (31).

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad (31)$$

A partir da definição do fator de amortecimento  $\tan \delta$ , define-se nas Equações (32), (33) e (34) uma série de relações trigonométricas entre as grandezas mencionadas.

$$G' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \cdot \cos \delta \quad (32)$$

$$G'' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \cdot \sen \delta \quad (33)$$

$$|G^*| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2} \quad (34)$$

Ao aplicar-se a lei de Newton relacionada a processos oscilatórios, como na Equação (29) define-se de forma análoga a viscosidade complexa do material, como na Equação (35).

$$\eta^* = \frac{\tau(t)}{\dot{\gamma}(t)} \cdot \cos \delta \quad (35)$$

A partir desta definição, pode-se relacionar a viscosidade complexa ( $\eta^*$ ) com o módulo complexo ( $G^*$ ) através de seus valores de módulo, como na Equação (36).

$$|G^*| = \omega \cdot |\eta^*| \quad (36)$$

As Equações (37), (38), (39) e (40) apresentam as relações trigonométricas envolvendo a viscosidade complexa e o módulo complexo do comportamento viscoelástico do material.

$$\eta' = \frac{G''}{\omega} = \frac{\tau_A \cdot \sen \delta}{\gamma_A \cdot \omega} \quad (37)$$

$$\eta'' = \frac{G'}{\omega} = \frac{\tau_A \cdot \cos \delta}{\gamma_A \cdot \omega} \quad (38)$$

$$|\eta^*| = \sqrt{(\eta')^2 + (\eta'')^2} \quad (39)$$

$$\tan \delta = \frac{\eta'}{\eta''} \quad (40)$$

No trabalho de Mezger (2014) encontra-se uma versão da Tabela 4, a qual descreve o já referido espectro formado pelo comportamento reológico dos materiais, indo desde o material perfeitamente viscoso até o material perfeitamente elástico.

Os testes oscilatórios, a exemplo da reometria rotacional e do *squeeze flow*, podem ser conduzidos a partir de dois modelos básicos.

Os testes em que o equipamento controla, sob comando do usuário, a deformação imposta à amostra ( $\gamma$ ) são denominados ‘testes de deformação controlada’ (sigla em inglês *CSD* – *controlled shear deformation*). Nestes casos, retornam como resposta a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ), resultante da deformação imposta, e o ângulo de fase ( $\delta$ ).

Tabela 4 - Classificação do comportamento viscoelástico dos materiais

Comportamento viscoso perfeito	Comportamento de líquido viscoelástico	Comportamento viscoelástico com equilíbrio viscoso/elástico	Comportamento de gel ou sólido viscoelástico	Comportamento elástico perfeito
$\delta = 90^0$	$90^0 > \delta > 45^0$	$\delta = 45^0$	$45^0 > \delta = 0^0$	$\delta = 0^0$
$\tan\delta \rightarrow \infty$	$\tan\delta > 1$	$\tan\delta = 1$	$\tan\delta < 1$	$\tan\delta \rightarrow 0$
$G' \rightarrow 0$	$G'' > G'$	$G'' = G'$	$G' > G''$	$G'' \rightarrow 0$

Fonte: (Mezger, 2014 - adaptada)

Nos testes em que o equipamento é programado para controlar a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ), que são denominados ‘testes de tensão controlada’ (sigla em inglês *CSS* – *controlled shear stress*), retornam ao usuário como resposta a deformação de cisalhamento resultante ( $\gamma$ ) e o ângulo de fase ( $\delta$ ).

Desta forma, a realização dos testes oscilatórios retorna ao usuário tão somente duas grandezas fundamentais do material em estudo, a depender da metodologia escolhida. Todos os outros parâmetros podem ser calculados através da formulação apresentada.

De forma acessória às análises descritas acima, os testes de reometria oscilatórios podem ser projetados de forma a proceder outros procedimentos de caracterização dos materiais em estudo. Um bom exemplo deste caso é a análise de varredura, destinada, entre outros fins, a determinar a região viscoelástica linear (RVL) do material em estudo. No trabalho de Romano *et al* (2014), os autores utilizaram a técnica para avaliar o processo de consolidação de suspensões cimentícias mistas.

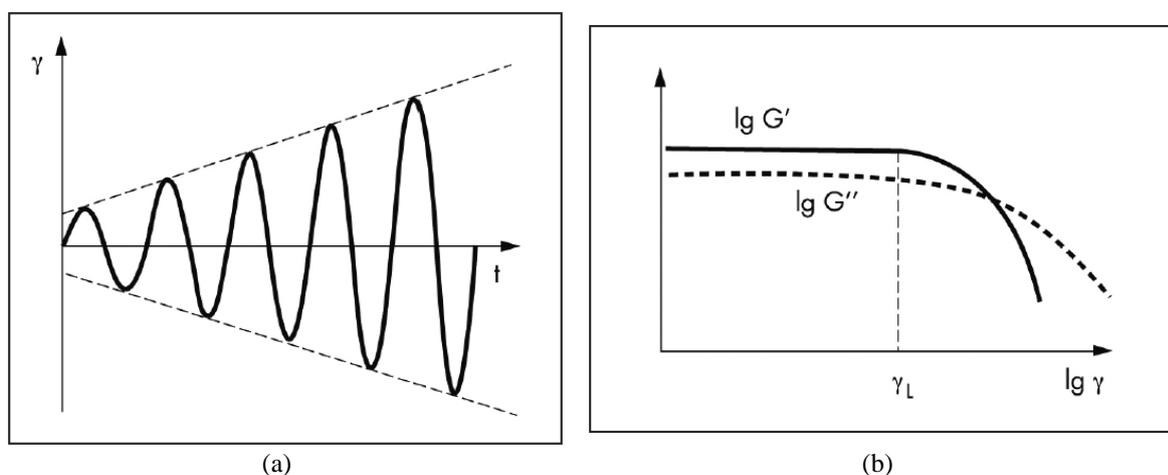
A região viscoelástica linear é também mencionada em Mezger (2014). O autor aborda o assunto como uma ferramenta de caracterização de estruturas de materiais. Trata-se de uma

consequência de uma propriedade intrínseca dos materiais que apresentam valores constantes dos módulos de armazenamento ( $G'$ ) e de perda ( $G''$ ), quando estes são medidos variando a deformação de cisalhamento ( $\gamma$ ). Na metodologia descrita adota-se um aumento de  $\gamma$  a partir de uma variação que segue a Equação (41), onde  $\omega$  é a velocidade angular utilizada no ensaio, mantida constante.

$$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \text{sen}(\omega t) \quad (41)$$

Na equação (41) a amplitude da deformação é variável no tempo, sendo então definida como  $\gamma_A = \gamma_A(t)$ . A Figura 14(a) mostra o desenvolvimento do ensaio através da variação da amplitude de  $\gamma$ . Na Figura 14(b) é apresentado o comportamento de  $G'$  e  $G''$ , enquanto o ensaio é desenvolvido conforme exposto acima.

Figura 14 - (a) Aumento da amplitude em testes de varredura. (b) Perfil típico de teste de varredura



Fonte: (Mezger, 2014 - adaptada)

Conforme pode ser visto na Figura 14(b), existe um patamar com valores constantes de  $G'$  e  $G''$ , enquanto evolui o valor de  $\gamma$ . O final deste patamar, marcado com  $\gamma = \gamma_L$ , representa o final da RVL.

Do ponto de vista físico, a RVL representa a faixa de valores de  $\gamma$  em que o material apresenta o comportamento viscoelástico linear, ou seja, comporta-se tanto de acordo com a lei de Hooke na sua porção elástica, como com a lei de Newton na sua parcela viscosa.

Romano *et al* (2014), ao apresentarem tal abordagem, justificaram que a avaliação da consolidação através desta técnica somente poderia ser válida garantindo-se a análise dentro da RVL ( $\gamma = 10^{-4}$ ) de forma que o ensaio não acabe por romper as ligações construídas ao longo do processo de consolidação.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia definida para que se alcance os objetivos traçados no item **1.3** divide-se em três abordagens básicas. Em primeiro lugar, a partir das variáveis independentes definidas no item **3.1**, foi elaborado o planejamento experimental, o qual dá conta de abordar uma ampla gama de tipos de argamassas colantes no que toca à relação entre seus componentes, definindo, portanto, o universo de avaliação a ser empreendida.

A primeira análise a ser desenvolvida relaciona o método experimental escolhido (reometria oscilatória) e as grandezas dele extraídas, com o período experimental determinado. Busca-se, neste ponto, descrever o processo de consolidação das argamassas colantes a partir de suas propriedades reológicas adquiridas ao longo de cada ensaio e a forma de variação das mesmas, respondendo, assim, as questões de estudo *i* e *ii*.

A seguir as variáveis de resposta são avaliadas a partir de seus valores quantitativos quanto à influência que sofrem das relações entre seus componentes, ou seja, busca-se responder às questões de estudo *iii*, *iv* e *v* através de análise estatística e qualitativa, no intuito de dotar as respostas de nível de significância adequado.

Também buscou-se correlacionar as condições de empacotamento das misturas anidras com as variáveis independentes e com as respostas obtidas na análise reológica. Desta forma, em resposta à questão de estudo *vi*, o trabalho tenciona abordar outro caminho na análise das misturas granulares, em particular as argamassas colantes, que permita compreender o seu comportamento no estado fresco e, por consequência, no estado endurecido, a partir de sua composição granular.

#### 3.1 DEFINIÇÃO DAS VARIÁVEIS E PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

As variáveis escolhidas para a abordagem do estudo ora proposto relacionam os componentes das argamassas colantes entre si, ou seja, são avaliados o teor de umidade, a relação entre o cimento e o agregado e entre o cimento e cada um dos polímeros utilizados.

A metodologia de planejamento dos experimentos adotada, descrita em detalhes no trabalho de Rodrigues e Iemma (2005), busca, principalmente, aumentar a confiabilidade dos resultados, o que vem em auxílio da qualidade das conclusões acerca dos mesmos resultados, otimizando o uso dos recursos destinados à execução do trabalho, bem como o tempo destinado ao uso de equipamentos, dos laboratórios envolvidos e o dos próprios pesquisadores.

Assim, o Delineamento Composto Central Rotacional - DCCR escolhido passou pelas seguintes etapas:

- i*- definição das variáveis a serem abordadas;
- ii*- definição do número de níveis a serem utilizados na variação de cada uma das variáveis;
- iii*- codificação dos valores relativos aos níveis escolhidos de acordo com a Tabela 5;
- iv*- cálculo a partir dos valores codificados limites (-1 e +1) de cada variável, dos valores intermediário (0) e dos valores axiais ( $-\alpha$  e  $+\alpha$ ). Este procedimento faz-se por interpolação linear;
- v*- construção da matriz de valores codificada e decodificada de cada uma das variáveis, como na Tabela 5.

O planejamento fatorial determinado neste procedimento equivale a  $2^n$ , abrangendo 2 níveis de variação (-1 e +1 em valores codificados) para  $n$  variáveis.

Como são propostas 4 variáveis independentes, o número de combinações necessárias para a análise dos dados será:

$$2^4 = 16 \text{ experimentos fatoriais}$$

3 experimentos de ponto central

8 experimentos axiais

TOTAL: 27 experimentos

Tabela 5 - Codificação do planejamento fatorial adotado

CÓDIGO	DESCRIÇÃO
$+\alpha$	Valor axial máximo da variável
+1	Valor fatorial máximo da variável
0	Valor intermediário da variável – ponto central
-1	Valor fatorial mínimo da variável
$-\alpha$	Valor axial mínimo da variável

Os pontos axiais são determinados a partir da escala codificada pelo parâmetro  $\alpha$ , dado pela equação (42).

$$\alpha = (2^n)^{\frac{1}{4}} = 2,0 \quad (42)$$

Ou seja, os limites axiais inferior e superior serão  $-2,0$  e  $+2,0$  respectivamente. Estes pontos axiais serão, então, lançados na matriz de experimentos para cada variável independente e cruzados com o ponto central das demais variáveis.

Define-se, então, o uso de 4 variáveis independentes, quais sejam:

- 1 Teor de umidade – definida em 2 níveis fatoriais, 1 ponto central e 2 pontos axiais, adotando-se um espectro de teores em que as umidades básicas no empacotamento de cada uma das misturas estejam contempladas, conforme exposto no item 2.4. Os valores definidos para os teores de umidade são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Valores de umidade utilizados

Valor codificado	Valor real
-2	0,46
-1	0,58
0	0,69
+1	0,81
+2	0,92

A definição das umidades básicas de cada uma das misturas foi efetuada em ensaios prévios utilizando o *WPM*, apresentado na revisão da bibliografia com referência ao trabalho de Wong e Kwan (2008a) e nos artigos correlatos do mesmo grupo de pesquisa, já referenciados.

Os teores de umidade foram definidos considerando a relação volumétrica entre a água e os componentes sólidos da argamassa colante, quais sejam, o cimento e a areia. Adota-se esta estratégia devido ao fato de que os polímeros utilizados se apresentam, já ao final do processo de mistura, diluídos na fase aquosa, ou seja, não há como considerar seus efeitos físicos de grão a partir do exposto pelo *WPM*.

Além do exposto, foram definidos os valores limites do intervalo de umidades a partir de experimentação prévia. Para o valor máximo de umidade de 0,92, o teste de reometria oscilatória apresentou resposta satisfatória no que toca à conformação da amostra. Foi testada amostra com teor de umidade igual a 1,0, no qual foi observado que a condição de altura inicial da amostra restava comprometida, visto que a mesma tinha seu fluxo iniciado logo após a retirada do molde. Para o valor mínimo, observou-se a adesão entre a amostra e a placa superior para teores ainda menores do que 0,46. Ademais, as indicações emitidas por fabricantes de argamassas colantes ficam invariavelmente dentro deste intervalo.

- 2 Relação cimento/agregados (C/A) – definida em 2 níveis fatoriais, 1 ponto central e 2 pontos axiais a partir da relação volumétrica entre o cimento e a areia utilizada. A codificação utilizada é apresentada na Tabela 7.

Tabela 7 - Valores de relação C/A utilizados

Valor codificado	Valor real
-2	1/2,5
-1	1/3,5
0	1/4,5
+1	1/5,5
+2	1/6,5

- 3 Relação EVA/cimento (%EVA) – definida em 2 níveis fatoriais, 01 ponto central e 2 pontos axiais a partir da relação mássica entre o cimento e o polímero utilizado. São definidos os espectros a partir de valores encontrados na literatura para variação dos teores de utilização do polímero. A codificação utilizada é apresentada na Tabela 8.

Tabela 8 - Valores de %EVA utilizados

Valor codificado	Valor real
-2	1,95%
-1	3,42%
0	4,88%
+1	6,35%
+2	7,81%

- 4 Relação HEC/cimento (%HEC) – definida em 2 níveis fatoriais, 1 ponto central e 2 pontos axiais a partir da relação mássica entre o cimento e o polímero utilizado. São definidos os espectros a partir de valores encontrados na literatura para variação dos teores de utilização do polímero. A codificação utilizada é apresentada na Tabela 9.

Salienta-se que os intervalos de variação de todas as variáveis independentes foram definidos a partir de informações referenciadas na literatura, bem como por indicação de fabricantes de argamassas colantes, no caso da umidade, ou informações do fabricante de argamassa colante que forneceu os materiais para a dosagem em laboratório, no caso das demais variáveis. Em quaisquer casos, as indicações ou as informações serviram tão somente para

embasar a definição dos limites superior e inferior, sendo que a dosagem utilizada por qualquer fabricante não consta do planejamento utilizado no trabalho, mas tem seus valores dentro do intervalo definido.

Tabela 9 - Valores de relação %HEC utilizados

Valor codificado	Valor real
-2	0,25%
-1	0,43%
0	0,61%
+1	0,80%
+2	0,98%

A Tabela 10 apresenta a proposta de planejamento experimental (DCCR), onde os pontos F1 a F16 são os pontos fatoriais codificados (-1 e +1); os pontos C1 a C3 representam a triplicata no ponto central e os pontos AX1 a AX8 são os pontos axiais (-2 e +2).

No que toca às variáveis dependentes, foi efetuada uma análise prévia das propriedades reológicas básicas extraídas da reometria oscilatória, conforme exposto no item **2.5.2.3**. Neste ponto, foram avaliadas a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e o ângulo de fase ( $\delta$ ) de cada uma das misturas ao longo do tempo em que o ensaio foi realizado, conforme descrito no item **3.3**. Esta análise foi efetuada a partir da otimização dos dados (item **3.4.1**), em relação ao formato das curvas descritas em cada caso.

Com relação ao ângulo de fase, percebe-se que as curvas apresentam-se sob dois aspectos diferentes. O primeiro caso é representado por curvas sigmoidais ‘completas’ (item **3.4.1**), compostas por dois patamares horizontais e por ‘rampeamento’ entre os patamares. O segundo caso é representado por misturas sem um dos dois patamares.

Buscou-se, então, definir pontos de alteração do comportamento de cada uma das misturas, o que foi feito através da diferenciação numérica das curvas geradas no tratamento dos dados.

Com o desenvolvimento, ao longo do tempo, do comportamento da declividade da curva do ângulo de fase ( $\delta$ ), foi possível detectar os pontos de inflexão da curva sigmoidal e a existência ou não de patamar inicial ou final na referida curva (Figura 15). Ainda é possível observar que o ‘rampeamento’ se dá a partir da inflexão entre duas curvas opostas ao longo de trechos muito curtos, ou seja, a declividade da curva é sempre variável, ou apresenta-se constante num número muito pequeno de pontos. Esta observação derivou da divisão da curva do ângulo de fase contra o tempo em quatro trechos definidos a partir de três pontos.

Tabela 10 - Planejamento Fatorial utilizado

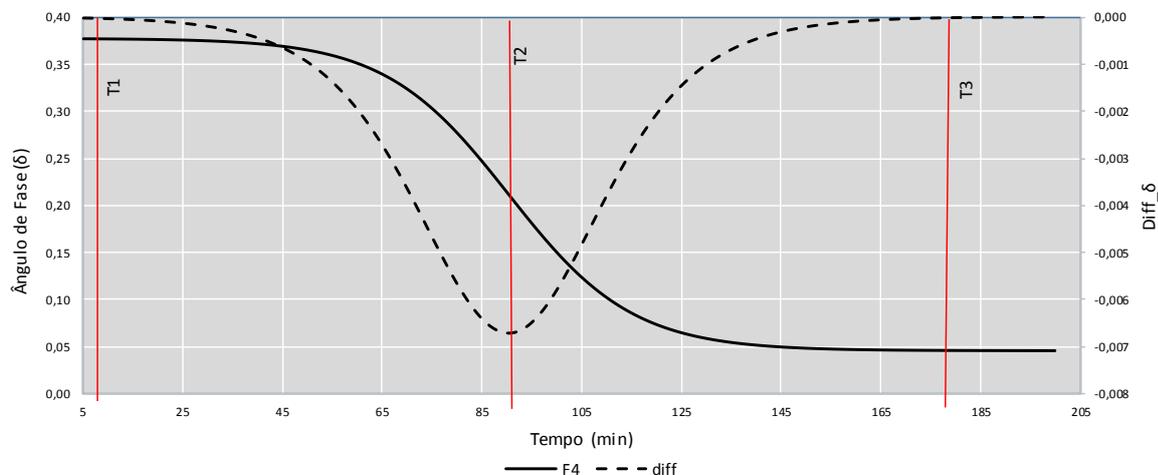
MISTURA	PONTO	H	C/A	EVA/C	HEC/C
1	F1	-1	-1	-1	-1
2	F2	+1	-1	-1	-1
3	F3	-1	+1	-1	-1
4	F4	+1	+1	-1	-1
5	F5	-1	-1	+1	-1
6	F6	+1	-1	+1	-1
7	F7	-1	1	+1	-1
8	F8	+1	+1	+1	-1
9	F9	-1	-1	-1	+1
10	F10	+1	-1	-1	+1
11	F11	-1	+1	-1	+1
12	F12	+1	+1	-1	+1
13	F13	-1	-1	+1	+1
14	F14	+1	-1	+1	+1
15	F15	-1	+1	+1	+1
16	F16	+1	+1	+1	+1
17	C1	0	0	0	0
18	C2	0	0	0	0
19	C3	0	0	0	0
20	AX1	-2	0	0	0
21	AX2	+2	0	0	0
22	AX3	0	-2	0	0
23	AX4	0	+2	0	0
24	AX5	0	0	-2	0
25	AX6	0	0	+2	0
26	AX7	0	0	0	-2
27	AX8	0	0	0	+2

A Figura 15 apresenta por sobreposição as curvas de  $\delta$  e de sua derivada (eixo vertical secundário). Foram definidas, para a mistura em questão, os tempos T1, T2 e T3. Este processo foi repetido para todas as misturas, definindo o posicionamento dos 3 pontos mencionados para cada uma das misturas estudadas. A Tabela 11 apresenta a divisão dos dados coletados para cada uma das misturas.

O ponto T1 adotado, com valor igual a 5 minutos, é interpretado como inexistência do patamar inicial. Este fato é avaliado no Capítulo 4.

O ponto T2 representa a inversão da curvatura da curva sigmoidal, que representa cada uma das misturas com relação ao ângulo de fase. Sua posição representa uma mudança na trajetória da alteração desses valores, o que significa que as transformações estruturais das misturas medidas reologicamente apresentam diferenças de passo no tempo.

Figura 15 - Divisão das áreas a partir da diferenciação de  $\delta$



O ponto T3 representa o início do segundo patamar, ou seja, o ponto a partir do qual o equipamento utilizado não é mais capaz de detectar as alterações ocorridas. O posicionamento de T3, muito próximo do final do período de leituras, indica que o processo de transformação pode ter continuidade para além dos 200 minutos estipulados.

A variação das propriedades reológicas fundamentais, bem como das propriedades derivadas, é avaliada de forma qualitativa no seu conjunto. Contudo, no intuito de observar a influência das relações entre os componentes nos valores observados, é proposta uma divisão do período de observação a partir de 6 valores de tempo, definindo, assim, 6 intervalos a partir dos quais são tomados os valores a serem analisados estatisticamente.

A divisão proposta tomou como partida o ponto inicial da otimização dos dados ( $N_1 = 5min$ ) e o ponto máximo de localização de T3 descrito anteriormente ( $N_6 = 190min$ ). Os demais pontos foram definidos em intervalos iguais de tempo. A Tabela 12 apresenta estes valores.

A partir dos tempos definidos como N1 a N6, os valores foram avaliados relativos a estes tempos das propriedades reológicas fundamentais colhidas no processo experimental. Os valores assim tabulados passaram por um tratamento estatístico no intuito de observar a significância do efeito das variáveis independentes sobre os mesmos, através de análise de regressão e de variância no sentido de validar os modelos estatísticos gerados.

Tabela 11 - Divisão do conjunto de dados

MISTURAS	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9
Tempo (min)	T1	5	5	5	8	5	5	5	5
	T2	47	5	36	90	5	5	5	104
	T3	125	190	146	188	158	190	181	190
MISTURAS	F10	F11	F12	F13	F14	F15	F16	C1	C2
Tempo (min)	T1	5	5	5	5	5	6	5	5
	T2	5	28	70	5	5	49	5	64
	T3	182	129	190	190	190	125	190	144
MISTURAS	C3	AX1	AX2	AX3	AX4	AX5	AX6	AX7	AX8
Tempo (min)	T1	5	5	5	8	8	8	5	8
	T2	45	5	5	60	60	41	5	74
	T3	174	190	190	158	155	88	190	173

Tabela 12 - Divisão do período de aquisição de dados

PONTOS	N1	N2	N3	N4	N5	N6
TEMPO(min)	5	38	79	116	153	190

Os valores das variáveis de resposta relativos aos tempos N1 a N6 são apresentados na Tabela 22 no Apêndice C.

## 3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS E DAS MISTURAS GRANULARES

### 3.2.1 Caracterização dos materiais e das misturas

No caso das argamassas colantes, é mais comum realizar a caracterização do conjunto dos materiais, visto que grande parte dos trabalhos consultados sobre este assunto geral utiliza argamassas colantes disponíveis no mercado, ou seja, pré-dosadas pelo fabricante. Como as argamassas a serem utilizadas no trabalho são dosadas em laboratório, demandou-se que a caracterização básica dos seus componentes fosse realizada também no laboratório.

Realizaram-se, então, ensaios de caracterização básica dos materiais envolvidos nas misturas (cimento e areia), e foram utilizadas informações fornecidas por fabricantes dos mesmos (polímeros e cimento). As características dos materiais envolvidos nos experimentos

são apresentadas no Apêndice B na Tabela 19, na Tabela 20 e na Tabela 21, e na Figura 32, que mostra as curvas de composição granulométrica da areia e das misturas das argamassas.

Cada uma das misturas foi avaliada também como forma de melhor caracterizá-las, aos ensaios de retenção de água (NBR 13277-ABNT, 2005), massa específica (NM 23-ABNT, 2001), densidade de massa aparente (NBR 14086-ABNT, 2004) e densidade de massa fresca (NBR 13278-ABNT, 2005).

Aqui salienta-se que os ensaios e análise realizados sobre as misturas granulares definidas, ou seja, em que se exclui a umidade da observação, têm o universo de análise reduzido a 17 misturas. A Tabela 13 apresenta os conjuntos de misturas granulares iguais. A indicação das misturas mantém-se a mesma em relação ao planejamento global. Neste ponto, a diferença está, como já mencionado, no fato de que são analisadas as misturas a partir de sua composição granular, excluindo-se, portanto, a taxa de umidade do planejamento global.

É importante salientar que as análises foram feitas de acordo com a metodologia já indicada, visando o tratamento estatístico das mesmas. Ou seja, foram executadas as análises em triplicata no ponto central do planejamento. Contudo, em relação às propriedades relacionadas apenas com a caracterização das misturas, o ponto central foi executado uma vez, reunindo todas as misturas iguais do planejamento global (C1, C2, C3, AX1, e AX2).

Tabela 13 - Planejamento das análises das misturas anidras

	MISTURAS ANALISADA	C/A	EVA/C	HEC/C
1	F1/F2	-1	-1	-1
2	F3/F4	1	-1	-1
3	F5/F6	-1	1	-1
4	F7=F8	1	1	-1
5	F9/F10	-1	-1	1
6	F11/F11	1	-1	1
7	F13/F14	-1	1	1
8	F15/F16	1	1	1
9	C1	0	0	0
10	C2	0	0	0
11	C3	0	0	0
12	AX3	-2	0	0
13	AX4	2	0	0
14	AX5	0	-2	0
15	AX6	0	2	0
16	AX7	0	0	-2
17	AX8	0	0	2

### *Granulometria e teor de finos*

O teor de finos foi determinado pelo material passante na peneira nº 200 de abertura 75µm. Pesou-se uma amostra de 400g e o peneiramento foi desenvolvido compondo a série normal da ABNT, da peneira #30 até a peneira #100, adicionando ao conjunto a peneira #200 para a determinação do teor de finos do conjunto.

O agregado que compõe a argamassa também foi submetido à determinação de sua composição granulométrica isoladamente.

As curvas granulométricas obtidas são apresentadas no Apêndice B na Figura 32.

### *Massa Específica*

Determinou-se a massa específica de cada uma das misturas granulares propostas para o estudo do cimento, dos polímeros e da areia através de leitura no frasco volumétrico *Le Chatelier*, de acordo com a NBR NM 23 (ABNT, 2001). O reagente utilizado foi a querosene, pois não reage quimicamente com o material. Os frascos ficaram submersos em banho termorregulador por 30 minutos na temperatura de  $20^{\circ} \pm 1$  °C, sendo realizada a leitura ( $V_1$ ). Foram adicionadas aproximadamente 50g do material em pequenas quantidades com o auxílio do funil, sendo realizada a segunda leitura ( $V_2$ ).

A massa específica do material é calculada pela Equação (43).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (43)$$

Na equação (43) tem-se:

$\rho$ = massa específica em gramas por centímetros cúbicos;

$m$ = massa de material ensaiado em gramas;

$V$ = volume deslocado pela massa de material ( $V_2 - V_1$ ), em centímetros cúbicos.

Os valores obtidos para a massa específica das misturas são apresentados na Tabela 14 no item 4.1.

### *Determinação da densidade de massa aparente*

A determinação da densidade de massa aparente é regada pela NBR 14086 (ABNT, 2004). No ensaio utiliza-se um recipiente calibrado ( $V = 400 \pm 1,0$  ml). Nessa determinação, as misturas foram efetuadas com uma massa total de 1,2kg, visando sua utilização nas demais

determinações. A mistura seca é introduzida no recipiente com uma concha apoiada na borda do mesmo, sem que haja qualquer tipo de adensamento além da altura da queda.

Os valores obtidos para a massa específica das misturas são apresentados na Tabela 14, no item **4.1**.

#### *Densidade de massa fresca e teor de ar incorporado*

Neste ensaio também foi utilizado um recipiente calibrado ( $V = 400 \pm 1,0 \text{ ml}$ ). Após a mistura da argamassa, conforme item **3.2.2**, essa foi introduzida no recipiente a partir da borda em três camadas iguais. Aplicou-se 20 golpes com uma espátula para auxiliar no adensamento em cada uma das camadas e foram aplicados mais cinco golpes ao redor da parede externa do recipiente com um soquete metálico. Após o preenchimento o volume é arrasado com régua metálica. A densidade de massa é a diferença entre as massas do recipiente cheio e vazio divididos pelo seu volume.

