

**UNIVERSIDADE DO VALE DO RIO DOS SINOS - UNISINOS
UNIDADE ACADÊMICA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL
NÍVEL MESTRADO**

MONIQUE PALAVRO LUNARDI

**AVALIAÇÃO MULTIESCALAR DO EFEITO DA CARBONATAÇÃO NA
DURABILIDADE DE ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO**

São Leopoldo

2021

MONIQUE PALAVRO LUNARDI

**AVALIAÇÃO MULTIESCALAR DO EFEITO DA CARBONATAÇÃO NA
DURABILIDADE DE ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS

Orientador: Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak

São Leopoldo

2021

L961a Lunardi, Monique Palavro.

Avaliação multiescalar do efeito da carbonatação na durabilidade de argamassas de revestimento / Monique Palavro Lunardi. – 2021.

173 f. : il. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade do Vale do Rio dos Sinos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2021.

“Orientador: Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak.”

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(Bibliotecária: Amanda Schuster – CRB 10/2517)

MONIQUE PALAVRO LUNARDI

**AVALIAÇÃO MULTIESCALAR DO EFEITO DA CARBONATAÇÃO NA
DURABILIDADE DE ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS.

Aprovado em 18 de agosto de 2021

BANCA EXAMINADORA

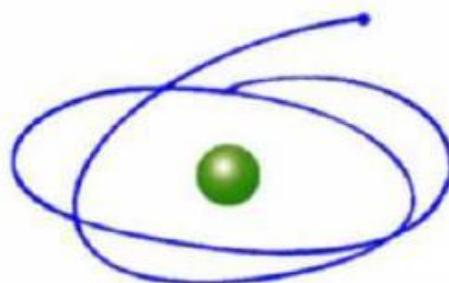
Mauricio Mancio – Universidade do Vale do Rio dos Sinos

Regina Célia Espinosa Modolo – Universidade do Vale do Rio dos Sinos

Vanderley Moacyr John – Universidade de São Paulo

AGRADECIMENTOS À CAPES

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.



C A P E S

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior

A minha família.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a mim mesma, por ser incansável.

À minha família, Alcioneu Lunardi, Leoni Palavro Lunardi, Victória Palavro Lunardi e Miley Lunardi, pelo apoio fornecido em todos os momentos. Faço um agradecimento especial para minha irmã Victória Lunardi pelo apoio fornecido na obtenção dos resultados de indentação, foram mais de 1500 pontos de medição e eu demoraria muito sozinha.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak por acreditar em mim e compartilhar comigo tanto conhecimento. Agradeço novamente por ter me aceitado como bolsista de iniciação científica, onde tudo começou. Sem dúvidas as nossas discussões sobre os mais diversos temas me moldaram a pesquisadora que eu sou hoje. Obrigada.

Agradecimento especial a CAPES e aos programas de apoio à pesquisa e ao ensino, não fosse por eles, eu não chegaria até aqui.

À minha amiga, Camila Werner Menegotto, companheira de UNISINOS de todos os dias, antes bolsista de iniciação científica e agora mestranda. Muito obrigada pelo apoio na realização do programa experimental e acima de tudo, pela sua amizade. A nossa viagem de 3 horas para a UNISINOS todos os dias com certeza ficou mais leve porque estávamos juntas.

Aos meus amigos e companheiros de todo dia no laboratório, Vanessa Oerle Kautzmann, David Nunes, Roger Carneiro Ribeiro e Angélica Koppe. A troca de conhecimento com vocês e nossa amizade fizeram toda diferença.

Aos meus amigos e colegas do grupinho do mestrado, Vanessa Kautzmann, Stefania Arnold, Mateus Barth, Vitória Souza e Paulo Mezzomo. Obrigada por passarem comigo por essa loucura que é o mestrado.

A todos os amigos da vida que me apoiam e torcem por mim.

Aos laboratoristas do laboratório de materiais da construção da UNISINOS, André, Bianca, Igor e Leonardo. Vocês foram essenciais para o trabalho.

A todos os laboratoristas que me auxiliaram em outros laboratórios.

Ao ITT Chip e ITT Fuse, pelo acesso liberado ao microscópio de força atômica e a confiança depositada em mim.

Por último, com grande carinho, agradeço aos meus queridos professores do mestrado, meu maior respeito e agradecimento.

“Quem conheceu a alegria da compreensão conquistou um amigo infalível para a vida. O pensar é para o homem, o que é voar para os pássaros. Não toma como exemplo a galinha quando podes ser uma cotovia”
(Albert Einstein em carta aos alunos do Colégio Anchieta)

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo avaliar por técnicas macro e nanoestruturais o efeito de ciclos térmicos na durabilidade e aderência de argamassas de revestimento submetidas à carbonatação. Foram elaborados exemplares constituídos por substratos cerâmicos lisos revestidos por argamassa de cimento e areia, que foram curados em ambiente saturado por 150 dias. Os revestimentos sem carbonatação foram mantidos em câmara com umidade controlada em $60\pm 5\%$ e isenta de CO_2 , e os que foram carbonatados, em câmara com umidade em $60\pm 5\%$ e concentração de 5% de CO_2 . Amostras não carbonatadas e carbonatadas foram submetidas a processo de envelhecimento acelerado por choques térmicos, decorrente em 20 ciclos de aquecimento e molhagem. Os revestimentos foram analisados em macroescala quanto a sua resistência de aderência à tração, absorção por capilaridade, índice de vazios e retração das argamassas. Os resultados mostram que a carbonatação gera uma melhora na aderência dos revestimentos, mas quando envelhecidas essas argamassas se igualam às argamassas não carbonatadas. A carbonatação gerou uma retração de 18% nas argamassas, que foi quase totalmente compensada ao longo do processo de ciclagem térmica, onde ocorreu expansão. O envelhecimento acelerado aumentou o coeficiente de variação em todos os testes realizados. Em nanoescala, com auxílio de um microscópio de força atômica foram realizadas varreduras e indentações na região de interface entre argamassa e substrato e somente na argamassa. A carbonatação gerou aumento nos módulos de elasticidade, tanto na interface quanto na argamassa. O módulo médio das interfaces analisadas foi superior ao módulo das argamassas, além de apresentar curvas de distribuição com maior desvio padrão, o que sugere tratar-se de uma região heterogênea e que hidrata de forma diferente do restante da matriz. Em todas as amostras analisadas o envelhecimento resultou em diminuição no módulo de elasticidade, gerando maiores danos nas argamassas não carbonatadas.

Palavras-chave: argamassas de revestimento, interface, propriedades nanomecânicas, carbonatação, envelhecimento acelerado

ABSTRACT

The present work aims to evaluate by macro and nanostructural techniques the effect of thermal cycles on the durability and bond strength of rendering mortars submitted to carbonation. Specimens were made of ceramic substrates coated with cement and sand mortar, which were cured in a saturated environment for 150 days. The non-carbonated specimens were kept in a $60\pm 5\%$ humidity and CO_2 free chamber and the carbonated specimens were kept in a $60\pm 5\%$ humidity and $5\% \text{CO}_2$ chamber. Non-carbonated and carbonated samples were subjected to an accelerated aging process by thermal shocks, resulting from 20 cycles of heating and wetting. The renderings were analyzed on a macro-scale by their tensile bond strength, capillary absorption, voids index, and mortar shrinkage. Carbonation generates an improvement in the bond strength of the renderings, but when aged these mortars are equal to non-carbonated mortars. Carbonation generated a shrinkage of 18% in the mortars, which was almost completely compensated throughout the thermal cycling process, where expansion occurred. Accelerated aging increased the variation coefficient in all tests performed. In nanoscale, using an atomic force microscope, scanning and indentations were made in the interface between mortar and substrate, and only in the mortar. The carbonation generated an increase in the elasticity modulus, both at the interface and in the mortar. The average modulus of the interfaces analyzed was higher than the modulus of the mortar, besides presenting distribution curves with higher standard deviation, which suggests that it is a heterogeneous region and that hydrates differently from the rest of the matrix. In all samples analyzed, aging decrease the elasticity modulus, generating greater damage in non-carbonated mortars.

Key-words: rendering mortars, interface, nanomechanical properties, carbonation, accelerated aging

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Mecanismo de carbonatação do $\text{Ca}(\text{OH})_2$	26
Figura 2: Análise da etringita em microscópio eletrônico de varredura	28
Figura 3: Sistema de difusão do CO_2 pelos poros capilares	29
Figura 4: Compilação dos mecanismos de transporte de CO_2	30
Figura 5: Representação de espessura de carbonatação irregular em lâmina com luz polarizada.....	30
Figura 6: Representação esquemática da difusão do CO_2	31
Figura 7: Perfil de carbonatação da portlandita.....	32
Figura 8: Quantificação da portlandita e calcita frente a carbonatação	32
Figura 9: Frente de carbonatação visualizada a partir do método de atenuação por raios X (XRAM)	33
Figura 10: Alteração da porosidade na matriz cimentícia com a carbonatação	34
Figura 11: Mapeamento do módulo de elasticidade e da dureza superficial após carbonatação.....	35
Figura 12: Modelagem de previsão de hidratação para pasta de cimento e calcário	39
Figura 13: Microestrutura da interface argamassa/substrato avaliada a partir de MEV	41
Figura 14: Correlação entre o módulo de elasticidade dinâmico x resistência à compressão.....	42
Figura 15: Esquema representativo sobre os processos de retração em matrizes cimentícias	43
Figura 16: Análise da retração no estado fresco na interface argamassa/bloco e na superfície.....	44
Figura 17: Progresso da carbonatação e fissuras em diferentes idades	46
Figura 18: Modos de carregamentos em fissuras	48
Figura 19: Método de indentação em uma amostra de concreto	52
Figura 20: Deflexão do cantilever x descolamento	53
Figura 21: Representação da curva força x indentação	53
Figura 22: Fluxograma do programa experimental.....	55
Figura 23: Distribuição granulométrica do cimento	58
Figura 24: Esquema de corte das peças 5x5 e mapeamento	60
Figura 25: Execução dos ensaios de absorção capilar nas amostras cerâmicas.....	60

Figura 26: Gráfico típico de absorção capilar gerado para cada peça cerâmica.....	61
Figura 27: Processo de indentaç�o no ensaio de dureza vickers	61
Figura 28: Processo de obtenç�o da dureza superficial.....	62
Figura 29: Procedimento de ensaio de traç�o superficial.....	63
Figura 30: Granulometria das areias testadas e da utilizada neste trabalho	64
Figura 31: Formas de ruptura encontradas para diferentes traços.....	66
Figura 32: Determinaç�o do espalhamento em mesa de consist�ncia	67
Figura 33: Esquema de aplicaç�o do revestimento na placa cer�mica.....	68
Figura 34: Espalhamento da argamassa na mesa de consist�ncia ap�s 30 golpes .	69
Figura 35: Esquema de corte do bloco e face que receber� o revestimento	72
Figura 36: Passo a passo da aplicaç�o do revestimento	73
Figura 37: Processo de sazonalizaç�o das placas.....	74
Figura 38: Disposiç�o das placas na c�mara de carbonataç�o	75
Figura 39: Curva representativa do sistema de aquecimento e resfriamento das amostras.....	76
Figura 40: Procedimento dos ciclos t�rmicos	77
Figura 41: Esquema representativo de extraç�o dos corpos de prova do sistema de revestimento.....	78
Figura 42: Ensaio de ultrassom para determinaç�o do m�dulo de elasticidade nos exemplares de revestimento	79
Figura 43: Comparaç�o entre os m�dulos de elasticidade din�micos obtidos para amostras de diferentes dimens�es.....	80
Figura 44: Linha do tempo da realizaç�o dos ensaios de resist�ncia de ader�ncia..	81
Figura 45: Procedimento de ensaio de arrancamento.....	82
Figura 46: Medida da profundidade de ruptura dos corpos de prova	82
Figura 47: Esquema representativo do corte das amostras	83
Figura 48: Etapa de polimento e corte da resina.....	84
Figura 49: Esquema de localizaç�o das �reas de an�lise em cada exemplar	84
Figura 50: �rea de 50x50 µm representada sobre uma regi�o da interface	85
Figura 51: Equipamento de MFA e amostra no porta amostras	85
Figura 52: Representaç�o da curva forç� x indentaç�o e seu significado	86
Figura 53: Definiç�o dos pontos de indentaç�o no MFA.....	87
Figura 54: Representaç�o da forma de obtenç�o dos dados de amplitude no modo de modulaç�o de forç�.....	88

Figura 55: Representação forma de obtenção das imagens de contraste de fase....	89
Figura 56: Mapeamento da absorção capilar nas 3 faces ensaiadas.....	91
Figura 57: Distribuição de frequência dos resultados de absorção por capilaridade.	91
Figura 58: Mapeamento da dureza superficial nas três faces ensaiadas	92
Figura 59: Distribuição de frequência dos resultados de dureza superficial.....	93
Figura 60: Mapeamento da resistência à tração superficial das faces cerâmicas	94
Figura 61: Distribuição dos resultados de resistência à tração superficial	95
Figura 62: Mapas de topografia 2D e 3D obtidos por MFA	96
Figura 63: Distribuição dos resultados de módulo de elasticidade da cerâmica	97
Figura 64: Retração linear das argamassas ao longo do tempo	100
Figura 65: Variação de massa das argamassas ao longo do tempo.....	101
Figura 66: Efeito do envelhecimento acelerado na variação dimensional.....	102
Figura 67: Comparação da resistência de aderência à tração das argamassas pelo tempo de cura	104
Figura 68: Resistência de aderência para revestimento não carbonatado e carbonatado	105
Figura 69: Comparação entre resistência de aderência na interface para as amostras C e C E.....	106
Figura 70: Comparação entre amostras C e C E (sem <i>outliers</i>).....	107
Figura 71: Comparação entre resistência de aderência à tração por ruptura na argamassa para os revestimentos	108
Figura 72: Gráfico de radar da forma de ruptura das argamassas ensaiadas	110
Figura 73: Verificação de profundidade de ruptura média dos revestimentos.....	111
Figura 74: Comparação entre os coeficientes de capilaridade para os revestimentos	113
Figura 75: Comparação entre as curvas médias de absorção capilar.....	115
Figura 76: Comparação entre os resultados de índice de vazios.....	116
Figura 77: Distribuição do módulo de elasticidade para argamassas não carbonatadas e carbonatadas.....	119
Figura 78: Distribuição do módulo de elasticidade para as argamassas após envelhecimento acelerado	121
Figura 79: Comparação entre as argamassas antes e após carbonatação e envelhecimento acelerado	122

Figura 80: Distribuição do módulo de elasticidade na interface argamassa/substrato em amostras não carbonatadas e carbonatadas	123
Figura 81: Distribuição do módulo de elasticidade após o envelhecimento acelerado	125
Figura 82: Comparação entre as amostras antes e após envelhecimento acelerado	126
Figura 83: Imagens das varreduras da interface	127
Figura 84: Comparação entre módulo de elasticidade analisado na argamassa e na interface	131
Figura 85: Proposta de explicação para aparecimento de cimento anidro após envelhecimento acelerado	133
Figura 86: Recorte dos valores entre 80-150GPa no módulo de elasticidade da interface	134
Figura 87: Comparação entre módulo de elasticidade x resistência de aderência..	135
Figura 88: Varredura de contraste de fase nas argamassas.....	137

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Pesquisas desenvolvidas no GMAT com o tema argamassas de revestimento.....	23
Quadro 2: Variáveis de resposta do programa experimental	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resumo dos módulos de elasticidade obtidos a partir de micro e nanoindentação.....	54
Tabela 2: Fatores de controle e níveis de estudo do trabalho.....	56
Tabela 3: Caracterização química por FRX do cimento.....	58
Tabela 4: Caracterização dos substratos cerâmicos.....	59
Tabela 5: Caracterização dos blocos estruturais.....	63
Tabela 6: Compilação dos traços testados para o revestimento.....	65
Tabela 7: Resumo dos resultados de absorção por capilaridade.....	92
Tabela 8: Resumo dos resultados de dureza superficial.....	93
Tabela 9: Resumo dos resultados de resistência à tração superficial.....	95
Tabela 10: Resultados da caracterização da argamassa no estado fresco e endurecido.....	98
Tabela 11: Análise de variância (ANOVA) para a resistência de aderência na interface das amostras NC e C.....	106
Tabela 12: Análise de variância para os revestimentos C e C E.....	108
Tabela 13: Análise de variância para resistência à tração entre NC e NC E.....	109
Tabela 14: Análise de variância entre as resistências à tração para amostras C e C E.....	109
Tabela 15: Análise de variância para o ensaio de absorção de água por capilaridade.....	114
Tabela 16: Análise de variância para o ensaio de índice de vazios.....	118

LISTA DE SIGLAS

a/c	Água/Cimento
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AFM	Atomic Force Microscopy
MFA	Microscópio de Força Atômica
CH	Hidróxido de Cálcio
CP	Corpo de prova
CP V – ARI	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
DRX	Difração de Raios X
FRX	Fluorescência de Raios X
GMAT	Grupo de Pesquisa em Materiais e Reciclagem
GPa	Gigapascal
Itt FUSE	Instituto Tecnológico em Ensaios e Segurança Funcional
iTT Chip	Instituto Tecnológico em Semicondutores
LMC	Laboratório de Materiais de Construção
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Megapascal
NBR	Normas Brasileiras de Regulação
pH	Potencial de hidrogênio
PIM	Porosimetria por intrusão de mercúrio
RILEM	International union of laboratories and experts in construction materials, systems and structures
UNISINOS	Universidade do Vale do Rio dos Sinos
UR	Umidade Relativa
XRAM	Método de atenuação por raios X

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
1.2 OBJETIVOS	21
1.2.1 Objetivo Geral	21
1.2.2 Objetivos Específicos	21
1.3 JUSTIFICATIVA	21
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	25
2.1 CARBONATAÇÃO	25
2.1.1 Fatores que influenciam a carbonatação	29
2.1.2 Influência da carbonatação na matriz cimentícia	33
2.1.3 Carbonatação em argamassas de cimento ou mistas	36
2.2 ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO	37
2.2.1 Propriedades das argamassas no estado endurecido	40
2.2.1.1 Análise microestrutural da interface argamassa/bloco	40
2.2.1.2 Módulo de elasticidade das argamassas	41
2.2.1.3 Retração em matrizes cimentícias	43
2.2.1.4 Conceitos de durabilidade	47
2.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO NANOESTRUTURAL DA INTERFACE ...	51
3 METODOLOGIA	55
3.1. FATORES E VARIÁVEIS	56
3.1.1 Fatores de controle com níveis variáveis	56
3.1.2 Fatores fixos	56
3.1.3 Variáveis de Resposta	56
3.2 MATERIAIS	57
3.2.1 Cimento	57
3.2.2 Substratos Cerâmicos	59
3.2.2.1 Caracterização física dos substratos	59
3.2.2.2 Absorção de água por capilaridade dos substratos	59
3.2.2.3 Dureza superficial dos substratos	61
3.2.2.4 Resistência de aderência à tração superficial	62
3.2.3 Agregado Miúdo	63
3.2.4 Água	64
3.2.5 Aditivo superplastificante	64

