

Viscosidade cinemática de pastas cimentícias com incorporadores de ar avaliadas em diferentes temperaturas

(Kinematic viscosity of cement pastes with air-entrained admixtures evaluated in different temperatures)

R. C. O. Romano, M. M. Takahashi, C. C. Liberato, R. G. Pileggi

Escola Politécnica - Departamento de Construção Civil, Universidade de São Paulo - USP

Av. Prof. Almeida Prado, Trav. 2, 83 S. Paulo, SP 05424-970

rcorjau@gmail.com, rafael.pileggi@poli.usp.br

Resumo

A presença de aditivos incorporadores de ar (AIA) em suspensões cimentícias torna esses materiais sensíveis às etapas de processamento e às condições ambientais de preparo das composições. Diversos estudos têm sido reportados em literatura avaliando o efeito de incorporadores de ar nas propriedades de materiais cimentícios, sobretudo no estado endurecido. Porém o efeito da temperatura na incorporação de ar e nas propriedades reológicas dessas composições tem sido menos investigado, sendo este o objetivo do presente trabalho. Para tanto, foram avaliadas as características de pastas cimentícias, compostas por cimentos CPIIF ou CPIIE e dois tipos de AIA, em função da variação da temperatura. O conceito de viscosidade cinemática foi adotado na análise dos resultados para compensar diferenças de inércia das pastas com densidades distintas. Os resultados mostraram que o tipo de cimento, a presença do aditivo e a temperatura influenciaram significativamente na incorporação de ar e nas propriedades reológicas. **Palavras-chave:** reologia, pasta cimentícia, incorporação de ar, temperatura, viscosidade cinemática.

Abstract

Air-entrained admixtures (AEA) makes the cementitious pastes very sensitive to the mix process, environmental conditions and, consequently modifies the final properties. Many studies have been found in literature evaluating the AEA effect on the material properties, mainly in the hardened state. However, the temperature effect in the air incorporation and rheological properties have been less investigated, and this has been the objective of our work. The properties of cementitious pastes formulated with CPIIF or CPIIE and different air-entrained admixtures were evaluated in distinct temperatures. Furthermore, the concept of kinematic viscosity was used in the analysis of the results to compensate the differences in the inertia of cement pastes with different densities. The results shown that the cement type, the additive presence and the temperature significantly affects the air incorporation and the rheological properties.

Keywords: rheology, cement paste, air incorporation, temperature, kinematic viscosity.

INTRODUÇÃO

Incorporação de ar em concretos e argamassas, através do uso dos aditivos incorporadores de ar (AIA), apresenta uma série de benefícios técnicos, econômicos e ambientais, atrelados à redução da densidade final e aos ganhos de eco-eficiência advindos da desmaterialização da construção. Trabalhos científicos sobre o tema têm sido predominantemente reportados avaliando o desempenho dos materiais com ar incorporado no estado endurecido, sendo que porosidade, aderência, módulo de elasticidade e resistência mecânica são propriedades usualmente avaliadas [1-11]. No estado fresco, os estudos têm se concentrado em fenômenos como compressibilidade de bolha, formação de pontes capilares, alteração da viscosidade da pasta, aumento da coesão do sistema, melhora da trabalhabilidade, facilidade de espalhamento, entre outros [11, 12]. Um aspecto conhecido a respeito destes aditivos é o fato que o

volume de ar incorporado é sensível às condições de mistura e aos fatores climáticos [1], impactando diretamente nas características reológicas destes materiais no estado fresco e no desempenho no estado endurecido [13]. Contudo, pouca ênfase tem sido dada à investigação científica do impacto de fatores ambientais na incorporação de ar, fato que torna a utilização desses aditivos uma prática empírica em concretos e argamassas. Sendo assim, o presente trabalho investiga a influência da temperatura e do tipo de aditivo na incorporação de ar e na natureza reológica de suspensões preparadas com dois tipos de cimentos distintos, CPIIF ou CPIIE.

Considerando que suspensões cimentícias com diferentes teores de ar podem possuir densidades distintas, afetando os aspectos inerciais e os mecanismos de dissipação de energia durante fluxo, o estudo introduz o conceito de viscosidade cinemática (razão entre viscosidade dinâmica e a densidade da suspensão) na análise dos resultados dos ensaios reológicos das pastas.

