ESTUDO DOS PERFIS DE SOLICITAÇÃO E VELOCIDADES DE ENSAIO NA AVALIAÇÃO REOLÓGICA POR REOMETRIA ROTACIONAL[1]

COSTA, A. R. D., Universidade Federal da Bahia, e-mail: ana.rita.d.costa@gmail.com; SILVA, F. G. S., Universidade Federal da Bahia, e-mail: fgabriel.ufba@gmail.com; SILVA, V. S., Universidade Federal da Bahia, e-mail: vanessass@ufba.br

ABSTRACT

The rheological study of pastes and mortars by rotational rheometry does not have a brazilian normative prescription that defines the test parameters. It hampers the definition of a standardized method, in order to leave the evaluation variables such as torque and frequency at the researcher's charge, often becoming an obstacle to comparison of results. In this work, rheological behavior of cement-lime based mortars with and without air-entraining admixture was evaluated by means of rotational rheometry using level profile, ladder and ascending-descending. The results of the studied profiles have shown differences in rheological parameters of yield stress. The ladder profile was the most suitable for mortars containing air-entraining admixture because, due to the shorter test time, there was less air incorporation during rheometry, thereby reducing the influence of the test method on the evaluated properties. The ladder profile was also the most suitable for mortars without admixtures, since the test time did not allow the sedimentation of the particles as well as their influence on the rheological behavior of mortar.

***Keywords**: Rheology. Rotational rheometry. Test method. Cement-lime mortar.*

1 INTRODUÇÃO

A trabalhabilidade é uma expressão empregada no estudo das argamassas de forma qualitativa, no entanto, as técnicas tradicionais de avaliação de forma pontual no estado fresco são insuficientes para efetuar uma caracterização mais completa da natureza reológica das mesmas. A reometria rotacional apresenta-se como alternativa para aferir quantitativamente a capacidade de uma argamassa fluir e se deformar, quando submetida a uma determinada tensão de cisalhamento (BANFILL, 2005). Segundo Cardoso (2009), não é possível que o comportamento complexo de um material seja descrito por um único valor de medida, mas sim por um perfil reológico medido com precisão e, preferencialmente, simulando as solicitações práticas reais, visto que o comportamento pode variar em função das características da solicitação, como tensão e taxa de cisalhamento e restrição material.

Na literatura, a reometria rotacional é utilizada principalmente para caracterização de pastas (YÜCE; WILLENBACHER, 2017; SILVA *et al.*, 2018), mas também de argamassas (MACIEL *et al.*, 2016; STOLZ; MASUERO, 2018) Contudo, não há uma prescrição normativa brasileira que defina os parâmetros de ensaio. Isso dificulta a definição de um método padronizado,

[1] COSTA, A. R. D.; SILVA, F. G. S.; SILVA, V. S.; Estudo dos perfis de solicitação e velocidades de ensaio na avaliação reológica por reometria rotacional. In: ENCONTRO NACIONAL DE TECNOLOGIA DO AMBIENTE CONSTRUÍDO, 17., 2018, Foz do Iguaçu. **Anais**... Porto Alegre: ANTAC, 2018.

ficando as variáveis de avaliação tais como torque e frequência a critério do pesquisador, tornando-se, muitas vezes, um obstáculo para comparação de resultados.

Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento reológico de argamassas mistas com e sem aditivo incorporador de ar, por meio da reometria rotacional, utilizando adaptações de três perfis de solicitação encontrados na literatura de referência.

A caracterização dar-se-á através da análise da evolução dos torques ao longo dos ensaios e posterior estudo comparativo entre os valores de torque de escoamento e viscosidades obtidos por intermédio de cada perfil aplicado.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram avaliadas argamassas mistas compostas por areia natural quartzosa, cimento Portland CP II F 32, cal hidratada CH I, água e aditivo incorporador de ar. As massas específicas são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Massas específicas das matérias-primas.