3.3. METODOS	64
3.3.1 Preparo das argamassas	64
3.3.1.1 Estudos pilotos para escolha do traço e do método de aplicação das argamassas.....	65
3.3.2 Caracterização das argamassas no estado fresco	68
3.3.2.1 Índice de consistência	68
3.3.2.2 Densidade de massa.....	69
3.3.2.3 Teor de ar incorporado	69
3.3.2.4 Retenção de água	69
3.3.3 Caracterização das argamassas no estado endurecido	70
3.3.3.1 Resistência à compressão e tração na flexão	70
3.3.3.2 Módulo de elasticidade dinâmico	70
3.3.3.3 Absorção de água total, índice de vazios e massa específica	70
3.3.3.4 Absorção de água por capilaridade	71
3.3.3.5 Densidade de massa aparente.....	71
3.3.3.6 Determinação da variação dimensional e de massa	71
3.3.4 Aplicação das argamassas nos substratos cerâmicos	72
3.3.5 Processo de carbonatação.....	74
3.3.6 Processo de envelhecimento acelerado	76
3.3.7 Ensaios do sistema de revestimento.....	77
3.3.7.1 Análises macroestruturais	78
3.3.7.1.1 Absorção de água por capilaridade	78
3.3.7.1.2 Módulo de elasticidade dinâmico	79
3.3.7.1.3 Resistência de aderência à tração	80
3.3.7.2 Análises nanoestruturais	83
3.3.7.2.1 Preparo de amostras	83
3.3.7.2.2 Análise das propriedades da amostra quanto ao módulo de elasticidade..	86
3.3.7.2.3 Análise qualitativa da região de interface e da argamassa	88
4 ANÁLISE DOS RESULTADOS	90
4.1 SUBSTRATOS	90
4.1.1 Absorção de água por capilaridade.....	90
4.1.2 Dureza superficial (vickers).....	92
4.1.3 Resistência à tração superficial.....	94
4.1.4 Rugosidade a partir de microscopia de força atômica	96

4.2 ARGAMASSA.....	98
4.2.1 Caracterização das argamassas no estado fresco e endurecido	98
4.3 SISTEMA DE REVESTIMENTO	103
4.3.1 Ensaio macroestruturais	103
4.3.1.1 Resistência de aderência à tração	103
4.3.1.2 Coeficiente de capilaridade	112
4.3.1.3 Índice de vazios.....	116
4.3.2 Ensaio nanoestruturais.....	118
4.3.2.1 Módulo de elasticidade – Curvas força x deslocamento.....	118
4.3.2.1.1 <i>Módulo de elasticidade na argamassa</i>	<i>119</i>
4.3.2.1.2 <i>Módulo de elasticidade na interface</i>	<i>123</i>
4.3.2.2 Análise qualitativa da interface.....	126
5 DISCUSSÃO	131
5.1 MÓDULO DE ELASTICIDADE – COMPARAÇÃO ARGAMASSA X INTERFACE	131
5.2 INFLUÊNCIA DO MÓDULO DE ELASTICIDADE EM ESCALA NANOMÉTRICA NA RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA E FORMA DE RUPTURA	135
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	139
6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	141
REFERÊNCIAS.....	142

1 INTRODUÇÃO

De acordo com Carasek (2010), as argamassas de revestimento e assentamento devem suportar as deformações a que elas estão sujeitas sem apresentar o surgimento de fissuras, nem comprometer a integridade do revestimento. Para tanto, ela deve possuir boa resistência de aderência, estanqueidade, durabilidade e baixo módulo de elasticidade.

Dentre os fatores que exercem influência sobre a propriedade de aderência podemos citar, referente a argamassas, sua reologia, adesão inicial e retenção de água; referente ao substrato a sucção de água, porosidade e rugosidade; referente a execução o preparo da base, a forma de aplicação e condições de cura; e referente a condições climáticas a temperatura, vento e umidade relativa no momento da aplicação (CARASEK, 2010).

Diversos são os mecanismos responsáveis pela aderência entre a argamassa e o substrato, sendo os mais estudados: (i) a aderência química que ocorre pela formação de ligações iônicas, covalentes ou de hidrogênio na interface; (ii) a aderência mecânica que consiste na penetração da argamassa nos poros e vales do substrato; (iii) teoria da adsorção que consiste no contato molecular de dois materiais unidos por força de Van Der Waals; (iv) e teoria da eletrostática por existir diferença de carga entre dois materiais, sendo que esses dois últimos exercem menores forças, mas também contribuem na adesão (COSTA, 2014; PHAN, 2012).

Com relação a durabilidade dos revestimentos sabe-se que os mesmos sofrem com diversos mecanismos de deterioração ao longo de sua vida útil que podem ser divididos em três grupos, físico-mecânicos, químicos e biológicos, entre eles as solicitações causadas pelas forças do vento, que podem deteriorar a argamassa ainda no estado fresco e ao longo do tempo no estado endurecido, as vibrações da estrutura e do solo, ciclos de molhagem e secagem, bem como ciclos de aquecimento e resfriamento, sobrecargas nas estruturas, reações químicas com o ambiente, entre outros (KAZMIERCZAK et al., 2016).

Dentre as interações químicas que podem ocorrer nas matrizes cimentícias está a reação com o gás carbônico presente na atmosfera. Nos últimos anos houve uma crescente emissão de CO₂ a nível mundial, e a indústria do cimento é a terceira maior fonte de emissão antropogênica de CO₂ do mundo, estando as outras

relacionadas a oxidação de combustíveis fósseis e ao desmatamento e outras mudanças no solo. (ANDREW, 2017).

Dentro do ciclo de vida do cimento tem-se a calcinação do calcário (CaCO_3) que libera como produto final o CaO (óxido de cálcio) e CO_2 (dióxido de carbono). Quando hidratado, esse CaO é transformado em Ca(OH)_2 (hidróxido de cálcio) que ao longo dos anos reage com o CO_2 e é transformado novamente em CaCO_3 (carbonato de cálcio). (POSSAN et al., 2017). Assim, a carbonatação é um fenômeno natural que ocorre em matrizes cimentícias pela reação dos compostos hidratados e anidros do cimento com o CO_2 presente na atmosfera.

Os estudos relacionados a carbonatação dos compósitos cimentícios começaram a muitos anos, principalmente de maneira a entender os processos de corrosão nas estruturas de concreto armado. Desde lá a carbonatação passou a ser utilizada propositalmente em alguns materiais cimentícios não armados. Isso porque, ao longo dos estudos percebeu-se que há melhoras em certas propriedades das matrizes, como diminuição da porosidade total e conseqüentemente diminuição da permeabilidade e aumento do módulo de elasticidade, dureza superficial e resistência à compressão. Soma-se a isso o fato de que os elementos a base de cimento tornaram-se aliados na captura do CO_2 (TIERY, 2005; HAN et al., 2014).

Para Šavija; Luković, (2016) a carbonatação do cimento pode ser classificada como passiva ou ativa. Uma carbonatação passiva é aquela que ocorre de forma natural, sem que se deseje o processo. Apesar de existirem alguns efeitos positivos na matriz, dentre os passivos estão as microfissuras, quedas no pH, alterações na porosidade e propriedades mecânicas. Já a carbonatação ativa é aquela projetada e utilizada intencionalmente, para modificar a matriz cimentícia de forma controlada, por um certo período, de maneira a obter os melhores benefícios da carbonatação no elemento. Como exemplo está a cura por carbonatação e carbonatação de agregado reciclado de concreto para reutilização em novas matrizes cimentícias.

O efeito da carbonatação em argamassas, sobretudo em argamassas de revestimento é menos abordado na literatura que em concretos. Autores que avaliaram as alterações em argamassas de revestimento geralmente focaram seus estudos na análise da porosidade interna e as mudanças nas distribuições dos tamanhos dos poros e na profundidade de carbonatação, ainda assim muitas são as propriedades das argamassas que sofrem mudanças pela carbonatação (LAWRENCE et al., 2007; CINCOTTO et al. 2010; MORAES et al., 2018).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo geral analisar em multiescala o efeito da carbonatação nas propriedades mecânicas e na interface de argamassas para revestimento.

1.2.2 Objetivos Específicos

- a) identificar alterações na porosidade, capilaridade e retração das argamassas de revestimento em decorrência da carbonatação;
- b) avaliar o efeito da carbonatação na aderência das argamassas de revestimento;
- c) avaliar o comportamento nanoestrutural da interface argamassa/substrato e da argamassa de revestimento antes e após a carbonatação;
- d) avaliar as alterações nas propriedades dos revestimentos carbonatados e não carbonatados em função do envelhecimento acelerado.

1.3 JUSTIFICATIVA

Os revestimentos de argamassa estão sujeitos a diversos esforços, sendo os principais são devido aos ciclos de molhagem e secagem que interferem diretamente na tensão de cisalhamento, retração, fluência e na carbonatação do revestimento. Portanto, para que uma argamassa atinja uma melhor vida útil ela deve possuir uma boa deformabilidade. A deformabilidade está diretamente ligada ao módulo de elasticidade, pois quanto maior o módulo, menos a argamassa suportará as deformações (SELMO, 1989). Por isso, nem sempre uma argamassa que apresente elevada resistência irá ter uma maior vida útil, pois um elevado módulo de elasticidade acarretará em microfissuras no revestimento e em um aumento das tensões de cisalhamento. (JOHN, 2003 apud POLITO, 2008).

Com vistas a carbonatação das matrizes cimentícias, sabe-se que praticamente todos os compostos de hidratação são passíveis de carbonatar. Apesar da

carbonatação do CH (Hidróxido de cálcio) ser a principal reação estudada, o C-S-H (Silicato de cálcio hidratado), os álcalis, os grãos anidros e a etringita também são passíveis de carbonatação, sendo esta última após carbonatada, deriva em gesso e alumina gel, materiais de menor resistência e dureza que o inicial. Frente a isso, sabe-se que a hidratação das argamassas de revestimento é geralmente menor que a de estruturas de concreto, uma vez que não é feita cura da argamassa e essa perde água tanto pela sucção do bloco quanto pela evaporação através do meio externo. Isso acarreta em problemas de baixa hidratação das argamassas, baixa resistência de aderência além de problemas com retração e aparecimento de fissuras. Além disso, diversos estudos que analisaram a interface entre a argamassa e o substrato identificaram que o principal composto presente nessa região é a etringita, e por esta região possuir uma relação a/c maior ou menor do que o restante da matriz, possui uma alta porosidade, o que prejudica a extensão de aderência e sua resistência. (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1989; MARTÍNEZ-RAMÍREZ; FERNÁNDEZ-CARRASCO, 2012; CARASEK, 1996; POLITO; JUNIOR; GOMES, 2009).

Além de uma modificação química dos constituintes da matriz cimentícia, a carbonatação também é modificadora das propriedades físicas. Devido a precipitação da portlandita em carbonato de cálcio, os poros vão sendo preenchidos por este material de maior volume que o composto inicial. Esse preenchimento faz com que a matriz possua uma menor porosidade interna, maior resistência à compressão, maior dureza e também maior módulo de elasticidade. O estudo da carbonatação em concretos já está avançado, sendo utilizado inclusive de forma benéfica na matriz, no caso de concretos não armados. Já o estudo em argamassas, especificamente argamassas de revestimento não é muito abordado, sendo geralmente estudadas as diferenças na porosidade das argamassas causadas pela carbonatação. (TIERY, 2005; HAN et al., 2014; CINCOTTO et al. 2010)

A preocupação com a retração das argamassas é motivo de diversos estudos na área. Sabe-se que a reação de carbonatação, além de todas as modificações na matriz, também é responsável por uma retração da argamassa. Apesar de grande parte dos estudos avaliarem o efeito da retração por carbonatação em pastas, sugere-se que a retração será menor em argamassas, devido à presença de agregado miúdo. Os autores também apontam que a retração tende a ser mais severa em matrizes com relação a/c elevadas. (HOUST, 1997; BASTOS, 2001).

A partir do crescente avanço em tecnologia de maior precisão como o uso de equipamentos como nanoindentadores, tomografia e microscópio de força atômica, as análises em interface estão se mostrando cada vez mais frequentes. A utilização da nanotecnologia aplicada em materiais cimentícios está sendo cada vez mais utilizada e houve um aumento de 40% dos investimentos na área na última década. O microscópio de força atômica é uma das ferramentas mais importantes para análise de materiais e suas superfícies em escala atômica e molecular. (PACHECO-TORGAL; JALALI, 2011).

As análises em microescala em matrizes cimentícias estão sendo utilizadas com ênfase no estudo de interfaces entre agregados e matriz cimentícia e armadura e matriz cimentícia, e os trabalhos focam principalmente na avaliação da espessura da interface, na dureza superficial, na porosidade e no módulo de elasticidade. Análises realizadas em interface entre argamassa/substrato usualmente são estudadas em microscópio eletrônico de varredura quanto a topografia da região, porosidade e compostos de hidratação presentes (CARASEK, 1996; CARASEK et al., 1997 ; POLITO, 2008; PEREIRA; SILVA; COSTA, 2013).

O Grupo de Pesquisa em Materiais e Reciclagem – GMAT da UNISINOS vem desenvolvendo trabalhos focados no estudo de argamassas de revestimento, com vistas a melhorar a resistência de aderência e a durabilidade deste material. No quadro 1 estão listados os trabalhos neste tema desenvolvidos no grupo de pesquisa até o momento.

Quadro 1: Pesquisas desenvolvidas no GMAT com o tema argamassas de revestimento

Autor	Tipo de trabalho	Situação	Área de estudo
Arnold (2011)	Dissertação	Finalizado	Análise da influência da forma dos grãos nas propriedades das argamassas
Heineck (2012)	Dissertação	Finalizado	Desempenho de argamassas de revestimento com incorporação da fração miúda da britagem de concreto
Rosa (2013)	Dissertação	Finalizado	Análise do efeito do teor de microfinos nas propriedades das argamassas de revestimento com utilização de areia de britagem basáltica
Erhart (2014)	Dissertação	Finalizado	Influência do chapisco com cinza de casca de arroz na aderência de argamassa em substratos cerâmicos com diferentes porosidades
Sentena (2015)	Dissertação	Finalizado	Discussão sobre métodos acelerados para a avaliação do envelhecimento de revestimentos de argamassas submetidos a ciclos térmicos: aplicação em argamassa com fíler de concreto
Schafer (2015)	Dissertação	Finalizado	Análise da influência de elevadas temperaturas em revestimento de argamassa

Valentini (2018)	Dissertação	Finalizado	Influência da absorção de água e rugosidade de substratos cerâmicos e da adição de filer na aderência de argamassas de revestimento
Melo (2020)	Dissertação	Finalizado	Influência de resíduos de rochas ornamentais nas propriedades de argamassas de revestimento
Philipssen (2020)	Dissertação	Finalizado	Efeito da adição de resíduo de pneu reciclado em analogia à incorporação de ar no comportamento das argamassas
Arnold (2020)	Tese	Em andamento	Análise da rugosidade em substratos cerâmicos
Oliveira (2020)	Tese	Em andamento	Análise multiescala da influência das dimensões das partículas do cimento na aderência com substratos de alvenaria

Com vistas a contribuir com o estudo de argamassas de revestimento, suas propriedades e meios de melhorar sua durabilidade que já vem sendo desenvolvido pelo Grupo de Pesquisa em Materiais e Reciclagem – GMAT da UNISINOS e no meio científico nacional e internacional, este trabalho visa uma análise aprofundada das modificações que a carbonatação causa nos revestimentos de argamassa em macro e microescala com o objetivo de concluir se o efeito é benéfico ou não para o sistema de revestimento.

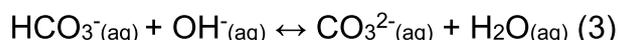
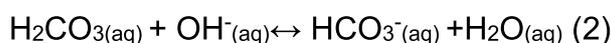
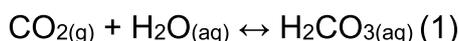
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 CARBONATAÇÃO

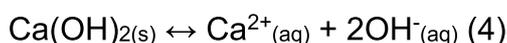
A carbonatação é um processo físico-químico que ocorre em materiais cimentícios pela neutralização da fase líquida presente nos poros, pois essa, está saturada com produtos alcalinos, provenientes dos compostos de hidratação do cimento, como íons sódio (Na^+), potássio (K^+) e cálcio (Ca^+). O processo de carbonatação ocorre quando o CO_2 , presente na atmosfera, se combina lentamente com o hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) para formar carbonato de cálcio (CaCO_3) e água, passando para um sal de baixa solubilidade (CADORE, 2008).

Para que haja a penetração do CO_2 nos poros do composto cimentício é necessário que haja água presente. A água desempenha dois papéis, o primeiro, se os poros estiverem saturados de água, ocorre um bloqueio que impede ou retarda a difusão do CO_2 , já que a difusividade no ar ocorre mais rapidamente, e no segundo, a água é o meio para que ocorram as reações de carbonatação do $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Assim, o ambiente mais propício para que ocorram as reações de carbonatação é um ambiente com umidade intermediária (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1989).

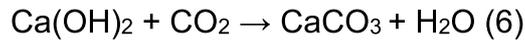
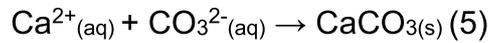
Na presença de água, quando o CO_2 penetra nos poros do composto cimentício, ocorre a dissolução do CO_2 , o que forma o ácido carbônico (equação 1). Esse ácido logo se combina para formar CO_3^{2-} e água novamente (equação 2 e 3) (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1989).



Durante a difusão do CO_2 para o interior dos poros do concreto, as combinações geradas até formar o CO_3^{2-} fazem com que a concentração de hidroxilas diminua provocando uma queda no pH. Devido a solubilidade reduzida do hidróxido de cálcio, há cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que precipitam nos poros criando uma reserva alcalina. Assim, para manter a alcalinidade, diminuída pelas reações do CO_2 , ocorre a dissolução do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ das regiões de maior alcalinidade para regiões de menor alcalinidade (equação 4) (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1989).

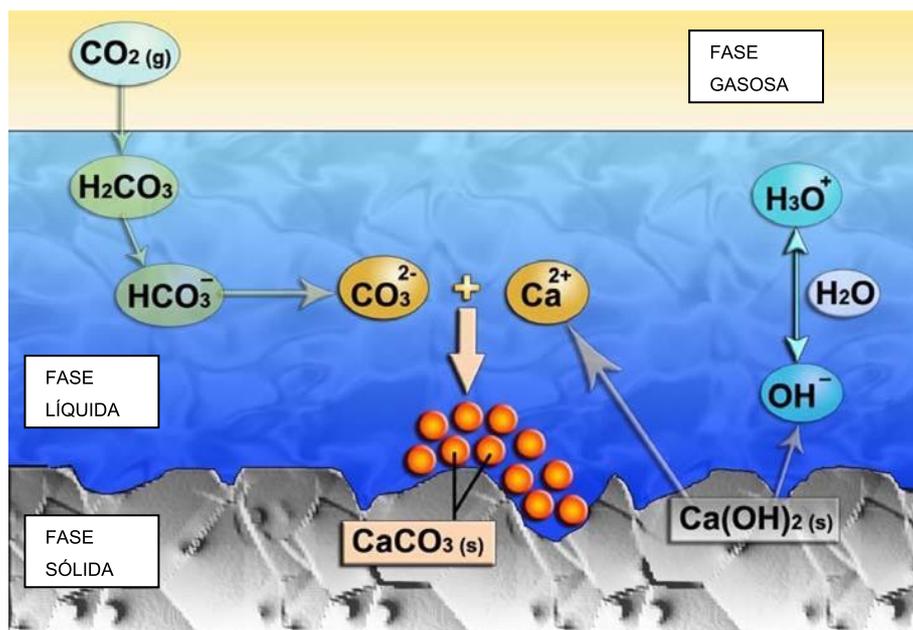


Ao se dissolver os íons Ca^{2+} ficam livres para se combinar com o CO_3^{2-} e formar o CaCO_3 (equação 5) que precipitará na forma sólida. A equação da reação também pode ser escrita simplificada (equação 6) o que enfatiza a liberação de água no processo (THIERY, 2005).