Viscosidade cinemática aplicada na avaliação reológica de pastas cimentícias

Por definição, inércia é a resistência contrária que os materiais impõem à modificação de seu movimento (ou ausência dele) e quanto maior é a massa de um corpo, menor é o efeito provocado por uma mesma força atuando sobre ele. Para discutir o efeito da inércia no comportamento reológico de sistemas com ar incorporado é necessário primeiro considerar as características específicas da técnica de ensaio utilizada. No presente trabalho, os estudos reológicos foram realizados segundo a técnica de reometria rotacional com placas paralelas [14, 15]. Neste tipo de ensaio, um volume fixo de pasta é submetido ao cisalhamento entre duas placas paralelas com raio (R) e distância (h) constantes, conforme esquematizado na Fig. 1. A tensão de cisalhamento (σ), a viscosidade (η) e a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) são calculadas a partir das equações em destaque.

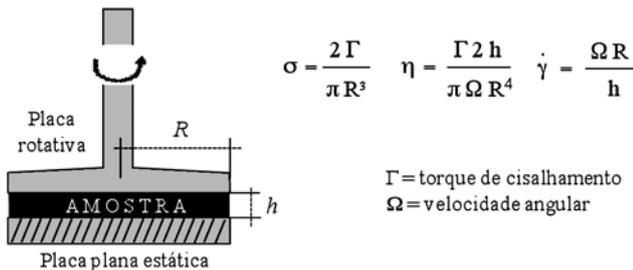


Figura 1: Sistema para ensaio reológico com geometria de placas paralelas. As equações são utilizadas para o cálculo da tensão de cisalhamento (σ), da viscosidade (η) e da taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) [14].

[Figure 1: Rheological test using parallel plates geometry. The figure shows the equations have been used to estimate the shear stress (σ), viscosity (η) and shear rate ($\dot{\gamma}$) [14].]

Como a viscosidade é um parâmetro de dissipação de energia, o efeito inercial dos ensaios reológicos é uma variável que deve ser isolada das análises reométricas, já que afeta significativamente as medições [14], podendo haver alterações inesperadas na viscosidade [3], conforme apresentado na Fig. 2. Em ensaios realizados com taxas de cisalhamento elevadas surgem escoamentos secundários (vórtices de Taylor) derivados de instabilidades inerciais (Fig. 2a), que alteram os resultados obtidos de forma significativa (Fig. 2b). Esse problema ocorre quando os efeitos das forças de inércia se sobrepõem aos efeitos das forças viscosas [3].

Considerando o volume fixo entre as placas paralelas, as alterações no teor de ar afetam diretamente a densidade e, por conseqüência, há distinto acúmulo de energia antes de iniciar ou cessar o fluxo [16], visto que a massa de material submetida ao cisalhamento é diferente, conforme ilustrado na Fig. 3.

Como a quantidade de energia armazenada, no caso das pastas com ar incorporado, equivale à inércia da fase contínua (cimento + água) que é incompressível, somada a inércia das bolhas de ar, que são compressíveis [16], a

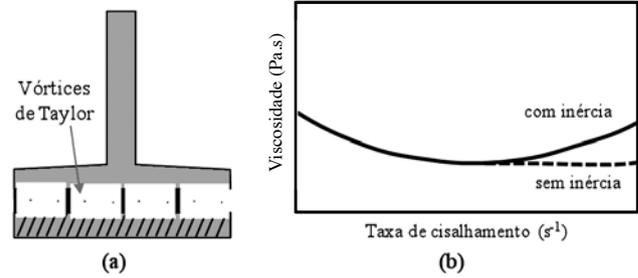


Figura 2: Efeito da inércia nas avaliações reológicas com geometria de placas paralelas. Em (a) é ilustrada a geração de vórtices durante o ensaio e em (b) o impacto na medida [3].

[Figure 2: Inertial effect on the rheological evaluation with parallel plates geometry. The vortex originated during the test is shown in (a) and the impact on the results in (b) [3].]

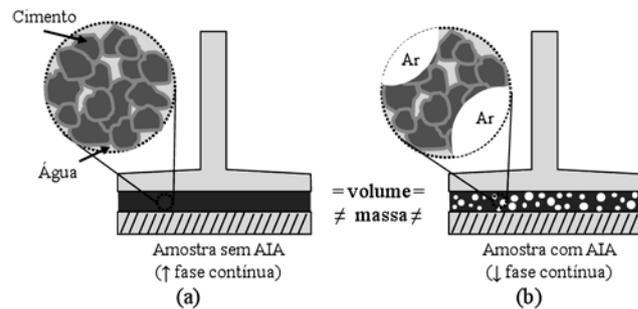


Figura 3: Ilustração do efeito da presença de bolhas de ar na estrutura da pasta durante o ensaio de reometria rotacional. Em (a) ilustra-se a maior quantidade de fase contínua na pasta sem AIA e em (b) a menor quantidade de fase contínua devido à presença das bolhas de ar.