Material	Massa Específica [g/cm³]
Cimento Portland II F 32	3,12
Cal Hidratada I	2,32
Areia Quartzosa	2,65

Fonte: Os autores

2.2 Métodos

O comportamento reológico foi estudado nas argamassas mistas com e sem aditivo incorporador de ar. A formulação das composições é apresentada na Tabela 2. A relação água/materiais secos foi estabelecida como 24,8% para as argamassas C1 e C3 e 26,0% para C2 e C4, a fim de se obter a consistência adequada para avaliação por reometria. O aditivo incorporador de ar utilizado no trabalho apresenta caráter aniônico e os teores utilizados foram de 1,6% da massa do cimento, de acordo com a indicação do fabricante.

Tabela 2 - Traços unitários em massa.

Material	C1	C2	C3	C4
Cimento Portland II F 32	1,000	1,000	1,000	1,000
Cal Hidratada I	0,767	0,767	0,767	0,767
Areia Quartzosa	6,524	6,524	6,524	6,524
Água	2,056	2,156	2,056	2,156
Aditivo Incorporador de Ar	---	---	0,016	0,016

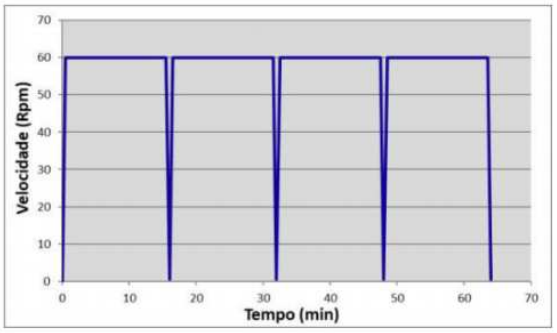
Fonte: Os autores

O estudo do comportamento reológico foi realizado no reômetro rotacional

de cilindros coaxiais modelo RHEOTEST RN 4.1. A velocidade de rotação da paleta no copo pode ser variável de acordo com o tipo de teste programado. Os perfis de solicitação são definidos pelo operador através de curvas de velocidade em função do tempo. Tomou-se como referência perfis baseados na literatura onde a técnica foi empregada.

O perfil em Patamar (Figura 1) foi utilizado para avaliar o comportamento reológico ao longo do tempo para as diversas composições. Neste, a velocidade permanece constante, a 60 ou 80 Rpm, ao longo de cerca de 60 minutos, porém com descidas de velocidade periódicas.

Figura 1 - Perfil em Patamar.



Fonte: Adaptado de Paiva (2005).

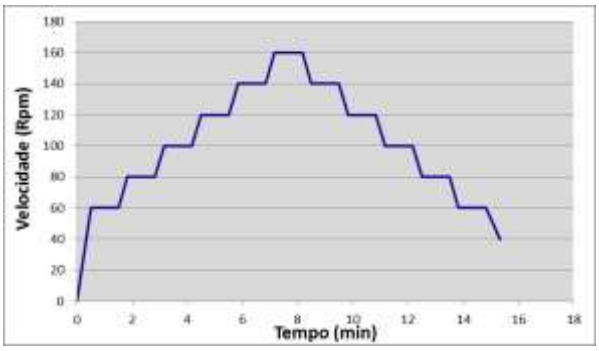
Além de descrever o comportamento reológico ao longo do tempo, os dados obtidos através do ensaio com perfil em Patamar permitem a obtenção das curvas de fluxo para o material. Estas curvas são representações da variação do torque em função da velocidade de rotação, a partir das quais é possível determinar constantes proporcionais à viscosidade plástica (h) e à tensão de escoamento (g) através da inclinação da reta e da ordenada na origem, respectivamente, considerando tratar-se de um comportamento Binghamiano típico (Equação 1). (PAIVA, 2005)

$$T = g + h.N \quad (1)$$

Considerando que as constantes de proporcionalidade entre estas variáveis são reais e positivas, é bastante comum, na literatura da especialidade, os autores discutirem as variações da tensão de escoamento (τ_0) e da viscosidade (μ) em termos da variação de g e h. Esta aproximação foi comprovada matematicamente em trabalhos anteriores através da aplicação da transformação da equação de Reiner–Riwlin (FEYS *et al.*, 2013).