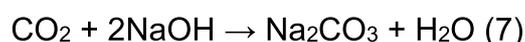
Pode ocorrer também a ligação entre os íons cálcio e os íons HCO_3^- , especialmente quando esses íons são predominantes na mistura. Apesar disso, é uma reação que dificilmente ocorre em compósitos cimentícios, uma vez que o $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ não existe no estado sólido e, portanto, não pode se precipitar. Considera-se então que os íons Ca^{2+} somente se precipitam em forma de CaCO_3 (THIERY, 2005). A visualização das reações pode ser vista na figura 1.

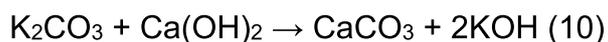
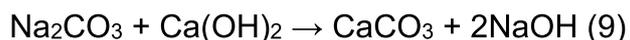
Figura 1: Mecanismo de carbonatação do $\text{Ca}(\text{OH})_2$



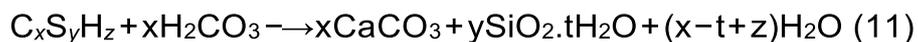
Fonte: Adaptado de Thiery (2005)

Segundo Papadakis; Vayenas; Fardis, (1989) todos os produtos de hidratação do cimento são passíveis de carbonatação. A carbonatação do hidróxido de sódio (NaOH) (equação 7) e do hidróxido de potássio (KOH) (equação 8) também ocorre, porém, é uma ligação instável o que faz com que logo esse carbonato reaja com os íons cálcio disponibilizando novamente esses álcalis nos poros da matriz cimentícia (HOUST; WITTMANN, 2002).





A partir da hidratação do C_3S e do C_2S é formado o silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Nesse caso o CO_2 dissolvido remove os íons cálcio do C-S-H liberando ânions de silicatos que podem vir a se condensar com outros silicatos no C-S-H e formar cadeias de silicato amorfas cada vez mais longas, o que dá origem a um gel microporoso rico em sílica. Já os íons cálcio precipitarão como carbonato, formando calcita, aragonita e vaterita. A fórmula química é a mesma para as três fases, CaCO_3 , porém, elas se apresentam cristalográficamente distintas, a calcita é romboédrica e possui dimensão na ordem de um micrômetro, a aragonita possui forma ortorrômbica e a vaterita forma hexagonal, sendo que o volume molar da vaterita é maior que as demais fases, enquanto que da aragonita é menor (THIERY, 2005; TAYLOR, 1997).

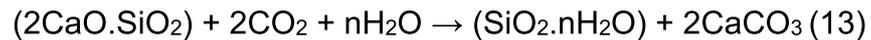
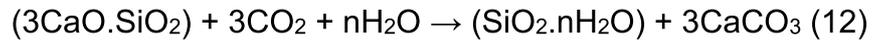


As primeiras pesquisas aprofundadas sobre as reações químicas da carbonatação sugeriam que logo após a reserva alcalina do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ diminuir consideravelmente para precipitar-se como carbonato de cálcio, começam a ocorrer os processos de carbonatação do C-S-H, apesar de mais lentamente. (PETER et al., 2008). Pesquisas atuais porém, concluem que a carbonatação do C-S-H é simultânea com a do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e ainda, em condições normais de exposição, com cerca de 0,03% de concentração de CO_2 , a quantidade de calcita encontrada na amostra é cerca de 50% maior que o total de portlandita disponível para carbonatar, assim, sugere-se também que a reação com o C-S-H é mais reativa (CASTELLOTE et al., 2009).

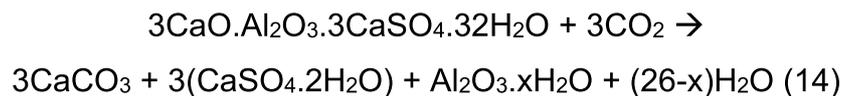
Segundo Thiery et al. (2007) uma explicação para isso se deve ao fato de que ao carbonatar, cria-se uma barreira de carbonato de cálcio no entorno da portlandita, isso faz com que nem todo $\text{Ca}(\text{OH})_2$ carbonate. Já como há mais cristais de C-S-H na matriz do que de portlandita, é disponibilizada uma maior quantidade de cálcio para reagir, o que faz com que haja mais produtos de carbonatação provenientes do C-S-H. Os autores frisam também que a carbonatação dos dois hidratos são simultâneas apesar da carbonatação do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ parecer acontecer em prioridade em um primeiro período.

Geralmente a razão molar Ca/Si são valores entre 0,8 e 1,7, e quanto maior a razão, maior o pH da matriz cimentícia. Portanto, conforme o cálcio vai sendo combinado com o CO_2 essa razão vai diminuindo, e conseqüentemente ocorre diminuição da alcalinidade da matriz (DROUET, 2010).

Os compostos anidros do clínquer como o C_3S e o C_2S também são passíveis de carbonatação, e resultam em $CaCO_3$ e em sílica gel. Conforme esses compostos vão sofrendo carbonatação a quantidade de material não hidratado na matriz cimentícia diminui. A carbonatação desses compostos não altera a alcalinidade da matriz (ŠAVIJA; LUKOVIĆ, 2016).



A etringita e o monosulfoaluminato de cálcio também são passíveis de carbonatação. Como esses elementos estão presentes em pequenas quantidades nos materiais cimentícios e carbonatam muito rapidamente essas reações geralmente são negligenciadas nas modelagens de carbonatação. (THIERY, 2005). Após a reação com o CO_2 a etringita se decompõe e resulta em gesso e alumina em gel (ŠAVIJA; LUKOVIĆ, 2016).



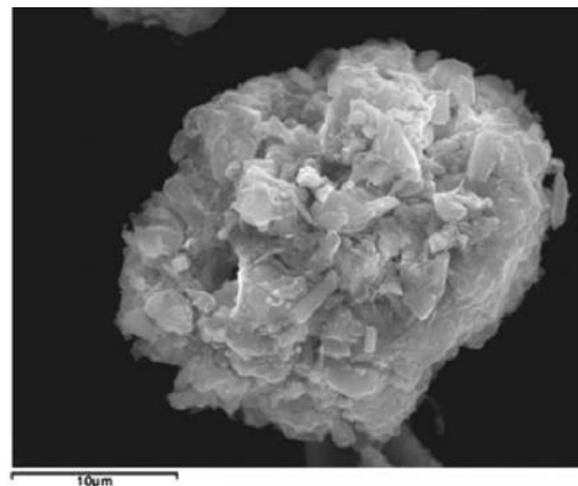
Diferentemente da etringita formada pelo cimento Portland sem adições, que se apresenta em forma de agulhas, ao utilizar cimentos ternários, com incorporação de cinza volante por exemplo, a forma da etringita muda para uma forma esférica. Apesar disso, ao carbonatar ela ainda forma gesso, alumina em gel e aragonita (MARTÍNEZ-RAMÍREZ; FERNÁNDEZ-CARRASCO, 2012).

Figura 2: Análise da etringita em microscópio eletrônico de varredura



Etringita originada de cimento Portland sem adições

Fonte: Zhou; Glasser, (2000)



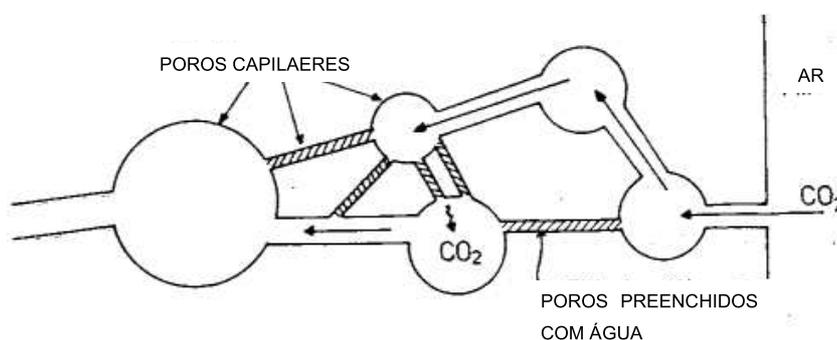
Etringita originada de cimento ternário

Fonte: Martínez-Ramírez, Fernández-Carrasco, (2011)

2.1.1 Fatores que influenciam a carbonatação

O CO_2 penetra na matriz cimentícia através da rede de poros que pode ou não estar saturada. Quando o CO_2 encontra um poro saturado de água ele procura um caminho em que não haja barreira para sua difusão. Enquanto houver umidade na matriz o CO_2 pode penetrar, ou seja, pode penetrar por toda a extensão da matriz. O mais comum é que a matriz esteja mais úmida na superfície e assim, somente parte da matriz é susceptível a carbonatação (TUUTTI, 1982).

Figura 3: Sistema de difusão do CO_2 pelos poros capilares

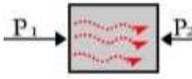


Fonte: Tuutti, (1982)

Em pesquisa desenvolvida por Houst e Wittmann (2002) verificou-se que argamassas submetidas a carbonatação natural protegidas da chuva carbonatam com uma velocidade maior que as argamassas expostas a chuva, devido à manutenção de sua umidade interna, pois em situações em que ocorre a saturação mesmo que superficial, a velocidade de transporte do CO_2 , que irá ocorrer por difusão, é cerca de 10000 vezes inferior à da difusão do CO_2 no ar (HELENE, 1986). Porém, nessas mesmas argamassas expostas a chuva, a difusão pode não ser o único meio de penetração do CO_2 na argamassa visto que este, pode ser transportado com a água por capilaridade, o que torna o processo mais complexo. Apesar disso, é consenso que a difusão é o principal mecanismo de transporte do CO_2 na matriz cimentícia (HOUST; WITTMANN, 1994).

Na figura 4 estão representados os principais mecanismos de transporte de CO_2 existentes nas matrizes cimentícias, compilado por Possan (2010).

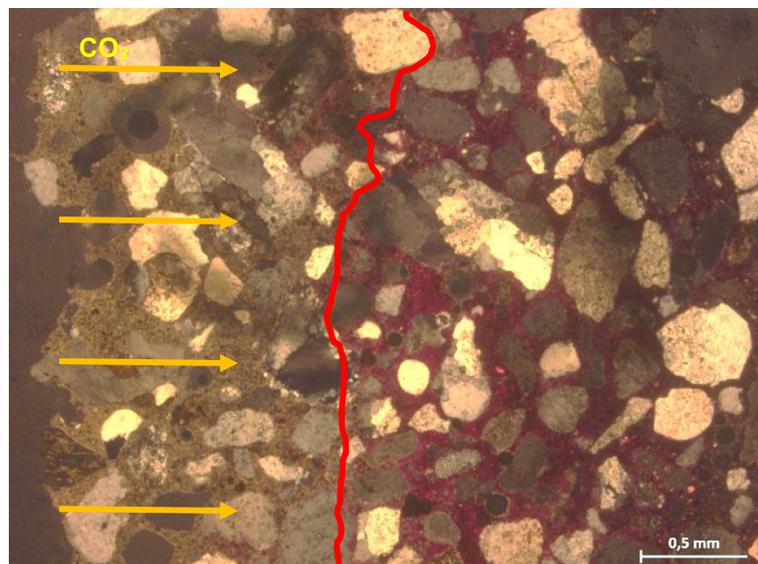
Figura 4: Compilação dos mecanismos de transporte de CO₂

Mecanismo	Parâmetro (indicador de durabilidade)	Definição	Esquema	Fatores de influência	Relevância
Permeabilidade	Coefficiente de Permeabilidade a água - k (mm/s).	Fluxo de um fluido através do concreto devido a um gradiente de pressão ($P_1 > P_2$).		Depende do tamanho dos poros e continuidade dos poros, podendo ser descrita pela lei de Darcy.	Relacionada à conectividade dos poros da matriz cimentícia
Difusão	Coefficiente de Difusão - D (cm ² /s)	Ingresso CO ₂ através da matriz cimentícia devido a um gradiente de concentração dos agentes agressivos ($C_1 > C_2$).		Depende da composição e estrutura dos poros da matriz, da temperatura e do teor de umidade, sendo representado pela 1ª e 2ª leis de Fick.	Importante para estudos e modelos de previsão de vida útil

Fonte: Adaptado de Possan (2010)

Houst e Wittmann (1994) concluíram que em um sistema binário de poros o CO₂ penetra na matriz cimentícia e se difunde pelas paredes dos poros maiores carbonatando, inicialmente, apenas as paredes, e uma pequena parte deste CO₂ se difunde para os poros de menor diâmetro, o que faz com que a reação nos poros menores seja muito mais lenta. Essa diferença de difusão nos poros grandes e pequenos faz com que não haja uma espessura de carbonatação regular (conforme visualizado na figura 5), variando de acordo com a distribuição de poros daquela região específica.

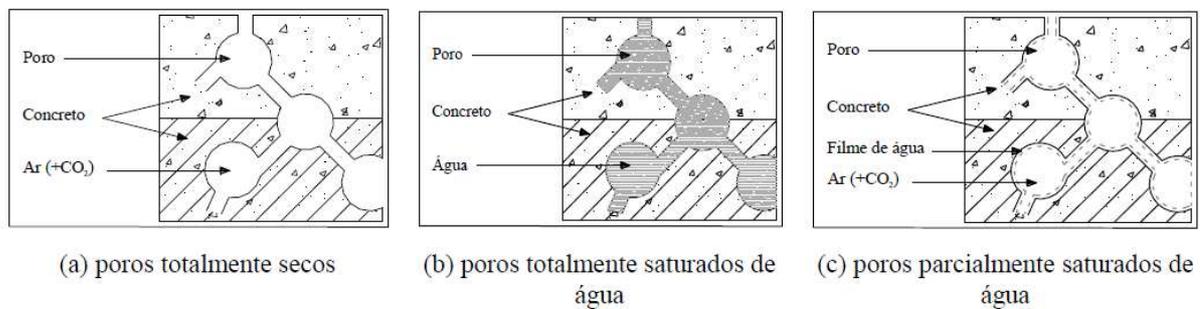
Figura 5: Representação de espessura de carbonatação irregular em lâmina com luz polarizada



Fonte: Elaborada pela autora

Como visto anteriormente para que haja a reação química de carbonatação é necessária a presença de água. No primeiro caso (a) da figura 6 os poros estão secos, assim ocorre a difusão do CO_2 dentro dos poros com facilidade, porém, como não há água o CO_2 não reage e, portanto, não há carbonatação. No caso (b) os poros estão totalmente saturados, o que faz com que a taxa de difusão seja reduzida drasticamente, a água neste caso age como uma barreira para o CO_2 , o que acarreta em uma reação muito mais lenta. Já no caso (c), os poros estão parcialmente saturados, ou seja, suas paredes estão úmidas e o interior seco, essa é a condição ideal para as reações de carbonatação ocorrerem (BAKKER, 1988).

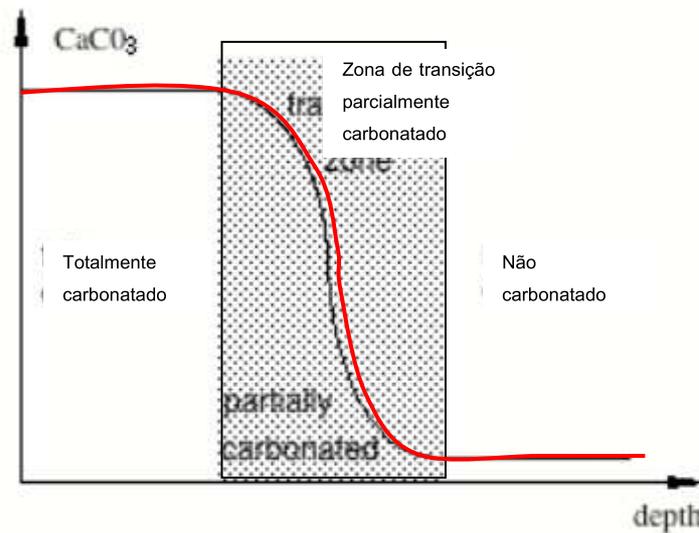
Figura 6: Representação esquemática da difusão do CO_2



Fonte: Bakker (1988)

A partir de estudos a fim de mensurar a espessura da carbonatação percebeu-se que a divisão entre área carbonatada e não carbonatada não é separada homogeneamente, de fato, existe uma zona de transição, onde ocorre a formação de carbonatados de cálcio, mas esse não é o composto predominante nessa região e a espessura da zona de transição dependerá das características do material analisado. (HOUST, 1997).

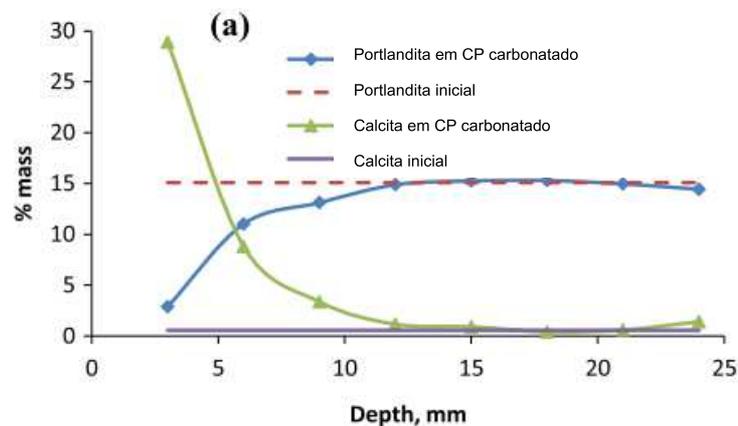
Figura 7: Perfil de carbonatação da portlandita



Fonte: Houst (1997)

A zona de transição pode ser analisada também avaliando o percentual de portlandita e de calcita em uma faixa carbonatada. Phung et al., (2015) avaliaram por DRX faixas carbonatadas, e a partir daí, quantificaram a quantidade dos dois elementos (figura 8). É possível notar que, a medida que a frente de carbonatação vai avançando a quantidade de calcita diminui e de portlandita aumenta, e ainda, nota-se que a quantidade de calcita gerada é maior que a portlandita disponível para carbonatar, indicando carbonatação de outros hidratos.