O ar incorporado de cada uma das misturas é calculado de acordo com a NBR 13278 (ABNT, 2005), usando o valor da massa específica da argamassa e da densidade de massa fresca. O teor de ar incorporado das argamassas é determinado pela Equação (44).

$$A = 100\left(1 - \frac{d}{d_t}\right) \quad (44)$$

Na equação (44) tem-se:

$d$  é o valor de densidade de massa da argamassa real, em  $g/cm^3$ ;

$d_t$  é o valor da densidade de massa teórica da argamassa, em  $g/cm^3$ ;

A densidade de massa teórica deve ser calculada pela Equação (45).

$$d_t = \frac{m_s + m_{\text{água}}}{\frac{m_s}{\gamma_s} + m_{\text{água}}} \quad (45)$$

Onde:

$m_s$  é a massa da argamassa anidra;

$m_{\text{água}}$  é a massa de água que compõe a argamassa fresca;

$\gamma_s$  é a massa específica da argamassa anidra.

Os valores obtidos para a massa específica das misturas são apresentados na Tabela 14, no item **4.1**.

### *Retenção de água*

A retenção de água de argamassas é determinada através do ensaio proposto pela NBR 13277 (ABNT, 2005). Consiste em determinar a quantidade de água retirada de uma argamassa contida em um funil de filtragem (funil de Büchner), com aplicação de sucção por uma bomba de vácuo a uma pressão de 50 mm Hg, durante 15 minutos. A Figura 16 mostra o equipamento utilizado.

Figura 16 - Funil de Büchner



Os valores obtidos para retenção de água das misturas são apresentados na Tabela 14.

### **3.2.2 Densidade de empacotamento das misturas**

Todas as misturas granulares distintas utilizadas no trabalho foram submetidas ao processo de determinação de suas características de empacotamento, conforme preconizado nos trabalhos de Wong e Kwan (2008a), Wong e Kwan (2008b), Kwan e Wong (2008), Kwan e Fung (2009) e Kwan e Li(2012). O procedimento de mistura dos materiais para aplicação do *WPM* é apresentada a seguir:

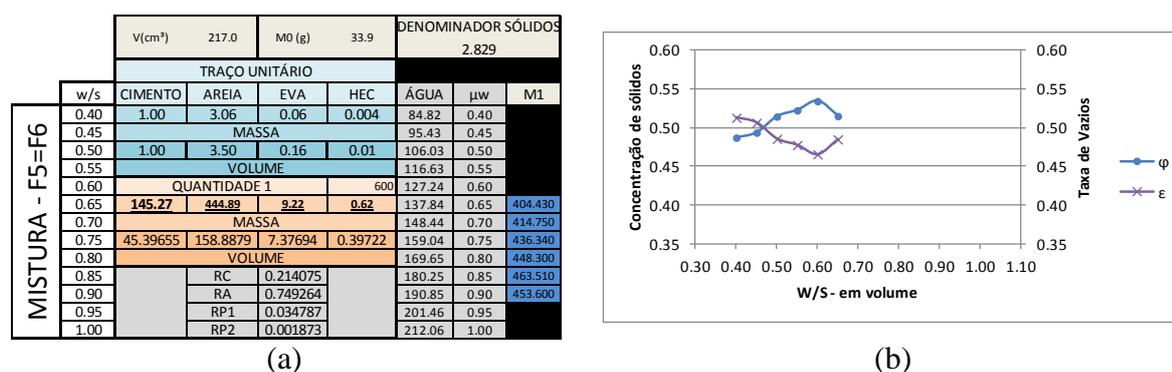
- pesagem dos materiais granulares conforme Tabela 18, constante no Apêndice A;
- homogeneização dos materiais granulares por agitação por 2 minutos;
- colocação da totalidade da água no contêiner da argamassadeira previamente umedecido;

- adição de metade da mistura homogeneizada à água;
- mistura em velocidade baixa por 3 minutos;
- adição de  $\frac{1}{4}$  da mistura (metade da quantidade restante) à parcela já misturada e nova mistura em velocidade baixa por 3 minutos;
- adição do material restante ( $\frac{1}{4}$  do total) e mistura em velocidade baixa por 3 minutos;

O procedimento descrito anteriormente foi repetido para diferentes relações água/sólidos, gerando diferentes misturas com relação ao grau de saturação. A mistura foi, então, vertida ou depositada em um recipiente cujo volume foi determinado anteriormente medindo-se, então a massa do conjunto. A deposição da mistura no recipiente foi feita sem qualquer tipo de compactação. Após a deposição, o material foi nivelado pela borda do recipiente com uma espátula metálica, determinou-se a massa do conjunto e calculou-se sua densidade aparente, bem como a concentração de sólidos e taxa de vazios referentes a cada W/S.

A Figura 17 mostra a planilha utilizada no procedimento e o diagrama em que foram plotados os valores de W/S, concentração de sólidos e taxa de vazios. O ponto de maior concentração de sólidos e, portanto, de menor taxa de vazios, é relacionado, então, à umidade básica e à densidade de empacotamento da referida mistura granular.

Figura 17 - (a)Planilha de cálculo/(b)diagrama da densidade de empacotamento- WPM



Este processo envolve a definição da densidade de empacotamento pelo método WPM, bem como do menor índice de vazios e a umidade básica<sup>7</sup> de cada uma das misturas granulares.

<sup>7</sup> A densidade de empacotamento, o mínimo índice de vazios e a umidade básica representam um único ponto na metodologia adotada. Refere-se por umidade básica ao teor de umidade relativo ao menor índice de vazios e, consequentemente à densidade de empacotamento da mistura em questão.

A partir destes resultados, as misturas foram submetidas aos testes destinados a obter-se as respostas reológicas que caracterizarão o processo de consolidação da argamassa colante.

O resultado esperado neste processo é o comportamento das misturas granulares no que toca às relações entre seus componentes sólidos. A maior compacidade possível de cada uma das misturas, além da umidade relacionada a tal compacidade, são parâmetros para explicação dos fenômenos observados nas demais análises propostas. Além disso, a umidade básica observada neste procedimento serviu como parâmetro para definição dos limites de umidade utilizados nas demais análises.

### 3.3 REOMETRIA OSCILATÓRIA

#### 3.3.1 Teste de Varredura

No presente trabalho, o teste de varredura foi feito no intuito de garantir que as misturas constantes no planejamento experimental pudessem ser avaliadas a partir da indicação de Romano *et al* (2014), ou seja, que o processo de consolidação não sofresse interferência dos procedimentos propostos. Nesse sentido, foram tomadas as misturas denominadas no planejamento como AX1 e AX2, por estas representarem as extremidades do espectro de umidade utilizado, ou seja, a mistura mais seca e a mais saturada, respectivamente. Adotou-se este critério pelo entendimento de que a quantidade de água presente no momento da mistura exerce um grande efeito sobre seu comportamento viscoelástico e, portanto, ao se avaliar as extremidades do intervalo, é possível atribuir um valor de deformação que, de forma segura, permita que todas as misturas sejam avaliadas sem que seja ultrapassado o limite de sua própria *RVL*.

O procedimento adotado na realização do ensaio segue a sequência apresentada a seguir:

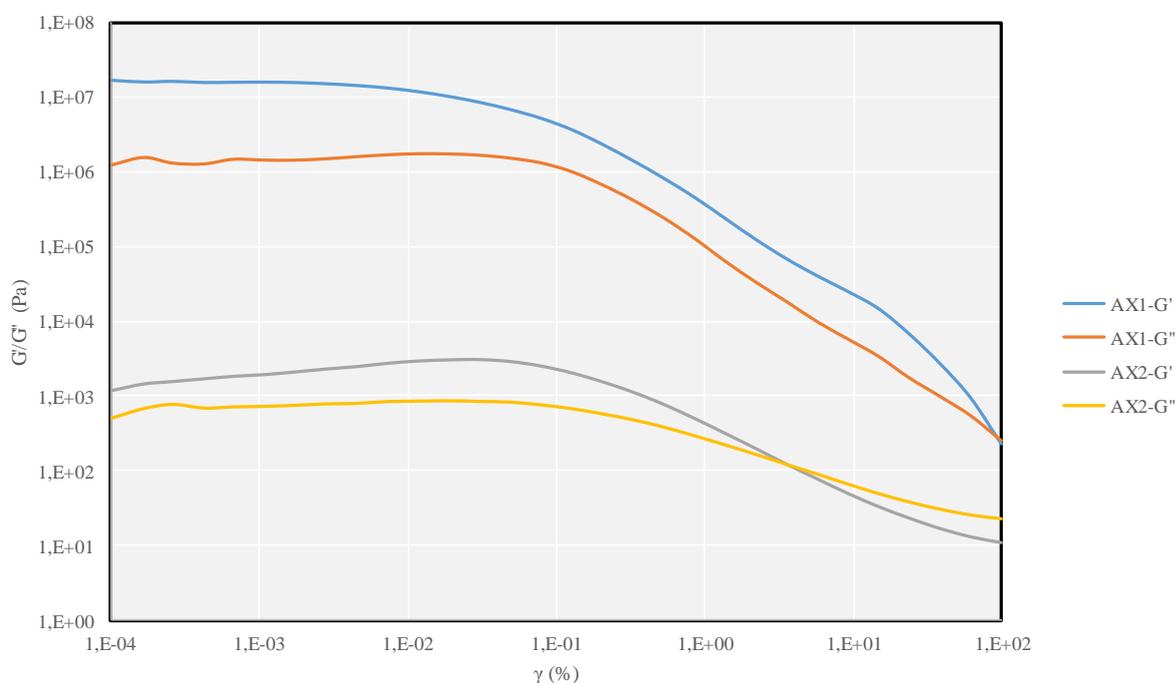
- pesagem, homogeneização e mistura com água, de acordo com o descrito no item **3.2.2**;
- moldagem da amostra no equipamento;
- execução do ensaio.

A faixa de variação de  $\gamma$  foi do menor valor possível do equipamento ( $10^{-4}$ ) até o valor de  $10^2$ . A frequência de oscilação escolhida foi de  $1\text{Hz}$  e foram determinados 30 pontos de leitura. Como resultado, obteve-se que a *RVL* da mistura AX1 estendeu-se até  $\gamma = 10^{-2}$ , enquanto que a *RVL* da mistura AX2 estendeu-se até  $\gamma = 10^{-1}$  (Figura 18). Estes resultados

indicam a tendência de que todas as misturas propostas para o estudo têm a extensão de sua RVL entre o intervalo de  $10^{-2} < \gamma < 10^{-1}$ .

Assim, conforme a definição anterior e o exposto no trabalho de Romano *et al* (2014), optou-se, na continuação do procedimento experimental com o conjunto de todas as misturas, por adotar-se o valor de  $\gamma = 10^{-4}$  para garantir o comportamento viscoelástico linear do material com boa margem de segurança, evitando o rompimento das ligações construídas ao longo do processo de consolidação.

Figura 18 - Resultado Teste de Varredura



Neste aspecto, vale observar que o limite da RVL de cada uma das misturas certamente varia com o tempo. Contudo, salienta-se que efetuar a leitura de varredura em diferentes tempos não faria sentido, pois a conformação da amostra por si só já destruiria as ligações de consolidação. Deixar a amostra no equipamento tampouco seria possível, pois já na segunda leitura de varredura, as ligações construídas, até então, seriam destruídas pelo próprio procedimento, o que comprometeria a análise como um todo.

### 3.3.2 Teste de reometria oscilatória para observação da consolidação

Os ensaios de reometria oscilatória foram executados, como o teste de varredura descrito no item **3.3.1**, no Laboratório de Física do Solo do Centro de Ciências Rurais da Universidade Federal de Santa Maria. O Equipamento utilizado foi o reômetro modular compacto *Anton Paar MCR 102* (Figura 19), com as placas estriadas, sendo a superior móvel com 25 mm de diâmetro e a inferior fixa com 50 mm de diâmetro (Figura 20).

Figura 19 - Reômetro modular compacto

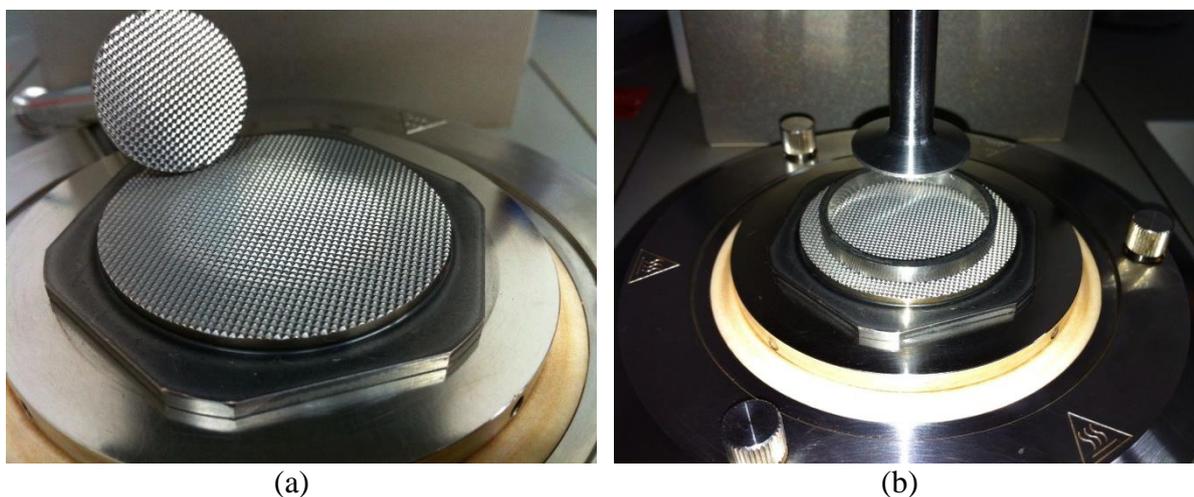


As misturas foram preparadas, uma a uma, de acordo com o descrito no item **3.2.2** no Laboratório de Materiais de Construção Civil da UFSM, e transportadas até o Laboratório de Física do Solo. Antes da conformação da amostra, a mistura era novamente homogeneizada com espátula metálica por 1 minuto, visando eliminar qualquer efeito de segregação imposto pelo transporte.

As amostras foram conformadas diretamente sobre a placa inferior do equipamento com o auxílio de um anel metálico com 4 mm de altura e 30mm de diâmetro (Figura 20). O anel metálico era, então, retirado para permitir o ajuste final do equipamento, para início do ensaio. Por comando do operador, o equipamento aproxima a placa superior até tocar a amostra, de acordo com a programação anterior. Foi ajustada a altura da amostra no início do ensaio em 3 mm, ou seja, a amostra foi moldada com altura de 4 mm, mas na condução do ensaio, o equipamento pré-comprimiu a mesma até obter uma altura de 3 mm.

O procedimento anterior fez-se necessário pela observação realizada em amostra com alto teor de umidade. Estas amostras sofriam pequeno abatimento no momento da retirada do anel metálico, fazendo com que a placa superior, ao ajustar-se a uma altura de amostra programada de 4 mm, não tocasse a mesma por completo, o que impediria a realização do ensaio, que tem como premissa, a perfeita aderência da amostra às placas. A indicação do fabricante é de que a altura da amostra, para o caso de suspensões, seja ao menos, 5 vezes maior do que as partículas em suspensão, o que foi observado neste caso com a altura da amostra de 3 mm (Figura 21(a)).

Figura 20 - Acessórios do ensaio (a) Placas estriadas (b) Anel molde da amostra



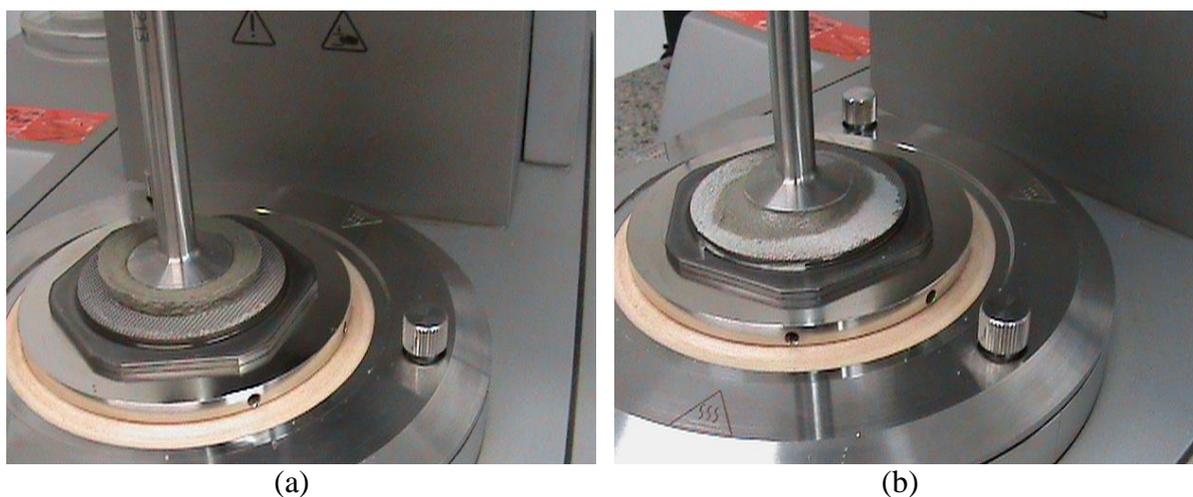
Após o posicionamento da placa superior, o próprio equipamento avisa sobre a necessidade de ajuste (*trimming*) da amostra, conforme apresenta a Figura 21(b), visto que o anel é pouco maior do que a placa superior, e que a altura da amostra com 3 mm é menor do que a altura original de conformação da amostra (4 mm).

Ao cabo de todo o procedimento de mistura, transporte, conformação e ajuste da amostra, o ensaio de reometria oscilatória teve início tendo transcorrido 30 minutos depois do primeiro contato do material anidro com a água na argamassadeira.

O equipamento foi programado para desenvolver o ensaio oscilatório com deformação controlada (*CSD*), com frequência  $f = 1\text{Hz}$ , deformação de cisalhamento  $\gamma = 10^{-4}$  e força de compressão  $F = 0,5\text{N}$ . As leituras foram feitas automaticamente pelo equipamento, sem interferência do usuário, a cada minuto do processo. O ensaio foi desenvolvido ao longo de 200

minutos, à exceção da mistura F15, que teve o ensaio interrompido por falta de energia, quando haviam sido colhidos 186 pontos, e da mistura F4, cujo ensaio foi interrompido por falta de aderência entre a amostra e a placa após 190 minutos transcorridos.

Figura 21 - (a) Posicionamento da placa superior (b) Ajuste (*trimming*) da amostra



### 3.4 TRATAMENTO E ANÁLISE DOS DADOS

#### 3.4.1 Ajuste matemático das propriedades reológicas fundamentais

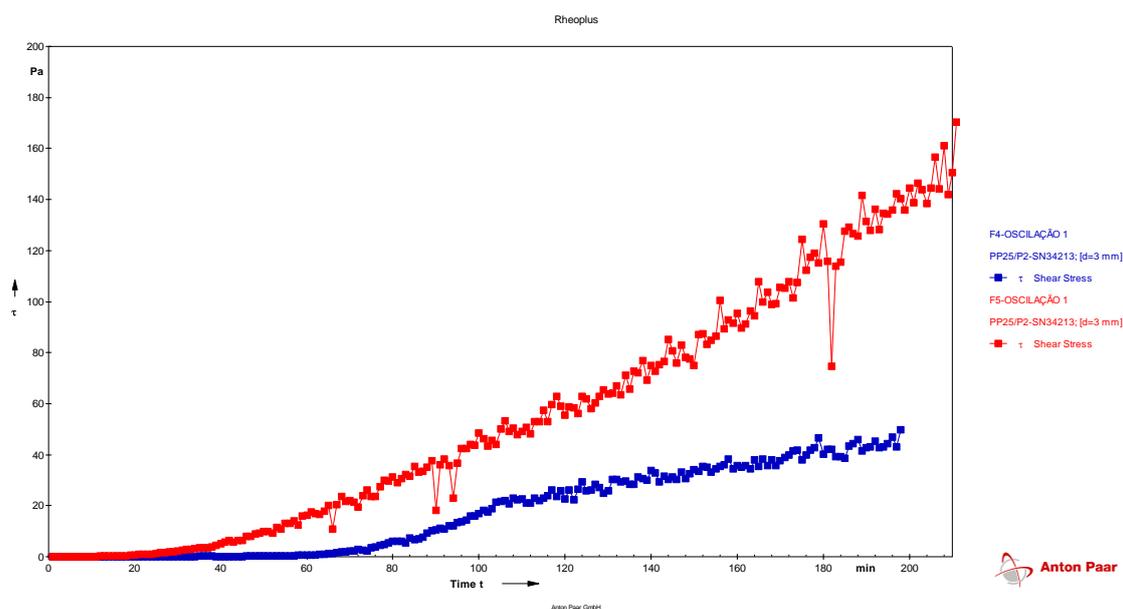
Os dados extraídos diretamente do equipamento utilizado na reometria oscilatória passaram por procedimentos de tratamento matemático antes dos procedimentos estatísticos que embasam as conclusões do trabalho.

Como primeiro passo, foram tomadas as grandezas reológicas fundamentais colhidas no processo experimental, quais sejam, a tensão de cisalhamento medida ( $\tau$ ) e o ângulo de fase ( $\delta$ ), conforme exposto no item **2.5.2.3**. O procedimento inicial foi o de analisar os valores extraídos de forma bruta, ou seja, exatamente como o equipamento e seu *software* dedicado os disponibilizaram. Observou-se, em ambos os casos, que o comportamento de todas as misturas apresenta variação ponto a ponto em forma de “dente de serra”, como apresentado na Figura 22, para  $\tau$  que mostra o gráfico extraído diretamente do programa Rheoplus dedicado no equipamento utilizado no procedimento.

Além do comportamento observado, nota-se também a presença de pontos que podem ser considerados “*outliers*”, ou seja, pontos que fogem à tendência normal do comportamento de uma curva de tendência descrita pelo conjunto dos dados.

Estes dois fatos requereram procedimento no sentido de: (1) obter uma curvatura contínua com potencial para que sejam extraídos da mesma as características matemáticas para posterior tratamento estatístico; e (2) evitar que a curvatura obtida desprezasse parte significativa dos dados, ao longo do período de observação, descaracterizando o comportamento de cada mistura. O procedimento assim executado é denominado de otimização dos dados e levou em consideração algumas peculiaridades fenomenológicas dos próprios experimentos. Em primeiro lugar, o caráter oscilatório com deformação controlada ( $\gamma_A = \pm 10^{-4}$ ). Esta deformação foi programada para efetuar uma leitura por minuto a uma frequência de 1Hz, ou seja, o equipamento efetua 60 ciclos de deformação por minuto, do que resulta que a captação de  $\tau$  e de  $\delta$  ocorre sempre no mesmo ponto de amplitude máxima do intervalo de deslocamento da placa superior ( $-s \leftrightarrow +s$ ). O comportamento “dente de serra” pode ser explicado pelo fato de que o valor apresentado pelo equipamento como o valor relativo a um determinado minuto é, na verdade, uma ponderação dos 60 ciclos anteriores, sendo que em cada ciclo o equipamento ‘mede’ a tensão de cisalhamento  $\tau$  e o ângulo de fase  $\delta$  duas vezes, uma quando passa pelo ponto  $\gamma_A = 10^{-4}$  e outra quando passa pelo ponto  $\gamma_A = -10^{-4}$ .

Figura 22 - Dados brutos  $\tau$  X Time extraídos de Rheoplus



Com relação aos pontos “*outliers*”, existe uma justificativa importante para que os mesmos sejam incorporados à tendência geral dos demais pontos. Trata-se, por exemplo, no caso de  $\delta$ , de um desvio de comportamento incoerente com a natureza do material em estudo. Para os casos em que  $\delta = 0^0$  ou  $\delta = 90^0$ , o material em análise apresentaria características de “elástico ideal” ou “viscoso ideal” respectivamente, conforme visto no item 2.5.2. Ocorre que as argamassas comportam-se viscoelasticamente, ou seja,  $0^0 < \delta < 90^0$ . Portanto, os pontos que se aproximam muito destes extremos não representam o comportamento do material.

A extração dos “*outliers*”, foi feita através de interpolação quadrática, utilizando para tanto o ‘*Polinômio de Newton*’ como ferramenta.

Após extração dos “*outliers*” do conjunto de dados, os mesmos foram submetidos a um procedimento de otimização via rotina computacional, no intuito de descrever matematicamente o comportamento das misturas ao longo do processo experimental.

Inicialmente foram pesquisadas as formas mais adequadas para cada uma das propriedades reológicas fundamentais. Como premissas para esta definição, buscou-se inicialmente formas que não inserissem no processo pontos a serem tratados, posteriormente, como *outliers*, como por exemplo, valores negativos para a tensão de cisalhamento ou valores extremos do ângulo de fase ( $0^0 < \delta < 90^0$ ). Além disso, é necessário que o ajuste atinja valores máximos de adequação dos dados à equação proposta. Desta forma, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) foi utilizado como primeiro parâmetro para determinar qual a forma da equação resultante. Também foi considerada a necessidade de que uma mesma forma de equação deve ser usada para descrever a série de dados para todas as misturas utilizadas no planejamento.

O programa MatLab<sup>R</sup> foi utilizado na otimização dos dados através de rotinas específicas de otimização.

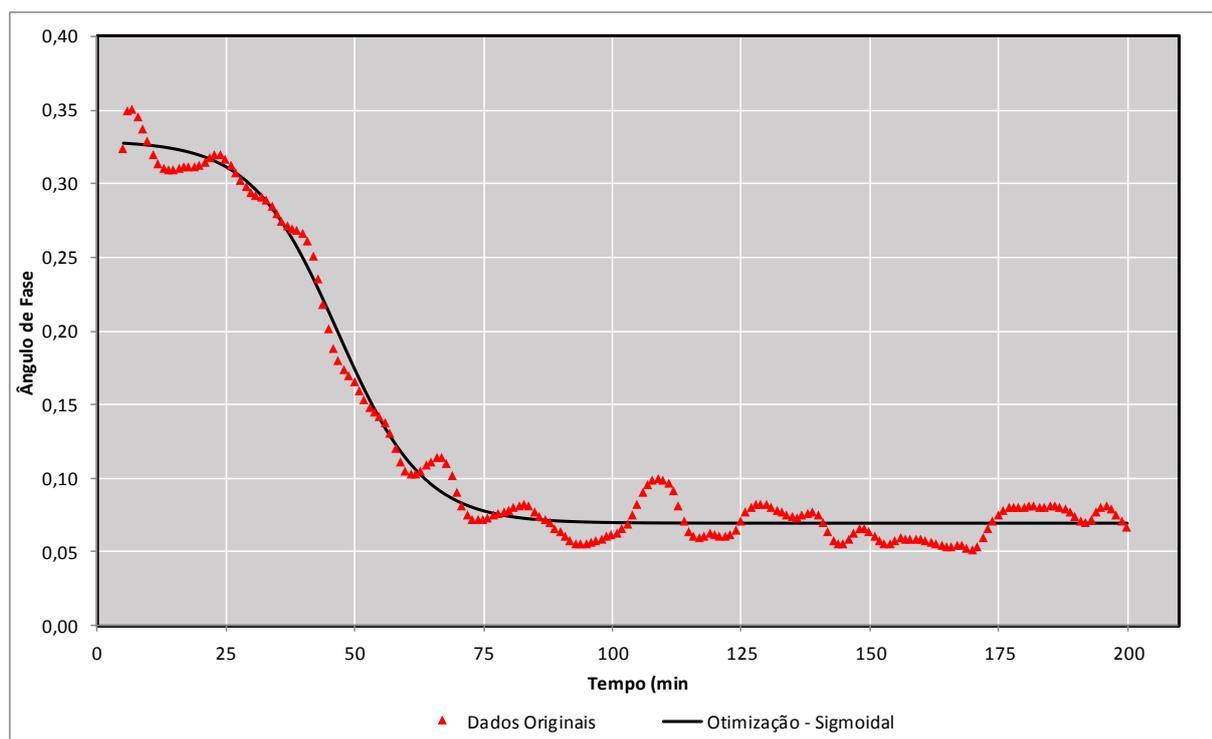
O processo de otimização dos dados referentes a  $\delta$  resultou em uma aproximação com melhor ajuste de uma curva sigmoideal, a qual é composta de 4 parâmetros de ajuste ( $P_1, P_2, P_3, P_4$ ), conforme mostrado na Equação (46).

$$y = P_1 + \frac{(P_2 - P_1)}{(1 + 10^{(P_3 - x)^{P_4}})} \quad (46)$$

A Figura 23 apresenta um exemplo de ajuste feito com a curva sigmoidal a partir de dados experimentais originais. O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) manteve-se em valores realísticos para materiais cimentícios que apresentam estrutura multifásica.

Para o caso da tensão de cisalhamento ( $\tau$ ), foram buscadas expressões polinomiais que desde o início apresentaram as melhores correlações com os dados originais em relação a outras formas de equação. O ajuste polinomial de 4º grau, com 5 parâmetros ( $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4, Q_5$ ), apresentou melhores coeficientes de determinação ( $R^2$ ) para o conjunto dos dados obtidos. Contudo, um número significativo de misturas apresentou, com o modelo gerado, valores negativos, o que não condiz com a fenomenologia observada no procedimento experimental, em que estes valores são tomados sempre com seu módulo.