O perfil Ascendente-Descendente foi utilizado para avaliar o comportamento reológico ao longo do tempo para as diversas composições. Neste, a velocidade rotacional aumenta e então decresce sendo mantida constante durante trechos de 1minuto, conforme a Figura 2. Para a criação das curvas de fluxo são utilizados os valores de torque no final de cada patamar.

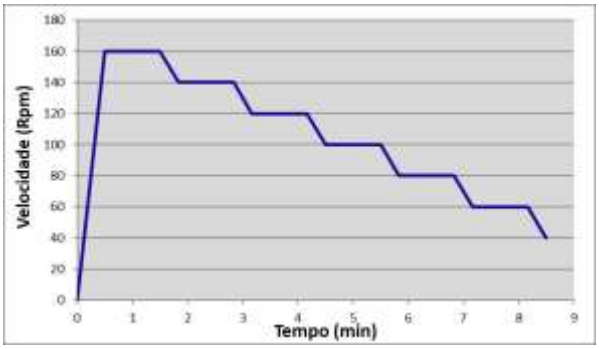
Figura 2 - Perfil Ascendente-Descendente.



Fonte: Adaptado de Cardoso (2009).

Para as medições reológicas, as argamassas em estudo foram submetidas também ao perfil em Escada (Figura 3), no qual a velocidade é reduzida progressivamente, porém mantida constante durante alguns períodos. Este programa de ensaio também permite avaliar o torque ao longo do tempo e obter curvas de fluxo através dos torques estabilizados no fim de cada patamar.

Figura 3 - Perfil em Escada.

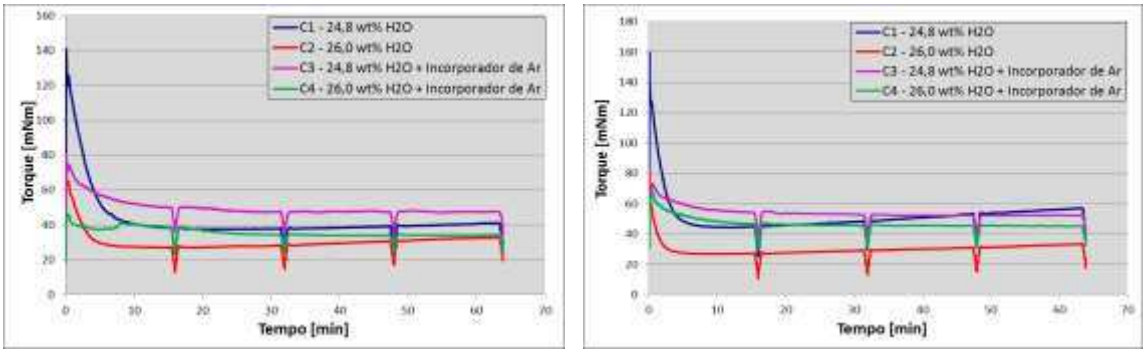


Fonte: Adaptado de Paiva (2005).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 4 apresenta os valores de torque obtidos durante a caracterização reológica com o perfil em Patamar.

Figura 4 - Resultados de torque para o perfil em Patamar.



(a) 60 Rpm (b) 80 Rpm

As argamassas não aditivadas apresentaram os maiores torques durante os minutos iniciais. No entanto, o inverso ocorreu ao longo do ensaio. De acordo com Romano (2013), a presença do incorporador de ar altera as características superficiais do meio líquido, diminui o atrito interno entre os grãos e afasta os agregados. Por esta razão, esperava-se que os torques das argamassas não aditivadas fossem sempre maiores do que suas respectivas amostras com aditivo. Tal discordância de resultados pode ser atribuída à migração e sedimentação das partículas durante o ensaio. Essas condições foram observadas durante a análise das argamassas C1 e C2 e são fontes de erros significativos em análises reológicas por reometria rotacional.