Figura 8: Quantificação da portlandita e calcita frente a carbonatação

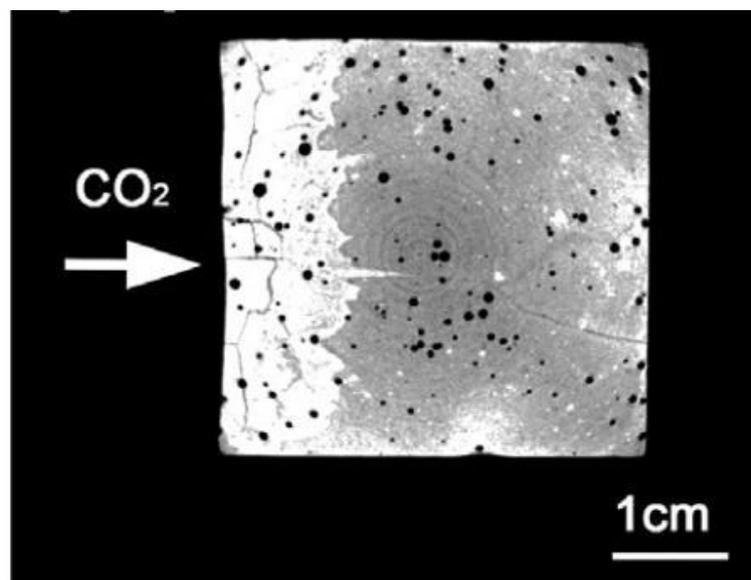


Fonte: Phung et al., (2015)

Para entender como o processo de difusão pode ser visto na avaliação da frente de carbonatação é necessário relembrar os principais processos envolvidos na

carbonatação. Primeiramente, ocorre a difusão do CO_2 no interior da matriz cimentícia. Após ocorre a dissolução dos íons cálcio e do CO_2 , para em um terceiro passo, ocorrer as reações químicas. Para modelagens matemáticas, geralmente, os dois últimos passos são ignorados pois seu tempo para acontecer é quase imediato, e portanto a difusão se torna a principal variável de tempo. Pensando nisso, se a difusão for o principal processo envolvido, então as reações só passam a ocorrer onde todo o material carbonatável em uma região for consumido, caracterizando um perfil de carbonatação previsível. Caso a difusão não seja o principal mecanismo então poderiam haver pontos de reações com o CO_2 além da frente de carbonatação. Visto que geralmente o perfil encontrado é o mesmo visto na figura 9 é possível então dizer que o principal mecanismo de influência da carbonatação é o processo de difusão (CUI et al., 2019).

Figura 9: Frente de carbonatação visualizada a partir do método de atenuação por raios X (XRAM)



Fonte: Cui et al., (2019)

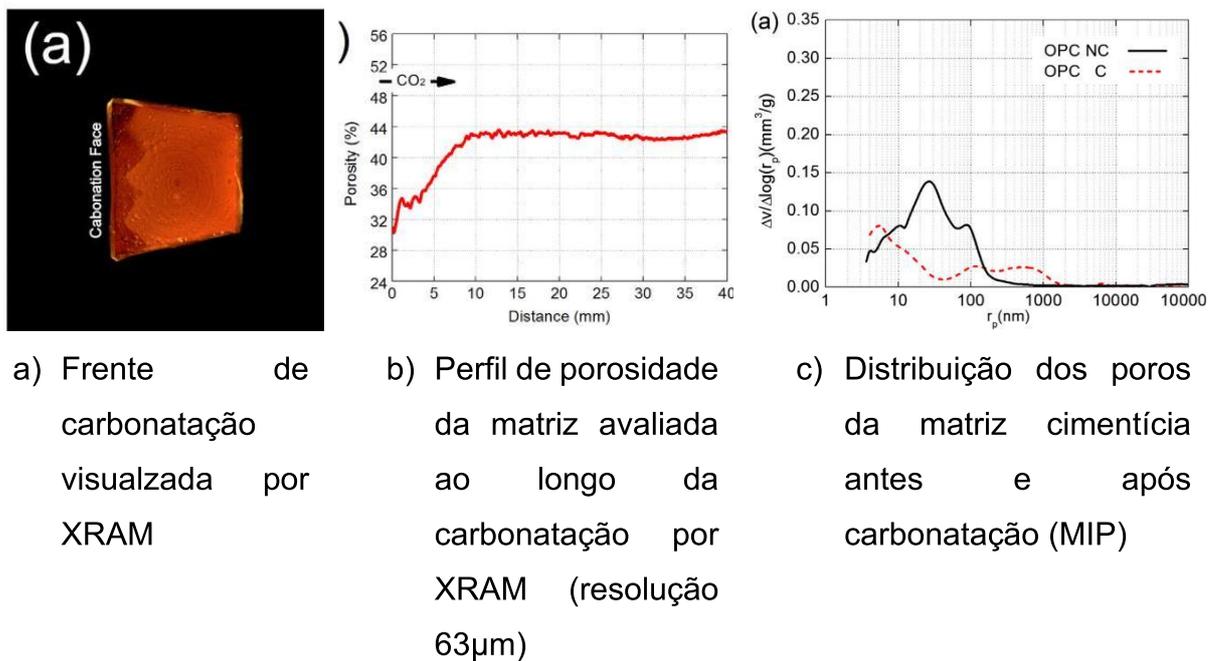
2.1.2 Influência da carbonatação na matriz cimentícia

Segundo Tiery (2005) a carbonatação da matriz cimentícia é responsável pela diminuição da porosidade na faixa de 10 a 100nm, isso porque a precipitação de carbonato de cálcio preenche os poros com estas dimensões, pois a calcita possui um volume maior que a portlandita. O mesmo estudo levantou a hipótese de que há um

aumento da macroporosidade, entre 100 e 200nm, observada principalmente em matrizes onde a relação a/c era superior a 0,45. Neste caso, não há certeza se esse comportamento é refletido em condições normais de exposição, nem se a macroporosidade é gerada pela carbonatação da portlandita ou do C-S-H.

Essa tendencia também é vista em outros trabalhos que avaliaram a porosidade da matriz antes e depois da carbonatação. Ngala e Page (1997) também notaram que a porosidade total da matriz cimentícia diminuiu com a carbonatação, explicado pela precipitação do carbonato de cálcio nos poros, porém, ocorria em todas as relações a/c testadas (de 0,4 a 0,7) um aumento da porosidade capilar, onde os autores supuseram ser devido a formação de sílica gel, que como já mencionado antes, é um produto derivado da carbonatação do C-S-H mais poroso que o silicato hidratado original. Chindaprasirt e Rukzon (2009) também encontraram aumento na macroporosidade e diminuição do diâmetro dos poros, além de avaliar a superfície específica das matrizes após a carbonatação, sendo que esta, também diminuiu.

Figura 10: Alteração da porosidade na matriz cimentícia com a carbonatação



a) Frente de carbonatação visualizada por XRAM

b) Perfil de porosidade da matriz avaliada ao longo da carbonatação por XRAM (resolução 63µm)

c) Distribuição dos poros da matriz cimentícia antes e após carbonatação (MIP)

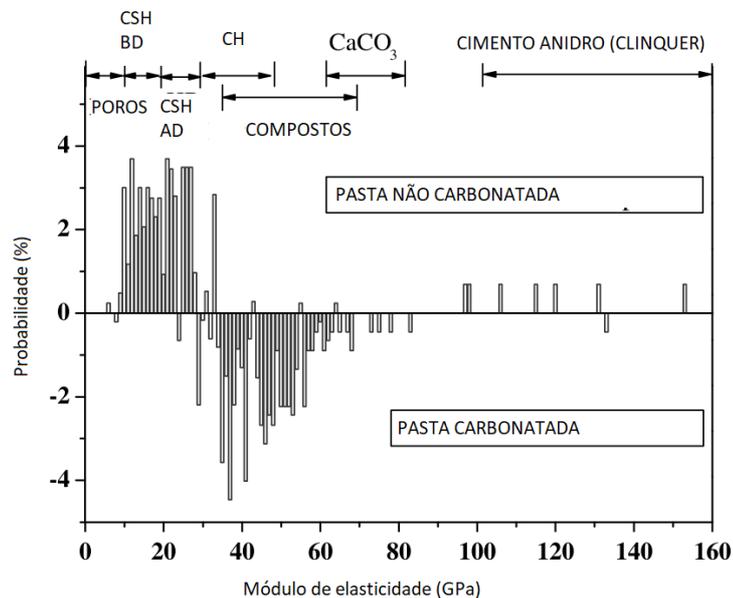
Fonte: Cui et al., (2019)

Na figura 10 (a, b) é possível notar que a partir do momento que o perfil de carbonatação vai avançando a porosidade total da matriz vai diminuindo, isso ocorre pois há a difusão gradual do CO₂ nos poros da matriz e o perfil tende a ir avançando quando todos os produtos passíveis de carbonatação forem combinados com o CO₂. Nota-se também que a zona de transição entre a área totalmente carbonatada e a

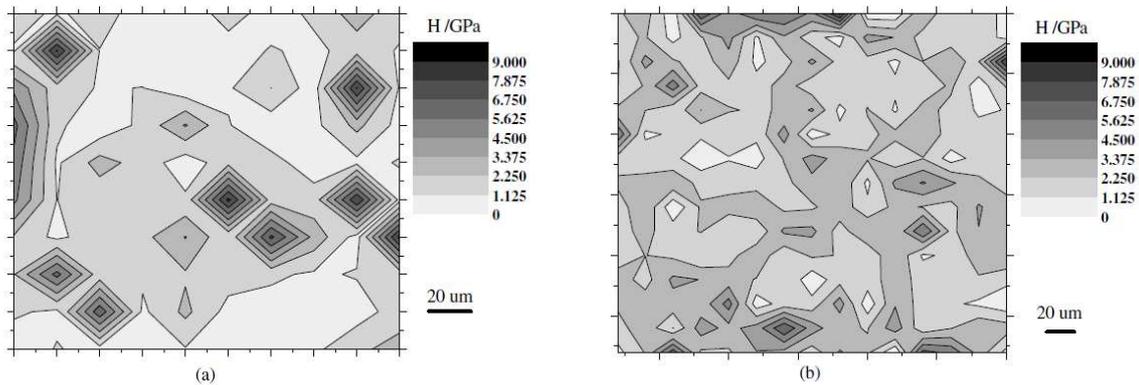
área não carbonatada também é visível ao avaliar perfis de porosidade da matriz. (CUI et al., 2019). Já na figura 10 (c) nota-se que após a carbonatação a porosidade total da matriz diminui, porém, há um aumento dos macroporos na faixa entre 100 e 600nm assim como encontrado por outros autores (NGALA; PAGE, 1997; TIERY, 2005; CHINDAPRASIRT; RUKZON, 2009).

Ao avaliar a variação do módulo de elasticidade e da dureza superficial em nanoescala (figura 11), com o auxílio de um nanoindentador é possível notar que ao carbonatar tanto o módulo como a dureza tendem a aumentar. Ainda, pelos mapas espaciais de ME e dureza é possível notar que antes de carbonatar, os pontos que apresentam maior módulo são produtos não hidratados. Após carbonatar a quantidade de produtos anidros diminui (figura 11 b,c), pois há a carbonatação também do C_3S e do C_2S (HAN et al., 2014).

Figura 11: Mapeamento do módulo de elasticidade e da dureza superficial após carbonatação



a) Histograma de módulo de elasticidade (GPa) para pastas com e sem carbonatação



b) Mapa 2D de dureza superficial
não carbonatado

c) Mapa 2D de dureza superficial
carbonatado

Fonte: Han et al. (2014)

2.1.3 Carbonatação em argamassas de cimento ou mistas

O efeito da carbonatação em argamassas é pouco estudado na literatura. Foi constatado que em argamassas de cal e areia ocorre diminuição dos poros maiores que $0,1\mu\text{m}$ e até 1 ano de carbonatação os poros abaixo desse diâmetro não haviam apresentado mudanças (LAWRENCE et al., 2007).

Ergenç e Fort (2018) ao analisar argamassas de cal aérea verificaram que há uma diminuição da porosidade entre 500nm e $1\mu\text{m}$, mas ocorre um aumento dos poros acima de $10\mu\text{m}$. Já as propriedades mecânicas apresentaram melhorias quanto a resistência à compressão e à tração, mas devido ao preenchimento dos poros na superfície da argamassa, a carbonatação não foi total nesses exemplares. Já em argamassas de cal com resíduo de cerâmica vermelha houve um acréscimo da porosidade devido a inserção do resíduo, o que proporcionou uma carbonatação mais acelerada. Isso ocasionou em microfissuras no interior das amostras, além de formação de cristais instáveis e reprecipitação de carbonato de cálcio secundário. As propriedades como absorção de água por capilaridade e velocidade de onda ultrassônica apresentaram piora devido a carbonatação acelerada. Os autores atribuem essas diferenças ao fato das argamassas possuírem diferentes porosidades, o que afeta diretamente na velocidade e efeitos da carbonatação nesses exemplares.

Arandigoyen e Alvarez (2006) encontraram que a adição da cal em teores de 40% a 100% com relação ao cimento, com a carbonatação da pasta em ambiente com 100% de CO_2 , há uma redução do volume total dos poros em aproximadamente 25% após a carbonatação. Ao analisar argamassas mistas de cimento e cal, Cincotto et al.,

2010 encontraram que a carbonatação diminui a porosidade das argamassas e aumenta sua densidade. Já ao avaliar a influência da carbonatação em misturas com cal dolomítica ou cal cálcica foi encontrado que a cal dolomítica apresenta menor aumento da densidade (1,4 a 4,7%) enquanto as argamassas com cal cálcica tendem a ser de 3,6 a 7,1% mais densas após carbonatar. Ainda assim, não foi possível identificar grandes variações para diferentes cales.

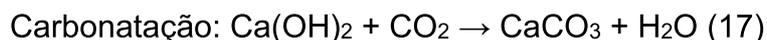
Moraes et al. (2018) avaliaram a profundidade de carbonatação em argamassa de revestimento de cimento, cal e areia com o teor de areia variável. Os prismas foram submetidos a carbonatação por 7, 28 e 56 dias em câmara com concentração de CO₂ de 5%. Aos 56 dias a profundidade de carbonatação no traço com maior teor de areia 1:1:8 foi de 12mm, e percebeu-se que conforme aumentava-se o teor de areia a profundidade de carbonatação também se tornava maior.

2.2 ARGAMASSAS DE REVESTIMENTO

A argamassa é constituída por aglomerantes, areia e água, podendo conter alguns aditivos ou adições. É um material empregado desde a pré-história, e o registro mais antigo sobre aplicação de uma argamassa de cal e areia foi um piso polido de 180m², no sul da Galiléia, produzido a mais de 11.000 anos (CARASEK, 2010). As argamassas de cal entraram em um período de desuso após a invenção do cimento Portland, já que este apresentava propriedades notáveis e ganho de resistência muito mais rápido que as argamassas de cal, que dependem da carbonatação para ganhar resistência (ZAMPIERI, 1993). Com o tempo, percebeu-se que as argamassas de cimento Portland não eram perfeitas, sendo responsáveis pelo aparecimento de diversas manifestações patológicas e acima de tudo, possuindo um elevado módulo de elasticidade, não compatível com as deformações da alvenaria (COELHO, PACHECO-TORGAL, JALALI, 2009). Então, as argamassas mistas de cimento e cal passaram a ser largamente utilizadas, juntando as propriedades mecânicas do cimento à boa retenção de água, molhabilidade do substrato e trabalhabilidade conferida pela cal (QUARCIONI; CINCOTTO, 2005). Nos dias atuais, as melhorias das propriedades da argamassa proporcionadas pelo uso da cal podem ser obtidas pelo uso de aditivos, como por exemplo os incorporadores de ar, e assim, muitas argamassas são dosadas somente com cimento e areia.

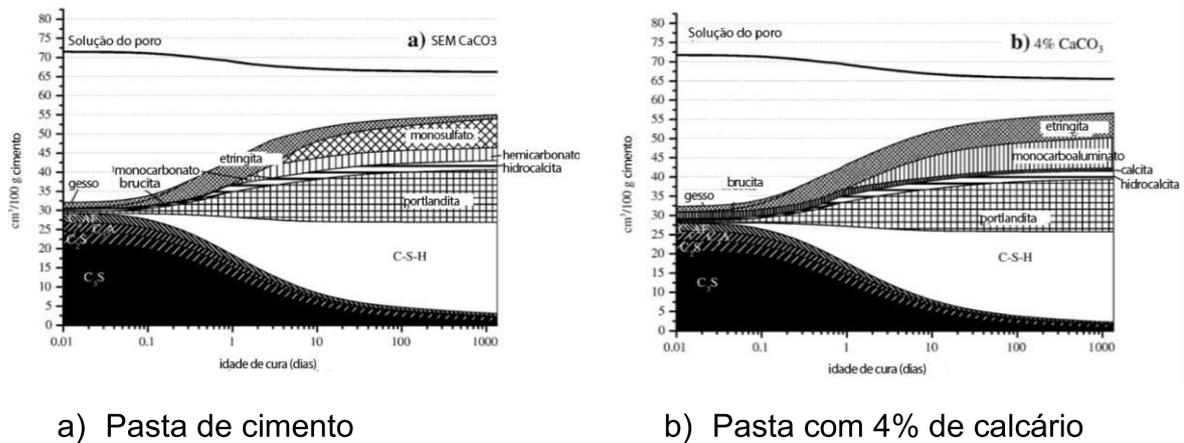
As argamassas de cal aérea têm sua hidratação a partir da carbonatação. O ganho de resistência desse sistema de revestimento se dá pela reação química do Ca(OH)_2 com o CO_2 para formar cristais de CaCO_3 . Seu processo inicia pela evaporação da água presente na argamassa contida na pasta hidratada, seguindo-se para a fase da carbonatação o que confere a argamassa uma resistência superficial imediata. Após isso, a carbonatação vai acontecendo lentamente pela argamassa, sendo esse processo responsável pelo aumento gradual da resistência mecânica das argamassas ao longo do tempo (LIMA, 2014).

As reações químicas da cal desde sua calcinação ao endurecimento são descritas a seguir (POLITO, 2008):



Em argamassas mistas, confeccionadas com cimento Portland e cal, o calcário propicia algumas mudanças na hidratação do cimento. Em um primeiro momento a cal age acelerando a hidratação, pois gera pontos de nucleação para hidratação de C-S-H o que resulta na formação de monocarboaluminato de cálcio hidratado ($\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Além disso, a formação de monocarbonato propicia uma estabilização da etringita presente na hidratação do cimento (LOTHENBACH et al., 2008; VOGLIS et al., 2005). Observa-se essa estabilização da etringita na figura 12, onde, por modelagem foram estimados os volumes de componentes presentes na hidratação do cimento, e na hidratação de matriz mista de cimento e calcário (4%). É possível notar que na matriz sem calcário há uma diminuição da etringita ao longo do tempo devido à presença de monossulfato. Como na matriz com calcário existe a formação de monocarbonato ao invés de monossulfato a etringita se torna estável, com seu volume 80% maior em relação a pasta de referência (LOTHENBACH et al., 2008).

Figura 12: Modelagem de previsão de hidratação para pasta de cimento e calcário



Fonte: Lothenbach et al. (2008)

As argamassas mistas de cal e cimento possuem uma maior retenção de água no estado fresco, o que implica em manter a água de amassamento por mais tempo na mistura, conferindo um maior grau de hidratação final do cimento. Isso ocorre porque a cal é composta de cristalitos de pequenas dimensões que mantêm uma película de água aderida no seu entorno (AGOPYAN, 1985; PASSOS GUIMARÃES, 1997 apud QUARCIONI, V. A; CINCOTTO, M. A, 2005). Essa película de água fica livre quando a cal se combina com o CO_2 para gerar carbonato de cálcio, isso pode contribuir para a hidratação prolongada do cimento, melhorando a resistência mecânica e consequentemente a aderência (RAGO, CINCOTTO, 1999).