[Figure 3: Illustration of the bubble effect on the paste during the rheological test. In (a) is presented a higher quantity of continuous phase (water + cement) and in (b) higher quantity of air-bubble, reducing the continuous phase.]

comparação de parâmetros reológicos de suspensões com diferentes teores de ar deve ser realizada através da análise da viscosidade cinemática (m^2/s), que é obtida da razão entre a viscosidade aparente, ou dinâmica ($N.s/m^2$ ou $Pa.s$) quantificada no ensaio reológico e a densidade aparente do material (g/cm^3). Desta forma, a componente inercial do ensaio pode ser eliminada, ou pelo menos reduzida.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Foram utilizados dois tipos de cimentos Portland (CPIIE e CPIIF) e dois aditivos incorporadores de ar em pó comerciais (denominados por LS ou TX), com semelhantes capacidades espumantes e moléculas à base de lauril sulfato de sódio.

As pastas cimentícias foram processadas com proporção entre água e cimento de 0,40 em um misturador de bancada com hélice naval (Labortechnik RW20 - IKA). Toda a água foi colocada no copo de Becker e todo o cimento foi adicionado continuamente em um intervalo de 40 s sob velocidade de rotação de 300 rpm. A agitação permaneceu

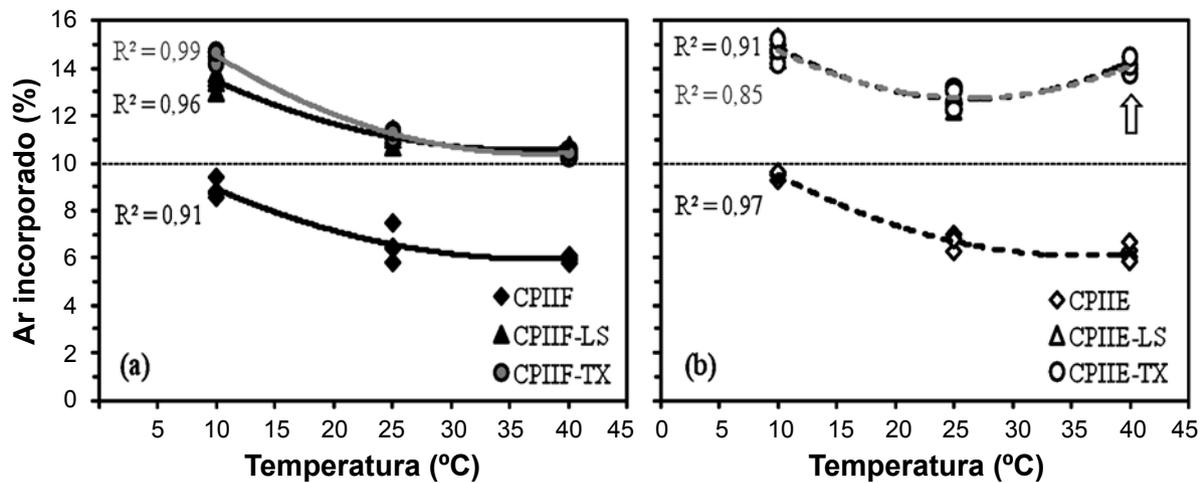


Figura 6: Variação do teor de ar incorporado em função do aumento da temperatura e da presença de incorporador de ar: (a) CPIIF e (b) CPIIE.

[Figure 6: Air-incorporation as function of the temperature and the air-entrained admixture presence: (a) CPIIF and (b) CPIIE.]

Ar incorporado

A Fig. 6 ilustra o teor de ar incorporado em função da temperatura para as pastas formuladas com os dois cimentos, com e sem a adição de incorporador de ar. Para todas as misturas foram apresentados todos os resultados obtidos (quatro para cada sistema). Em (a) são apresentados os resultados para as pastas com cimento CPIIF e em (b) para o CPIIE.

O ar incorporado nas pastas de referência é explicado pela sucção do ar atmosférico promovida pelo fluxo rotacional imposto pelo misturador de hélice naval. Foi constatado que o aumento na temperatura provocou a redução no teor de ar incorporado para ambos os tipos de cimento. O mecanismo de estabilização destas bolhas no sistema é atrelado a fatores físicos, principalmente a viscosidade do meio líquido e a concentração de partículas no sistema [19]. A viscosidade da água apresenta relação inversa com a temperatura e, quanto menor a viscosidade menor a estabilidade das bolhas de ar, acelerando a coalescência e a eliminação das mesmas. Neste caso, a quantidade de líquido presente na interface ar/líquido da bolha diminui rapidamente, devido ao movimento de drenagem na direção das bordas de *Plateau*. De acordo com a lei de *Laplace*, são gerados gradientes de pressão que facilitam o rompimento da película que as envolve, devido à sucção capilar [18, 19]. Os aditivos testados elevaram de maneira semelhante o teor de ar em relação às pastas de referência (Fig. 6). Esse resultado se justifica pela semelhança química de ambos incorporadores de ar. De maneira similar aos sistemas puros, os menores teores de ar também foram observados nas maiores temperaturas, excetuando-se as pastas com cimento CPIIE a 40 °C. Com o aumento da temperatura, outras características da água utilizada no processo, do cimento ou dos aditivos também podem ser afetadas. Por exemplo, a redução da hidratação dos grupos hidrofílicos dos aditivos, a redução da tensão superficial da água, o aumento