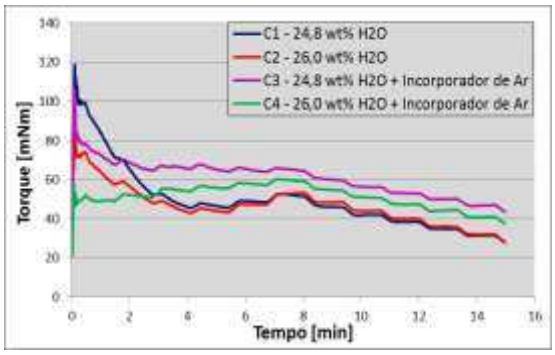
O processo de migração das partículas para as bordas do recipiente de medida durante o cisalhamento gera uma região onde a concentração de sólidos é relativamente menor. Portanto, há uma maior disponibilidade de água nessa interface, que atua como um lubrificante, propiciando o deslizamento das partículas e diminuindo a tensão de escoamento. Tais efeitos podem ser minimizados através de uma diminuição da taxa de cisalhamento, reduzindo a força centrífuga, responsável pela migração das partículas. (HIGHGATE; WHORLOW, 1969) Esta redução pode ser observada pela diferença entre os torques dos picos máximos e dos patamares estabilizados ao longo dos ensaios. Para o perfil submetido a 60 Rpm esta variação foi da ordem de 100 mN·m, enquanto que para 80 Rpm ela foi de 115 mN·m.

A presença do incorporador de ar melhora a coesão das argamassas de revestimento, reduz a tendência à exsudação e melhora a plasticidade. (ALVES, 2002) Por reduzir a propensão à segregação das partículas, o aditivo confere maior uniformidade à matriz do material e, por conseguinte, maior constância aos torques.

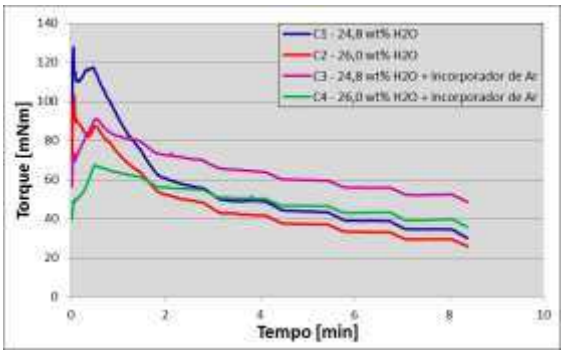
É possível observar também uma leve ascensão nas curvas das composições não aditivadas que pode ser explicada pelo início dos processos de hidratação do cimento. O perfil em patamar pode ser considerado o de melhor desempenho para caracterização destas argamassas, desde que se certifique a utilização de velocidades de rotação baixas, a fim de reduzir a tendência à separação de fases.

Na Figura 5 é possível observar que um menor tempo de ensaio reduz a influência da segregação de fases ao longo da reometria. O perfil em escada apresentou curvas dentro do esperado no sentido de que maiores teores de água e/ou adição de incorporadores de ar conduzem a menores torques. O perfil ascendente-descendente, no entanto, apresentou esta conformidade somente até aproximadamente 8min de ensaio. Por esta razão, considera-se o referido perfil como adequado para caracterização das composições, porém com uma limitação do tempo de ensaio em 8minutos.

Figura 5 - Resultados de torque.



(a) Perfil Ascendente-Descendente



(b) Perfil Escada

Aplicando linhas de tendência nas curvas de fluxo para cada composição analisada, é possível obter os parâmetros torque de escoamento (g) e viscosidade de torque (h) (Tabela 3). Observa-se que todos os coeficientes de correlação foram próximos de 1,0, indicando um bom ajuste ao modelo de Bingham.

Tabela 3 - Parâmetros reológicos das argamassas.