Figura 23 - Exemplo de ajuste com curva sigmoidal

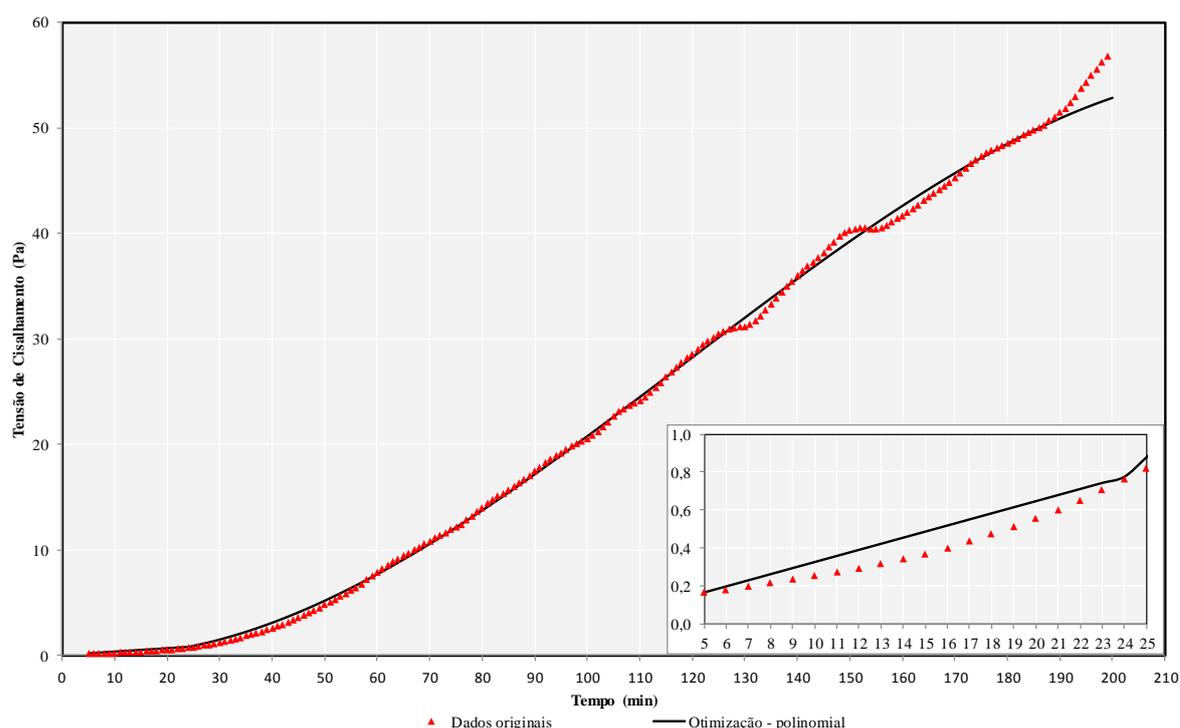


Em todos os casos em que ocorreram esta incongruência, isto se deu nos pontos iniciais de leitura, em que  $\tau$  mantinha valores muito baixos, próximos a zero, o que “forçava” a curvatura polinomial a cruzar o eixo das abcissas, adotando, portanto, valores negativos de  $\tau$ .

A solução para tal desajuste foi seccionar o conjunto de dados, traçando uma reta (polinômio de grau ‘um’) do ponto inicial ( $t = 5\text{min}$ ) até o ponto em que a tangente da curvatura traçada a partir desse ponto teria o menor desvio em relação ao coeficiente angular da primeira. A curva traçada, a partir deste ponto, de inflexão foi um polinômio de 3º grau com 4 parâmetros ( $Q_1, Q_2, Q_3, Q_4$ ). A Figura 24 apresenta exemplo de otimização dos dados de  $\tau$  no gráfico principal e, no detalhe, um recorte do trecho inicial, com a otimização realizada por meio de uma reta.

Como consequência da estratégia adotada neste ajuste, obteve-se uma curvatura que contém um único ponto de inflexão, sendo que esta inflexão foi minimizada em cada uma das misturas ensaiadas.

Figura 24 - Exemplo de ajuste com polinômios



O Apêndice D contém a Figura 35, em que são apresentados quadros-resumo dos parâmetros matemáticos obtidos na otimização dos dados relativos às grandezas reológicas fundamentais ( $\tau$  e  $\delta$ ). As demais grandezas reológicas extraídas do processo de reometria oscilatória são obtidas a partir da formulação já apresentada no item **2.5.2.3**

### 3.4.2 Análise estatística

Conforme abordado anteriormente, o planejamento experimental apresenta um total de 27 misturas, nas quais as variáveis independentes assumem valores codificados fatoriais (-1 e +1), axiais (-2 e +2) e ponto central (0). Esta distribuição dará conta da geração de modelos de 2ª ordem relacionando os efeitos de cada uma das variáveis independentes de forma linear e quadrática, além dos efeitos combinados das mesmas variáveis, duas a duas, com as variáveis de resposta selecionadas, sendo avaliadas as devidas significâncias de cada um dos parâmetros.

Todas as variáveis de resposta selecionadas foram submetidas, primeiramente, a uma análise qualitativa, buscando-se identificar tendências de comportamento relacionadas às variáveis independentes. Posteriormente o comportamento das misturas à luz das variáveis de resposta foi submetido ao tratamento estatístico.

Cada variável de resposta passou pelo processo de análise de regressão (Teste 't' de *Student*), através do qual foram determinados quais parâmetros apresentam significância estatística. O nível de significância utilizado foi de 95% de confiança.

Em seguida foi processada uma análise da variância (ANOVA) no sentido de validação estatística dos modelos gerados pela regressão. Neste ponto determina-se o parâmetro de *Fischer* no sentido de avaliar se, dentro da confiança previamente estipulada, o modelo gerado é estatisticamente válido.

É importante destacar a questão relacionada com a análise das misturas em seu estado anidro. Tal questão refere-se ao posicionamento dos pontos axiais do planejamento (AX3, AX4, AX5, AX6, AX7 e AX8). Os valores codificados para os pontos axiais em planejamentos com 4 variáveis, visando a obtenção de modelos que levem em consideração a influência quadrática dos parâmetros, serão  $\alpha = \pm 2,0$ , e para 3 variáveis, o valor a ser adotado será  $\alpha = \pm 1,68$ . Especificamente em relação ao empacotamento das partículas, cujas propriedades avaliadas foram a densidade de empacotamento, a taxa de umidade básica e a taxa mínima de ar, duas opções se colocam em face ao fato de, excluindo-se a umidade do planejamento, restarem apenas três variáveis independentes.

Primeiramente, pode-se excluir do planejamento os pontos axiais, e trabalhar apenas com os limites codificados de -1 e +1, além da triplicata no ponto central. Como consequência, tem-se apenas a possibilidade de obtenção de análise de efeitos de 1ª ordem sobre as variáveis de resposta. Como segunda opção, pode-se manter os pontos axiais, buscando a avaliação dos efeitos de 2ª ordem, perdendo, contudo, parte da ortogonalidade do modelo. Este artifício é, eventualmente, utilizado na literatura com a justificativa de que é mais importante avaliar os

efeitos de 2ª ordem do que manter a ortogonalidade do modelo, sendo que o desvio causado por tal estratégia é insignificante em face, por exemplo, do erro experimental observado. De acordo com a literatura consultada (NUNES *et al*, 2009), com testes preliminares, foi possível definir, para o presente trabalho, o uso dos pontos axiais, no caso da avaliação das propriedades das misturas anidras, pois, em acordo com a literatura, os modelos gerados apresentaram maior robustez.

## 4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### 4.1 PROPRIEDADES A FRESCO E NO ESTADO ANIDRO DAS MISTURAS

No estado anidro as misturas foram submetidas a três processos de caracterização, os quais foram descritos no item **3.2.1**: granulometria, teor de finos, massa específica e densidade de massa aparente.

No estado fresco as avaliações, descritas no item **3.2.1**, foram a densidade de massa fresca e retenção de água.

A análise do empacotamento das partículas que se refere ao estado anidro foi descrita no item **3.2.2** e tem seus resultados discutidos no item **4.2**.

A Tabela 14 apresenta algumas das propriedades avaliadas. As determinações via granulometria encontram-se no Apêndice B.

De acordo com os dados, observa-se que as propriedades físicas básicas das misturas apresentam variação muito pequena entre si quando relacionadas com as variáveis independentes. Contudo, é possível perceber a influência do teor de umidade nas grandezas em que esta variável foi observada, especificamente na retenção de água e na densidade de massa fresca. No caso da retenção de água, os valores observados foram, invariavelmente bastante altos, o que confirma a ação dos polímeros que compõe as misturas.

A pouca variabilidade dos resultados de massa específica parece apontar para o fato de que as adições poliméricas, pela pouca dosagem utilizada, exercem uma pequena interferência nesta propriedade, restando somente a relação C/A como influência a ser considerada. Os dados mostram uma pequena variação no sentido de diminuir o valor da propriedade em questão com o aumento da quantidade de areia utilizada na mistura, o que representa o comportamento esperado, nestes casos. Contudo, mesmo com o uso de querosene na determinação da massa específica, evitando o início da hidratação do cimento ao longo do ensaio, verifica-se formação do gel característico da diluição dos polímeros, o que pode ter exercido alguma influência nos resultados. O mesmo ocorreu com a determinação, usando o mesmo método, da densidade dos polímeros, ou seja, foi possível observar formação insipiente de material gelatinoso durante a caracterização. Ainda assim, os valores de massa específica dos polímeros estão de acordo com o obtido por Oliveira (2004).

Com relação aos valores obtidos na determinação da retenção de água, pode-se observar que os altos índices deste parâmetro, como característica intrínseca das argamassas colantes,

possuem uma baixa variabilidade entre as misturas. A clara influência da presença das adições poliméricas já foi comprovada em diversos trabalhos relacionados com o assunto.

Tabela 14 - Propriedades das misturas

Mistura	Retenção de água	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade de massa aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade de massa fresca (g/cm <sup>3</sup> )	Teor de ar incorporado	Teor de Finos
F1	99,58%	2,88	1,31	1,59	64,68%	16,40%
F2	99,14%			1,84	46,53%	
F3	99,62%	2,85	1,32	1,63	63,55%	16,10%
F4	98,73%			1,86	45,58%	
F5	99,54%	2,87	1,29	1,57	64,77%	22,40%
F6	80,40%			1,93	43,36%	
F7	99,45%	2,86	1,33	1,55	65,21%	26,00%
F8	96,14%			1,84	45,85%	
F9	99,62%	2,89	1,29	1,38	69,24%	24,80%
F10	99,75%			1,64	52,15%	
F11	99,85%	2,87	1,33	1,46	67,32%	21,30%
F12	99,84%			1,46	57,23%	
F13	99,82%	2,88	1,29	1,44	67,69%	19,60%
F14	99,75%			1,62	52,25%	
F15	99,77%	2,86	1,35	1,47	67,01%	12,70%
F16	98,96%			1,76	48,04%	
C1	99,67%	2,87	1,32	1,63	57,76%	12,60%
C2	99,54%			1,62	57,89%	
C3	99,59%			1,63	57,69%	
AX1	99,78%	2,92	1,28	1,57	70,93%	16,80%
AX2	99,47%			1,83	40,51%	
AX3	99,77%			1,54	60,20%	
AX4	99,52%			1,37	56,59%	
AX5	99,74%			1,65	57,64%	
AX6	99,73%			1,31	58,51%	
AX7	98,28%			1,29	52,81%	
AX8	99,75%			1,33	61,44%	

Submetendo os dados obtidos na retenção ao tratamento estatístico, fica claro que a variável %HEC apresenta o maior efeito, seguido pelo teor de umidade. Esta análise confirma

o que foi apresentado na revisão bibliográfica relacionando o polímero HEC com a propriedade de retenção de água de misturas granulares.

No trabalho de Oliveira (2015), os valores de retenção de água de argamassas comerciais ficaram nos mesmo patamares. Contudo, o autor optou por estender os intervalos de leituras para 30 min, 45 min e 60 min, obtendo como resultado, uma crescente diferenciação entre as amostras. Tal observação pode apontar maiores influências das variáveis relacionadas com os componentes das argamassas colantes nesta propriedade ao longo do processo de consolidação.

#### 4.2 ANÁLISE DO EMPACOTAMENTO DAS PARTÍCULAS - WPM

A avaliação proposta no presente item relaciona-se à influência das características de mistura das argamassas produzidas sobre o empacotamento das partículas observada a partir da aplicação do método denominado *Wet Packing Method* – WPM, descrito nos itens 2.4.2 e 3.2.2.

A Tabela 10 e a Tabela 13 mostram, respectivamente, o planejamento fatorial definido para o conjunto de todas as argamassas e o agrupamento, neste mesmo planejamento fatorial, das diferentes misturas anidras, ou seja, na Tabela 13 são apresentadas todas as misturas granulares diferentes, sendo que, nesses casos, exclui-se a variável relativa ao teor de umidade e analisa-se somente os conjuntos de grãos. Salienta-se que, tanto na Tabela 10 quanto na Tabela 13, os valores apresentados para as variáveis independentes são codificados de acordo com a metodologia de planejamento dos experimentos adotada no trabalho.

Resta que, na presente análise, observa-se somente três variáveis independentes, as quais são apresentadas na Tabela 15 com os seus valores reais.

Nesta análise, foram observadas, então, 15 misturas granulares diferentes, sendo que no processo como um todo, foram desenvolvidas 17 análises para considerar o ponto central em triplicata.

Então, pela aplicação do WPM, foi possível avaliar as propriedades intrínsecas de cada uma das misturas, quais sejam: a densidade de empacotamento ( $\varphi = \varphi_{max}$ ), designada pela maior concentração de sólidos encontrada na aplicação do método, a taxa de umidade básica ( $\mu_w = \mu_{wb}$ ) que é a relação entre o volume de água e o volume de sólidos na mistura em questão, em que se determina a densidade de empacotamento, e a taxa de ar ( $\mu_a$ ), que é a relação entre o volume de ar presente na mistura e o volume de sólidos utilizados.

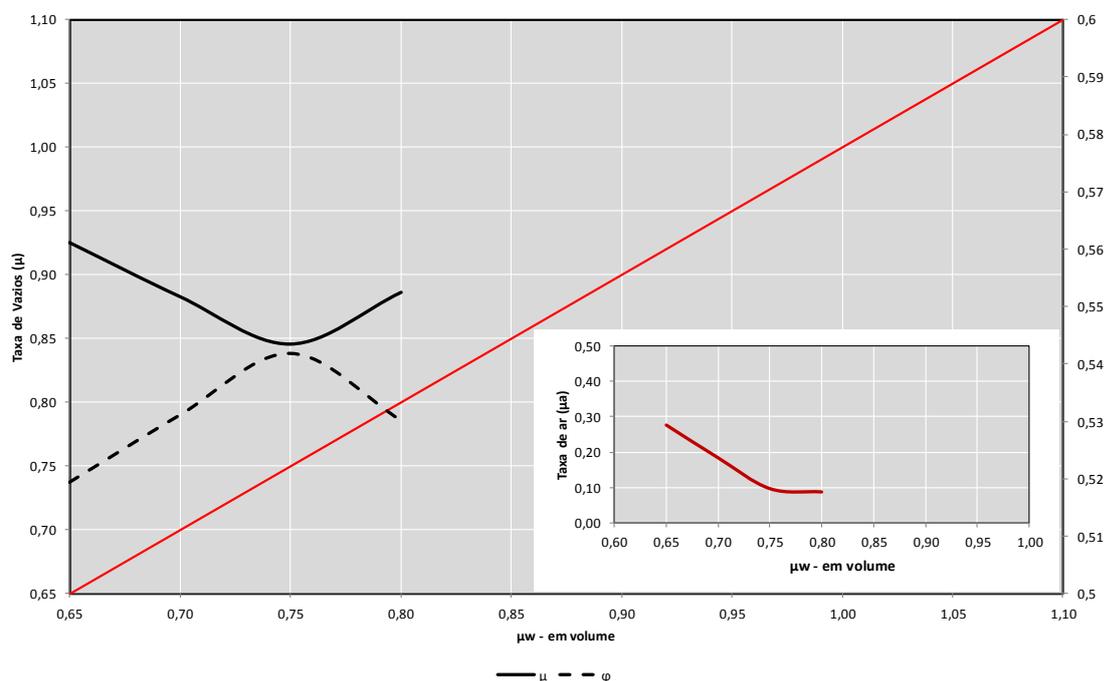
Primeiramente, os resultados foram analisados graficamente através da construção de diagramas, relacionando  $\mu_w$  com  $\mu$ , como o apresentado na Figura 25. No diagrama, é possível visualizar a ocorrência da menor taxa de vazios correspondendo à ocorrência da taxa de

umidade básica e, conseqüentemente, à maior concentração de sólidos, ou seja, à densidade de empacotamento de cada uma das misturas estudadas. Conforme observado na Figura 25, as grandezas  $\varphi$  e  $\mu$  são “espelhadas”, ou seja, o máximo de uma reflete-se no mínimo da outra, restando que a análise feita acerca de ambas torna-se desnecessária. Assim, optou-se por suprimir da análise os valores de  $\varphi$ , trabalhando-se apenas com os valores de  $\mu$ .

Tabela 15 - Misturas anidras para aplicação do *WPM*

	MISTURAS ANALISADA	C/A	%EVA	%HEC
1	F1/F2	1/3,5	3,42%	0,43%
2	F3/F4	1/5,5	3,42%	0,43%
3	F5/F6	1/3,5	6,35%	0,43%
4	F7=F8	1/5,5	6,35%	0,43%
5	F9/F10	1/3,5	3,42%	0,80%
6	F11/F11	1/5,5	3,42%	0,80%
7	F13/F14	1/3,5	6,35%	0,80%
8	F15/F16	1/5,5	6,35%	0,80%
9	C1	1/4,5	4,88%	0,61%
10	C2	1/4,5	4,88%	0,61%
11	C3	1/4,5	4,88%	0,61%
12	AX3	1/2,5	4,88%	0,61%
13	AX4	1/6,5	4,88%	0,61%
14	AX5	1/4,5	1,95%	0,61%
15	AX6	1/4,5	7,81%	0,61%
16	AX7	1/4,5	4,88%	0,25%
17	AX8	1/4,5	4,88%	0,98%

Os diagramas construídos permitem, então, avaliar o comportamento das misturas de acordo com os valores assumidos pelas variáveis independentes, observando-se a relação água/sólidos ( $\mu_w$ ) e taxa de vazios ( $\mu$ ). Para tanto, em cada diagrama plota-se uma linha de igualdade, em que  $\mu = \mu_w$ , ou seja, o volume de ar inserido entre os grãos da mistura é nulo na linha de igualdade. O diagrama colocado em destaque mostra a taxa de ar de cada uma das misturas, que é a diferença entre a curva que representa a mistura, e o valor lançado na linha de igualdade. A Tabela 16 apresenta os resultados das variáveis de resposta avaliadas para todas as misturas em estudo. Os valores apresentados referem-se aos pontos de máximo e de mínimo observados nos diagramas para  $\varphi$  e para  $\mu$ , respectivamente, bem como para os valores de  $\mu_w$  relativos aos primeiros ( $\mu_w = \mu_{wb}$ ).

Figura 25 - Diagrama  $\mu \times \mu_w$  - no detalhe  $\mu_a \times \mu_w$ 

De forma acessória à Tabela 16, construiu-se o gráfico de pontos apresentado na Figura 26. Nele são apresentadas todas as misturas distribuídas de acordo com os valores da taxa de vazios ( $\mu_{min}$ ) nas ordenadas e da proporção do volume de areia em relação ao volume de cimento (C/A) no eixo das abcissas. Na Figura 26, podem ser visualizados os conjuntos de misturas, facilitando a leitura das influências qualitativas das variáveis independentes.

Exemplificando o modelo de análise possível a partir da Tabela 16 e da Figura 26, pode-se mencionar a análise das misturas AX7, AX8 e das misturas localizadas no ponto central C1, C2 e C3:

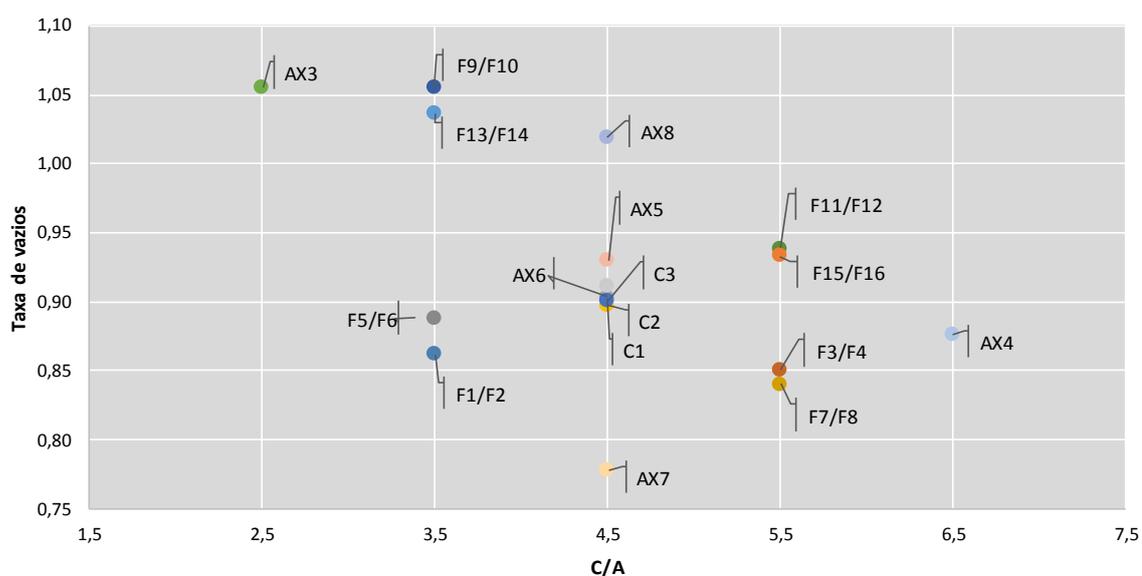
- todas as misturas mencionadas apresentam C/A=1/4,5 – ponto central da variável;
- todas apresentam teor médio (4,88%) do polímero EVA;
- o teor do polímero HEC, para o conjunto em análise, é a única variável influente no valor da densidade de empacotamento observado;
- observa-se que o aumento do teor de HEC tende a diminuir a densidade de empacotamento, ou por outro lado, a aumentar a taxa de vazios mínima nas misturas.

Procedeu-se do mesmo modo, para os casos em que os teores do polímero EVA é considerado baixo (F11/F12 e F3/F4) e alto (F13/F14 e F5/F6). Em todos os casos, a observação foi a mesma: o teor de HEC tende a aumentar os valores de  $\mu$ .

Tabela 16 - Variáveis de resposta *WPM*

	MISTURAS ANALISADA	$\varphi_{max}$	$\mu_{min}$	$\mu_w = \mu_{wb}$	$\mu_a = \mu_{min} - \mu_w$
1	F1/F2	0,54	0,86	0,75	0,11
2	F3/F4	0,54	0,85	0,80	0,05
3	F5/F6	0,53	0,89	0,85	0,04
4	F7=F8	0,54	0,84	0,80	0,04
5	F9/F10	0,49	1,05	0,90	0,15
6	F11/F12	0,52	0,94	0,85	0,09
7	F13/F14	0,49	1,04	0,90	0,14
8	F15/F16	0,52	0,93	0,90	0,03
9	C1	0,535	0,903	0,85	0,053
10	C2	0,527	0,898	0,85	0,048
11	C3	0,526	0,901	0,85	0,051
12	AX3	0,49	1,06	0,85	0,21
13	AX4	0,53	0,88	0,85	0,03
14	AX5	0,52	0,93	0,90	0,03
15	AX6	0,52	0,91	0,85	0,06
16	AX7	0,56	0,78	0,70	0,08
17	AX8	0,50	1,02	0,90	0,12

Figura 26 - Taxa de vazios mínima X C/A



O mesmo padrão de análise foi feito com relação à influência do polímero EVA. Nesse caso, a variação nos teores do material não apresentou influência significativa nas variáveis de resposta.

Com relação à variável C/A, a análise levou em consideração o exposto anteriormente, ou seja, a influência não-significativa do polímero EVA e a influência importante do polímero HEC. Procedeu-se, também neste caso, à análise da influência da quantidade de areia primeiramente com relação ao ponto médio dos dois polímeros utilizados, ou seja, são comparadas as misturas AX3, AX4, C1, C2 e C3. Observa-se claramente que a compacidade do conjunto de grãos aumenta com a quantidade de areia.

Em seguida, analisa-se os resultados considerando teores medianos de EVA (3,42%; 4,88% e 6,35%) em conjunto com os teores baixos (0,25% e 0,43%) e altos (0,8% e 0,98%) de HEC. Também nestes casos, a tendência é de aumento do empacotamento das misturas quando são utilizados maiores teores de areia em relação ao volume de cimento.

Os resultados mostram que o volume de areia relacionado ao volume de cimento apresenta, isoladamente, uma importante influência nos resultados relativos ao empacotamento das partículas. Contudo, a quantidade do polímero HEC parece alterar esta influência. Em acordo com o exposto anteriormente, o aumento do teor de HEC potencializa a influência da areia sobre os resultados. A conclusão neste nível de análise é a de que o aumento do volume de areia na estrutura granular aumenta a compacidade da mistura. Além disso, a presença do polímero HEC em teores mais altos potencializa o efeito da areia. Contudo, a ação isolada do polímero ocorre justamente no sentido oposto, ou seja, o aumento do polímero tende a diminuir a compacidade.

Buscou-se explicação para este fenômeno na observação da variação da taxa de vazios a partir de suas componentes teóricas: a taxa de água (relacionada aqui como a taxa básica de água -  $\mu_{wb}$ ) e a taxa de ar (relacionada como a taxa mínima de ar -  $\mu_a$ ), ligadas, sempre, à ocorrência da densidade de empacotamento de cada uma das misturas.

Observa-se, a partir dos dados, que a variável relativa à quantidade do polímero EVA (%EVA) exerceu pouca influência no sentido da variação da quantidade de ar incorporado nas misturas. Contudo, o teor do polímero HEC (%HEC) e a quantidade de areia em relação à quantidade de cimento (C/A) possuem influência no resultado, atuando em sentidos opostos. Enquanto se eleva %HEC e se reduz a quantidade de areia, o teor de ar é aumentado no ponto em que ocorre a máxima compacidade de cada mistura granular.

Em primeiro lugar, o efeito do HEC dá-se sobre as propriedades da água presente, ou seja, o polímero aumenta a viscosidade da fase aquosa, mesmo durante o processo de mistura, assim como, através de tensoativos, diminui a tensão superficial da mesma (SILVA, 2001). Enquanto a diminuição da tensão superficial tende a incorporar maior quantidade de ar durante a mistura, o aumento da viscosidade impede a eliminação do ar durante o mesmo processo.

Ainda, pode-se considerar que as microbolhas de ar formadas durante a mistura, não obstante funcionem como esferas, diminuindo o atrito e, portanto, teoricamente, diminuindo a demanda de água, agem também como micropartículas dotadas de superfície a ser recoberta pela água. Entende-se que, no cômputo entre o ganho de mobilidade pelo ar incorporado e o ganho de área a ser molhada, houve maior necessidade de volume de água em relação ao volume de sólidos para que, em cada mistura estudada, ocorresse a melhor acomodação das partículas.

Por outro lado, a diminuição da tensão superficial da água, oriunda da presença do polímero HEC, pode ser indicada como responsável pela potencialização da ação da areia sobre o aumento da compacidade das misturas. No sentido em que as partículas de areia, maiores e mais pesadas, exercem maior esforço sobre a tensão superficial da água, tendem a rompê-la com maior facilidade, permitindo melhor acomodação do conjunto granular.

Ainda que este efeito tenha sido observado, salienta-se que a relação entre os volumes da areia e do cimento tende a adotar comportamentos adversos, se forem propostos teores em espectro mais amplo. Isso fica claro ao se discutir os efeitos da interação entre partículas, já mencionados no item 2.4.1. No texto baseado nas referências deste trabalho, fica claro que existe um limite no aumento do empacotamento quando são inseridos grãos de tamanhos diferentes em uma determinada matriz. Então, torna-se claro que o presente trabalho aborda apenas parte de um espectro mais amplo destas relações, restringindo, assim, a sua análise ao universo a que se propôs.

Os dados analisados foram submetidos a tratamento estatístico, conforme descrito no item 3.4.2. Neste processo de análise, são levados em consideração, conforme descrito, os valores codificados das variáveis independentes como apresentado na Tabela 13, e não os valores reais da Tabela 15.

A Figura 27 apresenta a planilha utilizada na análise estatística da densidade de empacotamento das misturas anidras. As planilhas utilizadas para análise das demais propriedades constam no Apêndice D. Na Figura 27 pode-se notar que as observações feitas a partir dos dados e descritas anteriormente são confirmadas pela ferramenta. O modelo foi validado estatisticamente com um nível de confiança de 95%, resultando em um coeficiente de correlação  $R^2 = 98,60\%$ , o que representa um valor aceitável de confiabilidade do modelo.

Salienta-se também que as análises relativas às demais propriedades, ou seja, taxa de básica de água e taxa mínima de ar, também foram objeto de análise de regressão e de variância (ANOVA). As planilhas relativas ao ANOVA são apresentadas na Figura 33, do Apêndice D. No caso da taxa básica de água, apenas a variável %HEC exerceu influência significativa dentro dos parâmetros estipulados.