Além de conferir maior retenção de água, a cal também melhora a trabalhabilidade da pasta, pois possui partículas muito finas que trabalham como um lubrificante para os grãos de areia, diminuindo o atrito entre eles. Em certos casos, com o uso de aditivos que também proporcionam melhora nas propriedades das argamassas a cal tem deixado de ser utilizada, porém, a principal vantagem do uso da cal em argamassas é que ela permite que o sistema suporte maiores deformações, pois tornam as argamassas menos rígidas, diminuindo o módulo de elasticidade da mistura, sem afetar a resistência à tração, o que torna essas argamassas menos suscetíveis a fissuração (COELHO, PACHECO-TORGAL, JALALI, 2009).

2.2.1 Propriedades das argamassas no estado endurecido

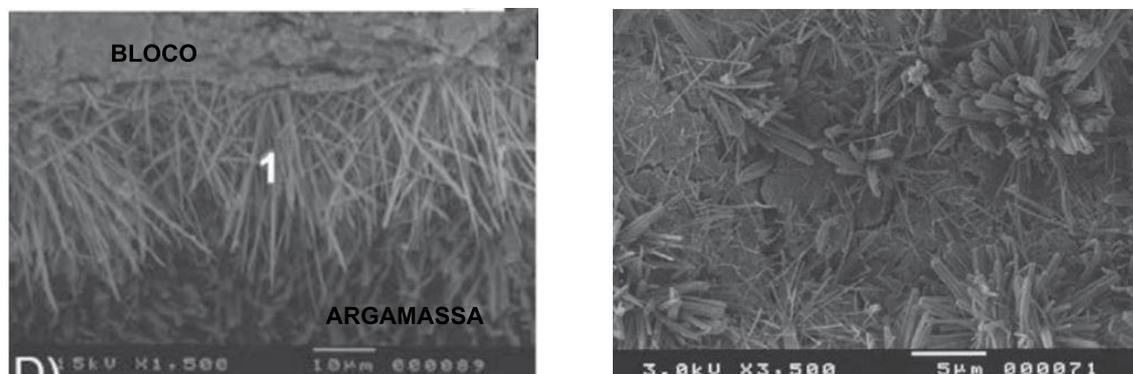
Neste subcapítulo foram revisadas as propriedades das argamassas possivelmente afetadas pela carbonatação, entre elas, aderência do revestimento, interface, módulo de elasticidade e retração.

2.2.1.1 Análise microestrutural da interface argamassa/bloco

Segundo Carasek (1996) o intertravamento mecânico entre a argamassa e o substrato cerâmico se dá principalmente pelos cristais de etringita formados no interior dos poros, resultantes da hidratação da pasta de cimento. Isso ocorre porque a gipsita, é a primeira a se solubilizar e liberar íons sulfato e aluminatos que são levados com a água da mistura para o interior dos poros do substrato. Além disso, os elementos químicos mais encontrados na interface são o Ca, S, Al e Fe. No estudo não foi possível identificar presença de microfissuras que pudessem induzir rupturas na interface, o que levanta a hipótese de fragilidade nesta região pela maior porosidade.

Segundo Polito, Junior e Gomes (2009) os cristais de etringita formados na interface tendem a seguir uma direção perpendicular a mesma e são maiores que os presentes na matriz. Ainda, pelas microscopias realizadas, os autores comentam que a etringita é o único cristal visível formado na interface (figura 14 (a)), isso pode ser explicado pela etringita ser a primeira fase a cristalizar nos poros não deixando espaço livre para os demais cristais se formarem. Além disso, os autores apontam que a formação da etringita não é uniforme em toda a superfície (figura 14 (b)), existindo áreas com grande formação e outras sem nenhuma o que se deve a presença de defeitos na interface, regiões com falha de contato entre argamassa e substrato irão proporcionar espaço para crescimento dos cristais de etringita. Isso mostra a heterogeneidade da extensão de aderência que pode ser influenciada pelo tipo de aplicação, trabalhabilidade da argamassa e estrutura porosa do substrato.

Figura 13: Microestrutura da interface argamassa/substrato avaliada a partir de MEV



a) Microscopia eletrônica do perfil da interface

b) Microscopia eletrônica da interface substrato/argamassa

Fonte: Polito, Junior e Gomes (2009)

A adição da cal na mistura também causa uma alteração nos cristais de etringita formados na interface. Enquanto os cristais formados em misturas de cimento apresentam forma alongada e fina em misturas mistas, conforme adiciona-se cal, os cristais tendem a tornar-se mais curtos e mais largos, o que pode impactar na resistência de aderência uma vez que haverá diferenças no intertravamento entre os cristais (POLITO; JUNIOR; GOMES, 2009).

2.2.1.2 Módulo de elasticidade das argamassas

As argamassas de revestimento e de assentamento devem ser capazes de suportar deformações sem apresentar fissuras nem comprometer a integridade do revestimento, não comprometendo sua aderência, estanqueidade e durabilidade. Essa propriedade está relacionada com o módulo de elasticidade das argamassas, e diretamente associada a resistência mecânica. (CARASEK, 2010).

Segundo John (2003) apud Polito, (2008) as argamassas que apresentam resistência de aderência inicial superior as demais nem sempre são as que terão maior vida útil, isso porque um maior teor de cimento eleva o módulo de elasticidade das argamassas, e elas devem possuir um módulo baixo. Os principais esforços sofridos nas argamassas de revestimento estão relacionados com os ciclos de molhagem e secagem o que influencia diretamente da tensão de cisalhamento das mesmas, a retração da estrutura e da argamassa, a fluência e a carbonatação do revestimento.

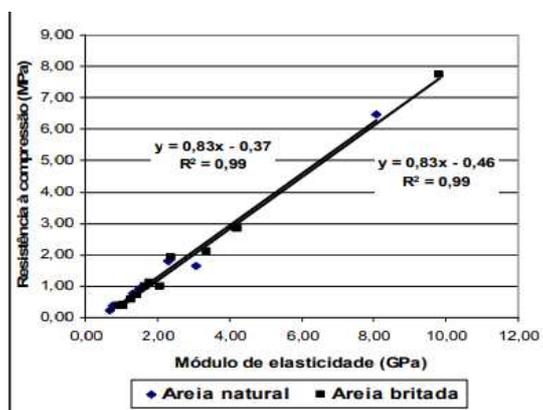
Os esforços cíclicos irão gerar microfissuras no revestimento e principalmente da interface entre a argamassa e substrato, sendo que as tensões de cisalhamento são maiores em argamassas com maior módulo de elasticidade.

Alguns autores sugerem valores de módulo de elasticidade ideal das argamassas. Gomes (1995) apud Polito 2008, sugere que o módulo de elasticidade das argamassas seja inferior a 10GPa, enquanto Aguilar et. al. (2004) apud Polito 2008 sugerem que a relação entre módulo de elasticidade dinâmico/resistência à tração por flexão seja inferior a 0,04%. Em todos os estudos, a intenção é que a argamassa seja mais deformável.

Segundo Kovler e Frostig (1998) para diminuir a probabilidade de fissuração normal ao revestimento é necessário procurar um equilíbrio entre um baixo módulo de elasticidade das argamassas e uma adequada resistência mecânica.

Silva e Campiteli (2008) estudaram argamassas de cimento, cal e areia de maneira a verificar a influência dos constituintes da argamassa no módulo de elasticidade e nas demais propriedades mecânicas. Foi verificado que a quantidade de água é um fator de grande significância nas resistências à compressão, tração na flexão e aderência à tração e ainda, quanto maior o consumo de cimento, maior as resistências mecânicas e conseqüentemente, maior a fissuração dos revestimentos. Dentre as propriedades avaliadas mostraram ter significância no módulo de elasticidade dinâmico o tipo de areia, teor areia/aglomerante e teor de cal/cimento. Ainda, a capacidade de deformação das argamassas está diretamente relacionada com a sua resistência à compressão conforme indicado na figura 14.

Figura 14: Correlação entre o módulo de elasticidade dinâmico x resistência à compressão

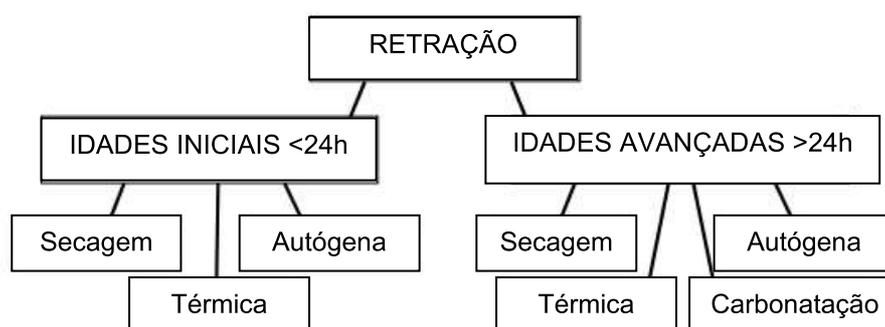


Fonte: (SILVA; CAMPITELI, 2008)

2.2.1.3 Retração em matrizes cimentícias

O processo de retração é uma das propriedades mais preocupantes em argamassas e concretos e elas ocorrem em dois estágios distintos, em idades iniciais, ou seja, até as primeiras 24 horas e idades avançadas, a partir de 24 horas. Em cada um dos estágios, diferentes processos de retração estão envolvidos conforme descrito no esquema da figura 16 (HOLT, 2001).

Figura 15: Esquema representativo sobre os processos de retração em matrizes cimentícias



Fonte: HOLT, (2001)

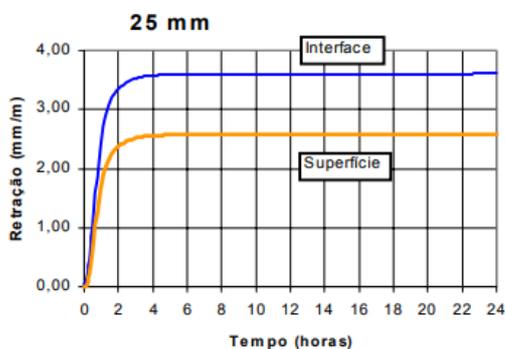
A retração é a redução de volume de um determinado composto cimentício podendo estar relacionada com diversas causas como a perda de água da mistura, podendo acontecer antes e depois da pega. Sua extensão dependerá das propriedades dos materiais, temperatura, umidade relativa entre outros (PEREIRA, 2007). A mistura pode perder água por diversos fatores, secagem, evaporação, sucção de água pelo substrato. A água presente dentro de um composto cimentício pode ser classificada em: água capilar que está retida por tensão capilar em poros de 5 a 50nm, água livre que está presente em poros maiores que 50nm, água adsorvida na superfície dos sólidos da pasta, água interlamelar que está entre as estruturas do C-S-H e só é perdida com umidade relativa abaixo de 10%, e a água quimicamente combinada com os compostos cimentícios e que só é perdida em temperaturas superiores a 100°C (MEHTA, MONTEIRO, 2006).

Para Kopschitz et al., (2002) um grande impecílio laboratorial para medir o efeito da retração no estado fresco, resistência à tração e módulo de elasticidade é a desconsideração da influência do substrato em que a argamassa é aplicada, o que compromete os resultados dos ensaios qualitativa e quantitativamente.

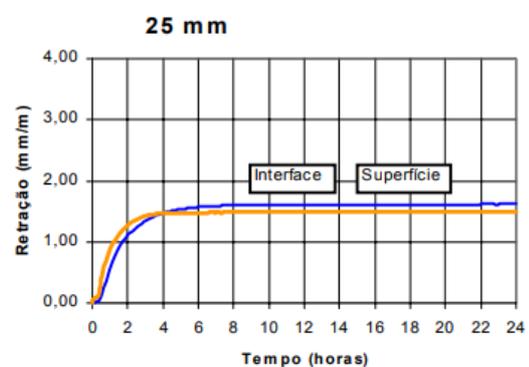
Bastos (2001) testou uma metodologia de medição de retração até 24 horas em argamassas mistas moldadas em cima de um bloco cerâmico com diferentes

umidades de maneira a avaliar como a retração é influenciada no conjunto de revestimento. Como resultados, quando analisadas as propriedades com variável sendo a umidade do bloco, nota-se que a retração é maior nas argamassas aplicadas em blocos com 0% de umidade, e ocorrem também variações no módulo de elasticidade e resistência à tração que aumentam, e a porosidade da argamassa que diminui, isso devido a sucção de água que o bloco exerce sobre a argamassa. Além disso, o trabalho avaliou ainda a retração medida na interface da argamassa com o bloco e na superfície da argamassa (figura 17). Para blocos secos, a retração na interface foi superior à da superfície, isso porque há grande sucção de água pelo bloco. Já quando analisada a retração com o bloco com 50% de umidade a retração na interface e na superfície são praticamente iguais, o que indica um equilíbrio entre a perda de água por sucção e por evaporação, essa situação depende das condições de temperatura e umidade durante o ensaio. E, em blocos totalmente saturados o quadro se inverte, e a retração ocorre com maior intensidade na superfície que na interface, com o fluxo de perda de água ocorrendo em direção a superfície.

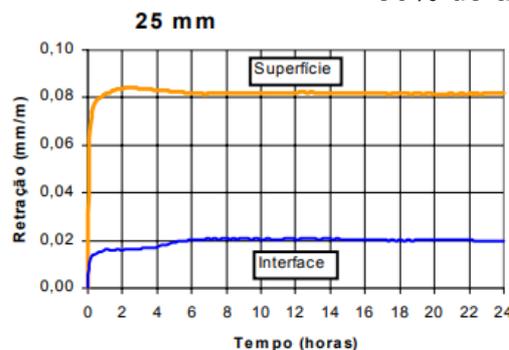
Figura 16: Análise da retração no estado fresco na interface argamassa/bloco e na superfície



a) Retração avaliada em blocos secos



b) Retração avaliada em blocos com 50% de umidade



c) Retração avaliada em blocos saturados

Fonte: Bastos (2001)

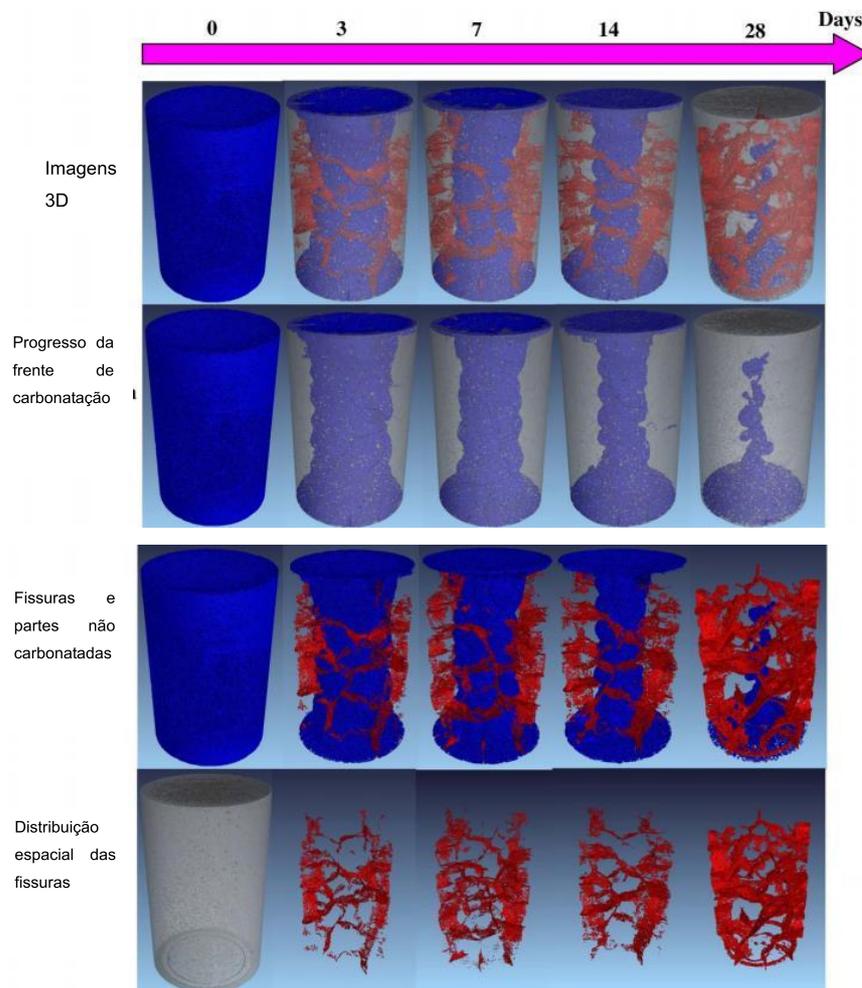
Os compósitos cimentícios sofrem ainda com a retração por carbonatação, uma retração por depressão capilar devido a transformação da portlandita em calcita. A transformação deste composto em carbonato provoca um ganho de massa de até 35% o que diminui o espaço entre as partículas na estrutura interna da matriz cimentícia e causa a retração (BASTOS, 2001).

Powers (1962) apud Ye, Radlinska e Neves (2017) atribuiu a retração por carbonatação pela temporária redução do estresse interno durante a dissolução da portlandita, e ainda argumentou que apesar da precipitação da calcita, não haviam pressões da cristalização dos compostos nos poros. Isso mais tarde mostrou-se não estar correto, uma vez que os cristais de CaCO_3 ocupam um maior espaço interno. Outros autores atribuem a retração por carbonatação pela decalcificação do C-S-H durante as reações de carbonatação, à medida que os íons cálcio vão se dissolvendo, há a transformação do silicato hidratado que decompõe-se, retrai e se polimeriza em sílica gel (CHEN; THOMAS; JENNINGS, 2006; MATSUSHITA; AONO; SHIBATA, 2004).

Segundo Houst (1997) a retração devido a carbonatação tende a ser menor em argamassas que em pastas devido à presença de agregado miúdo na matriz. Ainda assim, a retração tende a causar microfissuras que aceleram a propagação da carbonatação mesmo com a diminuição da porosidade nos compósitos cimentícios e o efeito tende a ser mais severo em matrizes mais porosas, ou seja, com uma alta relação a/c.

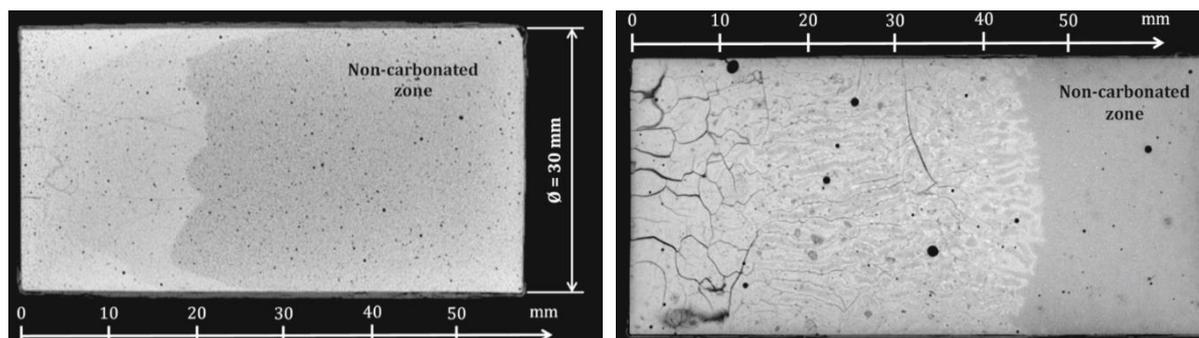
Na figura 18 é possível acompanhar a formação de microfissuras em uma pasta de cimento, com relação a/c 0,53, que passou por um processo de cura submersa durante 56 dias e após foi submetida a carbonatação. Os autores fizeram o acompanhamento da profundidade de carbonatação, porosidade e surgimento de microfissuras durante 28 dias em um equipamento de tomografia computadorizada com resolução de $86\mu\text{m}$. Nota-se que conforme a carbonatação foi avançando no corpo de prova, a quantidade de microfissuras aumentou consideravelmente (HAN et al., 2013).