Composição	Perfil	g [mNm]	h [mNm.s]	R^2
C1 – 24,8 wt% H_2O	Ascendente-Descendente	19,63	11,483	0,9948
	Escada	19,30	15,072	0,9918
	Patamar 60	22,87	15,696	0,9974
	Patamar 80	24,88	15,366	0,9968
C2 – 26,0 wt% H_2O	Ascendente-Descendente	19,05	12,700	0,9988
	Escada	16,27	13,107	0,9862
	Patamar 60	13,53	14,196	0,9900
	Patamar 80	11,81	12,066	0,9910
C3 – 24,8 wt% H_2O + Incorporador de Ar	Ascendente-Descendente	36,51	10,119	0,9941
	Escada	39,66	12,459	0,9891
	Patamar 60	36,32	13,968	0,9961
	Patamar 80	37,65	12,816	0,9941
C4 – 26,0 wt% H_2O + Incorporador de Ar	Ascendente-Descendente	30,25	10,481	0,9962
	Escada	28,46	11,090	0,9974
	Patamar 60	24,36	14,724	0,9875
	Patamar 80	29,53	13,362	0,9944

Fonte: Os autores

A fim de avaliar a influência do tipo de perfil sobre os parâmetros reológicos obtidos, procedeu-se a prova de análise de variância (ANOVA), com grau de significância de 0,05. (Tabela 4)

Tabela 4 - Análise de variância (ANOVA) dos parâmetros reológicos.

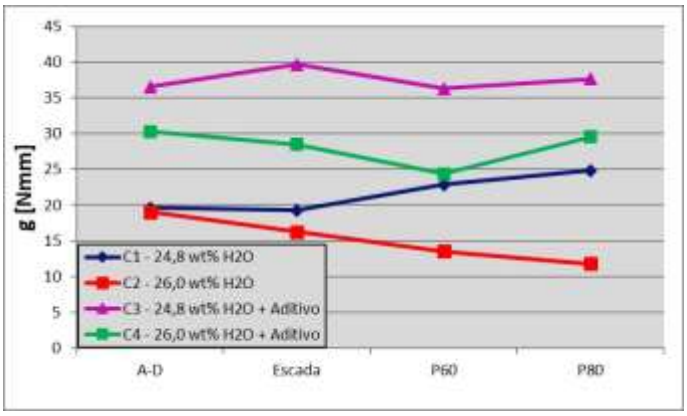
Parâmetro	Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma de Quadrados	Quadrados Médios	F_{calc}	F_{tab}
Torque de Escoamento (g)	Tratamentos	3	10,33	3,44	0,04	3,49
	Resíduo	12	1162,38	96,86		
	Total	15	1172,71			
Viscosidade (h)	Tratamentos	3	24,49	8,16	4,90	3,49
	Resíduo	12	20,00	1,67		
	Total	15	44,49			

Fonte: Os autores

Com um nível de significância de 5%, os resultados sugerem diferenças significativas apenas em relação aos Torques de escoamento. Contudo, não se observou relevância estatística nas diferenças entre as viscosidades obtidas através dos diferentes perfis de solicitação aplicados.

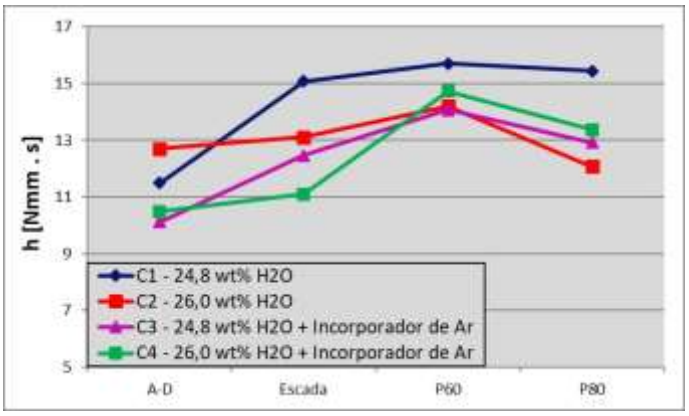
A Figura 6 indica que as argamassas aditivadas apresentaram os maiores valores de torque de escoamento, o que vai contra os resultados de outras pesquisas (PAIVA, 2005; ROMANO *et al.*, 2015) nas quais a presença do aditivo incorporador de ar reduziu os torques. Tal discordância de resultados, conforme observado nas análises anteriores, pode ser atribuída à migração e sedimentação das partículas durante o ensaio. Este fator sugere que a análise de variância dos parâmetros g encontrados esteja relacionada à segregação. Por conseguinte, há de se considerar a hipótese de que, levando em consideração a aplicação dos diferentes perfis de solicitação em sistemas mais estáveis, a variação deste parâmetro também não seria significativa.