Figura 27 - Análise de Regressão e ANOVA – Densidade de empacotamento

ANÁLISE:	Densidade de Empacotamento				Intervalo de Confiança Efeitos		Regressão			
	Efeito	Erro padrão	t(4)	p	-95,%	+95,%	Coef. Regressão	Std.Err.	-95,%	+95,%
					LI	LS		Coeff.	Cnf.Limt	Cnf.Limt
Termo independente	0,527	0,0012	443,19	0,000	0,52	0,53	0,527	0,0012	0,524	0,529
C/A(L)	0,021	0,0015	13,71	0,000	0,02	0,02	0,010	0,0007	0,009	0,012
C/A(Q)	-0,009	0,0012	-6,86	0,000	-0,01	-0,01	-0,004	0,0006	-0,006	-0,003
%EVA(Q)	-0,003	0,0012	-2,65	0,023	-0,01	0,00	-0,002	0,0006	-0,003	0,000
%HEC(L)	-0,034	0,0015	-22,74	0,000	-0,04	-0,03	-0,017	0,0007	-0,019	-0,015
C/A X %HEC	0,009	0,0021	4,49	0,001	0,00	0,01	0,005	0,0011	0,002	0,007

ANOVA	SS	df	MS	F	p
C/A(L)	0,0017	1,00	0,00	188,05	0,00
C/A(Q)	0,0004	1,00	0,00	47,01	0,00
%EVA(Q)	0,0001	1,00	0,00	7,03	0,02
%HEC(L)	0,0046	1,00	0,00	517,28	0,00
C/A X %HEC	0,0002	1,00	0,00	20,19	0,00
Erro	0,000098	11	0,000009		
Total	0,007009	16			

Causa da variação			
SS	DF	MS	Fcal
0,006911	5	0,001382	154,6172
0,000098	11	8,94E-06	
0,007009	16		
R <sup>2</sup>	98,60%		
Ftab= 3,20			

Isso se deve principalmente ao fato de a grandeza em questão ter sido medida a partir de uma escala previamente definida, com passos de 0,05 de amplitude. Ou seja, o instrumento de medição da umidade tem sua variabilidade previamente definida. Fica claro que valores que poderiam ser diferentes entre si foram assumidos como iguais devido ao instrumento de medição. Porém, o modelo estatístico apresentou esta deficiência obtendo um coeficiente de correlação mais baixo, neste caso.

No caso da taxa mínima de ar incorporado à mistura, a influência significativa dos parâmetros deu-se no sentido inverso da densidade de empacotamento, o que concorda com a análise feita anteriormente. Ainda que o coeficiente de correlação do modelo tenha ficado abaixo do obtido quando analisada a densidade de empacotamento, os coeficientes da regressão confirmam a tendência de comportamento já discutida.

### 4.3 REOMETRIA OSCILATÓRIA

#### 4.3.1 O processo de consolidação de argamassas colantes

Ao longo do procedimento experimental adotado, no qual as misturas produzidas foram submetidas a tensões de cisalhamento seguindo o modelo oscilatório, é possível observar

a variação das grandezas reológicas fundamentais, segundo modelos bem caracterizados para o universo de observação.

A análise que se propõe neste ponto do trabalho é a de buscar identificar as características destes modelos de variação das propriedades reológicas que possam descrever o processo de consolidação do ponto de vista fenomenológico, possibilitando que se responda às questões de estudo *i*, *ii* e *vi*.

As propriedades reológicas fundamentais tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e ângulo de fase ( $\delta$ ) foram medidas diretamente pelo equipamento ao longo do procedimento experimental, e delas, a partir da formulação apresentada no item 2.5.2.3, foram calculadas as propriedades derivadas.

De acordo com Mezger (2014), o ângulo de fase ( $\delta$ ) representa um importante parâmetro de análise quando se busca descrever ou classificar determinado material sob o ponto de vista de seu comportamento reológico. De acordo com o autor, os materiais viscosos ideais (flúidos newtonianos) apresentam  $\delta = 90^\circ$ , enquanto que os materiais idealmente elásticos apresentam  $\delta = 0^\circ$ . Os materiais com valores de  $\delta$  dentro do intervalo entre os dois extremos ( $0^\circ < \delta < 90^\circ$ ) são determinados na referência como materiais viscoelásticos, ou, de forma específica aos flúidos genéricos, como flúidos não-newtonianos.

Banfil (2006) afirma que as suspensões cimentícias são classificadas como flúidos de Bingham dotados de tensão de escoamento ( $\tau_0$ ). Distintamente, Wong e Kwan (2008c) classificam este tipo de material como flúidos de Herschel-Bulkley, mencionando a mesma característica.

Independentemente da classificação, parece claro que os materiais cimentícios apresentam uma resistência inicial ao movimento, a qual somente é rompida quando se atinge determinado valor de  $\tau$ . Romano *et al* (2014) baseiam suas conclusões na afirmação de que existe uma correlação de proporcionalidade direta entre  $\tau_0$  e o módulo de armazenamento  $G'$  ( $G' \equiv \tau_0$ ).

A afirmação de Romano *et al* (2014) respalda-se na descrição do comportamento viscoelástico dos materiais encontrada em Mezger (2014). O módulo de armazenamento representa a parcela de comportamento elástico dos materiais assim caracterizados. Além disso, tensões de cisalhamento com valores abaixo de  $\tau_0$ , são absorvidas pelo material de forma elástica, ou seja, com possibilidade de retorno ao estado original assim que retirada a tensão, o que caracteriza o fenômeno de armazenamento de energia de deformação.

As misturas utilizadas no presente trabalho abrangem uma ampla gama de argamassas colantes do ponto de vista de sua composição, ou seja, variou-se tanto as quantidades dos materiais anidros relacionados entre si como a quantidade de umidade utilizada na mistura.

Observando os valores de  $G'$  de todas as misturas ao longo do tempo de realização do ensaio de reometria oscilatória, fica claro que, em nenhum caso, os valores obtidos foram nulos, o que representa que, mesmo nos casos em que os teores de umidade são máximos, ou seja, nos primeiros momentos do ensaio, a parcela elástica do comportamentos de cada mistura se faz presente. A Figura 28 mostra os valores obtidos para  $G'$  para os pontos N1, N2, N3, N4, N5 e N6, definidos no item 3.1 (Tabela 12). Os valores das ordenadas foram marcados sobre escala logarítmica, a fim de destacar as diferenças dos instantes iniciais do ensaio, e uma linha foi traçada apontando os valores médios observados em cada tempo determinado. Os gráficos contendo os dados de todas as misturas são apresentados na Figura 36 do Apêndice F. O agrupamento proposto nos gráficos visa apenas melhorar a legibilidade dos mesmos.

O comportamento do conjunto de dados apresentado tanto na Figura 28 quanto na Figura 36 mostra que, em todos os casos, as misturas apresentaram aumento da parcela elástica de seu comportamento, demonstrando que o processo de consolidação é contínuo no período avaliado.

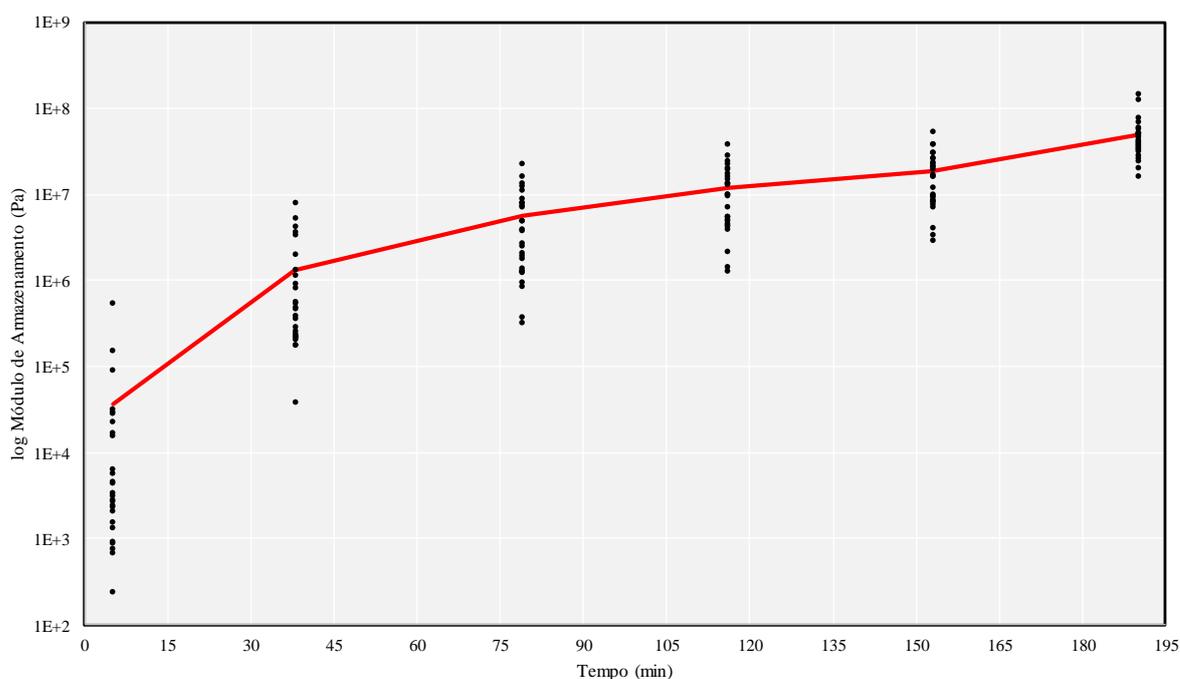
No mesmo sentido, a análise dos valores relativos ao ângulo de fase pode demonstrar tal comportamento. A Figura 29 apresenta os dados para os tempos N1 a N6 e a linha dos valores médios de cada tempo. Também são apresentados, na Figura 37 do Apêndice F, os valores de  $\delta$  para todas as misturas. É possível verificar que todas as misturas apresentam a mesma tendência, ou seja, a diminuição do ângulo de fase ao longo do ensaio.

Matematicamente, as duas grandezas são relacionadas no item 2.5.2 pela Equação (31) ( $\tan\delta = G''/G'$ ), através da propriedade denominada por Mezger (2014) como fator de amortecimento (*damping factor*). A equação demonstra que a relação entre as parcelas viscosa ( $G''$ ) e elástica ( $G'$ ) do comportamento viscoelástico do material está diretamente ligada com o ângulo de fase. As curvas construídas a partir dos dados da propriedade descrita por  $\tan\delta$  são análogas ao próprio  $\delta$ , com desvios, em valores absolutos, apenas nos primeiros pontos do ensaio (com valores de  $\delta$  mais elevados), motivo pelo qual a análise pode ser efetuada sempre em relação a  $\delta$ .

A Tabela 4, no item 2.5.2, apresenta uma classificação do comportamento viscoelástico dos materiais em função das propriedades relacionadas anteriormente ( $\delta$ ,  $\tan\delta$ ,  $G'$  e  $G''$ ). Pelos dados colhidos no procedimento adotado no trabalho, fica claro que as argamassas colantes devem ser consideradas a partir do que afirma Mezger (2014), como dotadas de comportamento

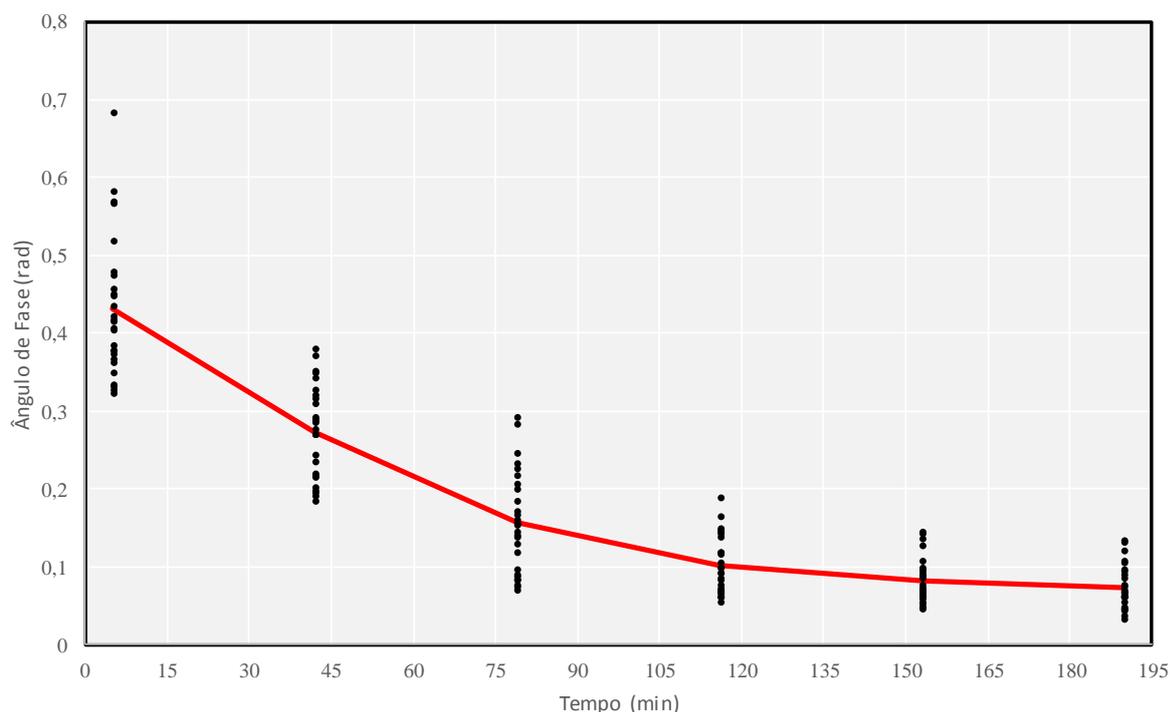
de “gel ou sólido viscoelástico”, visto que, em todo o universo de dados colhidos, os parâmetros observados pela Tabela 4 apontam para tal classificação.

Figura 28 - Valores de  $G'$  para os tempos N1, N2, N3, N4, N5 e N6



Os dados apresentados até este ponto demonstram, também, que todas as misturas testadas comportam-se do mesmo modo, ou seja, apresentam valores inicialmente elevados de  $\delta$ , com redução deste parâmetro ao longo do ensaio, o que comprova que há um processo em andamento e que o mesmo é contínuo desde os primeiros minutos do ensaio.

No item **3.1**, efetuou-se a divisão do período de ensaio a partir dos pontos T1, T2 e T3, definidos pela observação dos valores da derivada analítica dos dados relativos ao ângulo de fase, conforme apresentado na Figura 15. Os valores de T1, T2 e T3, para cada uma das misturas utilizadas, são apresentados na Tabela 11, e no Apêndice F consta a Figura 38, em que são apresentados os gráficos da derivada de  $\delta$  ao longo do período de ensaios. Esta divisão tem como intuito observar o conjunto de dados de cada uma das misturas acerca da existência ou não dos patamares inicial e final da curva descrita por  $\delta$ , mas principalmente observar a localização de T2 como ponto de inflexão da curva.

Figura 29 - Valores de  $\delta$  para os tempos N1, N2, N3, N4, N5 e N6

Não é possível, a partir dos dados observados, caracterizar as misturas relacionando-as com a existência ou ausência dos patamares inicial e final na curva descrita por  $\delta$ , devido ao fato de não ter sido observado qualquer padrão de comportamento neste sentido. Com relação a T1, especificamente, fato de o procedimento experimental ter iniciado suas leituras após 30 minutos de mistura, pode ter influenciado no cenário verificado. Porém, esta situação foi imposta pelas condições da estrutura laboratorial escolhida pela metodologia abordada.

Com relação ao ponto T2, definido como ponto de inflexão da curva de  $\delta$ , é possível observar que as variáveis independentes possuem influência na localização deste ponto. Na Figura 30, são apresentados os gráficos de pontos, construídos no intuito de analisar a influência de cada uma das variáveis independentes no posicionamento do ponto T2.

A análise demonstra que o aumento dos teores de umidade e de areia tendem a protelar a inflexão da curva de  $\delta$ , sendo que o percentual de polímeros foi mais significativo nas extremidades dos intervalos, ou seja, a partir da leitura dos pontos axiais. Nos dois casos, os maiores teores de polímeros acarretaram em menores valores de T2.

O processo de consolidação das argamassas colantes utilizadas no trabalho, quando analisado por meio do ângulo de fase ( $\delta$ ), parece ser caracterizado inicialmente por um processo

contínuo, ou seja, os valores de  $\delta$  variam em todos os pontos de leituras efetuadas pelo equipamento. Esta característica reflete o fato de que inexiste um ponto de início da consolidação, visto que o processo ocorre continuamente. Esta consideração é reforçada pelas propriedades derivadas, como demonstrado nos gráficos apresentados no apêndice F.

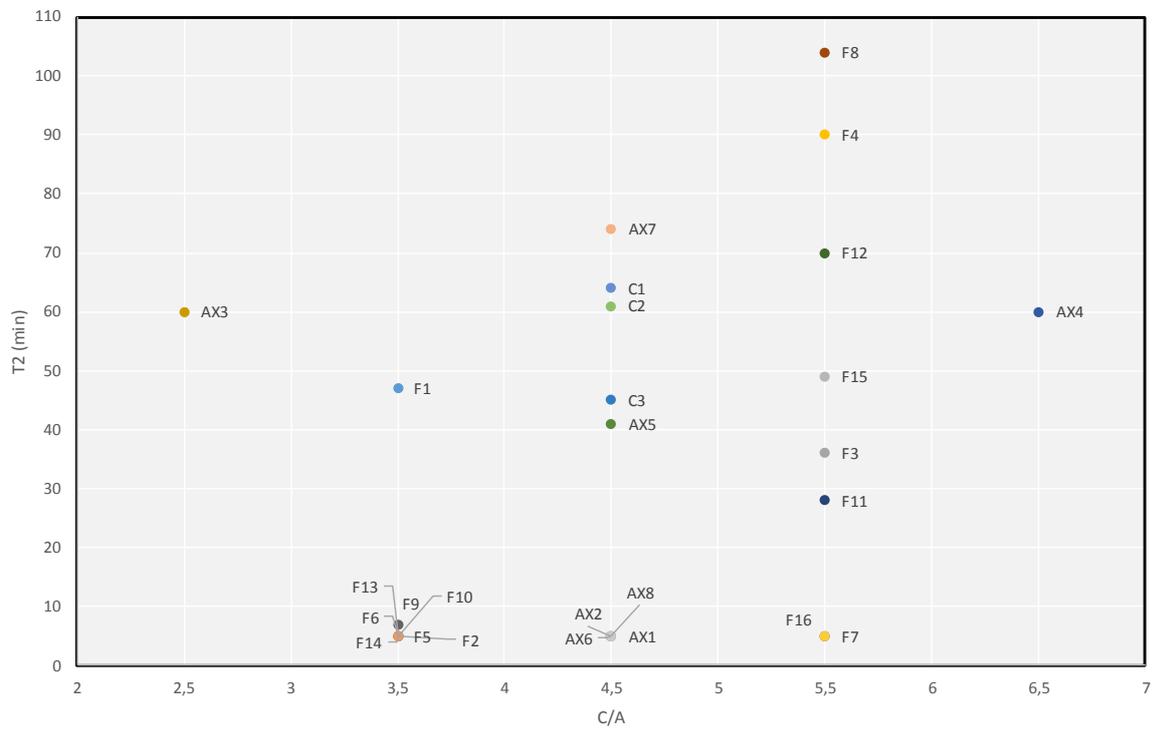
Contudo, há que se considerar que, de forma bastante marcante, pelas características do conjunto de dados, há uma aceleração do processo de transformação do material, indicado pelo crescimento da derivada do ângulo de fase (Figura 38, Apêndice F), seguido de uma desaceleração deste mesmo processo, marcada pela diminuição da derivada. A passagem de um fenômeno a outro é marcada pelo ponto T2.

Após um período de desaceleração, há a tendência de manutenção dos valores de  $\delta$  em níveis praticamente constantes. Este fato pode não significar o final do processo de consolidação, mas simplesmente o limite de sensibilidade do método adotado para a detecção das alterações processadas. Contudo, o ponto T2, em que há a alteração da trajetória da derivada de  $\delta$  pode ser relacionado ao final do processo de consolidação, visto que a partir de T2, ocorre a desaceleração da alteração nos valores de  $\delta$ .

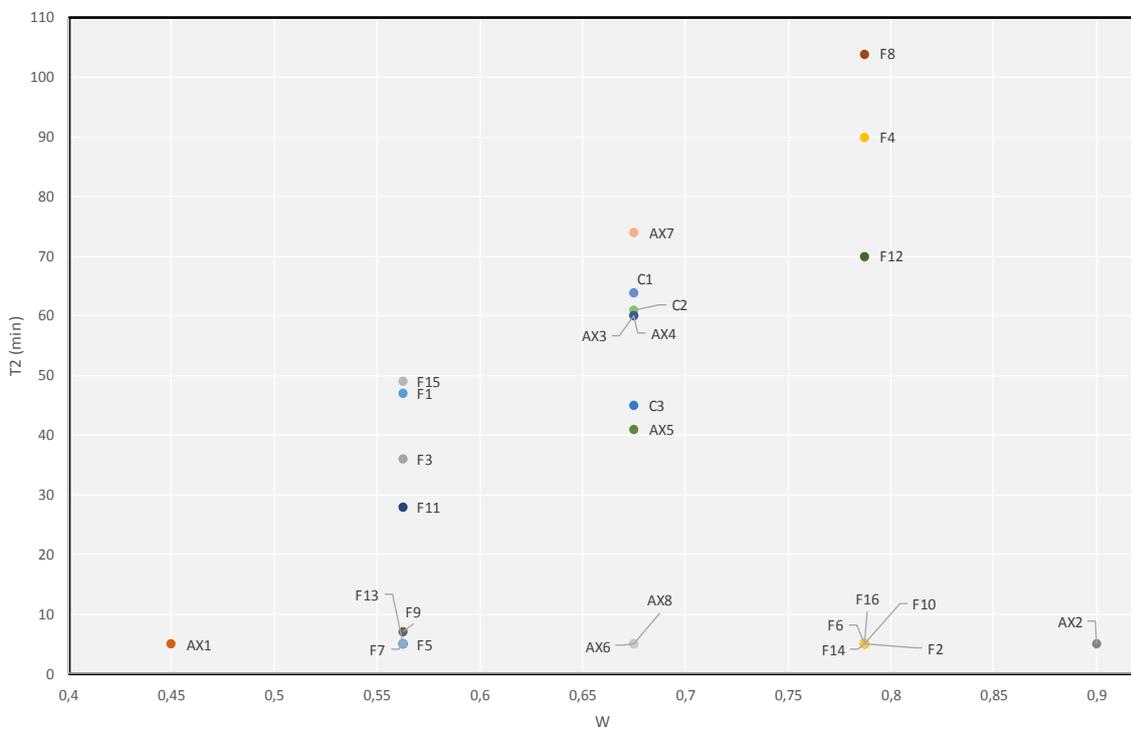
A análise dos dados de  $\delta$ , buscando relacionar o processo de consolidação com as transformações físicas e químicas que ocorrem nas argamassas colantes, a partir do momento da mistura, parece indicar que o ponto T2 está relacionado à diminuição dos teores de umidade abaixo de um valor crítico, necessário à continuidade do processo nos mesmos moldes de antes de T2. De forma concomitante, a contínua formação de compostos hidratados, consumindo água livre, atinge um ponto crítico que parece alterar a trajetória da variação de  $\delta$ .

O fenômeno físico observado pela experimentação indica a transição de estado do material, que vai de um ponto em que há maior importância do elemento viscoso do material, papel desempenhado pela água livre nos instantes iniciais após a mistura, para um estado em que há maior importância dos elementos sólidos ou em formação, caso dos compostos formados pela hidratação do cimento. No caso específico da experimentação proposta, o consumo da água pelas reações de hidratação do cimento e a formação dos compostos sólidos contribuem para o mesmo fenômeno, ou seja, a mudança de um comportamento em que a parcela viscosa possui mais importância para um estado em que a mesma possui menor importância. A partir de T2, há diminuição da taxa de variação de  $\delta$ , o que pode ser relacionado com o gráfico apresentado na Figura 1, em que o final do Estágio I tende a ocorrer em períodos próximos a uma hora de hidratação do cimento. Após este período, há uma desaceleração no processo de hidratação.

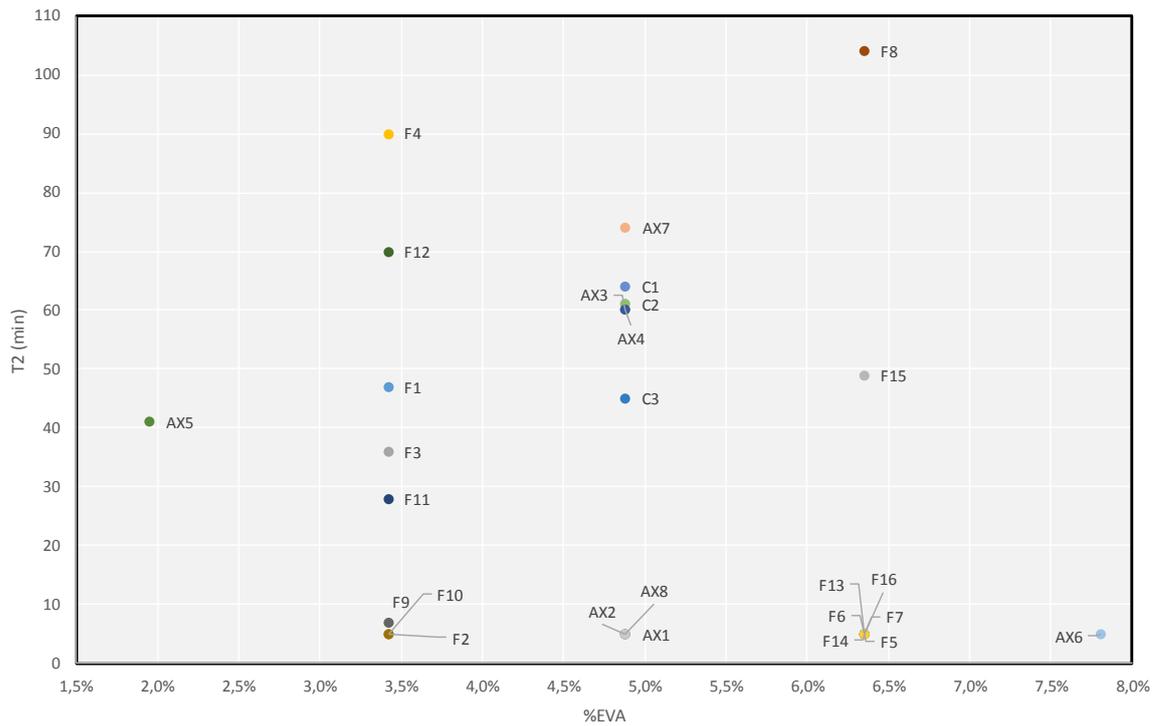
Figura 30 - Posição de T2 em função de (a) C/A; (b) W; (c) %EVA; (d) %HEC



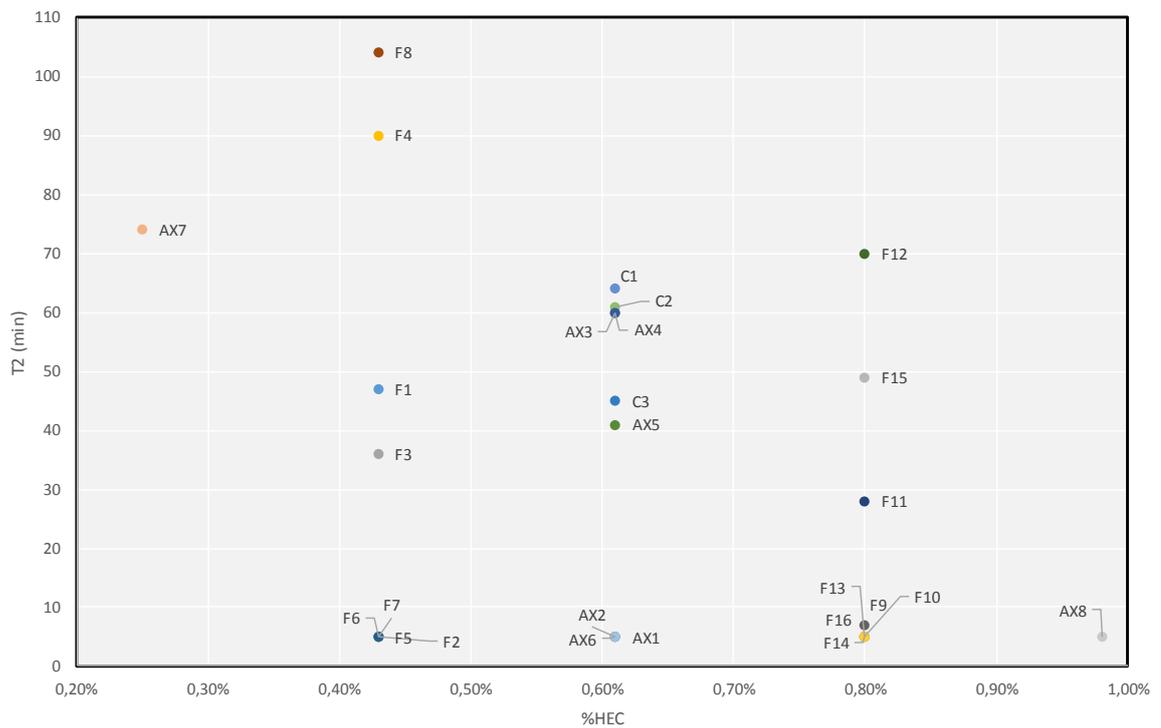
(a)



(b)



(c)



(d)

Embora os dados demonstrem que a quantidade de água livre seja predominante na posição de T2 e, portanto, no andamento do processo de consolidação como um todo, há que

se considerar a influência das outras variáveis no contexto, mesmo que tal consideração seja feita sempre à luz da inter-relação de cada variável com a umidade.

No caso dos teores dos polímeros, a sua ação física inicial se dá justamente sobre a fase aquosa da mistura, aumentando a viscosidade da mesma, o que tende a diminuir a mobilidade das partículas sólidas de cimento (em hidratação) e areia. Esta diminuição na mobilidade, devida à maior resistência ao fluxo, imposta pelo aumento da viscosidade, parece favorecer uma maior taxa de absorção da água pelos grãos sólidos, especialmente os grãos de cimento em hidratação e a fração fina da areia. Assim, em condições de maior contato da água com as partículas sólidas, a tendência do processo de consolidação é a de antecipar as transformações físicas.