do movimento browniano e das colisões entre as partículas de cimento, são fatores que desfavorecem a formação das bolhas [18, 19].

A influência do tipo de cimento na incorporação de ar fica evidente quando se avalia o aumento absoluto no teor incorporado nas distintas temperaturas de ensaio (Fig. 7), calculado pela diferença entre o teor de ar das pastas aditivadas e das referências.

No caso das pastas formuladas com CPIIF o aumento absoluto no ar foi praticamente estável independente da temperatura de ensaio. Somente a pasta formulada com TX a 10 °C apresentou variação maior, atingindo quase 6% de aumento. Por sua vez, as pastas preparadas com CPIIE apresentaram tendência distinta, havendo acentuado aumento

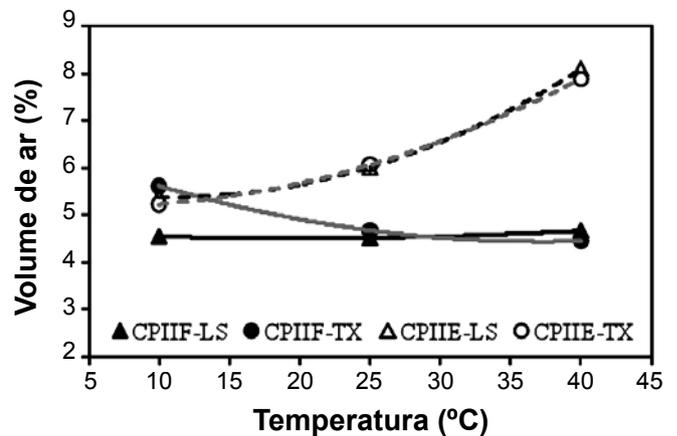


Figura 7: Variação do volume de ar incorporado nas pastas em relação ao volume de ar incorporado nas pastas não aditivadas. As linhas tracejadas indicam as tendências nas pastas com CPIIE e as linhas contínuas indicam as pastas compostas por CPIIF.

[Figure 7: Variation of the air-volume in function of the air-volume incorporated on non-aditivated pastes. The scattered lines represent the tendencies shown by the CPIIE and the continuous lines represent the CPIIF.]

da variação do volume absoluto de ar com a elevação da temperatura ($\approx 8\%$ a $40\text{ }^\circ\text{C}$). Ainda não se tem uma explicação definitiva para este fato, mas uma hipótese seria a ativação térmica da escória, acelerando a dissolução de suas espécies iônicas [20, 21] e assim afetando a atuação do incorporador de ar. Independentemente da causa, os resultados evidenciam o significativo papel do tipo de cimento na estabilidade térmica de sistemas com aditivos incorporadores de ar.

Caracterização reológica

Os resultados de viscosidade cinemática em função da taxa de cisalhamento e as áreas de histerese de cada ciclo,

área inscrita entre as curvas de aceleração e desaceleração [22], são apresentados na Fig. 8. Em (a) ilustram-se os gráficos das pastas com CPIIF e em (b) com CPIIE. De cima para baixo são apresentados, os resultados das pastas puras, aditivadas com LS ou com TX, respectivamente.

Analisando-se os perfis das curvas de viscosidade fica evidente que a maioria dos sistemas avaliados apresentou áreas de histerese positivas em diversos níveis, indicando comportamento típico de tixotropia positiva. É importante mencionar que sistemas reativos não podem ser classificados como puramente tixotrópicos uma vez que tal perfil reológico pressupõe reversibilidade no tempo [22]. Sendo assim, o comportamento observado é válido apenas no