Figura 6 - Torques de escoamento.



Com relação às viscosidades (Figura 7), os resultados não apresentaram uma propensão específica. Contudo, pode-se observar que o perfil em escada apresentou uma sequência adequada dos valores esperados (maiores torques para as composições não aditivadas e com menores teores de água) sugerindo uma melhor adequação para caracterização de misturas com tendência à separação de fases.

Figura 7 - Viscosidades.



4 CONCLUSÕES

A presença do incorporador de ar nas argamassas conferiu maior uniformidade à matriz do material e, por conseguinte, maior constância aos torques.

A migração e sedimentação das partículas foram identificadas como fontes de erro significativo nas análises reológicas por reometria rotacional com altas velocidades ou longos períodos de medição.

O perfil em escada foi o mais indicado para argamassas aditivadas com incorporador de ar, pois permite menor incorporação de ar durante a reometria, reduzindo a influência do método de ensaio nas propriedades avaliadas.

Com um nível de significância de 5%, a análise comparativa entre os parâmetros reológicos obtidos através de cada perfil não indicou relevância estatística nas diferenças entre as viscosidades encontradas. Os resultados sugerem diferenças significativas apenas em relação aos torques de escoamento. Contudo, deve-se considerar também a influência da migração e sedimentação das partículas durante o ensaio.

REFERÊNCIAS

ALVES, N. J. D. **Avaliação dos aditivos incorporadores de ar em argamassas de revestimento.** Dissertação (Mestrado), Universidade de Brasília, Brasília, 2002.

BANFILL, P. F. G. The Rheology of Fresh Mortar – A Review. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, 6., 2005, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis: ANTAC, 2005. p. 73 - 82.

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

FEYS, D.; WALLEVIK, J. E.; YAHIA, A.; KHAYAT, K. H.; WALLEVIK, O. H.; Extension of the Reiner–Riwlin equation to determine modified Bingham parameters measured in coaxial cylinders rheometers. **Materials and Structures**, v. 46, p. 289-311, 2013.

HIGHGATE, D. J.; WHORLOW, R. W.; End effects and particle migration effects in concentric cylinder rheometry. **Rheologica Acta**, v. 2, p.142-151, 1969.

MACIEL, G. F.; BARBOSA, M. P.; PEREIRA, J. B.; Análise comparativa da tensão limite de escoamento de argamassas por meio da técnica de Pashias e reometria rotacional. **Revista Matéria**, v. 21, n. 4, p. 866-879, 2016.

PAIVA, H. M. C. **Caracterização reológica de argamassas.** Dissertação (Mestrado), Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Portugal, 2005.

ROMANO, R. C. O**. Incorporação de ar em materiais cimentícios aplicados em construção civil.** Tese (Doutorado em Engenharia), Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2013.

ROMANO, R. C. O**.;** TORRES, D. R.; PILEGGI, R. G.; Impact of aggregate grading and air-entrainment on the properties of fresh and hardened mortars. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 219-226, 2015.

SILVA, F. G. S.; ANDRADE, H. M. C.; GONÇALVES, J. P.; Estudo do comportamento reológico de pastas de cimento contendo resíduo catalítico de petróleo por *Squeezeflow* e reometria rotacional. **Ambiente Construído,** Porto Alegre, v. 18, n. 2, 2018.

STOLZ, C. M.; MASUERO, A. B.; Influence of grains distribution on the rheological behavior of mortars. **Construction and Building Materials**, v. 17, p. 261-271, 2018.

YÜCE, C.; WILLENBACHER, N.; Challenges in rheological characterization of highly concentrated suspensions – A case study for screen-printing silver pastes. **Journal of Visualized Experiments**, v. 17, n. 122, 2017.