O mesmo raciocínio pode ser considerado com relação a outro efeito atribuído ao polímero HEC, que é o aumento do volume de ar incorporado à mistura. Os efeitos físicos sobre a argamassa provocados pelo ar incorporado, relacionam-se com melhores índices de trabalhabilidade e coesão entre as diferentes fases, diminuindo significativamente a segregação dos materiais componentes. Tais condições acabam, da mesma forma, facilitando e ampliando o contato da água com as partículas sólidas, melhorando as taxas de absorção.

Em trabalhos como Silva e Monteiro (2005) e Betioli et al (2009), o polímero celulósico utilizado, o HMEC, provocou retardo nas reações de hidratação. Uma análise desta contradição em relação aos dados do presente trabalho, deve atentar para o fato de que, nos trabalhos referenciados, o foco de pesquisa era direcionado exclusivamente às reações de hidratação dos grãos de cimento. Aqui há correlação da hidratação como fenômeno principal com os efeitos físicos dela decorrentes, em um meio físico dotado de uma complexidade diferente dos casos citados.

No caso da relação entre o volume de cimento e o volume de areia (C/A), observa-se que o aumento da quantidade de areia acaba por diminuir a área específica da mistura como um todo, o que aumenta no mesmo sentido a quantidade de água livre na mistura. Este aumento de água livre acaba por protelar a inversão do comportamento relacionado à variação no valor de  $\delta$ , o que pode ser verificado com o aumento de T2 para as misturas com maior quantidade de areia.

Outro meio de análise do processo de consolidação como fenômeno, relaciona-se com a observação do comportamento dos dados relativos à tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) ao longo do período de ensaio. Na Figura 39 do Apêndice F, são apresentados os gráficos com a variação de  $\tau$  do conjunto de todas as misturas propostas no trabalho. No conjunto como um todo, é possível verificar que a tendência do ganho de resistência ao cisalhamento, observada pelo

aumento da tensão necessária para que o equipamento imprima a deformação selecionada no ensaio, não se interrompe ou adquire qualquer padrão de estabilização de valores no período de realização das leituras.

O fato descrito permite tecer considerações importantes. Em primeiro lugar, pode-se concluir que os dados apontam para a inexistência de analogia fenomenológica entre o ganho de resistência ao cisalhamento e o processo de consolidação das argamassas colantes, embora ambos os processos ocorram de forma concomitante. O ganho de resistência tende a continuar, mesmo além da estabilização do ângulo de fase, acompanhando o processo de hidratação do cimento e de acordo com as condições de criação dos compostos hidratados, já conhecidos na área de materiais cimentícios.

É singular que os dois fenômenos, ganho de resistência e consolidação, tenham relação com os mesmos parâmetros, mas possam ser analisados como totalmente distintos um do outro. Porém, é necessário observar os dados a partir de outra ótica, que permite correlacionar os dois fenômenos, comprovando que o processo de consolidação é passível de descrição a partir das propriedades reológicas estudadas experimentalmente.

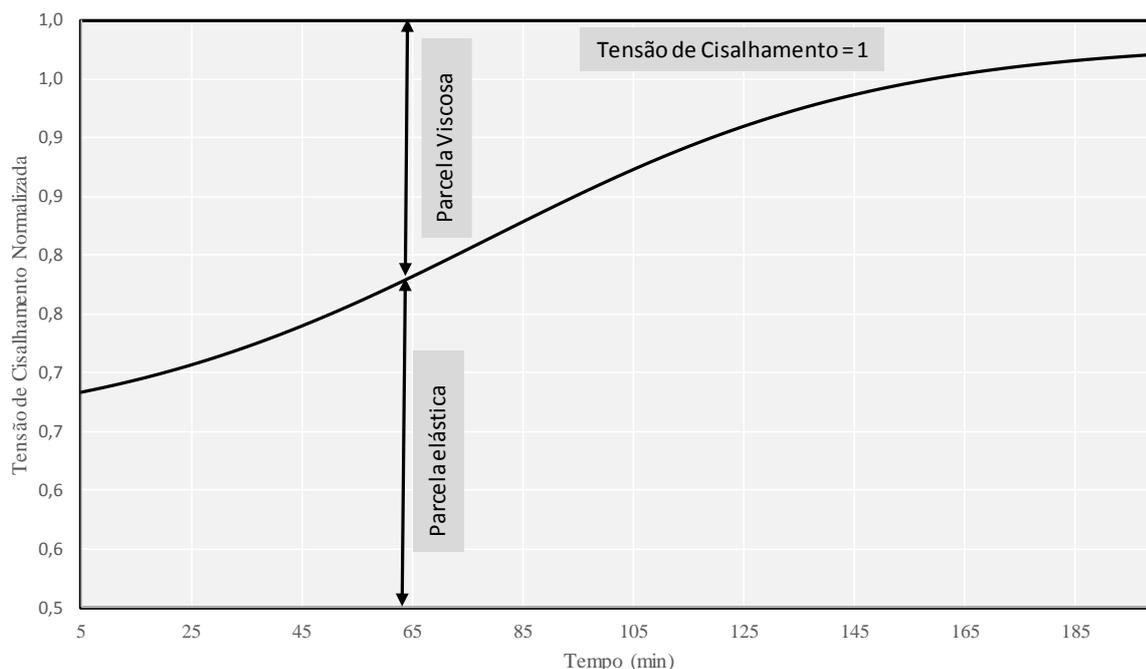
Como já explicitado,  $G'$  representa a parcela elástica do comportamento viscoelástico de materiais como as argamassas colantes, ou seja, parte da tensão de cisalhamento aplicada às amostras durante o ensaio é armazenada elasticamente pelo material. Mezger (2014) também afirma que, em situações em que o material se mantém na sua região viscoelástica linear (RVL), a energia armazenada é totalmente consumida no retorno ao estado inicial quando for retirada a tensão, sem que existam perdas relacionadas com a ocorrência de deformações permanentes ou rupturas de ligações estruturais do material em consolidação.

Como os ensaios de reometria oscilatória foram executados a partir de uma determinação prévia da RVL do conjunto de argamassas, pode-se correlacionar o valor de  $G'$  com a parcela armazenada elasticamente da tensão de cisalhamento aplicada às amostras. Assim, entende-se que, a cada leitura de  $\tau$ , uma parcela do valor observado é armazenada elasticamente e outra representa a perda viscosa, e que tal parcelamento pode ser implementado pela relação entre os módulos  $G'$  e  $G''$ . No intuito de observar a incidência da parcela elástica, procedeu-se uma normalização dos valores de  $\tau$ , considerando o valor lido de  $\tau$  a cada minuto do ensaio igual à unidade, e definindo a parcela armazenada elasticamente a partir da equação (47).

$$\tau_{elástico} = \tau \cdot \frac{G'}{G' + G''} \quad (47)$$

Então, montou-se um conjunto de gráficos do qual a Figura 31 é um exemplo. O conjunto completo é apresentado no Apêndice F na Figura 40.

Figura 31 - Normalização de  $\tau$  X Parcela elástica de  $\tau$



A análise das misturas mostra que a parcela elástica do comportamento viscoelástico do material ganha importância frente à tensão de cisalhamento absorvida pela amostra durante todo o ensaio. Tal fato confirma a análise feita anteriormente relacionada à variação do ângulo de fase, demonstrando que o processo de consolidação de argamassas colantes ocorre de maneira contínua desde os primeiros instantes de mistura. Além disso, demonstra-se que todo o processo de consolidação pode ser analisado a partir das duas propriedades fundamentais colhidas no processo experimental ( $\tau$  e  $\delta$ ).

Outra abordagem possível, a partir dos dados, relaciona-se com o aumento da tensão de escoamento ( $\tau_0$ ) ao longo do processo de medição das propriedades reológicas. De acordo com Romano *et al* (2014) e Mezger (2014), é possível relacionar o valor do módulo de armazenamento ( $G'$ ) com o valor da tensão de escoamento de fluidos, confirmando que para as argamassas, este parâmetro, assim como o ângulo de fase, é variável ao longo da consolidação.

Mezger (2014) relaciona  $\tau_0$  com o final da RVL do material. A abordagem do autor, contudo, não menciona os eventos relacionados com a consolidação. Na abordagem que se faz no presente trabalho, considerando o exposto na revisão da bibliografia, a RVL está diretamente ligada à quantidade de água livre na amostra. O aumento dos valores de  $G'$  sugere que o valor de  $\tau_0$  aumenta ao longo da consolidação. Parece bastante claro, também, que, no caso das argamassas colantes, como material viscoelástico, uma maior quantidade de água livre faz aumentar a incidência da parcela viscosa no comportamento, o que corrobora as observações anteriores relacionadas ao início do período de ensaio, quando o material apresenta-se com alto grau de saturação.

A abordagem experimental do trabalho leva em consideração o procedimento proposto em Romano *et al* (2014), em que se limita a amplitude de deformação aplicada pela reometria oscilatória a valores que, com segurança, mantêm a amostra como um todo dentro da região viscoelástica linear, o que, por sua vez, visa garantir que a estrutura formada pela consolidação não seja rompida pela deformação imposta pelo experimento.

Na análise feita neste item, a qual busca descrever o processo de consolidação das argamassas colantes a partir de suas propriedades reológicas, é possível afirmar, pelos dados obtidos, que a quantidade de água livre exerce influência sobre o comportamento das misturas. Também, pela abordagem dada pela literatura, considera-se que a água livre na mistura diminui ao longo do processo de consolidação devido principalmente à cinética de hidratação, mas também à evaporação e à ação dos agentes poliméricos. Pelos dois pressupostos anteriores, pode-se perceber que a mencionada margem de segurança da deformação imposta pelo experimento em relação ao limite da RVL diminui significativamente ao longo do processo.

O raciocínio anterior pode ser embasado pelo entendimento de que o enrijecimento da amostra, evidenciado pelo aumento contínuo dos valores tanto de  $G'$  quanto de  $G''$  e relacionado com a diminuição da quantidade de água livre, sugere que o limite de deformação que delimita a RVL do material sofra um decréscimo ao longo do ensaio, realizado em proporções semelhantes ao aumento da rigidez do material. Este fato concorre para o questionamento sobre a manutenção da integridade da estrutura formada pela consolidação nos instantes finais do ensaio.

A abordagem do processo de consolidação, a partir de suas relações com a compacidade das misturas, foi feita com a observação do conjunto de dados, como abordado nos itens **3.2.2** e **4.1**. Neste ponto não cabe uma abordagem estatística, visto que as propriedades abordadas, tanto na análise do empacotamento de partículas quanto na reometria oscilatória,

não se configuram em variáveis independentes e, além disso, relacionam-se desde a concepção do trabalho com os mesmos parâmetros.

Desta forma, as misturas apresentadas no seu estado anidro, como na Tabela 15, foram classificadas de acordo com sua compacidade em ordem crescente. Então, foram analisados os gráficos da Figura 38 no Apêndice F, em que se observa que existe uma clara relação entre a compacidade das misturas e a antecipação do processo de consolidação, através do ponto T2 e da presença ou ausência do patamar inicial nos gráficos do ângulo de fase.

O que se observa no conjunto de dados é que as misturas dotadas de menor compacidade, de acordo com o que se apresenta na Tabela 16, apresentam uma maior tendência de antecipação do processo de consolidação, ou seja, são as que, em geral, não apresentam patamar inicial no gráfico de  $\delta$  ou o apresentam em intervalos muito curtos e, conseqüentemente, apresentam menores valores de T2, restando que as maiores compacidades estão relacionadas à existência de patamar inicial e a maiores valores de T2.

Na análise da compacidade a partir das variáveis independentes, observou-se que as maiores compacidades estavam relacionadas aos maiores teores de areia, confirmando a tendência verificada anteriormente. As misturas com maior quantidade de areia apresentaram-se com maior compacidade e tiveram, dentro da análise proposta, seu processo de consolidação protelado no intervalo do ensaio.

Esta mesma observação pode ser feita com relação ao teor de polímeros utilizados, em especial do polímero HEC (%HEC), visto que o polímero EVA não apresentou influência sobre a compacidade das misturas. O aumento dos teores de HEC diminui a compacidade e tende a antecipar os acontecimentos relacionados à consolidação.

Posto isso, busca-se justificar esta relação entre os dois fenômenos, consolidação e compacidade. Parece claro, pela análise dos dados, que a antecipação ou protelação do processo de consolidação estiveram sempre ligadas à quantidade de água livre no início do processo. Este fato pode ser relacionado com a abordagem das propriedades da compacidade de misturas granulares feita ao longo da revisão das referências do trabalho. Estruturas granulares dotadas de menores teores de vazios tendem a apresentar menores demandas de água a ser utilizada para recobrir os grãos, fato que resulta em maiores teores de água sobrando e possibilitando melhores índices de trabalhabilidade. Os dados do trabalho parecem indicar que as misturas com maior compacidade apresentam maiores teores de água em excesso, o que acaba protelando o processo de consolidação.

O fato abordado pode ser descrito como similaridade de fenômenos, ou seja, maiores quantidades de água tendem a protelar os processos de consolidação, seja devido à água

adicionada à mistura, seja devido ao melhor aproveitamento da quantidade de água devido a melhores condições de acomodação das partículas.

#### 4.3.2 Propriedades reológicas

A análise empreendida neste item relaciona-se com os valores quantitativos obtidos ao longo do procedimento de reometria oscilatória em relação às propriedades fundamentais  $\tau$  e  $\delta$ . Além disso, foram propostas outras formas de análise que possam corroborar as observações em relação às propriedades derivadas ( $\tan\delta$  e  $G'$ ).

Como o objetivo é verificar estatisticamente a influência das variáveis independentes sobre os dados observados na reometria oscilatória, foram tomados os valores obtidos e calculados para os pontos definidos na Tabela 12 no item 3.1, a partir dos quais foi efetuada análise de regressão e análise de variância. As observações efetuadas através deste procedimento, além de confirmar as tendências observadas no item 4.3.1, podem ampliar a abordagem anterior.

As propriedades reológicas fundamentais  $\tau$  e  $\delta$  e as derivadas  $\tan\delta$  e  $G'$ , como já observado no item 4.3.1, podem descrever o processo de consolidação de argamassas colantes ao se estudar sua variação ao longo de um período de tempo adequado. No presente trabalho, o tempo estipulado para a execução da análise foi de 200 minutos de execução do ensaio, que deve ser somado aos 30 minutos consumidos desde a mistura até o início do ensaio. Então, uma observação importante é a de que o processo de consolidação não tem relação fenomenológica com a pega do cimento, visto que o valor de início de pega do cimento utilizado foi de 3 horas e 36 minutos, conforme apresentado na Tabela 21 no Apêndice B, estando, portanto, além dos valores observados em que ocorrem as transformações mais importantes do processo de consolidação.

Foram processadas, então, análises de regressão e de variância (ANOVA), no intuito de estimar o efeito dos parâmetros sobre as propriedades reológicas fundamentais e derivadas. A partir de uma análise preliminar, foi possível observar que as propriedades derivadas  $G'$  e  $\tan\delta$  apresentam as mesmas tendências de comportamento das propriedades fundamentais  $\tau$  e  $\delta$ , respectivamente, motivo pelo qual as análises apresentadas no texto são limitadas às últimas.

No entendimento de que o processo estatístico serve, em primeiro lugar, para auxiliar a explicação dos fenômenos observados e, de forma acessória, dar rigor matemático a tais

explicações, buscou-se, justamente, o encaminhamento no sentido de que as respostas estatisticamente fundamentadas apontem os caminhos para a justificação dos fenômenos.

Os efeitos de cada uma das variáveis foram analisados a partir de sua primeira influência, ou seja, se a variação de determinado parâmetro tem efeito positivo ou negativo sobre a variável de resposta. Por efeito positivo entende-se que a variável de resposta tem seu valor alterado no mesmo sentido do parâmetro em questão. Montou-se então, a Tabela 17 como um quadro-resumo da análise de regressão dos valores assumidos por  $\tau$  e  $\delta$  nos seis pontos definidos anteriormente (N1, N2, N3, N4, N5 e N6). Na mesma tabela, são apresentados os coeficientes de correlação  $R^2$  obtidos no processo.

Tabela 17 - Quadro resumo análise de regressão - efeitos

Propr. Pontos	Tensão de Cisalhamento					Ângulo de Fase				
	R <sup>2</sup>	W	C/A	%EVA	%HEC	R <sup>2</sup>	W	C/A	%EVA	%HEC
N1	0,6755	(-)	(+)	(-)	(-)	0,6818	(-)	(+)	(+)	(+)
N2	0,6474	(-)	(-)	(-)	(-)	0,7749	(+)	(+)	(+)	(-)
N3	0,7782	(-)	(+)	(-)	(-)	0,8805	(+)	(+)	(+)	(-)
N4	0,8033	(-)	(+)	(-)	(-)	0,9117	(+)	(+)	(+)	(+)
N5	0,7981	(-)	(+)	(-)	(-)	0,9063	(+)	(-)	(+)	(+)
N6	0,7366	(-)	(+)	(-)	(-)	0,9094	(+)	(-)	(+)	(+)

É importante salientar que a Tabela 17 representa o resumo de 12 análises de regressão que, do ponto de vista estatístico, são distintas umas das outras. Opta-se aqui por uma avaliação global, devido ao fato de que, como visto no item **4.3.1**, o processo de consolidação é contínuo e ininterrupto. Então, as conclusões postas neste item do trabalho buscam relacionar as variáveis independentes com os valores pontuais das propriedades reológicas, sem, contudo, perder de vista a avaliação do conjunto.

Com relação ao coeficiente de correlação, a Tabela 17 mostra que o processo experimental tende a obter valores mais uniformes e representativos das propriedades reológicas nos pontos de leitura mais avançados. Tal fenômeno pode ser relacionado com a diminuição da quantidade de água livre na amostra, fato que tende a tornar a mesma menos heterogênea em relação aos primeiros minutos de leitura. No caso da leitura da tensão de cisalhamento, o menor valor de  $R^2$  no ponto N6 relaciona-se ao fato de que a mistura F15 apresenta valor nulo de  $\tau$ , o que acarreta um efeito mais importante sobre o coeficiente do que para o ângulo de fase, o qual, para o caso específico de F15, apresenta valor constante (patamar final da curva sigmoideal) a partir de N5.

O teor de umidade (W) apresentou efeito negativo quanto a  $\tau$  em todos os pontos destacados, o que vem de acordo com os preceitos abordados na revisão da bibliografia. O

aumento da quantidade de água livre melhora a mobilidade dos grãos quando a amostra é sujeita a uma tensão de cisalhamento. Relaciona-se a tensão de cisalhamento frente a uma deformação previamente escolhida, como é o caso do procedimento aqui proposto, com o módulo de armazenamento ( $G'$ ) e, portanto com a tensão de escoamento ( $\tau_0$ ) do material. Então o efeito de  $W$  sobre  $\tau_0$  resultou de acordo com o que a bibliografia apresenta para estruturas granulares heterogêneas, como a verificada no caso das argamassas colantes.

O efeito de  $W$  sobre  $\delta$ , à exceção de N1, foi positivo, o que, mais uma vez, concorda com o exposto no sentido que quanto maior a quantidade de água em relação aos materiais sólidos, maior é a incidência da parcela viscosa do comportamento viscoelástico. A compreensão da estrutura multifásica de misturas de argamassas colantes, em que os grãos estão dispersos em uma fase aquosa, a qual possui suas próprias características reológicas, é importante para a justificação deste comportamento. A água em maior ou menor quantidade envolve os grãos sólidos e serve como meio de separação entre eles. Desta forma, a mobilidade de grãos, assim dispersos, é fortemente dependente das características da água, que se comporta como fluido viscoso.

Com relação à quantidade de areia presente, o aumento da tensão de cisalhamento, no mesmo sentido de  $C/A$  se justifica pelo maior atrito que surge devido ao maior número de grãos maiores e com superfície mais irregular da areia. Este fato parece sobrepor-se à diminuição da área a ser molhada pela água no início do processo de mistura. Ou seja, tomando-se duas misturas com o mesmo teor de umidade, sabe-se que a mistura com maior teor de areia será dotada de menor área específica. Este fato acarreta maior quantidade de água em excesso, facilitando a mobilidade, o que resultaria em menor resistência ao movimento (WONG e KWAN, 2008c). Os resultados mostram, contudo, que os grãos de areia em maior quantidade resultaram em um aumento da tensão de cisalhamento, evidenciando que o efeito do atrito se sobrepôs ao efeito da água em excesso.

Contudo, a diminuição da área específica, resultante do maior teor de areia, parece ter alguma influência mais efetiva sobre o efeito deste parâmetro sobre o ângulo de fase ( $\delta$ ), apenas na primeira parte do ensaio. O efeito positivo nos primeiros pontos de leitura indica que a maior quantidade de água em excesso na mistura, devida à diminuição da área específica, tende a aumentar a importância da parcela viscosa do comportamento viscoelástico do material, fato evidenciado pelo aumento nos valores de  $\delta$ . Nos pontos finais do ensaio, este efeito se inverteu indicando que os compostos sólidos formados até então podem ter seu comportamento similar aos grãos de areia. Então, os maiores teores de areia em estágios avançados de consolidação

parecem agir no mesmo sentido da formação dos compostos sólidos, ou seja, aumentando a importância da parcela elástica do comportamento.

Os teores dos polímeros apresentaram efeitos muito semelhantes entre si nesta análise. Com relação a  $\tau$  o aumento nos teores dos polímeros fez diminuir os valores de resistência à deformação imposta, fenômeno que se refere aos efeitos básicos dos próprios polímeros, ou seja, aumento da viscosidade da fase aquosa, o que diminui o efeito do atrito entre os grãos.

O mesmo aconteceu com o efeito dos polímeros sobre  $\delta$ . O aumento dos teores destes materiais nas misturas fez aumentar a importância da parcela viscosa do comportamento nos vários estágios do ensaio.

Há, contudo, que se salientar que a aparente de influência dos polímeros sobre as duas propriedades reológicas fundamentais seguiu a mesma tendência, mesmo nos momentos finais do período de aquisição dos dados. Este fato parece corroborar a análise que se fez sobre o efeito de W, ou seja, a quantidade de água presente no início da mistura exerce influência no mesmo sentido até o final do período, e qualquer alteração nas propriedades da fase aquosa tem o mesmo efeito.

Ainda com relação à análise de regressão, é importante salientar como os parâmetros escolhidos como variáveis independentes comportaram-se quanto à significância estatística nos valores de  $\tau$  e  $\delta$ . O teor de umidade W apresenta-se como fator mais influente em todas as análises projetadas, atingindo o índice de significância exigido ( $p_{valor} \leq 0,05$ ) em todos os casos.

A relação da quantidade de cimento e de areia (C/A) teve nível de significância estatística muito aquém do atingido pela umidade. Contudo a influência pareada WxC/A apresentou índices de significância ligeiramente melhores do ponto de vista estatístico, o que demonstra que a umidade influencia também o efeito das demais variáveis.

Os teores dos polímeros nas misturas obtiveram níveis de significância diversos. O parâmetro %EVA apresentou significância estatística nos dados referentes ao ângulo de fase, enquanto que %HEC teve este efeito observado nos dados da tensão de cisalhamento.

A significância estatística, bem como a validação dos modelos gerados (ANOVA), representam um instrumento fundamental para o desdobramento ou replicação dos métodos utilizados no trabalho. Contudo, a significância determinada nesse processo, que por vezes apresentou valores abaixo do esperado, tem o condão de apontar caminhos diversos, visto que a situação de repetibilidade do processo proposto deve considerar os mesmos parâmetros (variáveis) e, principalmente, as mesmas condições de pesquisa (níveis e materiais utilizados).

A ANOVA foi aplicada sobre a análise de regressão no intuito de colher informações sobre a validação estatística dos modelos matemáticos gerados. A Figura 34 no Apêndice D apresenta o resultado deste processo sobre cada uma das análises efetuadas. É possível verificar pelo parâmetro “*f-Fischer*” que, no caso da tensão de cisalhamento, metade das análises tiveram seus modelos validados, enquanto que para os valores do ângulo de fase, apenas um modelo não foi validado conforme o mesmo parâmetro.

Matematicamente a validação do modelo estatístico depende de um parâmetro determinado pela ‘soma dos quadrados’ do erro relacionado aos dados colhidos. Quando o modelo resta não validado, significa que o erro estatístico está além do limite determinado por outros parâmetros envolvido no método. Como o processo de coleta dos dados seguiu, rigorosamente, os mesmos passos, sendo o equipamento sujeito às mesmas condições de operação durante todo o processo, a única fonte de erro relaciona-se com as propriedades intrínsecas do processo de produção de argamassas colantes e do próprio material, cujas características heterogêneas podem ser salientadas.

## 5 CONCLUSÕES

O trabalho que ora conclui-se teve como objetivo principal, analisar o processo de consolidação de argamassas colantes, tendo como base metodológica de análise a técnica da reometria oscilatória.

O planejamento experimental proposto foi desenvolvido a partir da metodologia DCCR, contando com 27 misturas diferentes, as quais foram produzidas variando as proporções entre seus componentes sólidos e desses com a água. Tais proporções foram definidas, então, como variáveis independentes do planejamento experimental.

Todas as misturas foram submetidas a ensaios de caracterização, bem como seus materiais componentes. Também foi desenvolvida uma análise de compacidade das misturas, dentro do planejamento experimental, de acordo com o método denominado *Wet Packing Method (WPM)*, o qual teve sua origem nas referências bibliográficas do trabalho.

A avaliação da compacidade, a partir do *WPM*, revelou que as misturas são sensíveis ao método, apontando influências significativas do teor de areia (C/A) e do teor do polímero HEC (%HEC) sobre os parâmetros de compacidade medidos no trabalho.

A discussão dos resultados mostrou que o efeito positivo de C/A sobre a compacidade está ligado à interação entre partículas de diferentes tamanhos, como os grãos maiores da areia, e os finos, que incluem o cimento e a fração fina da areia. Além disso, ficou claro que %HEC tem efeito negativo sobre a compacidade, fato diretamente relacionado com sua ação sobre a fase aquosa e não com sua ação física na estrutura granular. Então, a ação de %HEC sobre a compacidade foi relacionada com a alteração da viscosidade da água e com o aumento da quantidade de ar incorporado à mistura. Dentro do universo delineado no planejamento experimental, a ação do polímero EVA (%EVA) não apresentou influência importante sobre os parâmetros de compacidade.

De acordo com as referências do trabalho, a metodologia proposta demanda a manutenção do material em sua região viscoelástica linear (RVL), de modo a impedir que a deformação imposta pelo equipamento não acabe por romper as ligações formadas pela hidratação do cimento durante o processo de consolidação. Assim, definiu-se a RVL do conjunto de misturas a partir dos extremos do teor de umidade (W), ajustando o equipamento para aplicação de uma deformação que, com boa margem de segurança, mantivesse o material na sua RVL ao longo dos 200 minutos de leituras.

Neste ponto, há que se abordar duas limitações do método escolhido. A RVL está relacionada, de acordo com as referências do trabalho e com a definição experimental efetuada,

com a quantidade de água livre presente na mistura, o que a relaciona também com o tempo de hidratação. No início dos ensaios, a deformação imposta encontra-se bastante afastada do limite da RVL. Nos instantes finais, conforme abordado no Capítulo 4, este afastamento diminuiu, o que pode determinar que algumas ligações estruturais do material tenham sido rompidas ao final do período de leitura.

Além disso, o teor de umidade utilizado como variável independente considera a quantidade de água presente no momento da mistura. Como o processo de consolidação é contínuo e ininterrupto, há que se considerar como uma limitação desta análise o fato de que as leituras são feitas após parte da umidade ser consumida, seja pelas reações de hidratação, seja por evaporação. Como a umidade inicial demonstrou ser a variável de maior influência, isso pode ser levado em consideração em análises posteriores.

A descrição do processo de consolidação de argamassas colantes através da reometria oscilatória foi, dentro do processo experimental, o objetivo principal do trabalho. Dentro desta lógica, buscou-se identificar que propriedades ligadas ao método escolhido seriam capazes de ser relacionadas com o fenômeno da consolidação de argamassas colantes.

A tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e o ângulo de fase ( $\delta$ ), as propriedades reológicas fundamentais, foram analisadas ao longo do período de ensaio. Demonstrou-se, ao longo do trabalho que o comportamento das duas propriedades, ou seja, sua forma de desenvolvimento no tempo, podem ser usadas para descrever o processo de consolidação das argamassas colantes.

A metodologia usada no planejamento experimental possibilitou que fosse analisado um amplo espectro de argamassas colantes. O trabalho variou todos os parâmetros relacionados com a composição deste material de acordo com a prática utilizada no mercado e, também, com trabalhos científicos referenciados.

Os resultados mostraram que o processo de consolidação é um fenômeno contínuo que ocorre desde os primeiros 30 minutos após os componentes anidros entrarem em contato com a água. Também é possível verificar características específicas do processo a partir da aquisição dos dados de  $\tau$  e  $\delta$ .

Assim, observou-se que a consolidação possui um período de aceleração das transformações, marcado pelo aumento da derivada analítica da função construída para descrever a variação de  $\delta$ . Após este período, as transformações passam a acontecer em taxas cada vez menores, até que se atinjam valores estáveis de  $\delta$ . Este comportamento é significativo dentro do universo experimental verificado.

O ponto de inflexão da função de  $\delta$  foi denominado T2. Este parâmetro foi avaliado como variável de resposta, e sua relação com as variáveis independentes foi analisada.

A avaliação efetuada, relacionando T2 com os parâmetros das misturas, demonstrou que a maior influência é do teor de umidade inicial de cada mistura. Quanto maior a quantidade de água, maior o valor de T2 observado, o que representa uma postergação do processo como um todo. Justifica-se a conclusão anterior com o argumento de que o ponto T2 representa um limiar da consolidação. A partir de T2, as transformações são desaceleradas até que  $\delta$  atinja um valor constante.