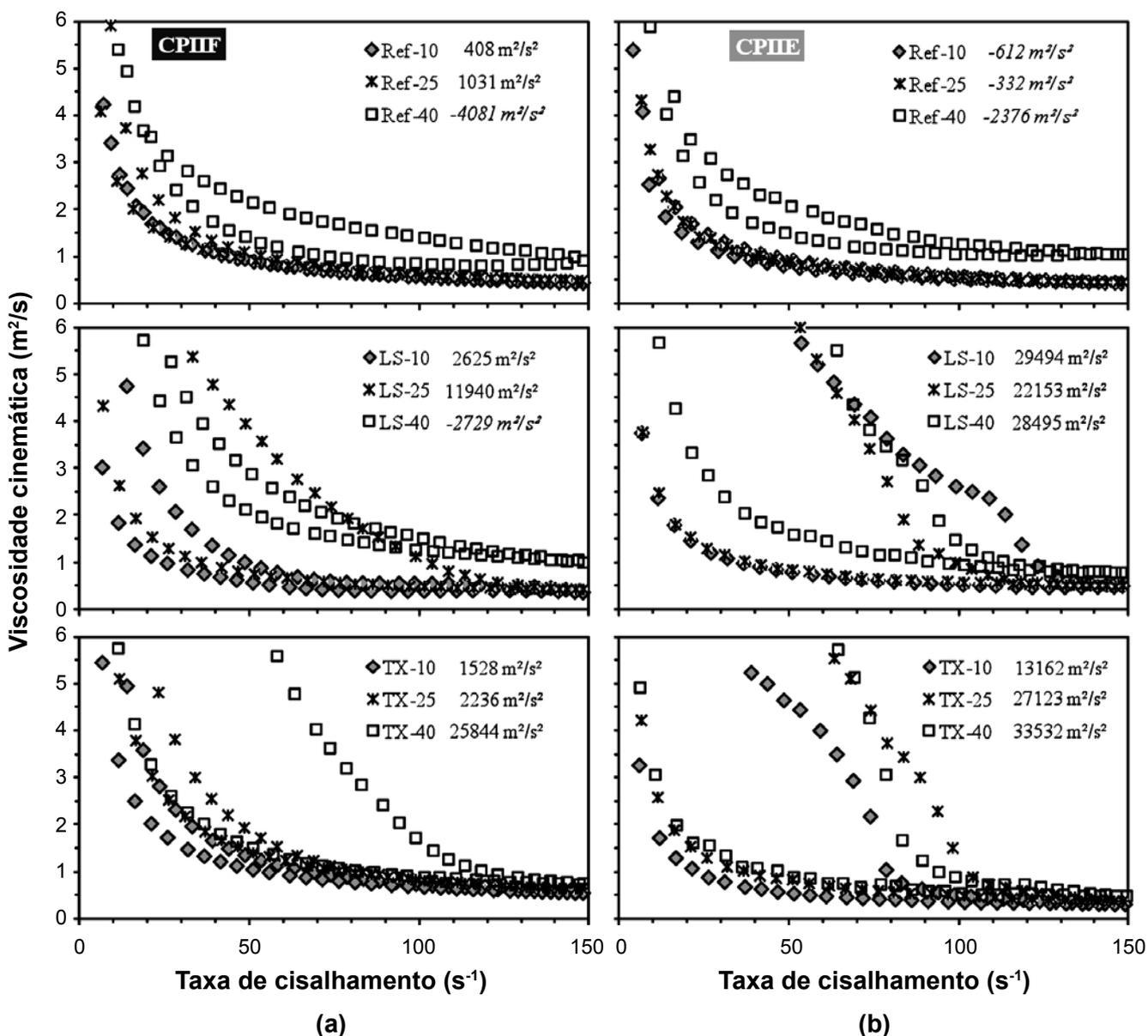


Figura 8: Viscosidade cinemática das pastas formuladas com CPIIF (a) e CPIIE (b). De cima para baixo: pastas puras, aditivadas com LS e aditivadas com TX. Os valores indicados ilustram a área de histerese de cada sistema. As áreas de histerese negativa são destacadas em itálico.

[Figure 8: Kinematic viscosity of the pastes formulated with CPIIF (a) and CPIIE (b). From top to bottom: pure pastes, additived with LS and additived with TX. The indicated values represent the hysteresis area of each system.]