Figura 17: Progresso da carbonatação e fissuras em diferentes idades



Fonte: HAN et al., (2013)

Em estudo realizado por Kangni-Foli et al., (2021) a retração por carbonatação mostrou-se mais severa em matrizes cimentícias que possuam majoritariamente C-S-H a ser carbonatado, casos em que a utilização de pozolanas muito reativas possam consumir grande quantidade do CH da matriz. Isso ocorre pois, em matrizes que possuam baixa reserva alcalina, as reações de carbonatação provocam a decalcificação do C-S-H e a formação de sílica gel de forma mais acelerada, o que gera excessiva retração e formação de microfissuras. A presença de CH na matriz mostrou não somente postergar a carbonatação do C-S-H como também, mitigar a retração e microfissuração das pastas.



a) Matriz cimentícia composta por CH e C-S-H;

b) Matriz cimentícia composta majoritariamente por C-S-H

Fonte: KANGNI-FOLI et al., (2021)

2.2.1.4 Conceitos de durabilidade

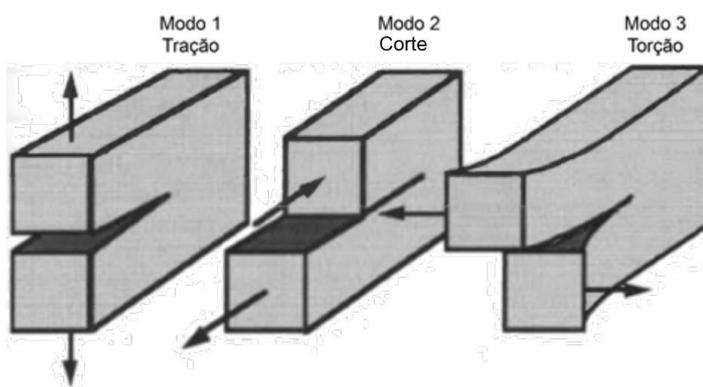
De modo geral a durabilidade de um material está diretamente ligada ao tempo em que o mesmo mantém sua forma original sob determinadas condições, então, a definição de durabilidade sempre está ligada as condições de exposição daquele material. Pode-se definir de forma abrangente que a durabilidade de um determinado material é a sua capacidade de resistir as abrasões, ataques químicos, ações climáticas entre outros, mantendo sua condição original, sua qualidade e manutenibilidade (MEHTA; MONTEIRO, 2006). Especificamente para argamassas de revestimento a durabilidade é influenciada basicamente por processos físico-mecânicos, químicos e biológicos, e esses processos podem deteriorar a argamassa tanto no estado fresco como no estado endurecido (KAZMIERCZAK et al., 2016).

Um fator que deve ser levado em consideração no estudo da durabilidade de materiais a base de cimento é a fadiga do material, que se define por ser o limite de resistência que determinado elemento suporta por um determinado número de ciclos antes de colapsar (JIANG et al., 2017). A fadiga pode ser originada por dois processos de carregamento, (i) o de ciclos curtos onde um grande estresse é aplicado no material, como em casos de terremoto e (ii) ciclos longos onde o estresse aplicado no material é baixo, mas ocorre por longos períodos ou repetidas vezes, como é o caso de cargas dinâmicas sobre um pavimento, cargas de vento em uma fachada (LEE; BARR, 2004). Nesse mesmo sentido, os sistemas de revestimento estão expostos durante toda sua vida à ciclos de molhagem e secagem, que causam pequenos estresses ao material, mas duram um longo período, expondo os sistemas à fadiga continuamente.

Uma vez que um material é exposto a ciclos repetitivos que causam fadiga, ocorre a degradação do mesmo a partir da formação e propagação de fissuras. O fator de intensidade de estresse é um índice que representa a magnitude do estresse na ponta de uma fissura, quando o coeficiente de intensidade de estresse atinge um valor crítico a fissura começa a propagar, isso significa que um material fissurado antes de ser solicitado, tende a propagar fissuras mais rapidamente que um material que possui poucos pontos críticos. (ANDERSON, 2017).

De modo geral existem 3 tipos de carregamentos no entorno de uma fissura, (i) carregamentos normais ao plano da fissura gerado por tração, (ii) paralelas ao plano da fissura gerado por compressão e (iii) fora do plano da fissura, gerado por torção. Um material fissurado, quando solicitado, pode estar exposto a qualquer um desses carregamentos, e em vezes, a uma combinação destes. (ANDERSON, 2017).

Figura 18: Modos de carregamentos em fissuras



Fonte: Anderson (2017)

Revestimentos externos de argamassa são considerados por diversos autores como os mais suscetíveis a deteriorações, pois é o primeiro sistema construtivo a entrar em contato com mecanismos de deterioração. São também muito facilmente danificados e geram como consequência diversos efeitos secundários às edificações além de desconforto ao usuário e altos custos de manutenção. (KIRKHAM; BOUSSABAIN, 2005; SILVA; DE BRITO, 2021). Alguns autores inclusive consideram os revestimentos de argamassa como um material de “sacrifício” que além de serem utilizados de forma estética servem para proteger as cerâmicas e o interior da edificação (ARIZZI; VILES; CULTRONE, 2012).

Grilo et al., 2014 considera que a durabilidade de sistemas de revestimento (cerâmica+argamassa) está ligada a compatibilidade de três parâmetros: (i) o módulo de elasticidade dos materiais, (ii) as suas resistências mecânicas e (iii) a interação

dessas propriedades na interface. Nesse sentido, alguns autores consideram que argamassas contendo presença de cal hidráulica adequam-se melhor às movimentações diferenciais da estrutura, enquanto que as argamassas de cimento possuem mais probabilidade de fissurarem devido à incompatibilidade mecânica entre os materiais do sistema. (FORSTER; SZADURSKI; BANFILL, 2014; FUSADE; VILES, 2019). Essa afirmação, porém, pode ser questionada, uma vez que estudos que compararam argamassas compostas por cal hidratada e argamassas de cimento submetidas à ciclos de molhagem e secagem chegaram à conclusão de que em 5 ciclos as argamassas de cal já apresentavam muitas fissuras e haviam desintegrado em algumas partes, enquanto que argamassas de cimento se mantinham íntegras. (BOMPA; ELGHAZOULI, 2021). Esse comportamento pode ser explicado devido a evolução dos aditivos químicos, como incorporadores de ar, retentores de água e superplastificantes, onde é possível desenvolver argamassas de cimento e areia com propriedade tão boas quanto às argamassas de cal.

Segundo Anderson (2017), ao trabalhar com um material elástico, de comportamento previsível e possivelmente modelado por meio de elementos finitos é possível calcular o coeficiente de intensidade de estresse crítico, e trabalhando abaixo deste intervalo, é possível atingir a durabilidade prevista para o material. Entretanto, uma grande parcela dos materiais da construção civil não possui comportamento elástico linear, além de trabalharem de forma conjunta como argamassa/substrato, concreto/aço, pasta de cimento/agregados, o que dificulta a previsão e verificação de fatores que prejudiquem na durabilidade.

É consenso que o principal fator ligado à deterioração de materiais porosos é a presença de água no material. (METHA; MONTEIRO, 2006). Portanto alguns autores adotam como regra geral que uma argamassa de revestimento deve absorver pouca quantidade de água, mas possuir uma alta permeabilidade ao ar, para permitir que o pouco de água absorvida seja facilmente evaporado. (GROOT et al, 2010).

Ensaio para análise de durabilidade nos revestimentos de argamassa geralmente são realizados em laboratório, avaliando o efeito de ciclos de molhagem e secagem, gelo e degelo, ataques por sais, entre outros. Comumente são realizados em condições padrão de laboratório, que não necessariamente representam as condições reais, uma vez que dependem de fatores como temperatura, umidade relativa, radiação solar, vento, chuva e poluentes. Além disso, é comum a realização destes ensaios em amostras padronizadas (como por exemplo em exemplares

prismáticos de 4x4x16cm) que possuem diferenças significativas de porosidade interna, textura superficial, cura e execução comparadas às amostras aplicadas sobre um substrato. Ainda assim, ensaios de envelhecimento acelerado são muito úteis para entender o comportamento do mecanismo de deterioração em um material. (ARIZZI; VILES; CULTRONE, 2012).

Dehestani, Hosseini, Taleb Beydokhti (2020) analisaram o efeito de ciclos de molhagem e secagem em argamassas de traço 1:1 (cimento : agregado miúdo) e concretos de traço 1:3,4:1,3 (cimento : agregado miúdo : agregado graúdo) na resistência à fratura dos modos propostos por Anderson (2017) e concluíram que, para ambos os modos I e II tanto a argamassa quanto o concreto tem menor resistência à fratura quando a porosidade do exemplar aumenta, devido a facilidade que uma fissura tem de se propagar. Além disso, concluíram que quanto mais ciclos térmicos (20 ciclos), menor é a resistência à fratura de um material, pois esse vai se degradando ao longo do envelhecimento acelerado. Além disso foi notado que, quanto maior o teor de pasta no traço, mais sensíveis às ciclagens as amostras tendem a ser.

No Brasil a norma que regulamenta o procedimento do ensaio de envelhecimento acelerado é a ABNT NBR 15575 – 4 (2013), a qual especifica um número de ciclos de molhagem e secagem de 10 ciclos, aquecendo a amostra até $80 \pm 3^{\circ}\text{C}$, mantendo a amostra neste patamar por 1 hora e após, resfriando com água até que o corpo de prova atinja $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. O método de avaliação é a verificação de aparecimento de fissuras e variação dimensional horizontal máxima. Já as normas internacionais (ASTM C1185-8; ISO 8336) que avaliam o envelhecimento, propõem análise do comportamento da argamassa pela medição da fadiga do material.

Existem algumas propostas de melhoria para o ensaio de ciclagem térmica proposto pela norma, a fim de simular ainda mais uma condição real. Oliveira; Fontenelle; Mitidieri Filho, (2014) propuseram alguns procedimentos para melhoria do ensaio de envelhecimento acelerado proposto pela norma brasileira, como adotar um tempo mínimo de aquecimento da superfície de pelo menos 1 hora, manter o patamar de temperatura durante 2 horas, limitar a quantidade de água aspergida no processo de resfriamento.

2.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO NANOESTRUTURAL DA INTERFACE

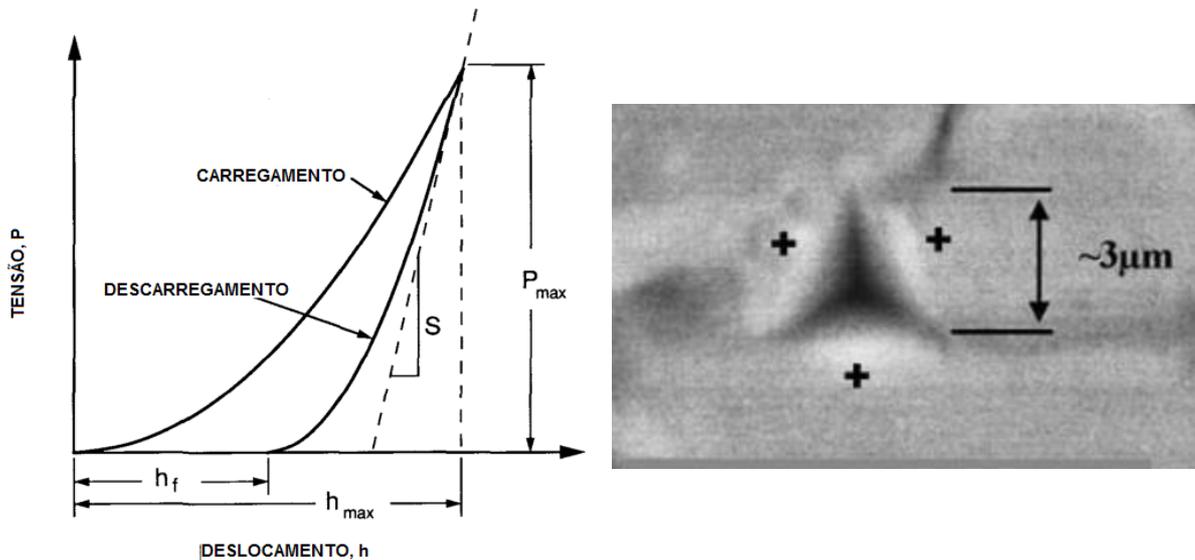
Neste item são abordados alguns dos métodos de análise utilizados para caracterizar micro e nanoestruturalmente interfaces, suas limitações e aplicações.

As interfaces de matrizes cimentícias são objetos de estudo a muitos anos, porém, somente nas últimas décadas com o avanço das técnicas de análise em microescala que foi possível a real visualização dessa região (MONTEIRO; MASO; OLLIVIER, 1985, ZHU; BARTOS, 2000). São diversas as técnicas que podem ser utilizadas para a análise das interfaces, dependendo da aplicação. As mais comuns são os nanoindentadores, para medição de módulo de elasticidade e dureza, o microscópio eletrônico de varredura, para caracterização química, quando acoplado com EDS e estrutural dos compostos presentes, difração de raios x – DRX para quantificação dos compostos presentes na região, entre outros (OLLIVIER; MASO; BOURDETTE, 1995; SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGESSEN, 2004a; XIAO et al., 2013).

A técnica de indentação vem sendo utilizada a muitos anos para fornecer informações sobre as propriedades mecânicas dos materiais. Seu mecanismo é simples, trata-se de utilizar uma ponteira, de material com dureza e módulo de elasticidade conhecido, e a partir de uma força conhecida, penetrar a amostra. A marca causada por essa penetração é maior em materiais de baixa dureza e menor em materiais de alta dureza superficial. A partir da marca causada na amostra é possível calcular o módulo de elasticidade e dureza superficial de determinado material (OLIVER; PHARR, 1992; ULM et al., 2007; ZHU et al., 2007).

Dentre as medidas de dureza possíveis destacam-se a dureza Vickers, dureza Rockwell e dureza Brinell, sendo essas, medidas pelas dimensões da marca causada pela indentação, e com escala de grandeza própria, podendo ser convertida para GPa, e nanoindentadores, equipamentos mais modernos que a partir da indentação geram curvas de tensão/deslocamento e pode-se então calcular as propriedades mecânicas. O princípio dos métodos é similar, tendo como principal diferença o tamanho da ponteira, no caso dos microindentadores a ponteira possui dimensões na ordem de micrometros e em nanoindentadores na ordem de nanômetros.

Figura 19: Método de indentação em uma amostra de concreto



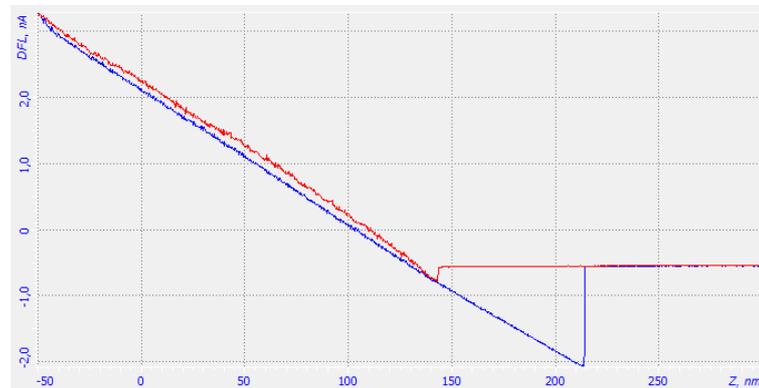
a) Curva tensão/deslocamento típica de nanoindentação

b) Marca típica da indentação de uma ponteira tipo Berkovich

Fonte: Adaptado de Oliver, Pharr (1992) e de Zhu et al. (2007)

Na microscopia de força atômica, há a possibilidade de causar indentações em um determinado material sem necessitar acoplar um nanoindentador ou uma ponteira berkovich, isso porque o método de análise por contato da ponteira com a amostra permite indentar a amostra com uma ponteira de dimensões muito pequenas, geralmente na escala atômica. Quando a ponteira entra em contato com um determinado material, ela se deforma, e a deflexão da curva é medida pelo equipamento, que a partir de valores conhecidos, como o coeficiente de Poisson do material, o ângulo da ponteira e a força da ponteira, converte o gráfico deflexão x deslocamento (Figura 20) em um gráfico força x indentação (figura 21) (LOPES; FONSECA FILHO, 2015)

Figura 20: Deflexão do cantilever x deslocamento

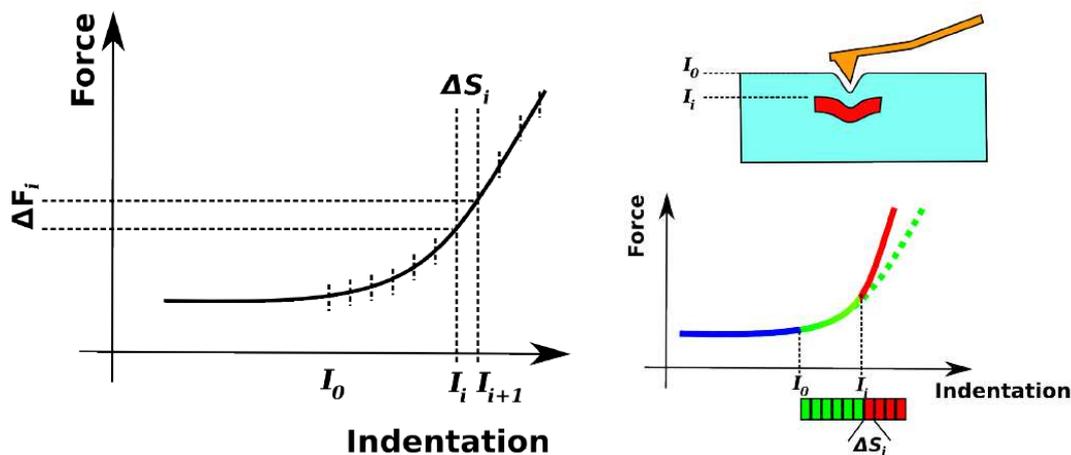


Fonte: Elaborado pela autora

A partir da curva de força deslocamento da figura 20, é gerada então uma nova curva de força/indentação (figura 21) que permite o cálculo do módulo de elasticidade pela utilização do modelo de Hertz (1989).

A figura 21 mostra uma curva típica gerada pela indentação da ponteira com a amostra.

Figura 21: Representação da curva força x indentação



a) Gráfico força x indentação gerado a partir do gráfico deflexão x deslocamento.

b) Interpretação das variações de força e indentação no gráfico. Material com baixa dureza (verde) material com alta dureza (vermelho)

Fonte: RODUIT et al., (2009)

O módulo de elasticidade pode ser calculado pela equação 18.

$$\Delta E = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} * \frac{\Delta F}{\Delta \delta^2} * (1 - \nu^2) \quad (18)$$

Onde:

E: Módulo de elasticidade

α : Semi-ângulo da ponteira utilizada (18° em radianos)

F: Força de indentação

δ : Profundidade de indentação

ν : Coeficiente de Poisson do material

Com base na curva determina-se uma profundidade de indentação padrão para todos os pontos analisados e tem-se o somatório das indentações x somatório da força para determinada profundidade de indentação, aplicando na fórmula, com o ângulo da ponteira informado pelo fabricante, e com coeficiente de Poisson conhecido, tem-se o módulo de elasticidade de determinado ponto (RODUIT et al., 2009).