Os teores de polímeros tiveram efeito contrário sobre T2. Este fato justificou-se pela ação dos polímeros diretamente sobre a fase aquosa. O aumento da viscosidade da água acabou por limitar a mobilidade dos grãos, o que parece facilitar as transformações oriundas, principalmente, da hidratação dos grãos de cimento. Betioli *et al* (2009) afirmam que o uso de polímeros celulósicos (HMEC) retarda as reações de cimento, efeito, portanto, contrário ao observado no presente trabalho. Contudo, no trabalho dos autores, este efeito foi observado principalmente após os 120 minutos de hidratação. Antes deste limite, o efeito foi de aumento da tensão de escoamento das misturas. A diferença entre os dados observados pode ser justificada, levando-se em conta as diferenças entre as condições experimentais, tais como o método de investigação, o tipo de cimento ou, ainda, os teores de umidade e de polímeros utilizados.

A relação entre o volume de cimento e o volume de areia (C/A) teve o efeito esperado sobre a posição de T2. A quantidade crescente de grãos maiores acabou por aumentar os valores de T2. Este fato deve-se à diminuição da área específica da mistura com maior quantidade de areia, concordando com as referências, que afirmam que uma menor área específica resulta em uma maior quantidade de água em excesso. Este efeito, por sua vez, acaba por postergar as transformações físicas que têm como parâmetro o ângulo de fase.

A tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) também foi analisada, no intuito de descrever o processo de consolidação das argamassas colantes. A metodologia utilizada na análise relacionou  $\tau$  com o módulo de armazenamento ( $G'$ ) e, de acordo com as referências, com a tensão de escoamento do material ( $\tau_0$ ).

Demonstrou-se que, em todos os casos, o processo de consolidação pode ser entendido como uma transformação do material, descrito por variações ocorridas em duas parcelas de seu comportamento.

A relação entre os fenômenos armazenamento elástico e perda viscosa foi avaliada, comprovando que as argamassas colantes, em processo de consolidação, sofrem uma passagem

de um estado, em que há menos importância do comportamento elástico, para outro, em que a parcela elástica tem maior incidência sobre o comportamento.

As observações, tecidas ao longo do texto, dão conta de que  $G'$ , representando a parcela elástica do comportamento, acaba por definir, dentro da RVL, as deformações para um determinado nível de tensão de cisalhamento. Então, pode-se considerar que o limite da RVL diminua na mesma proporção em que se amplia o valor de  $G'$  ao longo do processo. A investigação necessária à comprovação desta hipótese pode estar centrada na execução do ensaio com tensão controlada, ao invés de deformação controlada. Salienta-se, contudo, que tal análise não faz parte dos objetivos do trabalho, e que a análise procedida no mesmo possibilita outros tipos de observação, que não seriam possíveis caso a opção fosse outra.

Demonstrou-se, também, ao longo do texto, que existe similaridade de fenômenos quando se analisa a compactação das misturas granulares em relação ao processo de consolidação. Os dados demonstram que as misturas dotadas de menor compactação possuem maior tendência de antecipação do processo de consolidação, fato relacionado com a inexistência do patamar inicial no gráfico de  $\delta$  e de menores valores de T2. As relações deste fato com as variáveis independentes foram apresentadas no texto.

A análise das propriedades reológicas fundamentais foi executada no intuito de, mesmo avaliando resultados ponto a ponto, avaliar o conjunto de dados como um todo. Ficou demonstrado que as variáveis independentes exercem efeitos distintos sobre os resultados, se forem considerados resultados no início do processo ou no final do mesmo.

A Tabela 17 apresentou um resumo de 12 análises estatísticas, as quais investigaram o efeito das variáveis independentes sobre as leituras de  $\tau$  e  $\delta$  em seis pontos definidos anteriormente.

Os resultados demonstram que a coleta de dados, quando efetuada nos períodos iniciais do ensaio de reometria oscilatória, tende a ser menos representativa do que nos períodos mais avançados. Tal fato pode estar ligado com a decrescente heterogeneidade do material, evento relacionado com o consumo da água livre e com a formação contínua de compostos sólidos, oriundos da hidratação do cimento e, portanto com a própria consolidação do material.

O procedimento experimental, aplicado a um amplo conjunto de argamassas colantes diferentes entre si, demonstrou, por fim, que é possível compreender o processo de consolidação destes materiais através de procedimentos bastante simples. A leitura de propriedades reológicas fundamentais, juntamente com a determinação de propriedades derivadas, ao longo de um período em que tende a acontecer a consolidação, permite a formação de um perfil de comportamento capaz de definir características próprias de determinada mistura.

No encerramento formal do trabalho, são vislumbrados alguns desdobramentos capazes de cobrir algumas lacunas, fatos inerentes a processos dotados de tamanha complexidade como a consolidação de argamassa colante. Abaixo são elencados alguns destes desdobramentos.

- Ajustar, a partir de metodologia própria, a amplitude da RVL das misturas, a fim de verificar a influência do distanciamento da deformação aplicada do limite elástico linear do material em análise.

- Ampliação do espectro relacionado aos teores de polímeros utilizados, tanto em amplitude do espectro quanto em número de índices.

- Isolamento da ação dos polímeros, no intuito de avaliar o comportamento de cada um deles nas misturas.

- Ampliação metodológica dos procedimentos relacionados ao *WPM*, Em especial ao que diz respeito à taxa básica de água, buscando aumentar a precisão na aquisição dos dados.

- Buscar relações entre as propriedades reológicas com as demais características das argamassas colantes, como a resistência ao arrancamento, deslizamento, entre outras.

## REFERÊNCIAS

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13277**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da retenção de água. Rio de Janeiro, 2005a.

\_\_\_\_\_. **NBR 13278**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. Rio de Janeiro, 2005b.

\_\_\_\_\_. **NBR 14081-1**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas. Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2012a.

\_\_\_\_\_. **NBR 14081-2**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas. Parte 2: Execução do substrato padrão e aplicação da argamassa para ensaios. Rio de Janeiro, 2012b.

\_\_\_\_\_. **NBR 14081-3**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas. Parte 3: Determinação do tempo em aberto. Rio de Janeiro, 2012c.

\_\_\_\_\_. **NBR 14081-4**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas. Parte 4: Determinação da Resistência de Aderência à tração. Rio de Janeiro, 2012d.

\_\_\_\_\_. **NBR 14081-5**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas. Parte 5: Determinação do deslizamento. Rio de Janeiro, 2012e.

\_\_\_\_\_. **NBR 14086**: Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas – Determinação da densidade de massa aparente. Rio de Janeiro, 2004.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 23**: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2001.

ANDRADE, J. J. O. Propriedades físicas e mecânicas dos materiais. In: ISAIA, G. C. (Editor). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: IBRACON, 2007. v. 1, cap. 08, p. 203-237.

BANFILL, P.F.G. Additivity effects in the rheology of fresh concrete containing water-reducing admixtures. **Construction and Building Materials**. 25 n°6. May 2011: 2955-2960. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2010.12.001.

\_\_\_\_\_. Use of the ViscoCorder to study the rheology of fresh mortar. **Magazine of Concrete Research**, 42 n°153, 213-221. 1990.

\_\_\_\_\_. Rheology of fresh cement and concrete. In: THE BRITISH SOCIETY OF RHEOLOGY. **RHEOLOGY REVIEWS 2006**. London-UK, 2006. p. 61-130.

\_\_\_\_\_. Rheological methods for assessing the flow properties of mortar and related materials. **Construction and Building Materials**, 8 n°1, 43-50. 1994.

BATTAGIN, A.F. Cimento Portland. In: ISAIA, G.C. (Editor). **Concreto: ciência e Tecnologia**. São Paulo, IBRACON, 2011. Cap 6, p. 185-231.

BEDIAKO, M.; AMANKWAH, E. O. Analysis of Chemical Composition of Portland Cement in Ghana: A Key to Understand the Behavior of Cement. **Advances in Materials Science and Engineering**. V 2015. 1-5. 2016. DOI 10.1155/2015/349401.

BELLEI, P. **Determinação do tempo de utilização por viscosimetria de argamassas colantes**. 2016. 106p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria, RS. 2016.

BETIOLI, A. M.; GLEIZE, P. J. P.; JOHN, V.M. PILEGGI, R.G. Effect of EVA on the fresh properties of cement paste. **Cement & Concrete Composites** 34 N° 2, 255–260. Jan 2012. DOI 10.1016/j.cemconcomp.2011.10.004.

BETIOLI, A. M.; GLEIZE, P. J. P.; SILVA, D. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R.G. Effect of HMEC on the consolidation of cement pastes: Isothermal calorimetry versus oscillatory rheometry. **Cement and Concrete Research** 39 n° 5, 440–445. May 2009. DOI :10.1016/j.cemconres.2009.02.002.

BETIOLI, A. M.; HOPPE FILHO, J.; CINCOTTO, M. A.; GLEIZE, P. J. P.; PILEGGI, R. G. Chemical interaction between EVA and Portland cement hydration at early-age. **Construction and Building Materials** 23 n°11, 3332–3336. Oct 2009. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2009.06.033.

CARASEK, H. Argamassas. In: ISAIA, G.C. (Editor). **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 2. Ed. São Paulo, IBRACON, 2010. Cap 28, p. 893-944.

CARDOSO, F. A. **Método de formulação de argamasas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico**. 2009. 158p. Tese (Doutorado em Engenharia). Universidade de São Paulo. São Paulo-SP, 2009.

CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. **Caracterização reológica de argamassas pelo método de Squeeze flow**. In: VI Simpósio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas, Florianópolis, **Anais...** 2005. 23p.

CASTRO, A. L. **Aplicação de conceitos reológicos na tecnologia dos concretos de alto desempenho**. 2007. 334p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais). Universidade de São Paulo/Escola de Engenharia de São Carlos/Instituto de Física/Instituto de Química. São Carlos-SP, 2007.

CINCOTTO, M. A. Reações de hidratação e pozolânicas. In: ISAIA, G.C. (Editor). **Concreto: ciência e Tecnologia**. São Paulo, IBRACON, 2011. Cap 11, p. 381-413.

COSTA, M. R. M. M. **Análise comparativa de argamassas colantes de mercado através de parâmetros reológicos**. 2006. 148p. Tese (Doutorado em Engenharia)-Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2006.

COSTA, M. R. M. M.; PEREIRA, E.; PILEGGI, R. G.; CINCOTTO, M. A. Estudo dos fatores influentes no comportamento reológico de argamassas colantes de mercado. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**. 6 n°3, 399-413. Jun. 2013.

DIAS, E. O.; MIRANDA, J. A. Effects of fluid inertia on probe-tack adhesion. **Physical Review E**. 85 n°1, 1-7. Jan 2012. DOI 10.1103/PhysRevE.85.016312.

ESTELLÉ, P.; MÉLINGE, Y.; PERROT, A.; LANOS, C. Energy distribution in the squeezing of particles in concentrated suspension. **Granular Matter** 10, Nº02: 81–87, Dec 2008. DOI 10.1007/s10035-007-0076-9.

FEDERAÇÃO DAS INDÚSTRIAS DO ESTADO DE SÃO PAULO (FIESP). Departamento da Indústria da Construção (DECONCIC). **11º ConstruBusiness – Congresso Brasileiro da Construção - Antecipando o futuro**. São Paulo, 2015.

FLATT, R. J.; BOWEN, P.; Yodel: A Yield Stress Model for Suspensions. **JOURNAL OF THE AMERICAN CERAMIC SOCIETY**. 89 nº 4, 1244-1256. Apr 2006. DOI 10.1111/j.1551-2916.2005.00888.x.

FONTES, C. M. A. **Utilização das Cinzas de Lodo de Esgoto e de Resíduo Sólido Urbano em Concretos de Alto Desempenho**. 2008. 294p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil)- Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, RJ, 2008.

FORMAGINI, S. **Dosagem científica e caracterização mecânica de concretos de altíssimo desempenho**. 2005. 285p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil)- Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, RJ, 2005.

FRANÇA, M., S., de. **Comportamento de mistura de sistemas cimentícios multifásicos reativos**. 2013. 160p. Dissertação (Mestrado em Ciências)-Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2013.

FUNG, W. W. S.; KWAN A. K. H. Role of water film thickness in rheology of CSF mortar. **Cement & Concrete Composites** 32 nº 4, 255-264. Apr 2010. DOI:10.1016/j.cemconcomp.2010.01.005.

FUNG, W. S.; KWAN, A. K. H.; W. WONG H. H. Wet packing of crushed rock fine aggregate. **Materials and Structures**, 42 nº 5, 631–643. May 2009. DOI 10.1617/s11527-008-9409-3.

GLATTHOR, A.; SCHWEIZER, D. Rheological Lab Testing of Building Formulations. **ConChem Conference Proceedings**. Düsseldorf, 1994, Disponível em <<http://www.baustoffchemie.de/en/rheology/>> Acesso 23/03/2016.

GORNINSKI, J. P. **Estudo da influência das resinas poliéster isoftálica e ortoftálica e do teor de cinza volante nas propriedades mecânicas e durabilidade do concreto polímero**. 2002. 201p. Tese (Doutorado em Engenharia)-Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre,RS, 2002.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA-IBGE. **Pesquisa Nacional por Amostra e Domicílios-PNAD 2013**. Brasil, 2013

KACI, A.; BOURAS, R.; PHAN, V. T.; ANDRÉANI, P. A.; CHAOUCHÉ, M.; BROSSAS, H.. Adhesive and rheological properties of fresh fibre-reinforced mortars. **Cement & Concrete Composites**. 33, 218 – 224. Feb 2011. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2010.10.009.

KARDON, J. B. Polymer-modified concrete: Review. **Journal of Materials in Civil Engineering**, 9, nº 2, 85-92. May, 1997. ISSN 0899-1561/97/0002-0085-0092.

\_\_\_\_\_ Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials— an overview. **Cement and Concrete Composites** 20 n° 2, 171-188. Mar 1998. DOI: 10.1016/S0958-9465(98)80006-1.

KHAYAT, K.H.; GHEZAL, A.; HADRICHE, M.S. Factorial design model for proportioning self-consolidating concrete. **Materials and Structures** 32 n°9:679-686. October 1999 . DOI: 10.1007/BF02481706.

\_\_\_\_\_ Utility of statistical models in proportioning self-consolidating concrete. **Materials and Structures**. 33 n°5, 339-344. Jun 2000. DOI 10.1007/BF02479705.

KUDO, E. K.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Avaliação de argamassas colantes por reometria rotacional. **Ambiente Construído**. v. 13, n. 2, 125-137, abr./jun. 2013.

KUDO, E.K. **Caracterização reológica de argamassas colantes**. 2012. 141p. Dissertação (Mestrado em Engenharia)-Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2012.

KWAN A.K.H.; FUNG, W.W.S. Packing density measurement and modelling of fine aggregate and mortar. **Cement & Concrete Composites** 31 n° 6, 349-357. Jun 2009. doi:10.1016/j.cemconcomp.2009.03.006.

KWAN, A. K. H.; LI, L.G. Combined effects of water film thickness and paste film thickness on rheology of mortar. **Materials and Structures** 45 n° 9, 1359–1374. Sept 2012. DOI 10.1617/s11527-012-9837-y.

KWAN, A. K. H.; LI, L.G; W. FUNG,W. S. Wet packing of blended fine and coarse aggregate. **Materials and Structures** 45 n° 6, 817–828. May 2011 DOI 10.1617/s11527-011-9800-3.

KWAN, A. K. H.; W. FUNG,W. S.; WONG H. H. C. Water film thickness, flowability and rheology of cement–sand mortar. **Advances in Cement Research** 22, n°. 1, 3–14. Jan 2010. DOI: 10.1680/adcr.2008.22.1.3.

KWAN, A. K. H; WONG, H. H. C. Packing density of cementitious materials: part 2—packing and flow of OPC+PFA+CSF. **Materials and Structures**, 41, n°4:773-784, May 2008. DOI 10.1617/s11527-007-9281-6.

LEE, C. H.; HOVER, K. C.; LEE, A. The Effects of Sieving and Paste Content on the Setting Behavior of Mortars as Measured by ASTM C403. **Journal of Testing and Evaluation**, 43, N°. 6, 1350–1360, Nov 2015doi:10.1520/JTE20140164.

LI, L.G.; KWAN, A.K.H.; Packing density of concrete mix under dry and wet conditions. **Powder Technology** 253 514–521. Dec 2013.DOI 10.1016/j.powtec.2013.12.020./2013.

LINDNER, A.; DERKS, D.; SHELLEY, M.J. Stretch flow of thin layers of Newtonian liquids: Fingering patterns and lifting forces. **Physics of Fluids**. 17 n° 7, 1-13, Jul 2005. DOI 10.1063/1.1939927.

MARANGON, E. **Caracterização material e estrutural de concretos autoadensáveis reforçados com fibras de aço**. 2011. 322p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil)-Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, RJ, 2011.

MARANHÃO, F. L.; JOHN, V. M. Bond strength and transversal deformation aging on cement-polymer adhesive mortar. **Construction and Building Materials** 23 n°2, 1022-1027. Jan 2009. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2008.05.019.

MARANHÃO, F. L.; LOH, K.; JOHN, V. M. The influence of moisture on the deformability of cement-polymer adhesive mortar. **Construction and Building Materials** 25 n°6: 2948-2954. May 2011. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2010.12.004.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto Microestrutura, propriedades e materiais**. 2 ed. São Paulo: Editora Nicole Pagan Hasparyk, 2014, 782p.

MEZGER, T.G. **The Rheology Handbook for users of rotational and oscillatory rheometers**. 4<sup>th</sup> edition. Hanover, Germany. Vincentz Network, 2014, 432p. ISBN 978-3-86630-842-8.

MIN, B.H.; ERWIN, L.; JENNINGS, H.M. Rheological behavior of fresh cement paste as measured by squeeze flow. **Journal os materials Science**. 29. 1374-1381. 1994.

NEHDI, M.L.; SUMNER, J. Optimization of ternary cementitious mortar blends using factorial experimental plans. **Materials and Structures**. 35 n°8: 495-503. Sep 2002. DOI 10.1007/BF02483137.

NUNES, S.; OLIVEIRA, P. M.; COUTINHO, J. S.; FIGUEIRAS, J. Interaction diagrams to assess SCC mortars for different cement types. **Construction and Building Materials**. 23 n°3: 1401-1412. Feb 2009. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2008.07.009.

OLIVEIRA, J. de. **Estudo das propriedades de argamassas colantes submetidas à saturação e secagem**. 2004. 180p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil)- Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2004.

OLIVEIRA, M. J. D. **Avaliação do tempo de consolidação de argamassas colantes através de métodos reológicos**. 2015. 100p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil)- Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, 2015.

OLIVEIRA, M. J. D; BELLEI, P.; JANTSCH, A.C.A.; TEMP, A.L.; MOHAMAD, G.; SOARES, E. **Avaliação do tempo de consolidação de argamassas colantes através do squeeze-flow**. In XI Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas SBTA, Porto Alegre-RS. **Anais...** 2015. 12p

PAIVA, H.; VELOSA, A.; CACHIM,P.; FERREIRA,V.M. Correlation between mortar and concrete behavior using rheological analysis. **Journal of Building Engineering**. 4, 177-188. Sep 2015. DOI 10.1016/j.job.2015.09.001.

PEREIRA, E. **Estudo da influência das propriedades de argamassas colantes na resistência de aderência de revestimentos cerâmicos aplicados no assentamento de piso sobre piso**. 2012. 178p. Dissertação (Mestrado em engenharia e Construção Civil). Universidade Federal do Paraná. Curitiba-PR, 2012.

PETIT, J-Y.; WIRQUIN, E. Evaluation of various cellulose ethers performance in ceramic tile adhesive mortars. **International Journal of Adhesion & Adhesives**. 40, 202-209. Jan 2013. DOI 10.1016/j.ijadhadh.2012.09.007.

PICHNIARCZYK, P. The influence of methylcellulose on the hydration process of C3S,C3A and mixture of these phases. **Procedia Engineering**. 108, 220 – 230. Dec 2015. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.06.141.

PILEGGI, R. G.; STUDART, A.R.; PANDOLFELLI, V.C.; GALLO,J. How mixing affects the rheology of refractory castables. **American Ceramic Society Bulletin**. 80 nº 6, 27-31. May 2001.

PINSON, M. B.; MASOERO, E.; BONNAUD, P.A.; MANZANO, H.; JI, Q.; YIP, S.; THOMAS, J.J.; BAZANT, M.Z.; VLIET, K.J.V; JENNINGS, H. M. Hysteresis from Multiscale Porosity: Modeling Water Sorption and Shrinkage in Cement Paste. **Physical Review Applied**. 3 nº 6. Jun 2015. DOI 10.1103/PhysRevApplied.3.064009.

POIVET, S.; NALLET, F.; GAY, C.; TEISSEIRE, J.; FABRE,P. force response of a viscous liquid in a probe-tack geometry: fingering versus cavitation. **The European Physical Journal E**. 15, 97 – 116. Oct 2004. DOI 10.1140/epje/i2004-10040-2.

PÓVOAS, Y.V.; JOHN, V.M.; CINCOTTO, M. A. Influência da perda de água por evaporação na resistência entre a argamassa colante e placa cerâmica. **Ambiente Construído**. 2 nº 2, 7-18. Abr/Jun 2002.

RODRIGUES, M.I.; IEMMA, A.F. **Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos** – Uma estratégia sequencial de planejamentos. 1ª Ed. Campinas-SP: Casa do Pão Editora, 2005. 326p.

ROMANO, R. C. O.; SEABRA, M. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Caracterização reológica de suspensões cimentícias mistas com cales ou filitos. **Ambiente Construído**. 14 nº 1, 75-84. Jan/Mar 2014.ISSN 1678-8621

ROYCHAND, R.; SILVA, S.; LAW, D.; SETUNGE, S. High volume fly ash cement composite modified with nano silica, hydrated lime and set accelerator. **Materials and Structures** 49 N°5, :1997–2008. May 2016. DOI 10.1617/s11527-015-0629-z.

SILVA, D. A. **Efeitos dos polímeros HEC e EVA na microestrutura de pastas de cimento portland**.2001. 263p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais)-Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2001.

SILVA, D. A.; MONTEIRO, P.J.M. **Análise da hidratação de fases cimentícias por técnica inovadora de microscopia: efeitos dos polímeros HPMC e EVA**. In VI Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas SBTA, Florianópolis,SC. **Anais...** 2005. 10p.

SILVA, R. B da; ANGULO, S. C.; PILEGGI, R. G.; SILVA, C. O. Concretos secos produzidos com agregados reciclados de RCD separados por densidade. **Ambiente Construído**, Porto Alegre,v. 15, n. 4, p. 335-349, out./dez. 2015. ISSN 1678-8621 Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído. <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212015000400054>.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO (SNIC). **Relatório Anual 2013**. Rio de Janeiro, 2014.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO (SNIC). **Resultados preliminares – março 2016**. Rio de Janeiro, 2016.

WANG, R.; LI, J. ZHANG, T.; CZARNECKI, L. Chemical interaction between polymer and cement in polymer-cement concrete. **Technical Sciences**, 64, n° 4: 785-792, 2016.

WONG, H. H. C.; KWAN, A. K. H. Packing density of cementitious materials: part 1—measurement using a wet packing method. **Materials and Structures**, 41, n° 4:689-701, May 2008a. DOI 10.1617/s11527-007-9274-5.

WONG, H. H. C.; KWAN, A. K. H. Packing density of cementitious materials: measurement and modelling. **Magazine of Concrete Research**, 60 n° 3, 165-175, Apr 2008b. DOI 10.1680/macr.2007.00004.

WONG, H. H. C.; KWAN, A. K. H. Rheology of Cement Paste: Role of Excess Water to Solid Surface Area Ratio. **Journal of Materials in Civil Engineering** 20 n°2, 189-197. Jan 2008c. DOI 10.1061/(ASCE)0899-1561(2008)20:2(189).

YÜKSEL, C.; MARDANI-AGHABAGLOU, A.; BEGLARIGALE, A.; YAZICI, H.; RAMYAR, K.; ANDIÇ-ÇAKIR, Ö. Influence of water/powder ratio and powder type on alkali–silica reactivity and transport properties of self-consolidating concrete. **Materials and Structures** 49 N°1, :289–299. Jan 2016. DOI 10.1617/s11527-014-0497-y.

## APÊNDICE A

Tabela 18 - Tabela de Pesagem para os experimentos

PONTO	MASSA TOTAL = 600g					MASSA TOTAL = 1000g					MASSA TOTAL = 1200g				
	ÁGUA	CIMENTO	AREIA	EVA	HEC	ÁGUA	CIMENTO	AREIA	EVA	HEC	ÁGUA	CIMENTO	AREIA	EVA	HEC
F1	118,21	146,31	448,06	5,00	0,63	197,01	243,84	746,77	8,33	1,05	236,41	292,61	896,13	10,00	1,26
F2	165,49	146,31	448,06	5,00	0,63	275,81	243,84	746,77	8,33	1,05	330,98	292,61	896,13	10,00	1,26
F3	118,90	102,55	493,51	3,51	0,44	198,17	170,91	822,51	5,84	0,73	237,81	205,09	987,02	7,01	0,88
F4	166,46	102,55	493,51	3,51	0,44	277,44	170,91	822,51	5,84	0,73	332,93	205,09	987,02	7,01	0,88
F5	119,28	145,27	444,89	9,22	0,62	198,80	242,11	741,48	15,37	1,04	238,57	290,54	889,77	18,44	1,25
F6	167,00	145,27	444,89	9,22	0,62	278,33	242,11	741,48	15,37	1,04	333,99	290,54	889,77	18,44	1,25
F7	119,66	102,04	491,05	6,48	0,44	199,43	170,06	818,41	10,79	0,73	239,31	204,07	982,10	12,95	0,88
F8	167,52	102,04	491,05	6,48	0,44	279,20	170,06	818,41	10,79	0,73	335,04	204,07	982,10	12,95	0,88
F9	118,29	146,18	447,66	5,00	1,17	197,16	243,63	746,10	8,33	1,94	236,59	292,35	895,33	9,99	2,33
F10	165,61	146,18	447,66	5,00	1,17	276,02	243,63	746,10	8,33	1,94	331,22	292,35	895,33	9,99	2,33
F11	118,96	102,48	493,20	3,50	0,82	198,27	170,80	822,00	5,84	1,36	237,93	204,97	986,40	7,01	1,63
F12	166,55	102,48	493,20	3,50	0,82	277,58	170,80	822,00	5,84	1,36	333,10	204,97	986,40	7,01	1,63
F13	119,37	145,14	444,49	9,21	1,16	198,95	241,90	740,82	15,35	1,93	238,74	290,28	888,98	18,43	2,31
F14	167,12	145,14	444,49	9,21	1,16	278,53	241,90	740,82	15,35	1,93	334,23	290,28	888,98	18,43	2,31
F15	119,72	101,97	490,74	6,47	0,81	199,53	169,95	817,90	10,79	1,35	239,43	203,94	981,48	12,95	1,63
F16	167,60	101,97	490,74	6,47	0,81	279,34	169,95	817,90	10,79	1,35	335,20	203,94	981,48	12,95	1,63
C1	142,91	120,18	473,21	5,87	0,74	238,19	200,30	788,69	9,78	1,23	285,83	240,36	946,43	11,74	1,47
C2	142,91	120,18	473,21	5,87	0,74	238,19	200,30	788,69	9,78	1,23	285,83	240,36	946,43	11,74	1,47
C3	142,91	120,18	473,21	5,87	0,74	238,19	200,30	788,69	9,78	1,23	285,83	240,36	946,43	11,74	1,47
AX1	95,28	120,18	473,21	5,87	0,74	158,79	200,30	788,69	9,78	1,23	190,55	240,36	946,43	11,74	1,47
AX2	190,55	120,18	473,21	5,87	0,74	317,59	200,30	788,69	9,78	1,23	381,11	240,36	946,43	11,74	1,47
AX3	141,98	185,04	404,79	9,04	1,13	236,64	308,41	674,64	15,06	1,89	283,96	370,09	809,57	18,07	2,27
AX4	143,36	88,99	506,12	4,35	0,55	238,94	148,31	843,53	7,24	0,91	286,73	177,98	1012,24	8,69	1,09
AX5	141,85	120,89	476,01	2,36	0,74	236,41	201,48	793,34	3,94	1,24	283,69	241,78	952,01	4,72	1,48
AX6	143,97	119,48	470,45	9,33	0,73	239,95	199,13	784,09	15,56	1,22	287,94	238,96	940,91	18,67	1,47
AX7	142,83	120,27	473,56	5,87	0,30	238,05	200,45	789,27	9,79	0,49	285,66	240,54	947,13	11,75	0,59
AX8	143,00	120,09	472,86	5,86	1,18	238,33	200,15	788,11	9,77	1,96	286,00	240,19	945,73	11,73	2,36

## APÊNDICE B

Tabela 19 - Características Físicas - EVA

Característica	Valor
Teor de Sólidos	Min. 98%
Massa Unitária	630-710 kg/m <sup>3</sup>
Massa Específica(*)	1,25g/cm <sup>3</sup>
Dimensão de partícula	Max. 4% acima de 400µm
Temp. Mínima de formação de filme	4°C

(\*) determinada a partir do método descrito na NM 23/2000  
(Fonte: Fabricante)

Tabela 20 - Características Físicas - HEC

Característica	Valor
Teor de Inorgânicos (30min a 1000°C)	2,47%
Densidade aparente	1,57 g/cm <sup>3</sup>
Massa Específica(*)	1,42g/cm <sup>3</sup>
Dimensão de partícula	6% acima de 250µm
Temp. de transição vítrea	-5,34°C