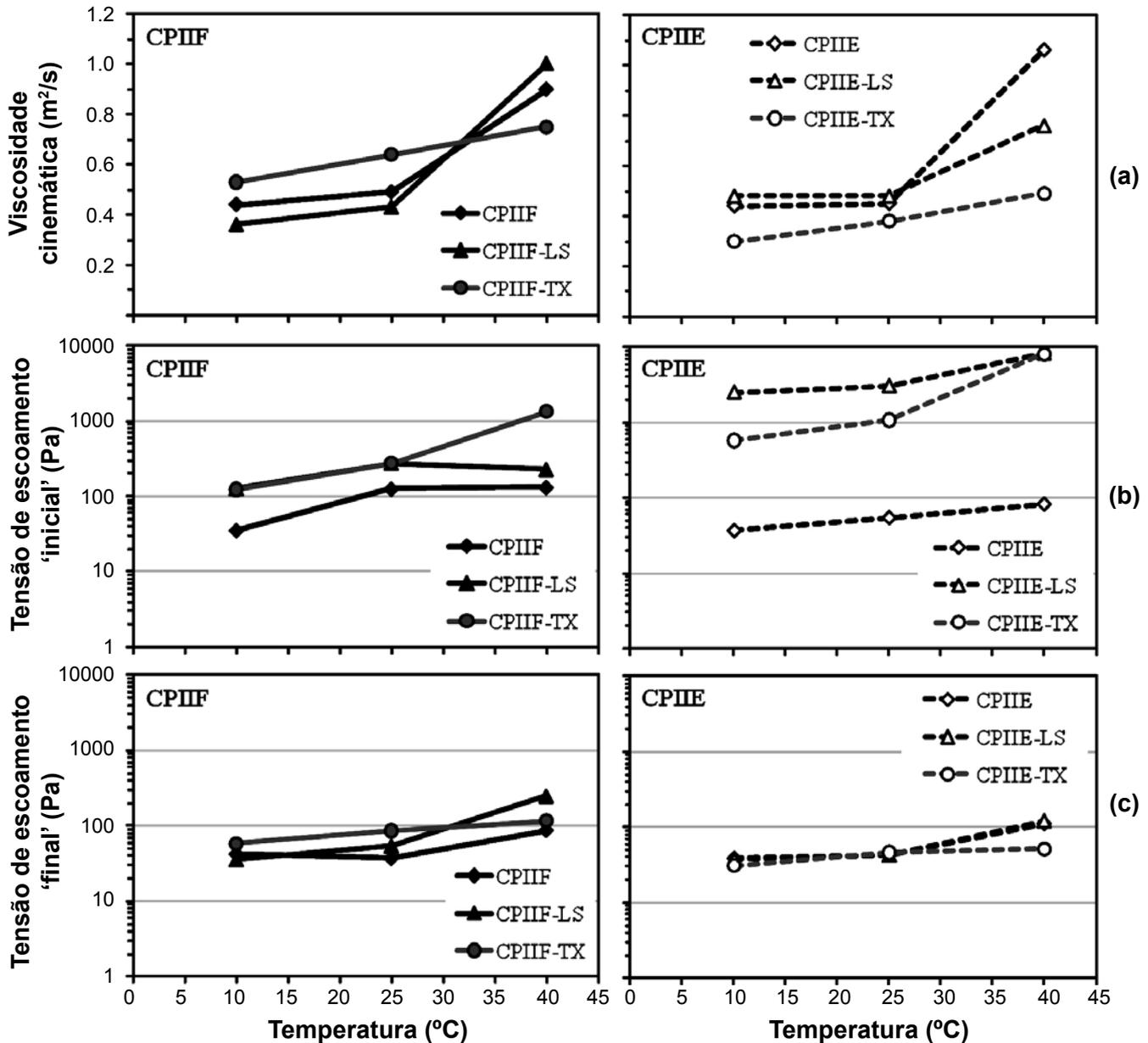


Figura 9: Parâmetros reológicos obtidos dos ensaios de ciclo de cisalhamento realizados: (a) viscosidade cinemática das pastas na taxa de 150 s^{-1} ; (b) tensão de escoamento inicial registrada no início do ciclo; (c) tensão de escoamento no final registrada no término do ciclo. Resultados do CPIIF à esquerda e do CPIIE à direita.

[Figure 9: Rheological parameters: (a) kinematic viscosity at 150 s^{-1} , (b) shear strain, estimated at the beginning of test and (c) shear strain estimated at the end of the test. Results of CPIIF are presented on the left and CPIIE on the right.]

instante de observação do ensaio e indica que nestas pastas a desaglomeração das partículas de cimento foi mais rápida que a reestruturação dos aglomerados. As pastas formuladas com CPIIF (Ref-40 e LS-40) e as pastas puras de CPIIE, nas três temperaturas ensaiadas, apresentaram área de histerese negativa, ou seja, tixotropia negativa [22]. Neste caso a taxa de reaglomeração supera a de desaglomeração das partículas, fato que pode estar associado a história prévia de cisalhamento anterior ao ensaio. Analisando os resultados e considerando a refinada precisão na execução dos ensaios, essa é uma provável explicação apenas para sistemas com reduzida área de histerese, como as pastas puras de CPIIE a 10 e 25 °C. Os maiores valores negativos

de histerese observados a 40 °C provavelmente refletem um efeito predominante da hidratação sobre o rompimento da estrutura durante o cisalhamento, conforme discutido [7].