A utilização de técnicas de análise nanoestrutural para caracterização de materiais cimentícios vem sendo utilizada a alguns anos, buscando avaliar as propriedades das zonas de transição e modificações da matriz. Dentre os resultados obtidos, o módulo de elasticidade é um dos mais analisados (SÁEZ DEL BOSQUE et al., 2017; WANG et al., 2009; XIE et al., 2015; YE; RADLIŃSKA; NEVES, 2017)

Com base em diversos trabalhos, foi possível então desenvolver a tabela 1, resumindo os resultados de módulo de elasticidade de diversos compostos encontrados em matrizes cimentícias.

Tabela 1: Resumo dos módulos de elasticidade obtidos a partir de micro e nanoindentação

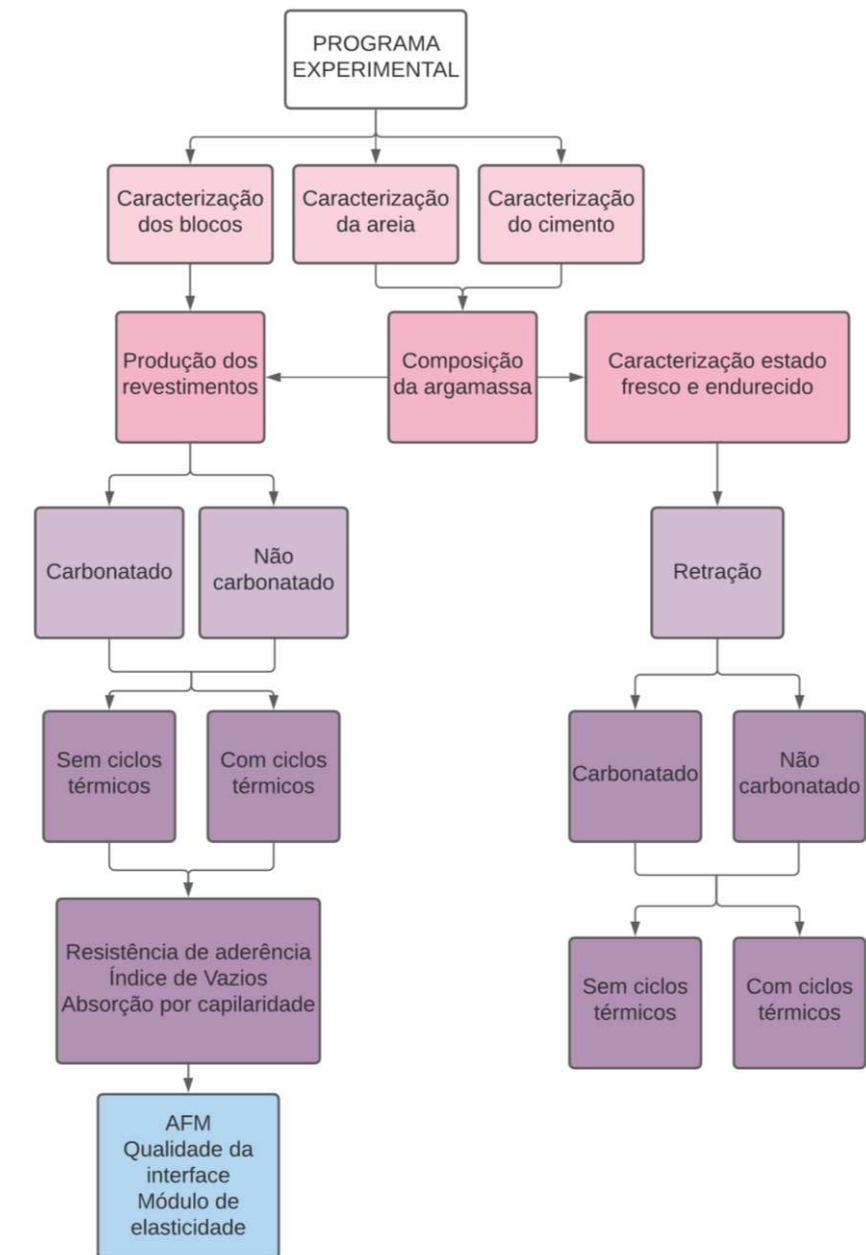
	Constantinides e Ulm (2004)	Constantinides e Ulm (2005, apud Souza 2011)	Zhu et al. (2007)	Sorelli et al. (2008)	Li et al. (2012)	Hu e Li (2015)	Han et al. (2014)	Ashraf and Tian (2016)
C-S-H								
Baixa Densidade	21,7±2,2	18,8±4,0	23,4±3,4	19,7±2,5	25±15	24,2	18±3	35 ± 5
C-S-H Alta Densidade	29,4±2,4	30,1±4,0	31,4±2,1	34,2±5,0	25±15	30,3	25±5	35 ± 5
CH	38±5	41,0±3,9	-	-	43±10	36,4	45±10	-
CaCO ₃	-	-	-	-	-	-	70±10	65
Microporo	-	-	-	7,0±4,0	4±5	0	5±5	-
Macroporo	-	9,1±2,3	-	-	4±5	0	5±5	-
Pasta de cimento	-	21,6±3,2	-	-	-	-	-	-
Areia	-	-	-	76,3±15,1	>50	-	-	-
Cimento Anidro	-	-	-	141,1±34,8	>50	90,3	>100	-

Fonte: Elaborada pela autora

3 METODOLOGIA

Este capítulo engloba os procedimentos a serem realizados no programa experimental, o planejamento dos métodos, os fatores de controle e níveis de resposta de maneira a atingir os objetivos definidos.

Figura 22: Fluxograma do programa experimental



Fonte: Elaborado pela autora

3.1. FATORES E VARIÁVEIS

A seguir estão apresentados os fatores fixos, os níveis de estudo, as variáveis e os limites do trabalho.

3.1.1 Fatores de controle com níveis variáveis

Na tabela 2 estão apresentados os níveis de estudo e fatores de controle a serem executados neste trabalho, totalizando 4 combinações de argamassas que comporão os revestimentos.

Tabela 2: Fatores de controle e níveis de estudo do trabalho

Fatores de controle	Não carbonatado		Carbonatado	
Níveis de estudo	Sem envelhecimento	Com envelhecimento	Sem envelhecimento	Com envelhecimento
Nomenclatura	NC	NC E	C	C E

Fonte: Elaborado pela autora

A nomenclatura dos corpos de prova foi especificada por NC – Não carbonatado e C – Carbonatado. A letra E foi acrescentada ao final de cada sigla para indicar que se tratava de amostras que passaram por envelhecimento acelerado.

3.1.2 Fatores fixos

Os fatores de controle deste trabalho foram:

- a) Tipo de cimento: Cimento Portland tipo V – CP V ARI;
- b) Tipo de agregado: areia quartzosa fina;
- c) Traço da mistura de 1:4;
- d) Processo de cura das argamassas por 190 dias em ambiente com umidade relativa em $95\% \pm 5\%$;
- e) Teor de CO_2 na câmara de carbonatação de 5% e UR de $60\% \pm 5\%$;

3.1.3 Variáveis de Resposta

As variáveis de resposta contemplam as análises macro e microestruturais dos sistemas de revestimento antes e depois da carbonatação total e parcial.

Quadro 2: Variáveis de resposta do programa experimental

Tipo de análise	Variáveis de resposta	Nº de repetições
Macroestrutural	Resistência de aderência à tração	13
	Coeficiente de capilaridade	3
	Índice de vazios	
Microestrutural	Módulo de elasticidade da argamassa e da interface	3

Fonte: Elaborado pela autora

A partir das variáveis de resposta é possível quantificar a amostragem total do programa experimental. Para quantificar os substratos revestidos considerou-se um bloco de dimensões 14x19x44cm, no total, foram moldadas argamassas sobre 19 faces cerâmicas.

3.2 MATERIAIS

Os materiais utilizados para a confecção dos sistemas de revestimento e das argamassas estão descritos na sequência.

3.2.1 Cimento

O cimento utilizado no desenvolvimento da pesquisa é o CP V ARI da marca Cauê, pelo fato deste ter uma hidratação mais rápida que os demais, de modo a minimizar a influência da hidratação ao longo das etapas de sazonalidade e carbonatação das amostras. Além disso, esse tipo de cimento tende a garantir uma melhor resistência de aderência do revestimento por ser mais fino que os demais.

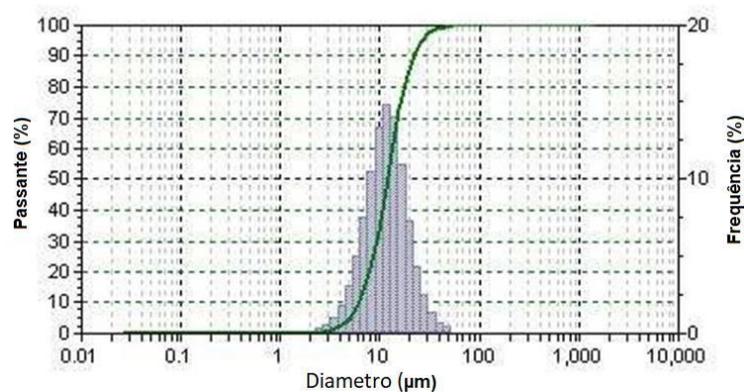
Na tabela 3 estão apresentados os resultados da caracterização química do cimento, e na figura 23 da distribuição granulométrica das partículas. O cimento CPV apresentou D10, D50 e D90 de 6,17 µm, 11,54 µm e 21,63 µm, respectivamente.

Tabela 3: Caracterização química por FRX do cimento

Elemento	(%)
Na ₂ O	N.D.
MgO	3,715
Al ₂ O ₃	3,493
SiO ₂	13,978
SO ₃	3,71
Cl	0,07
K ₂ O	1,117
CaO	64,359
TiO ₂	0,194
V ₂ O ₅	0,018
Cr ₂ O ₃	0,005
MnO	0,07
Fe ₂ O ₃	2,935
CuO	0,004
ZnO	0,005
As ₂ O ₃	0,002
Rb ₂ O	0,004
SrO	0,275
Y ₂ O ₃	0,003
ZrO ₂	0,011
SnO ₂	0,004
BaO	0,024
Perda ao fogo	6,004
Total	100

Fonte: ITT Fossil

Figura 23: Distribuição granulométrica do cimento



Fonte: Laboratório de caracterização e valorização de materiais (IcvMAT)

3.2.2 Substratos Cerâmicos

Os blocos cerâmicos utilizados nesta pesquisa são de face lisa, e foram coletados da empresa Cerâmica Princesa, localizada em Rio do Sul, Santa Catarina. Os blocos possuem dimensão de 14x19x44cm, caracterizados como blocos de amarração estrutural, possuindo resistência à compressão de 7MPa.

Foi utilizada somente a face do bloco, ou seja, o mesmo foi cortado e a moldagem do sistema de revestimento deu-se somente sobre a face do bloco já cortada.

3.2.2.1 Caracterização física dos substratos

Foram determinadas as características físicas e geométricas conforme descrito na ABNT NBR 15270-2:2017. A resistência à compressão dos blocos foi disponibilizada pela cerâmica, com valor de 7,00Mpa.

Tabela 4: Caracterização dos substratos cerâmicos

Ensaio	Resultado	Desvio Padrão	Unidade de medida
Absorção de água total	11,37	0,99	(%)
Absorção de água inicial	15,32	1,41	(g/194 ²)/min
Área bruta	839,43	5,68	cm ²
Área líquida	2731,50	24,09	cm ²

Fonte: Elaborado pela autora

3.2.2.2 Absorção de água por capilaridade dos substratos

A variabilidade dos substratos cerâmicos é descrita por diversos autores, e essa pode acontecer devido à falta de homogeneidade da massa cerâmica, os processos de extrusão e de queima (PUREZA et. Al, 2007). Essa variabilidade acarreta em grandes coeficientes de variação nos resultados de resistência de aderência à tração (VALENTINI, 2018). Portanto, a fim de quantificar as variações de absorção capilar dentro de um mesmo bloco foram cortadas peças cerâmicas de 5x5cm de 3 faces cerâmicas e realizado o ensaio conforme descrito na RILEM TC 116 PCD (1999), adaptado para materiais cerâmicos, com tempos de leitura de 1min, 2, 5, 10, 20, 30, 1h, 6h, 24h, 72h, 7 dias.

Figura 24: Esquema de corte das peças 5x5 e mapeamento



Uma vez cortadas, as peças cerâmicas foram secas em estufa a 105°C até estabilização de massa. Após, foram mantidas durante 24h em ambiente com umidade controlada em 22°C±2°C para redistribuição de fase e equilíbrio da temperatura da amostra com a temperatura da água.

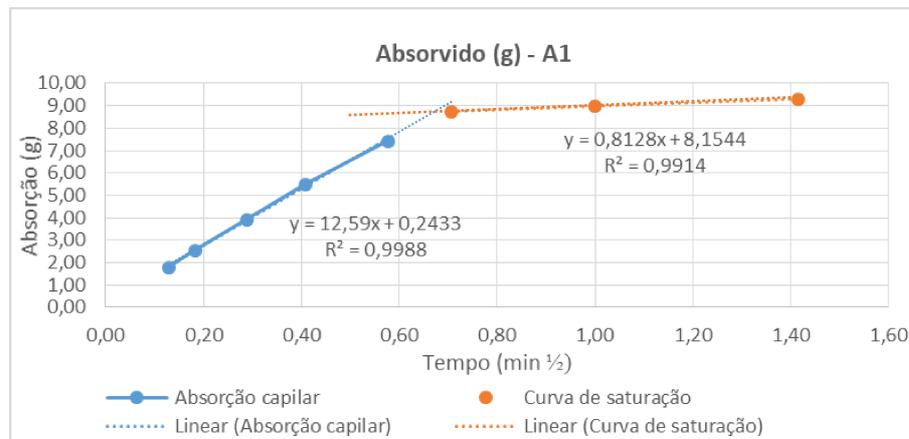
As laterais das peças foram isoladas com fita adesiva reforçada e a parte superior com balão, para permitir saída do ar durante o processo, e evitar aumento de pressão devido a passagem da água por capilaridade até o topo da amostra.

Figura 25: Execução dos ensaios de absorção capilar nas amostras cerâmicas



O coeficiente de capilaridade foi calculado a partir da inclinação da reta de absorção capilar, dividindo o valor da inclinação pela área do corpo de prova em contato com a água. Após isso, foram gerados gráficos de superfície e histogramas dos coeficientes de capilaridade e suas respectivas variabilidades.

Figura 26: Gráfico típico de absorção capilar gerado para cada peça cerâmica

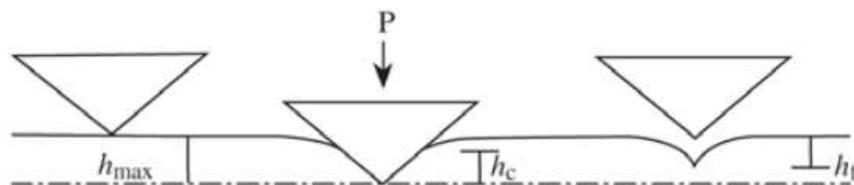


3.2.2.3 Dureza superficial dos substratos

A dureza superficial foi realizada a fim de verificar relações com a absorção capilar e com a aderência superficial dos substratos. Para isso, foi utilizado equipamento de dureza vickers modelo VEB Werkstoffprufmaschinen localizado no laboratório de ensaios mecânicos.

A dureza vickers é uma medida, na escala vickers, obtida a partir de uma marca na amostra. A ponteira desse ensaio é diamantada em formato de pirâmide e, aplicando uma força conhecida é possível fazer a conversão dos resultados para GPa.

Figura 27: Processo de indentação no ensaio de dureza vickers



Fonte: Franco et. Al (2004)

Partindo de uma força conhecida, neste caso foi utilizado 30/294N, a ponteira fez a marca nas amostras cerâmicas. As diagonais da marca foram medidas a partir de um microscópio STARRETT AV 300+. Após, a dureza (HV) é calculada a partir da equação (19).

$$HV = \frac{P}{A_{vickers}} \quad (19)$$

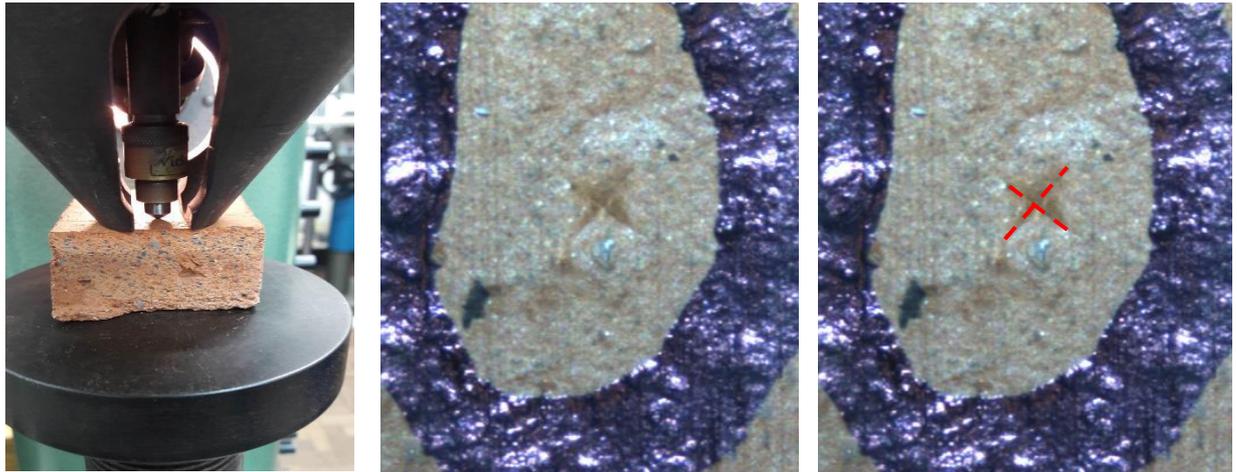
Onde:

HV: Dureza vickers

P: Força aplicada (30N)

A: Área da indentação

Figura 28: Processo de obtenção da dureza superficial



a) Etapa de indentação da amostra

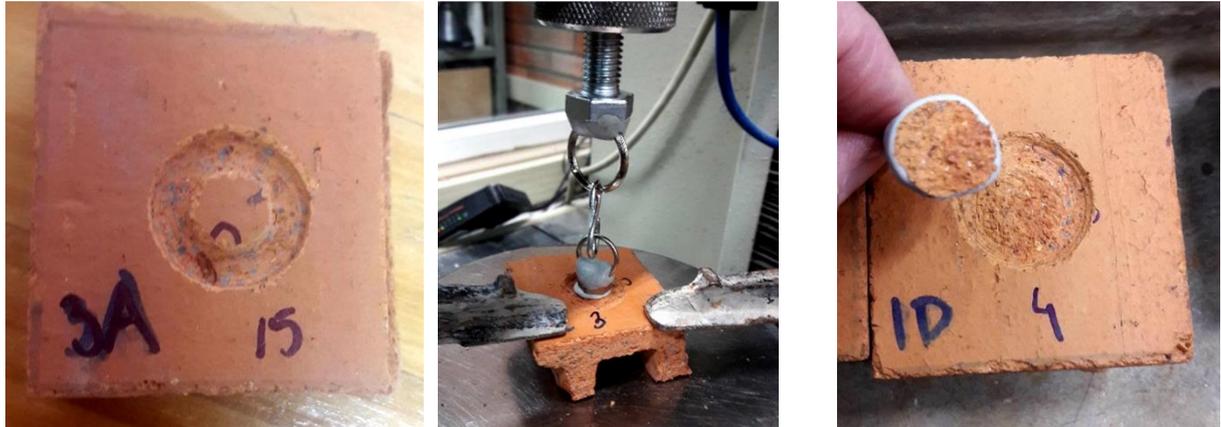
b) Análise em microscópio da área indentada e medição das diagonais para obtenção da dureza

3.2.2.4 Resistência de aderência à tração superficial

A resistência de aderência à tração superficial foi medida com o objetivo de verificar a variabilidade dos resultados dentro de um mesmo bloco cerâmico e entre blocos, e teve finalidade de descobrir a resistência máxima de aderência na interface das argamassas/substrato que poderia ser obtida neste trabalho sem que houvesse ruptura no bloco cerâmico.