(\*) determinada a partir do método descrito na NM 23/2000  
(Fonte: Oliveira, 2004)

Tabela 21 - Características Físicas - Cimento

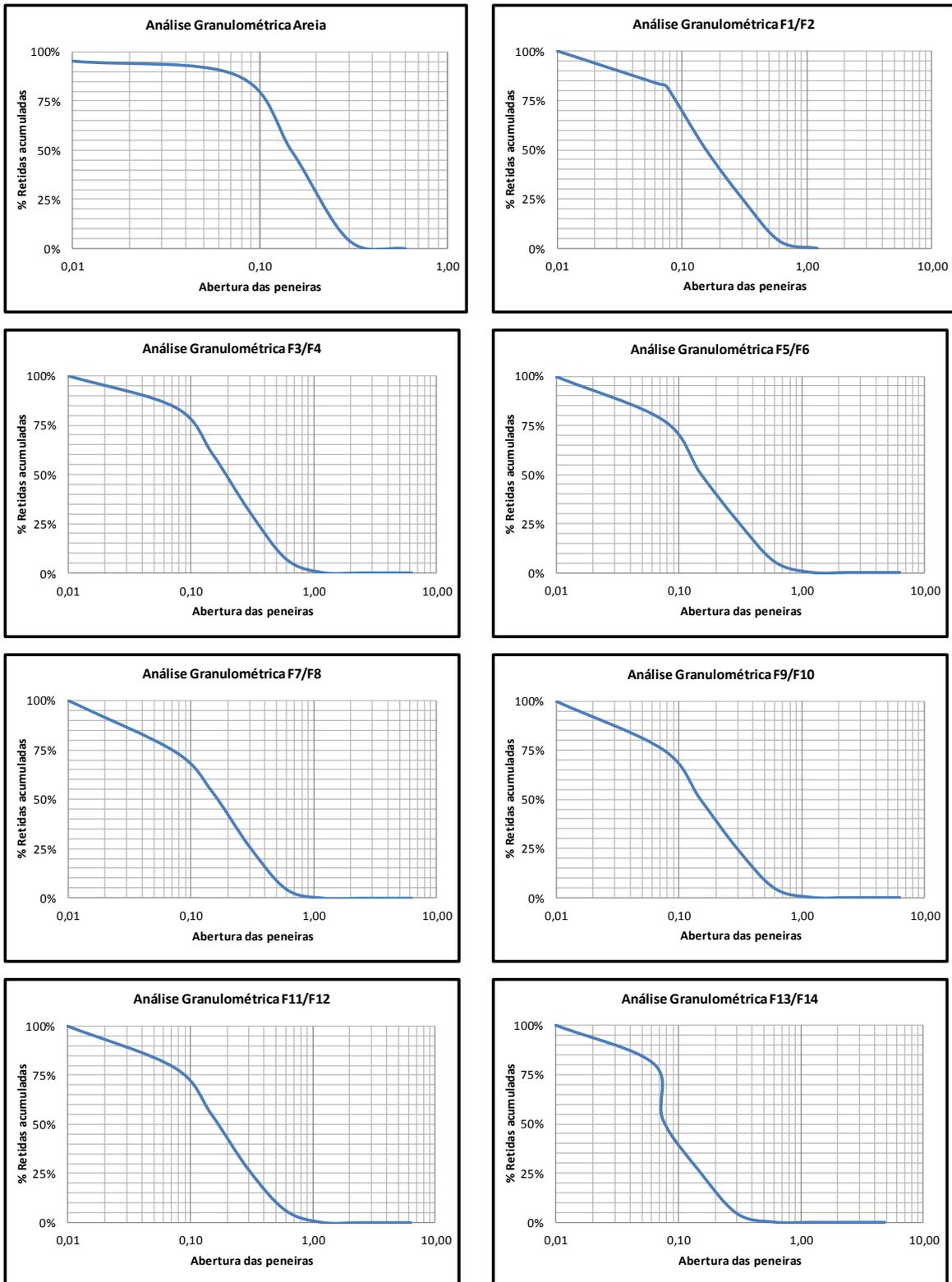
Característica	Valor
Classe(**)	CP II F-40
Umidade na Consistência Normal(*)	29,5%
Massa Específica(*)	3,2g/cm <sup>3</sup>
% Retido na peneira #200(**)	0,04%
% Retido na peneira #325(**)	0,34%
Tempo de início de pega(*)	03h36min
Tempo de fim de pega(*)	04h40min
Área específica BET	4,297m <sup>2</sup> /g

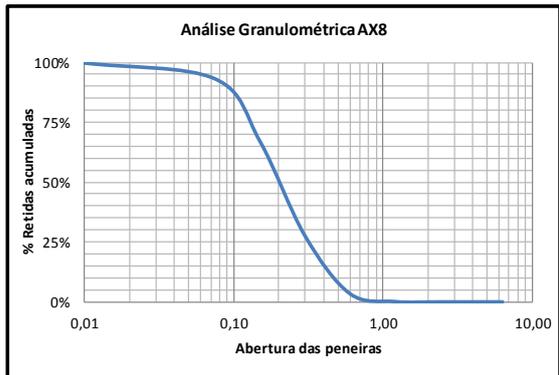
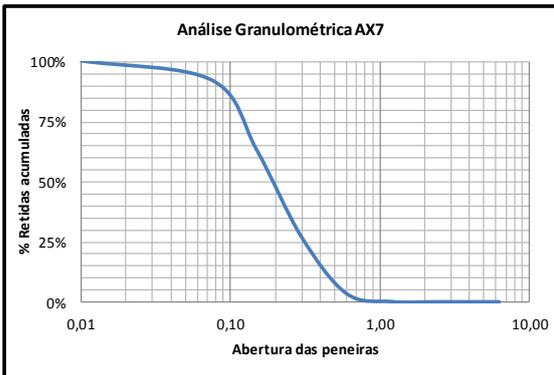
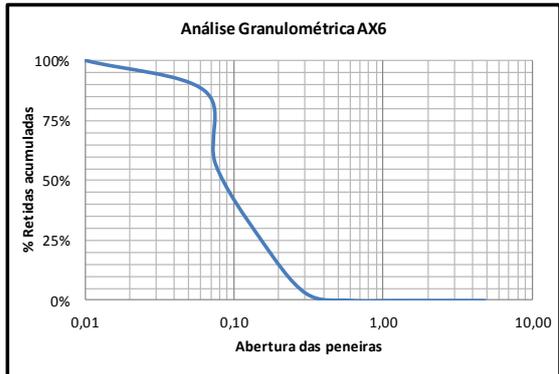
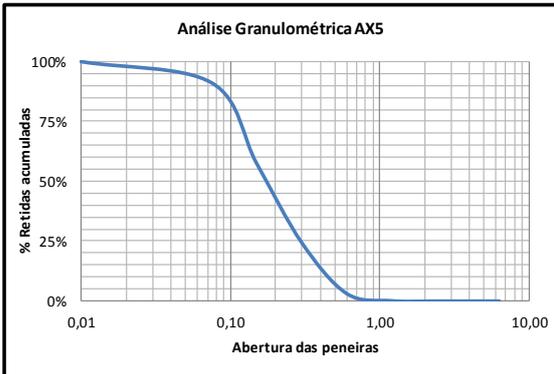
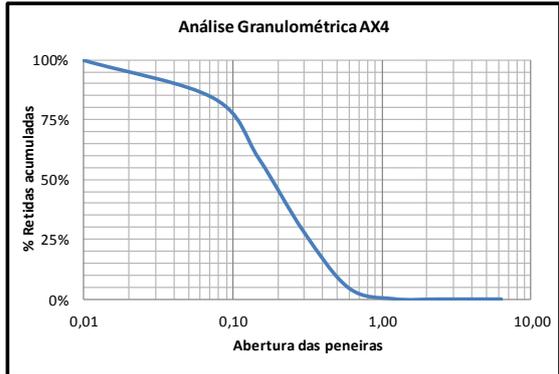
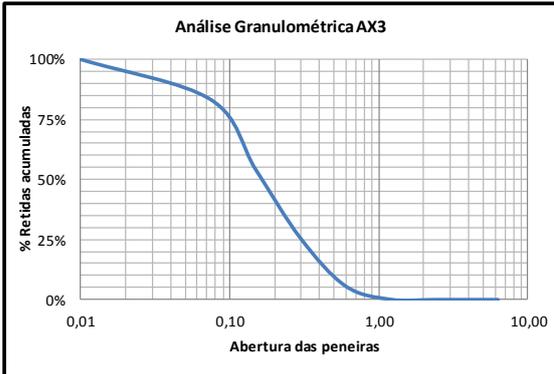
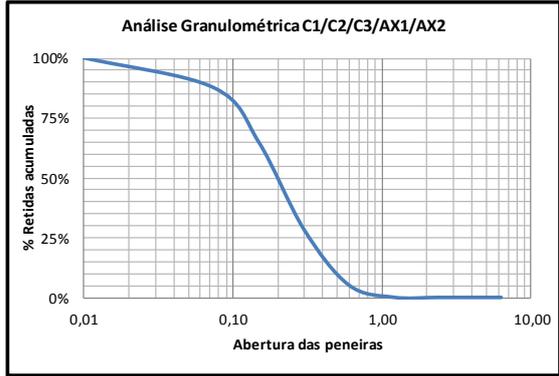
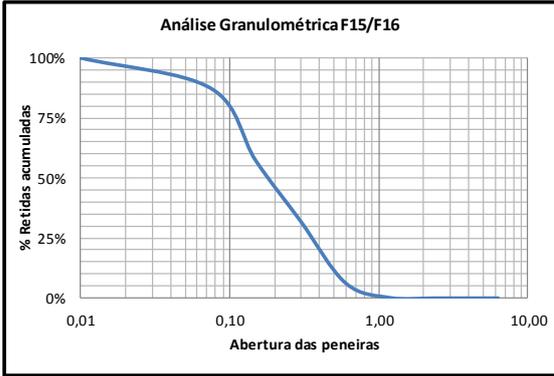
(\*) Fonte: Laboratório de Materiais de Construção Civil – LMCC/UFSM

(\*\*) Fonte: O Fabricante

(\*\*\*) Fonte: Laboratório de Materiais Cerâmicos – LACER/UFRGS

Figura 32 - Curvas granulométricas da areia e das misturas





## APÊNDICE C

Tabela 22 - Valores das variáveis de resposta nos tempos determinados

MISTURA		VALORES DE TENSÃO DE CISALHAMENTO						VALORES DE ÂNGULO DE FASE					
		N1	N2	N3	N4	N5	N6	N1	N2	N3	N4	N5	N6
1	F1	0,16	3,46	11,18	19,31	26,37	50,91	0,33	0,23	0,08	0,07	0,07	0,07
2	F2	0,01	0,04	1,42	4,25	7,93	39,99	0,33	0,22	0,17	0,15	0,14	0,13
3	F3	0,58	5,38	16,60	28,29	38,31	71,16	0,36	0,18	0,08	0,06	0,06	0,06
4	F4	0,00	0,24	5,21	13,71	21,36	42,02	0,38	0,37	0,32	0,17	0,08	0,04
5	F5	0,02	8,21	23,09	38,52	52,89	127,60	0,68	0,19	0,10	0,07	0,07	0,06
6	F6	0,00	0,48	0,88	2,25	4,08	20,33	0,45	0,29	0,22	0,18	0,17	0,13
7	F7	0,03	4,31	13,69	23,13	31,19	59,51	0,57	0,19	0,09	0,07	0,06	0,05
8	F8	0,00	0,19	2,64	9,78	16,57	37,79	0,35	0,34	0,31	0,23	0,14	0,04
9	F9	0,04	3,80	12,82	25,05	39,02	146,61	0,48	0,20	0,10	0,07	0,06	0,05
10	F10	0,00	0,24	0,98	3,91	7,10	24,85	0,58	0,24	0,15	0,13	0,12	0,10
11	F11	0,03	2,08	7,58	13,72	19,50	47,82	0,42	0,22	0,11	0,08	0,07	0,07
12	F12	0,00	0,59	5,07	13,29	20,92	45,56	0,43	0,35	0,25	0,17	0,12	0,03
13	F13	0,02	0,58	1,31	5,17	10,19	51,93	0,45	0,27	0,18	0,14	0,12	0,07
14	F14	0,00	0,19	0,34	1,44	2,98	16,20	0,57	0,29	0,20	0,16	0,14	0,12
15	F15	0,02	0,97	7,17	15,03	22,57	0,00	0,40	0,28	0,10	0,07	0,06	0,06
16	F16	0,00	0,53	1,31	4,69	8,26	26,33	0,52	0,35	0,25	0,19	0,15	0,05
17	C1	0,00	0,24	1,95	5,63	9,74	35,94	0,37	0,33	0,19	0,11	0,10	0,09
18	C2	0,00	0,22	1,80	5,01	8,64	32,45	0,33	0,27	0,16	0,11	0,09	0,09
19	C3	0,00	0,27	2,12	5,57	9,34	32,90	0,42	0,29	0,17	0,12	0,11	0,10
20	AX1	0,10	1,37	8,23	17,46	26,89	78,97	0,38	0,20	0,13	0,10	0,09	0,07
21	AX2	0,00	0,22	0,39	1,33	3,44	29,20	0,41	0,32	0,26	0,22	0,19	0,11
22	AX3	0,00	0,40	4,06	10,27	16,73	51,83	0,32	0,27	0,16	0,11	0,09	0,08
23	AX4	0,00	0,85	3,86	10,12	16,04	37,07	0,37	0,31	0,16	0,09	0,07	0,06
24	AX5	0,01	1,17	8,05	16,44	24,09	51,58	0,38	0,22	0,08	0,08	0,08	0,08
25	AX6	0,00	0,31	1,27	4,54	8,37	34,46	0,47	0,32	0,23	0,18	0,15	0,07
26	AX7	0,00	0,26	9,36	20,56	30,41	57,80	0,42	0,38	0,24	0,11	0,07	0,04
27	AX8	0,00	0,38	2,74	7,14	11,96	42,47	0,46	0,28	0,18	0,13	0,10	0,06

MISTURA		VALORES DE DAMPING FACTOR						VALORES DE VISCOSIDADE COMPLEXA					
		N1	N2	N3	N4	N5	N6	N1	N2	N3	N4	N5	N6
1	F1	0,34	0,24	0,08	0,07	0,07	0,07	3E+04	6E+05	2E+06	3E+06	4E+06	8E+06
2	F2	0,35	0,22	0,17	0,15	0,15	0,13	1E+03	6E+03	2E+05	7E+05	1E+06	6E+06
3	F3	0,38	0,19	0,08	0,06	0,06	0,06	9E+04	9E+05	3E+06	5E+06	6E+06	1E+07
4	F4	0,40	0,39	0,33	0,18	0,09	0,04	2E+02	4E+04	8E+05	2E+06	3E+06	7E+06
5	F5	0,81	0,20	0,10	0,07	0,07	0,06	3E+03	1E+06	4E+06	6E+06	8E+06	2E+07
6	F6	0,48	0,30	0,22	0,19	0,17	0,13	2E+02	8E+04	1E+05	4E+05	6E+05	3E+06

7	F7	0,64	0,19	0,09	0,07	0,06	0,05	6E+03	7E+05	2E+06	4E+06	5E+06	9E+06
8	F8	0,36	0,36	0,32	0,23	0,14	0,04	3E+02	3E+04	4E+05	2E+06	3E+06	6E+06
9	F9	0,52	0,20	0,10	0,07	0,06	0,05	6E+03	6E+05	2E+06	4E+06	6E+06	2E+07
10	F10	0,66	0,25	0,16	0,13	0,12	0,11	1E+02	4E+04	2E+05	6E+05	1E+06	4E+06
11	F11	0,45	0,22	0,11	0,08	0,07	0,07	5E+03	3E+05	1E+06	2E+06	3E+06	8E+06
12	F12	0,46	0,36	0,25	0,17	0,12	0,03	4E+02	9E+04	8E+05	2E+06	3E+06	7E+06
13	F13	0,48	0,28	0,19	0,14	0,12	0,07	3E+03	9E+04	2E+05	8E+05	2E+06	8E+06
14	F14	0,63	0,30	0,20	0,16	0,14	0,12	1E+02	3E+04	5E+04	2E+05	5E+05	3E+06
15	F15	0,43	0,29	0,10	0,07	0,06	0,06	4E+03	2E+05	1E+06	2E+06	4E+06	0E+00
16	F16	0,57	0,36	0,26	0,19	0,15	0,05	2E+02	8E+04	2E+05	7E+05	1E+06	4E+06
17	C1	0,38	0,34	0,19	0,11	0,10	0,09	4E+02	4E+04	3E+05	9E+05	2E+06	6E+06
18	C2	0,34	0,28	0,16	0,11	0,09	0,09	4E+02	4E+04	3E+05	8E+05	1E+06	5E+06
19	C3	0,44	0,30	0,17	0,12	0,11	0,10	5E+02	4E+04	3E+05	9E+05	1E+06	5E+06
20	AX1	0,40	0,20	0,13	0,10	0,09	0,07	2E+04	2E+05	1E+06	3E+06	4E+06	1E+07
21	AX2	0,43	0,33	0,26	0,22	0,19	0,11	4E+01	3E+04	6E+04	2E+05	5E+05	5E+06
22	AX3	0,33	0,28	0,16	0,11	0,09	0,09	5E+02	6E+04	6E+05	2E+06	3E+06	8E+06
23	AX4	0,39	0,32	0,16	0,09	0,07	0,06	8E+02	1E+05	6E+05	2E+06	3E+06	6E+06
24	AX5	0,40	0,22	0,08	0,08	0,08	0,08	1E+03	2E+05	1E+06	3E+06	4E+06	8E+06
25	AX6	0,51	0,33	0,24	0,18	0,15	0,07	5E+02	5E+04	2E+05	7E+05	1E+06	5E+06
26	AX7	0,44	0,40	0,25	0,11	0,07	0,04	6E+02	4E+04	1E+06	3E+06	5E+06	9E+06
27	AX8	0,49	0,28	0,18	0,13	0,10	0,06	8E+02	6E+04	4E+05	1E+06	2E+06	7E+06

		VALORES DE MÓDULO OMPLEXO						VALORES DE MÓDULO E ARMAZENAMENTO					
MISTURA		N1	N2	N3	N4	N5	N6	N1	N2	N3	N4	N5	N6
1	F1	2E+5	3E+6	1E+7	2E+7	3E+7	5E+7	2E+5	3E+6	1E+7	2E+7	3E+7	5E+7
2	F2	6E+3	4E+4	1E+6	4E+6	8E+6	4E+7	6E+3	4E+4	1E+6	4E+6	8E+6	4E+7
3	F3	6E+5	5E+6	2E+7	3E+7	4E+7	7E+7	5E+5	5E+6	2E+7	3E+7	4E+7	7E+7
4	F4	1E+3	2E+5	5E+6	1E+7	2E+7	4E+7	9E+2	2E+5	5E+6	1E+7	2E+7	4E+7
5	F5	2E+4	8E+6	2E+7	4E+7	5E+7	1E+8	2E+4	8E+6	2E+7	4E+7	5E+7	1E+8
6	F6	1E+3	5E+5	9E+5	2E+6	4E+6	2E+7	9E+2	5E+5	9E+5	2E+6	4E+6	2E+7
7	F7	3E+4	4E+6	1E+7	2E+7	3E+7	6E+7	3E+4	4E+6	1E+7	2E+7	3E+7	6E+7
8	F8	2E+3	2E+5	3E+6	1E+7	2E+7	4E+7	2E+3	2E+5	3E+6	1E+7	2E+7	4E+7
9	F9	4E+4	4E+6	1E+7	3E+7	4E+7	1E+8	3E+4	4E+6	1E+7	2E+7	4E+7	1E+8
10	F10	8E+2	2E+5	1E+6	4E+6	7E+6	2E+7	7E+2	2E+5	1E+6	4E+6	7E+6	2E+7
11	F11	3E+4	2E+6	8E+6	1E+7	2E+7	5E+7	3E+4	2E+6	8E+6	1E+7	2E+7	5E+7
12	F12	2E+3	6E+5	5E+6	1E+7	2E+7	5E+7	2E+3	6E+5	5E+6	1E+7	2E+7	5E+7
13	F13	2E+4	6E+5	1E+6	5E+6	1E+7	5E+7	2E+4	6E+5	1E+6	5E+6	1E+7	5E+7
14	F14	9E+2	2E+5	3E+5	1E+6	3E+6	2E+7	8E+2	2E+5	3E+5	1E+6	3E+6	2E+7
15	F15	2E+4	1E+6	7E+6	2E+7	2E+7	0E+0	2E+4	9E+5	7E+6	2E+7	2E+7	0E+0
16	F16	2E+3	5E+5	1E+6	5E+6	8E+6	3E+7	1E+3	5E+5	1E+6	5E+6	8E+6	3E+7
17	C1	3E+3	2E+5	2E+6	6E+6	1E+7	4E+7	2E+3	2E+5	2E+6	6E+6	1E+7	4E+7
18	C2	3E+3	2E+5	2E+6	5E+6	9E+6	3E+7	2E+3	2E+5	2E+6	5E+6	9E+6	3E+7
19	C3	3E+3	3E+5	2E+6	6E+6	9E+6	3E+7	3E+3	3E+5	2E+6	6E+6	9E+6	3E+7

20	AX1	1E+5	1E+6	8E+6	2E+7	3E+7	8E+7	9E+4	1E+6	8E+6	2E+7	3E+7	8E+7
21	AX2	3E+2	2E+5	4E+5	1E+6	3E+6	3E+7	2E+2	2E+5	4E+5	1E+6	3E+6	3E+7
22	AX3	3E+3	4E+5	4E+6	1E+7	2E+7	5E+7	3E+3	4E+5	4E+6	1E+7	2E+7	5E+7
23	AX4	5E+3	8E+5	4E+6	1E+7	2E+7	4E+7	5E+3	8E+5	4E+6	1E+7	2E+7	4E+7
24	AX5	7E+3	1E+6	8E+6	2E+7	2E+7	5E+7	6E+3	1E+6	8E+6	2E+7	2E+7	5E+7
25	AX6	3E+3	3E+5	1E+6	5E+6	8E+6	3E+7	3E+3	3E+5	1E+6	4E+6	8E+6	3E+7
26	AX7	4E+3	3E+5	9E+6	2E+7	3E+7	6E+7	3E+3	2E+5	9E+6	2E+7	3E+7	6E+7
27	AX8	5E+3	4E+5	3E+6	7E+6	1E+7	4E+7	4E+3	4E+5	3E+6	7E+6	1E+7	4E+7

---

## APÊNDICE D

Figura 33 - ANOVA – Empacotamento das partículas

Taxa de ar mínima				Densidade de Empacotamento				Taxa Básica de água			
Causa da variação				Causa da variação				Causa da variação			
SQ	GL	QM	Fcal	SS	DF	MS	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal
0,029967	3	0,009989	11,096044	0,006911	5	0,0013821	154,6172	0,035156	1	0,035156	36,990741
0,011703	13	0,0009002		0,000098	11	8,939E-06		0,014256	15	0,0009504	
0,041670	16			0,007009	16			0,049412	16		
R <sup>2</sup>	71,92%			R <sup>2</sup>	98,60%			R <sup>2</sup>	71,15%		
Ftab=	3,40			Ftab=	3,20			Ftab=	4,56		

Figura 34 - ANOVA – Propriedades Reológicas

N1				Tensão de Cisalhamento				N3			
Causa da variação				Causa da variação				Causa da variação			
SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal
0,228411	14	0,016315	1,784373	66,043461	14	4,71739	1,574106	655,824143	14	46,84458	3,007269
0,109720	12	0,009143		35,962429	12	2,996869		186,925434	12	15,57712	
0,338130	26			102,005891	26			842,749577	26		
R <sup>2</sup>	67,55%			R <sup>2</sup>	64,74%			R <sup>2</sup>	77,82%		
Ftab=	2,63			Ftab=	2,63			Ftab=	2,63		

N4				N5				N6			
Causa da variação				Causa da variação				Causa da variação			
SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal
1786,0	14	127,5707	3,500101	3193,6	14	228,1136	3,389279	17999,2	14	1285,658	2,39743
437,4	12	36,44773		807,7	12	67,30446		6435,2	12	536,2649	
2223,4	26			4001,2	26			24434,4	26		
R <sup>2</sup>	80,33%			R <sup>2</sup>	79,81%			R <sup>2</sup>	73,66%		
Ftab=	2,63			Ftab=	2,63			Ftab=	2,63		

N1				Ângulo de Fase				N3			
Causa da variação				Causa da variação				Causa da variação			
SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal
0,141109	14	0,010079	1,836369	0,070229	14	0,005016	2,95149	0,110771	14	0,007912	6,316095
0,065864	12	0,005489		0,020395	12	0,0017		0,015033	12	0,001253	
0,206973	26			0,090625	26			0,125804	26		
R <sup>2</sup>	68,18%			R <sup>2</sup>	77,49%			R <sup>2</sup>	88,05%		
Ftab=	2,63			Ftab=	2,63			Ftab=	2,63		

N4				N5				N6			
Causa da variação				Causa da variação				Causa da variação			
SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal	SQ	GL	QM	Fcal
0,1	14	0,004175	8,844575	0,0	14	0,002358	8,285936	0,0	14	0,001304	8,608753
0,0	12	0,000472		0,0	12	0,000285		0,0	12	0,000151	
0,1	26			0,0	26			0,0	26		
R <sup>2</sup>	91,17%			R <sup>2</sup>	90,63%			R <sup>2</sup>	90,94%		
Ftab=	2,63			Ftab=	2,63			Ftab=	2,63		

## APÊNDICE E

Figura 35 - Parâmetros matemáticos de otimização

MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS
F1	$\delta$	P1= 0,3288	F2	$\delta$	P1= 39,0598	F3	$\delta$	P1= 0,388	F4	$\delta$	P1= 0,3778
		P2= 0,0693			P2= 0,1287			P2= 0,06			P2= 0,0447
	R <sup>2</sup>	P3= 46,6466		R <sup>2</sup>	P3= -220,627		R <sup>2</sup>	P3= 35,6697		R <sup>2</sup>	P3= 90,3674
	99,83%	P4= 0,0522		89,87%	P4= 0,0101		98,15%	P4= 0,035		95,66%	P4= 0,035
F1	$\tau$	a= 0,0321	F2	$\tau$	a= 0,00014	F3	$\tau$	a= 0,0563	F4	$\tau$	a= 0,0065
		b= 0,0019			b= 0,0055			b= 0,3005			b= -0,0316
		Q1= -1,04E-05			Q1= 6,07E-06			Q1= -1,6E-05			Q1= -2,112E-05
		Q2= 0,003685			Q2= 5,19E-05			Q2= 0,005446			Q2= 0,007114
F1	R <sup>2</sup>	Q3= -0,05934	F2	R <sup>2</sup>	Q3= -0,02029	F3	R <sup>2</sup>	Q3= -0,08781	F4	R <sup>2</sup>	Q3= -0,3911
		Q4= 0,2163			Q4= 0,3513			Q4= 0,6452			Q4= 4,378
		99,83%			99,82%			99,91%			99,01%
MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS
F5	$\delta$	P1= 2,8203	F6	$\delta$	P1= 138,4002	F7	$\delta$	P1= 6,947	F8	$\delta$	P1= 0,3506
		P2= 0,0634			P2= 0,123			P2= 0,0444			P2= 0,0357
	R <sup>2</sup>	P3= -20,9748		R <sup>2</sup>	P3= -323,516		R <sup>2</sup>	P3= -64,17		R <sup>2</sup>	P3= 103,9039
	98,93%	P4= 0,0207		82,48%	P4= 0,008		99,83%	P4= 0,0157		95,91%	P4= 0,0259
F5	$\tau$	a= 0,0466	F6	$\tau$	a= 0,0131	F7	$\tau$	a= 0,0168	F8	$\tau$	a= 0,005
		b= -0,2115			b= -0,0643			b= -0,0494			b= -0,0235
		Q1= -8,81E-07			Q1= 3,42E-06			Q1= -1E-05			Q1= -1,851E-05
		Q2= 0,0029			Q2= -8,8E-05			Q2= 0,003676			Q2= 0,006631
F5	R <sup>2</sup>	Q3= 0,1743	F6	R <sup>2</sup>	Q3= 0,000366	F7	R <sup>2</sup>	Q3= -0,00264	F8	R <sup>2</sup>	Q3= -0,422
		Q4= -4,163			Q4= 0,003398			Q4= -1,289			Q4= 5,553
		99,86%			99,05%			99,70%			99,22%
MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS
F9	$\delta$	P1= 1,0295	F10	$\delta$	P1= 321,8738	F11	$\delta$	P1= 0,5289	F12	$\delta$	P1= 0,5026
		P2= 0,0529			P2= 0,1039			P2= 0,066			P2= 0,0186
	R <sup>2</sup>	P3= -1,3531		R <sup>2</sup>	P3= -190,058		R <sup>2</sup>	P3= 27,921		R <sup>2</sup>	P3= 68,5096
	98,62%	P4= 0,0175		87,40%	P4= 0,0145		97,61%	P4= 0,0226		93,97%	P4= 0,0124
F9	$\tau$	a= 0,0142	F10	$\tau$	a= 0,0065	F11	$\tau$	a= 0,00152	F12	$\tau$	a= 0,0159
		b= -0,0353			b= -0,0317			b= -0,0444			b= -0,077
		Q1= 1,87E-05			Q1= -2,9E-06			Q1= -2,9E-06			Q1= -1,817E-05
		Q2= -5,2E-05			Q2= 0,001905			Q2= 0,001951			Q2= 0,006511
F9	R <sup>2</sup>	Q3= 0,1202	F10	R <sup>2</sup>	Q3= -0,1355	F11	R <sup>2</sup>	Q3= -0,00981	F12	R <sup>2</sup>	Q3= -0,3641
		Q4= -2,542			Q4= 1,956			Q4= -0,7348			Q4= 4,316
		99,94%			99,75%			99,68%			99,78%
MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS
F13	$\delta$	P1= 20,0699	F14	$\delta$	P1= 189,3295	F15	$\delta$	P1= 0,4112	F16	$\delta$	P1= 21,7189
		P2= 0,0577			P2= 0,1175			P2= 0,0603			P2= -0,0486
	R <sup>2</sup>	P3= -224,4976		R <sup>2</sup>	P3= -227,249		R <sup>2</sup>	P3= 48,4415		R <sup>2</sup>	P3= -369,7378
	96,16%	P4= 0,0074		93,18%	P4= 0,0113		96,42%	P4= 0,0386		97,13%	P4= 0,0042
F13	$\tau$	a= 0,0153	F14	$\tau$	a= 0,005	F15	$\tau$	a= 0,0177	F16	$\tau$	a= 0,0142
		b= -0,0587			b= -0,0241			b= -0,0639			b= -0,0694
		Q1= 6,07E-06			Q1= 2,06E-06			Q1= -8,8E-06			Q1= -4,518E-06
		Q2= 0,000677			Q2= 0,000185			Q2= 0,004083			Q2= 0,002375
F13	R <sup>2</sup>	Q3= -0,08213	F14	R <sup>2</sup>	Q3= -0,02685	F15	R <sup>2</sup>	Q3= -0,1713	F16	R <sup>2</sup>	Q3= -0,1619
		Q4= 1,444			Q4= 0,4846			Q4= 1,616			Q4= 2,344
		99,93%			99,87%			99,89%			99,82%