A influência dos aditivos e da temperatura no comportamento reológico dos cimentos estudados fica evidente quando se analisam os resultados de viscosidade aparente na taxa de cisalhamento máxima (150 s^{-1}) e de tensão de escoamento inicial e final registradas respectivamente, no início e no término dos ciclos de cisalhamento. A Fig. 9 ilustra tais resultados.

A primeira análise que pode ser realizada diz respeito ao fato que a elevação na temperatura resultou em aumento na viscosidade cinemática para todos os sistemas, independente

da presença ou do tipo de incorporador de ar. Contudo, o aditivo TX linearizou o perfil de crescimento da viscosidade com a temperatura, reduzindo o incremento acentuado na viscosidade a 40 °C observado para as pastas puras e com LS. Tal fato contribui para obtenção de sistemas mais estáveis com a temperatura. Em relação à tensão de escoamento inicial, o aumento na temperatura também provocou elevação nos valores para todos os sistemas. Avaliando-se somente os aditivos, ambos provocaram aumento em relação às pastas puras para os dois tipos de cimento estudados. No caso do CPIIF, este aumento foi moderado, mas no CPIIE o acréscimo na tensão de escoamento inicial foi acentuado. Esta diferença de comportamento indica que cimentos quimicamente distintos, que possuem cinéticas próprias de solubilização, impactam diretamente nos mecanismos de estruturação na presença de tensoativos. Levando em consideração a tensão de escoamento e a variação do volume de ar incorporado nas pastas ilustrado na Fig. 7, pode-se perceber o significativo aumento na tensão de escoamento que os tensoativos provocaram no CPIIE e que deve estar diretamente relacionado com os maiores acréscimos de ar nestes sistemas. Estabelece-se assim uma relação entre incorporação de ar e tensão de escoamento, indicando que o ar favorece o ganho de coesão nas pastas, fato reportado em literatura [9-11]. Contudo, os resultados deste trabalho não apontam para uma relação direta e não conseguem estabelecer a relação de causa e efeito entre essas duas variáveis. Por fim, os valores reduzidos e semelhantes de tensão de escoamento final para todos os sistemas indicam que os ciclos de cisalhamento foram capazes de alterar as estruturas responsáveis pelos diferentes níveis de estruturação iniciais, resultando em sistemas finais com semelhantes níveis de coesão. Considerando, as diferenças nos teores de ar entre as pastas, uma interpretação precisa dos fatores que contribuem para tensão de escoamento final é bastante complexa envolvendo, por exemplo, fenômenos de desaglomeração de partículas e alterações nas estruturas de bolhas.

CONCLUSÕES

A incorporação de ar em pastas cimentícias impacta diretamente na densidade das mesmas, fato que pode induzir a erros em medidas reológicas decorrentes de fatores inerciais nos ensaios. Neste trabalho o efeito da inércia foi corrigido através da utilização do conceito de viscosidade cinemática. De acordo com os resultados apresentados, pode-se afirmar que a temperatura, a presença do incorporador de ar e o tipo de cimento, influenciaram na incorporação de ar e nas propriedades reológicas das pastas. Nas pastas puras, o teor de ar incorporado foi inversamente proporcional a temperatura e independente do tipo de cimento. Por sua vez, nas pastas aditivadas o volume de ar foi maior que nas pastas puras, mas semelhantes para ambos os aditivos testados. Esse resultado era esperado, visto que os incorporadores de ar utilizados são quimicamente semelhantes. A tendência de incorporação de ar nas pastas de CPIIE aditivadas foi

distinta da observada nas pastas com o cimento CPIIF aditivadas. O aumento na temperatura de 25 para 40 °C resultou em um maior aumento no teor de ar das pastas com o cimento de escória. Este fato ainda carece de estudos mais aprofundados, mas uma hipótese para tal acontecimento é a ativação térmica da escória, acelerando a dissolução de suas espécies iônicas e afetando a atuação do incorporador de ar. A maioria dos sistemas avaliados apresentou perfil de tixotropia positiva. Porém, é importante mencionar que essa observação vale somente para o instante de quantificação, visto que sistemas com materiais reativos não podem ser classificados puramente como tixotrópicos, já que a estrutura das partículas é modificada a todo instante. A viscosidade cinemática apresentou relação crescente com a temperatura de ensaio, independente da presença do incorporador de ar. Enquanto no TX o incremento foi linear, nas pastas puras e no LS houve intensificação do efeito da temperatura acima de 25 °C. Por fim, foi possível inferir uma relação entre incorporação de ar e tensão de escoamento inicial, indicando que o ar está relacionado com o nível de coesão nas pastas. Contudo, a relação de causa e efeito deste fenômeno ainda carece de maiores investigações.