MIST.	PROPR.	ÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS	MIST.	PROPR.	PARÂMETROS
C1	$\delta$	P1= 0,3677	C2	$\delta$	P1= 25,4011	C3	$\delta$	P1= 0,4605	AX1	$\delta$	P1= 1,3113
		P2= 0,0932			P2= 0,0316			P2= 0,0949			P2= 0,0635
	R <sup>2</sup>	P3= 63,8695		R <sup>2</sup>	P3= -222,82		R <sup>2</sup>	P3= 45,1304		R <sup>2</sup>	P3= -35,9595
		96,55%			P4= 0,0348			95,17%			P4= 0,0074
	$\tau$	a= 0,0063		$\tau$	a= 0,0122		$\tau$	a= 0,0072		$\tau$	a= 0,029
		b= -0,029			b= -0,0589			b= -0,0328			b= -0,0456
Q1= -4,08E-07		Q1= -8,8E-06	Q1= -4,5E-07		Q1= -4,078E-06						
Q2= 0,001578		Q2= 0,003828	Q2= 0,001406		Q2= 0,003745						
R <sup>2</sup>	Q3= -0,103	R <sup>2</sup>	Q3= -0,2331	R <sup>2</sup>	Q3= -0,08303	R <sup>2</sup>	Q3= -0,1576				
	99,72%		Q4= 1,336		99,86%		Q4= 3,322	99,93%	Q4= 0,9733	99,82%	Q4= 1,687
AX2	$\delta$	P1= 25,3376	AX3	$\delta$	P1= 0,3288	AX4	$\delta$	P1= 0,3812	AX5	$\delta$	P1= 0,3852
		P2= -0,0257			P2= 0,0848			P2= 0,0615			P2= 0,0753
	R <sup>2</sup>	P3= -623,7926		R <sup>2</sup>	P3= 59,8669		R <sup>2</sup>	P3= 59,7694		R <sup>2</sup>	P3= 40,9484
		72,72%			P4= 0,0028			95,86%			P4= 0,0274
	$\tau$	a= 0,0059		$\tau$	a= 0,0107		$\tau$	a= 0,0228		$\tau$	a= 0,0197
		b= -0,0292			b= -0,0503			b= -0,109			b= -0,0918
Q1= 8,71E-06		Q1= -4,5E-06	Q1= -1,3E-05		Q1= -1,366E-05						
Q2= -0,001017		Q2= 0,003164	Q2= 0,004782		Q2= 0,005095						
R <sup>2</sup>	Q3= 0,03385	R <sup>2</sup>	Q3= -0,177	R <sup>2</sup>	Q3= -0,2706	R <sup>2</sup>	Q3= -0,2152				
	99,45%		Q4= -0,2502		99,84%		Q4= 2,077	99,91%	Q4= 3,308	99,97%	Q4= 2,228
AX6	$\delta$	P1= 17,6338	AX7	$\delta$	P1= 0,4189	AX8	$\delta$	P1= 0,9689	AX9	$\delta$	P1= 0,9689
		P2= 0,0011			P2= 0,0431			P2= 0,052			P2= 0,052
	R <sup>2</sup>	P3= -326,8028		R <sup>2</sup>	P3= 73,7986		R <sup>2</sup>	P3= -4,6083		R <sup>2</sup>	P3= -4,6083
		94,01%			P4= 0,0047			96,27%			P4= 0,0291
	$\tau$	a= 0,0083		$\tau$	a= 0,0086		$\tau$	a= 0,0101		$\tau$	a= 0,0101
		b= -0,0384			b= -0,0391			b= -0,0458			b= -0,0458
Q1= 4,64E-07		Q1= -2,4E-05	Q1= -2E-07		Q1= -2E-07						
Q2= 0,001375		Q2= 0,008008	Q2= 0,001706		Q2= 0,001706						
R <sup>2</sup>	Q3= -0,1045	R <sup>2</sup>	Q3= -0,3662	R <sup>2</sup>	Q3= -0,09932	R <sup>2</sup>	Q3= -0,09932				
	99,92%		Q4= 1,493		99,37%		Q4= 3,181	99,93%	Q4= 1,126	99,93%	Q4= 1,126

## APÊNDICE F

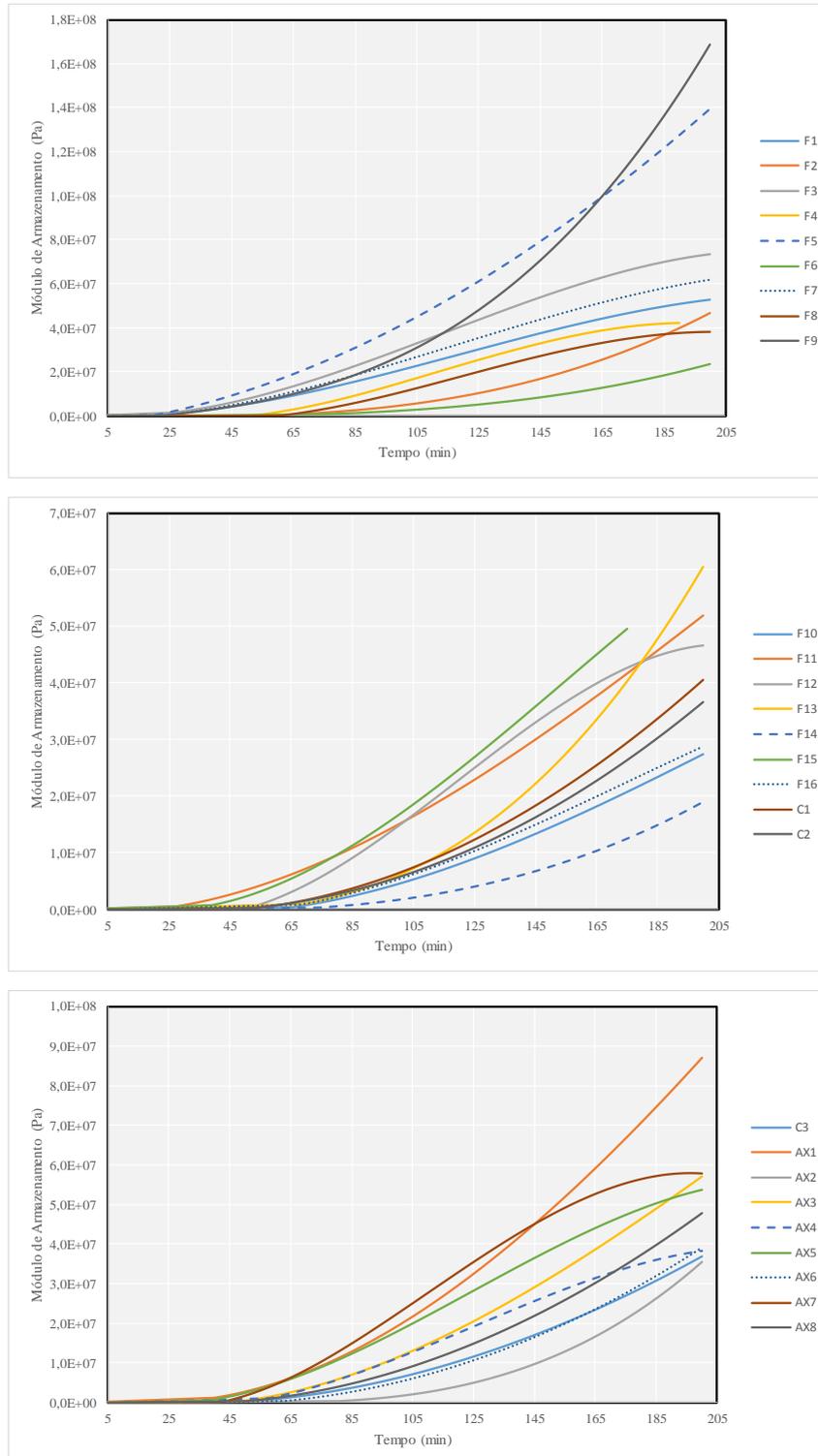
Figura 36 - Módulo de Armazenamento  $G'$ 

Figura 37 - Ângulo de Fase  $\delta$

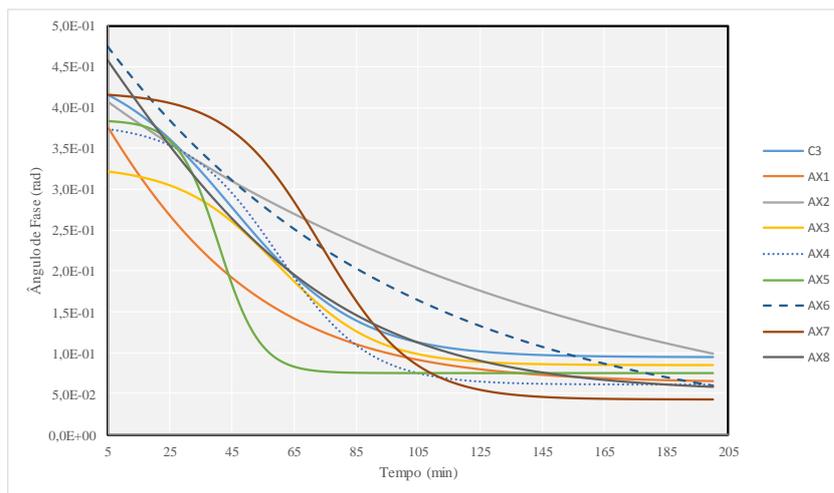
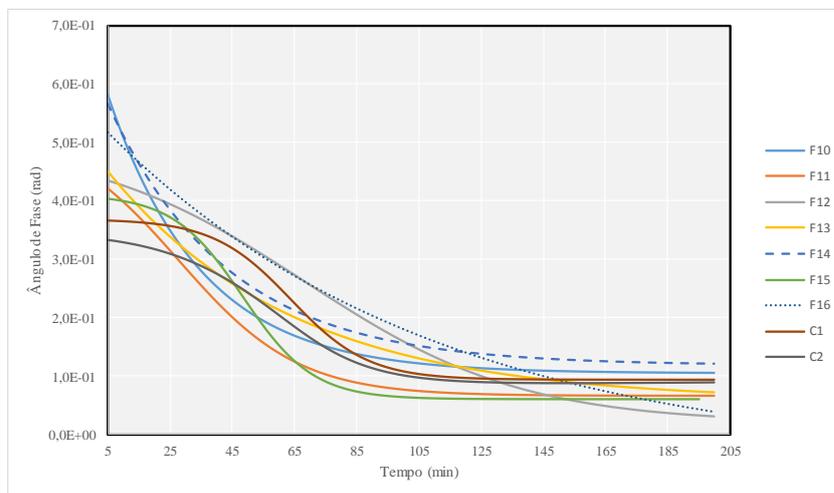
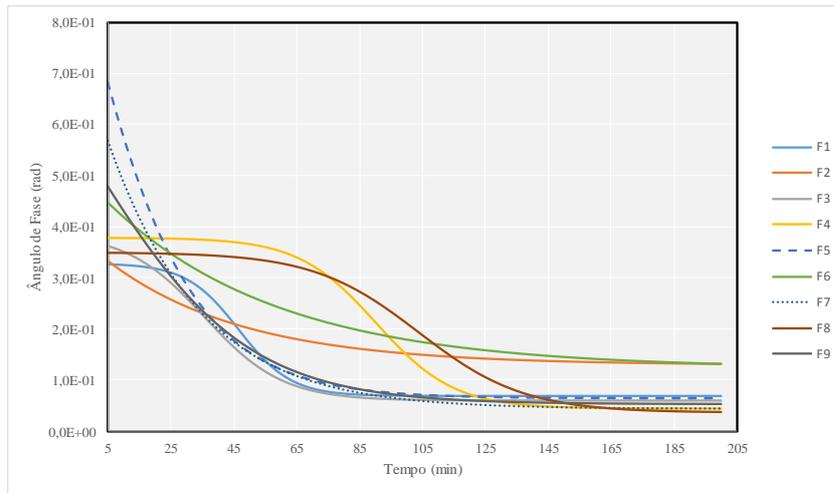


Figura 38 - Derivadas do ângulo de fase

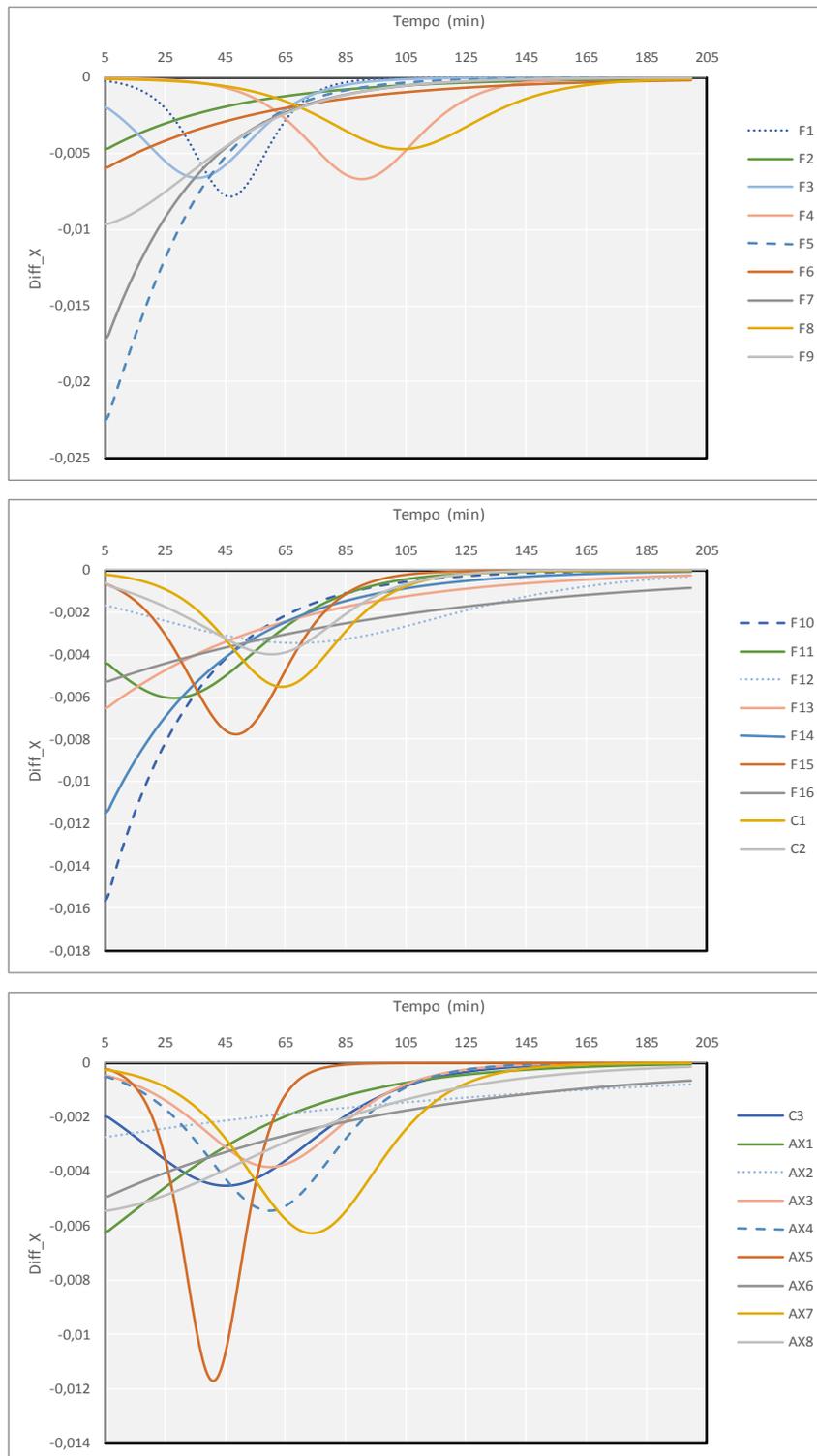


Figura 39 - Tensão de Cisalhamento

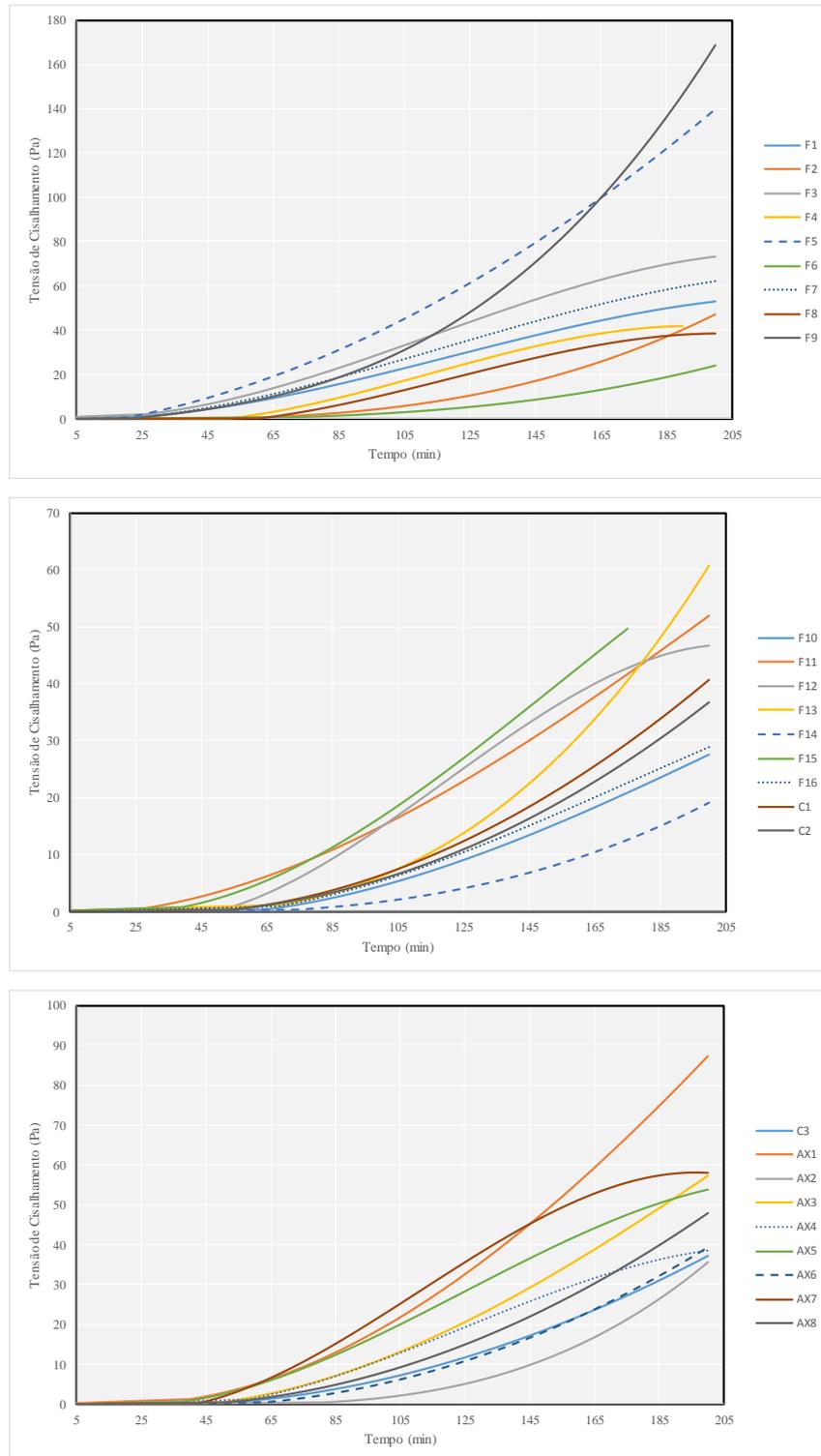
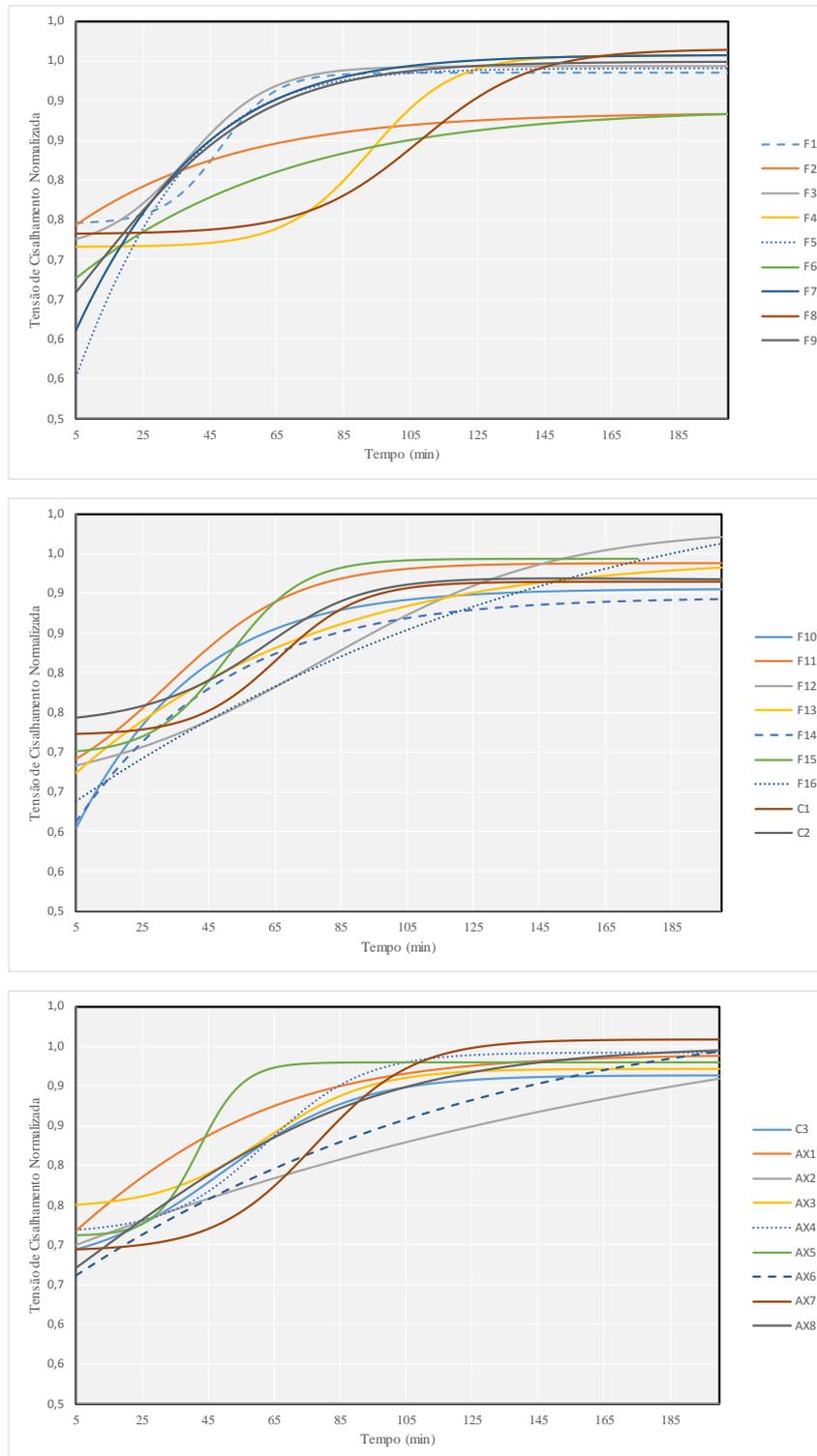


Figura 40 - Normalização de  $\tau$ 

ANEXO CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO PELO FABRICANTE



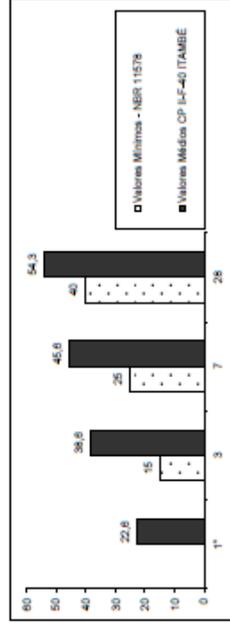
TIPO / CLASSE: CP II-F-40

RELATÓRIO DE ENSAIOS DE CIMENTO

PERÍODO : mai/17  
14/06/17  
EMIÇÃO :

Data	Químicos										Físicos										
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	Perda Fogo	CaO Livre	Resid. Insol.	Equiv. Alcal.	Exp. Quente	Tempo de Pega Início	Tempo de Pega Fim	Cons. Normal	Blaine	# 200	# 325	Resistência à Compressão			
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	mm	h : min	h : min	%	cm <sup>2</sup> /g	%	%	1 dia	3 dias	7 dias	28 dias
02	4,05	16,22	3,02	60,63	3,29	3,20	5,11	0,67	0,93	0,65	0,00	03:40	04:30	29,8	4.500	0,06	0,40	21,8	36,6	45,9	55,0
04	4,02	17,94	2,88	59,62	3,14	3,16	5,09	0,64	0,96	0,65	0,00	03:40	04:30	30,1	4.570	0,04	0,40	23,0	38,0	46,3	54,1
08	4,21	18,56	2,97	61,06	3,21	3,07	5,10	0,62	1,39	0,67	0,50	03:15	04:00	29,9	4.500	0,02	0,30	23,1	38,5	44,8	54,2
10	4,06	18,02	2,87	60,34	3,20	3,28	4,93	0,63	1,18	0,66	0,00	03:10	04:00	30,2	4.500	0,05	0,40	23,0	40,4	46,1	54,3
12	4,12	18,31	2,73	60,57	3,92	3,18	4,98	0,59	1,15	0,65	0,50	03:05	04:00	30,0	4.600	0,04	0,40	23,0	37,7	44,3	53,7
16	4,13	18,34	2,86	59,90	3,43	3,19	5,10	0,59	1,15	0,66	0,00	03:00	03:45	29,8	4.510	0,06	0,50	22,0	36,8	44,9	54,3
18	4,03	18,33	2,88	60,43	3,70	3,23	5,10	0,58	1,01	0,68	0,50	03:10	04:00	30,8	4.500	0,03	0,30	21,9	38,3	45,3	-
22	4,08	18,03	2,75	59,46	4,40	3,26	5,12	0,66	1,17	0,65	0,50	03:15	04:00	30,0	4.550	0,03	0,20	22,5	39,6	45,4	-
24	4,06	17,91	2,77	59,79	4,16	3,29	5,33	0,53	0,96	0,62	0,00	03:10	04:00	29,7	4.580	0,02	0,30	23,1	39,4	46,6	-
26	4,06	17,98	2,73	59,88	4,11	3,26	5,15	0,53	0,88	0,64	0,00	03:30	04:15	30,1	4.580	0,02	0,30	22,5	39,4	46,4	-
30	4,06	17,91	2,84	60,31	3,93	3,30	5,26	0,56	0,84	0,65	1,00	03:20	04:00	30,1	4.500	0,03	0,30	22,6	39,4	46,0	-
Média	4,10	18,14	2,85	60,17	3,68	3,22	5,12	0,58	1,06	0,65	0,36	03:18	04:05	30,0	4.539	0,04	0,34	22,6	38,6	45,6	54,3
Sd	0,07	0,22	0,10	0,49	0,45	0,07	0,11	0,05	0,16	0,02	0,32	00:13	00:14	0,2	39,61	0,02	0,09	0,6	1,2	0,8	0,4
Min	4,02	17,91	2,73	59,49	3,14	3,07	4,93	0,53	0,84	0,62	0,00	03:00	03:45	29,7	4.500	0,02	0,20	21,8	36,6	44,3	53,7
Max	4,23	18,56	3,02	61,06	4,40	3,30	5,33	0,67	1,39	0,68	1,00	03:40	04:30	30,2	4.600	0,06	0,50	23,7	40,4	46,6	55,0

Obs.: A Norma da ABNT não prevê a determinação da Resistência à Compressão a um dia para o CP II-F-40.  
A massa específica média do CP II-F-40 ITAMBÉ é 3,08 g/cm<sup>3</sup> (NBR NM 23).  
As datas do relatório se referem ao dia de expedição do cimento.



carimbo/assinatura