AGRADECIMENTOS

À CAPES pelo apoio na realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- [1] R. C. O. Romano, H. Schreurs, F. B. Silva, F. A. Cardoso, M. M. S. B. Barros, V. M. John, R. G. Pileggi, *Impacto do tipo de misturador e do tempo de mistura nas propriedades de argamassas industrializadas*, Ambiente Construído, Porto Alegre, **9**, 4 (2009) 109-118.
- [2] B. R. Munson, D. F. Young, T. H. Okiishi, "Fundamentos da mecânica dos fluidos", Trad. 4ª Ed. Am., E. J. Zerbini, Edgard Blücher (2004).
- [3] N. A. A. Santos, F. M. C. T. Pinho, M. S. N. F. Oliveira, *Estudo da Reologia de Fluidos Análogos ao Sangue*, Fac. Eng., Univ. Porto, Portugal (2009).
- [4] N. Roussel, A. Lemaître, R. J. Flatt, P. Coussot, *Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art*, Cem. Concr. Res. **40** (2010) 77-84.
- [5] Y. Otsubo, S. Miyai, K. Umeya, *Time-dependant flow of cement pastes*, Cem. Concr. Res. **10** (1980) 631-638.
- [6] P. F. G. Banfill, D. C. Saunders, *On the viscosimetric examination of cement pastes*, Cem. Concr. Res. **11** (1981) 363-370.
- [7] R. Shaughnessy III, P. E. Clark, Cem. Concr. Res. **18** (1988) 327-341.
- [8] V. M. Ramachandran, "Concrete admixtures handbook", Noyes Publ., New York, EUA (1984).
- [9] R. Rixon, M. Mailvaganan, "Chemical admixtures for concrete", 3rd Ed. E & FN Spon, London, Inglaterra (1999).
- [10] D. A. Whiting, M. A. Nagi, "Manual on control of air content in concrete", Portland Cement Asso., Illinois (1998) 42p.

- [11] R. P. N. Antunes, “Influência da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimentos de argamassa”, Tese Dr., Univ. S. Paulo, S. Paulo (2006).
- [12] N. J. D. Alves, “Avaliação dos Aditivos Incorporadores de Ar em Argamassas de Revestimento”, Diss. Mestrado em Engenharia Civil, Escola de Engenharia, Universidade de Brasília, Brasília, DF (2002).
- [13] P. F. G. Banfill, “Rheology of fresh cement and concrete”, School of the Built Environment, Heriot-Watt University, Edinburgh, UK.
- [14] G. Scharamm, “Reologia e reometria - fundamentos teóricos e práticos”, Artliber Ed., S. Paulo (2006).
- [15] A. Y. Malkin, “Fundamental Topics in Rheology”, ChemTec Publ., Toronto, Canada (1994).
- [16] J. Bonassa, *Introdução a sistemas de medidas de variáveis fisiológicas*, J. Pneumologia **13** (1987).
- [17] R. C. O. Romano, H. Schreurs, V. M. John, R. G. Pileggi, *Influência da técnica de dispersão nas propriedades de sílica ativa*, Cerâmica **54**, 332 (2008) 456-461.
- [18] M. A. Fortes, S. Corghlan, *Simple model of foam drainage*, J. Appl. Phys. **76**, 7 (1994) 4029- 4035.
- [19] J. L. Salager, “Surfactantes em solución acuosa”, Cuaderno FIRP S201A, Modulo de Enseñanza em Fenomenos Interfaciales, Univ. de los Andes, Merida, Venezuela (1993).
- [20] V. M. John, “Cimento de escória ativada com silicatos de sódio”, S. Paulo, Tese Dr., Depart. Eng. de Construção Civil, Escola Politécnica da Univ. S. Paulo, SP (1995).
- [21] P. Krivenko, *Alkaline cements, concretes and structures: 50 years of theory and practice*, Anais Int. Conf. Alkali Activated Mater. - Research, Production and Utilization, Praga, Rep. Tcheca (2007) 313-331.
- [22] I. R. Oliveira, A. R. Studart, R. G. Pileggi, V. C. Pandolfelli, “Dispersão e empacotamento de partículas: Princípios e aplicações em processamento cerâmico”, Fazendo Arte Editorial, S. Paulo, SP (2000).
(Rec. 22/03/2011, Rev. 12/05/2011, Ac. 24/05/2011)