Como as peças cerâmicas analisadas possuíam dimensão de 5x5cm não foram utilizadas pastilhas de arrancamento convencionais, previstas na ABNT NBR 13528, pois estas, estariam no limite da amostra, dificultando o processo do corte com serra copo de 50mm. Portanto foram feitos furos na superfície das amostras com uma serra copo de 20mm e diâmetro do furo de aproximadamente 13mm. A pastilha de arrancamento foi adaptada com auxílio de porcas e argolas, e o ensaio foi realizado em uma prensa configurada à tração, com velocidade de carga em 0,008mm/s conforme método proposto por Menegotto, 2020.

Figura 29: Procedimento de ensaio de tração superficial



a) Corte das amostras com serra copo até uma espessura de 3mm

b) Aparato de ensaio de resistência de aderência à tração

c) Corpo de prova após ensaio

Fonte: Elaborada pela autora

3.2.3 Agregado Miúdo

A areia utilizada foi de granulometria fina, obtida na empresa Concretul / Porto Alegre. Antes do uso, a areia foi seca em estufa a 100°C e estocada para que na moldagem, a areia estivesse em temperatura ambiente.

A caracterização do agregado miúdo foi realizada conforme as normas da ABNT a seguir:

- ABNT NBR NM 45:2006: Agregados – Determinação da massa unitária e o volume de vazios;
- ABNT NBR NM 52:2009: Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente e absorção de água;
- ABNT NBR NM 248:2003: Agregados – Determinação da composição granulométrica;

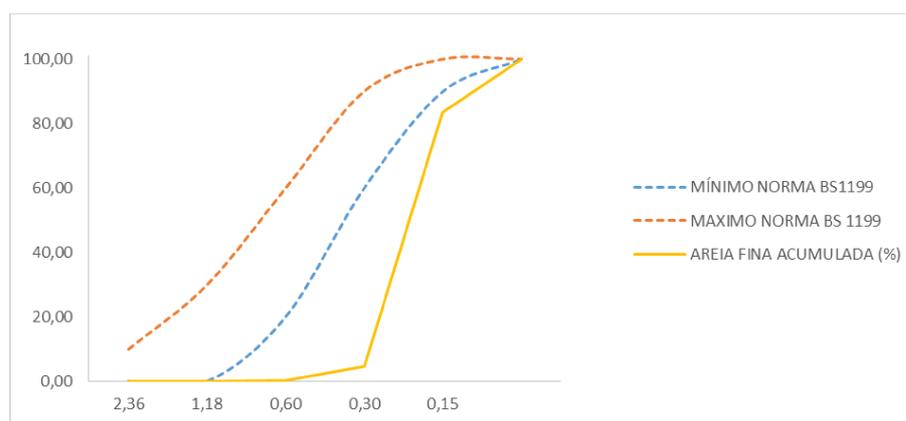
Tabela 5: Caracterização dos blocos estruturais

Ensaio	Resultado	Unidade de medida
Massa específica seco	2,96	g/cm ³
Massa específica saturado superfície seca	2,97	g/cm ³
Massa específica	2,98	g/cm ³
Massa unitária	1,46	g/cm ³

Fonte: Elaborado pela autora

No gráfico da figura 30, estão representadas as diversas composições granulométricas das areias testadas no trabalho, e em destaque a areia utilizada para a confecção das argamassas. Apesar da areia fina (CONCRESUL) ter apresentado um melhor desempenho na argamassa, ela não ficou dentro nos parâmetros de curva ideais da norma EN BS 1199 (1978).

Figura 30: Granulometria das areias testadas e da utilizada neste trabalho



Fonte: Elaborada pela autora

3.2.4 Água

A água utilizada para a produção das argamassas é proveniente da rede pública de São Leopoldo, RS.

3.2.5 Aditivo superplastificante

Para o ajuste da consistência das argamassas, foi utilizado o aditivo superplastificante Glenium 51 com o intuito de manter a consistência da argamassa em $260 \pm 5\text{mm}$.

3.3. METODOS

3.3.1 Preparo das argamassas

A argamassa foi dosada em traços pilotos em argamassadeira de bancada, conforme método de mistura especificado pela norma ABNT NBR 16541:2016 de maneira que todas possuam índice de consistência no intervalo $260 \pm 5\text{mm}$ medida

conforme ABNT NBR 13276:2016, e fosse garantida as melhores características para a argamassa utilizada. As argamassas foram misturadas em ambiente que possui umidade relativa de $60 \pm 5\%$ e temperatura controlada de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

Os traços pilotos produzidos estão indicados no item 3.3.1.1.

3.3.1.1 Estudos pilotos para escolha do traço e do método de aplicação das argamassas

Uma das principais premissas do sistema de revestimento era que este possuísse aderência mínima de 0,3MPa, valor mínimo estabelecido pela ABNT NBR 13528 (2019) para revestimento externo. Portanto, foram testados diferentes traços de argamassa, assim como diferentes métodos de aplicação nos substratos.

Na tabela 6, está uma compilação dos traços testados com suas diferenças, e após, os critérios para a escolha de cada um dos traços ensaiados.

Tabela 6: Compilação dos traços testados para o revestimento

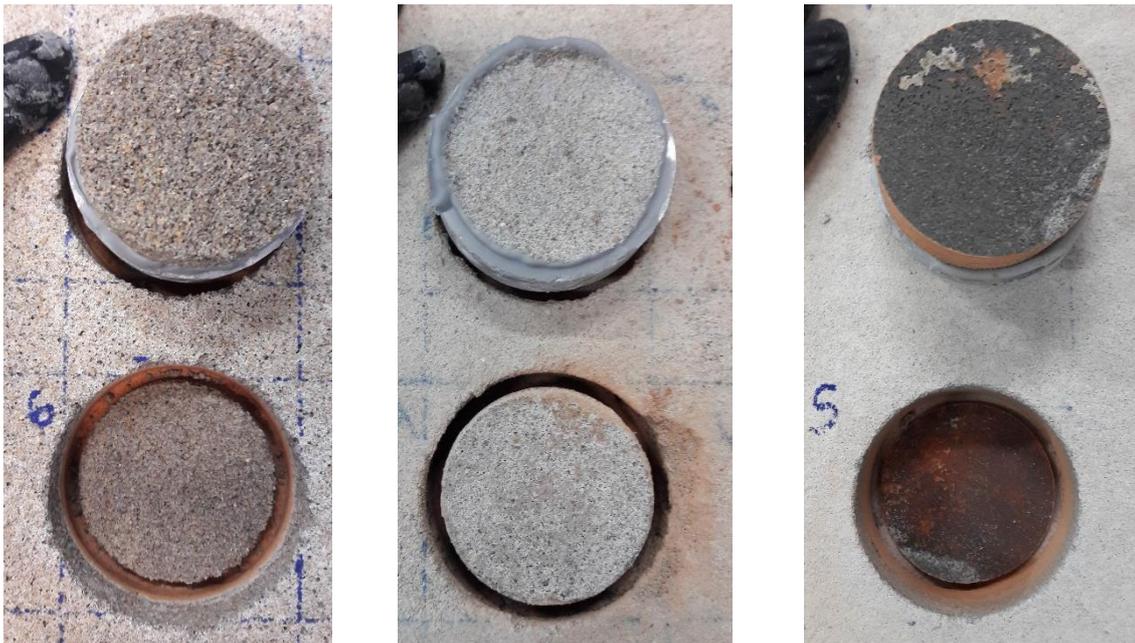
	Traço – Relação a/c				
	1:5 – 1,2	1:5 – 1,2	1:4 – 0,9	1:4 – 0,9	1:4 – 0,9
Granulometria Areia	Média	Média	Média	Fina	Fina
Aditivo SP	Glenium 51	Glenium 51	Glenium 51	Glenium 51	Powerflow 4001
Teor de ar inc. (%)	12,5	12,5	25	5,5	5,8
Retenção de água (%)	97,9	97,9	98,3	98,7	88,9
Tipo de bloco	Vedação	Estrutural	Estrutural	Estrutural	Estrutural
Res. Aderência (MPa)	0,15	0,23	0,4	0,48	-
Característica	Aderência abaixo de 0,3Mpa	Aderência abaixo de 0,3Mpa	Teor de ar incorporado alto	Satisfatório	Baixa retenção de água
Avaliação	Rejeitado	Rejeitado	Rejeitado	Aceito	Rejeitado

Fonte: Elaborada pela autora

Inicialmente optou-se por testar um traço 1:5 (em volume) com relação a/c 1,2 em um bloco de vedação, porém, o bloco mostrou-se muito frágil e a resistência de aderência apresentada foi insatisfatória. Esse mesmo traço foi então testado em um bloco estrutural, e, apesar da resistência de aderência ter aumentado para 0,23MPa, ainda não era uma aderência aceitável. Além disso, a forma de ruptura da argamassa nesse traço deu-se principalmente no meio da espessura de argamassa, indicando que essa possuía baixa resistência à tração (figura 31 (a)).

Optou-se então pela utilização de um traço mais rico, então foi realizado um traço 1:4 (em volume) e a/c 0,9. Com a diminuição da a/c, foi necessária uma quantidade maior de aditivo superplastificante, o que acarretou em exsudação e um teor de ar incorporado de 25%, valor considerado elevado em comparação com argamassas comuns. Quando realizado ensaio de resistência de aderência à tração, a maior parte dos exemplares ensaiados apresentou ruptura entre argamassa/cola (figura 31 (b)) e apesar de ter atingido uma resistência de 0,4MPa, a forma de ruptura não era satisfatória. A ruptura entre a argamassa/cola pode ser explicada pela grande exsudação da argamassa devido ao alto teor de ar incorporado, o que acarretou uma superfície com menor grau de hidratação que o restante do revestimento, sendo justamente este o ponto de ruptura, além disso, era possível visualizar que o traço não possuía homogeneidade (figura 32 (a)).

Figura 31: Formas de ruptura encontradas para diferentes traços



a) Traço 1:5, a/c 1,2, ruptura arg/arg;

b) Traço 1:4, a/c 0,9, ruptura na arg/cola;

c) Traço 1:4, a/c 0,9, areia fina, aditivo Glenium 51, ruptura na interface (traço escolhido);

Fonte: Elaborada pela autora

Precisou-se então aumentar o teor de finos na argamassa, ou seja, passou-se a utilizar uma areia fina, e não mais areia média. E ainda, foram testados dois aditivos

superplastificantes, para comparar a influência no teor de ar incorporado e na retenção de água.

Primeiro, foi testado um traço 1:4 (em volume), relação a/c 0,9, areia fina e aditivo superplastificante Powerflow 4001. O teor de ar incorporado baixou de 25% no traço com areia média para 5,8% no traço com areia fina, e houve uma menor exsudação (figura 32 (b)). Este traço, porém, apresentou uma retenção de água de 88,9%. Já o traço com as mesmas características que o anterior, mas com aditivo superplastificante Glenium 51 (figura 32 (c)), obteve uma retenção de água de 98,7% e um mesmo teor de ar incorporado, assim, testou-se o revestimento para este último traço. A resistência de aderência à tração média foi de 0,48MPa, e cerca de 80% das rupturas deu-se na interface argamassa/substrato, sendo então aceita essa argamassa para a execução do programa experimental.

Figura 32: Determinação do espalhamento em mesa de consistência



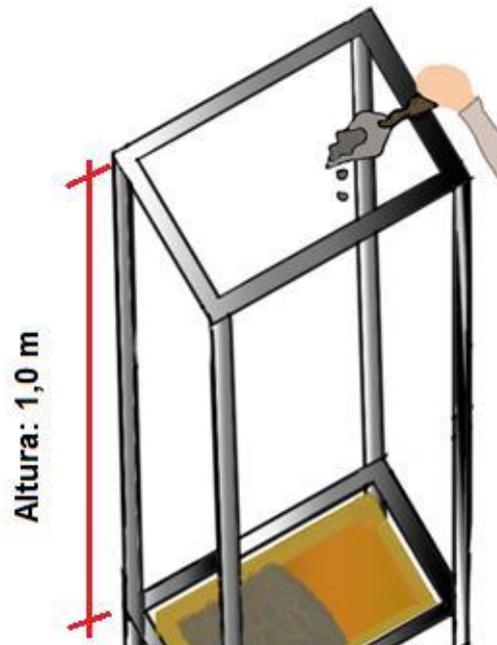
- a) Consistência traço 1:4, areia média com teor de ar inc. de 25%;
- b) Consistência traço 1:4, areia fina, aditivo Powerflow 4001;
- c) Consistência traço 1:4, areia fina, aditivo Glenium 51;

Fonte: Elaborada pela autora

Os ensaios de resistência de aderência à tração foram realizados sempre aos 28 dias, e todos os traços passaram pelo mesmo processo de moldagem e de cura.

Com relação ao processo de moldagem, inicialmente seria utilizada a caixa de queda, já utilizada por outros autores Sentena (2015), Pagnussat (2013) porém, optou-se por fazer a aplicação de forma manual (figura 33), utilizando como gabarito a altura das abas da caixa de queda, e com o auxílio de uma colher de pedreiro a argamassa foi sendo lançada ao longo da superfície do bloco, até que este ficasse completamente revestido. Essa adaptação foi utilizada para que fossem diminuídos os desperdícios de argamassa causados pelos lançamentos com a caixa de queda.

Figura 33: Esquema de aplicação do revestimento na placa cerâmica



Fonte: Elaborada pela autora

3.3.2 Caracterização das argamassas no estado fresco

A seguir foram apresentados os ensaios realizados no estado fresco nas argamassas aplicadas sobre as placas cerâmicas, foram feitas três repetições em cada ensaio.

3.3.2.1 Índice de consistência

O índice de consistência das argamassas seguiu o previsto pela norma ABNT NBR 13276 de 28.09.2016 que regulamenta o ensaio. O ensaio foi executado três vezes e foi subsequente ao preparo da argamassa, ou seja, foi o primeiro ensaio a ser executado. A argamassa foi ajustada com auxílio de aditivo superplastificante para que o espalhamento fosse de 260 ± 5 mm.

Figura 34: Espalhamento da argamassa na mesa de consistência após 30 golpes



Fonte: Elaborada pela autora

3.3.2.2 Densidade de massa

O ensaio para determinação da densidade de massa foi executado conforme norma ABNT NBR 13278 de 31.10.2005 e o valor foi expresso em kg/m^3 .

3.3.2.3 Teor de ar incorporado

Para a medição do teor de ar incorporado nas argamassas, apesar de poder ser calculado a partir da densidade de massa, foi utilizado o método pressométrico para determinação do teor de ar em concreto fresco, adaptado para argamassas, conforme norma ABNT NBR NM 47.

3.3.2.4 Retenção de água

Para determinação da retenção de água das argamassas o ensaio foi realizado de acordo com a norma ABNT NBR 13277 de 30.09.2005 e consistiu em quantificar uma massa pré-definida antes e depois da sucção de água.

3.3.3 Caracterização das argamassas no estado endurecido

Os ensaios que foram realizados para caracterizar as argamassas no estado endurecido foram descritos abaixo. Foram realizados 3 corpos de prova para cada ensaio.

3.3.3.1 Resistência à compressão e tração na flexão

Foram moldados três corpos de prova de dimensões 4x4x16cm que foram desmoldados 48h depois e ficaram em processo de cura submersa durante 28 dias. Os ensaios foram realizados conforme norma ABNT NBR 13279:2005, sendo realizado primeiro o ensaio de tração na flexão que dividiu os corpos de prova na metade e após, foi utilizada as duas metades para o ensaio de resistência à compressão.

3.3.3.2 Módulo de elasticidade dinâmico

O ensaio de módulo de elasticidade dinâmico foi realizado nos mesmos corpos de prova que posteriormente foram utilizados para resistência à tração e compressão e seguiu a norma ABNT NBR 15630 de 16.04.2009. O ensaio consistiu em medir a velocidade da passagem de uma onda ultrassônica pelo corpo de prova e a partir de equação matemática foi possível estimar o módulo de elasticidade dinâmico do corpo de prova.

3.3.3.3 Absorção de água total, índice de vazios e massa específica

A determinação dessas propriedades foi realizada conforme norma ABNT NBR 9778 de 29.07.2005 que consistiu em submergir os corpos de prova em panela com água, que foi fervida durante 5 horas e a água dessa maneira preencheu os poros permeáveis. A partir das especificações da norma, foi possível calcular os valores de absorção de água por imersão, índice de vazios, massa específica seca, saturada e real.

3.3.3.4 Absorção de água por capilaridade

Para este ensaio foi utilizada a norma da RILEM TC 116 PCD (1999) adaptada para argamassas o qual consistiu em vedar as laterais do corpo de prova para que a absorção capilar fosse unidirecional. Anteriormente ao ensaio os corpos de prova de 4x4x3cm foram secos em estufa até constância de massa.

Os tempos adotados para as medições foram 1, 2, 5, 10, 30 e 60 minutos, 2 horas, 6 horas, 24 horas, 72 horas e 7 dias conforme o utilizado por VALENTINI, 2018.

3.3.3.5 Densidade de massa aparente

Para a determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido foi utilizada a norma ABNT NBR 13280 (2005).

3.3.3.6 Determinação da variação dimensional e de massa

A determinação da retração e da variação de massa seguiu a norma ABNT NBR 15261 (2005). Após desmoldar com no mínimo 48h, os 9 corpos de prova foram mantidos em câmara climatizada com temperatura de $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa estabilizada de $60\pm 5\%$. Ao final a retração foi expressa em mm/m.

O processo de cura dos exemplares de retração não seguiu o mesmo padrão dos revestimentos ($\text{UR } 95\%\pm 5\%$) pois o tempo de realização do ensaio seria muito longo, uma vez que para a inserção dos corpos de prova na câmara de carbonatação, toda retração devido a outros fatores deveria estar estabilizada. Além disso, o processo de sazonalidade só começaria após a estabilização da retração, e essa, voltaria a acontecer quando os corpos de prova comesçassem a perder água para estabilização da umidade interna em 60%. Portanto, optou-se por curar com umidade à 60% desde o início, a fim de evitar possíveis retrações devido à perda de água.

Ainda assim, o processo de estabilização da retração durou por cerca de 80 dias, e, considerando a relação a/c da mistura em 0,9, e tratando-se de um cimento CP V, com alta hidratação inicial, espera-se que aos 80 dias, a maior parte do cimento já esteja hidratada.

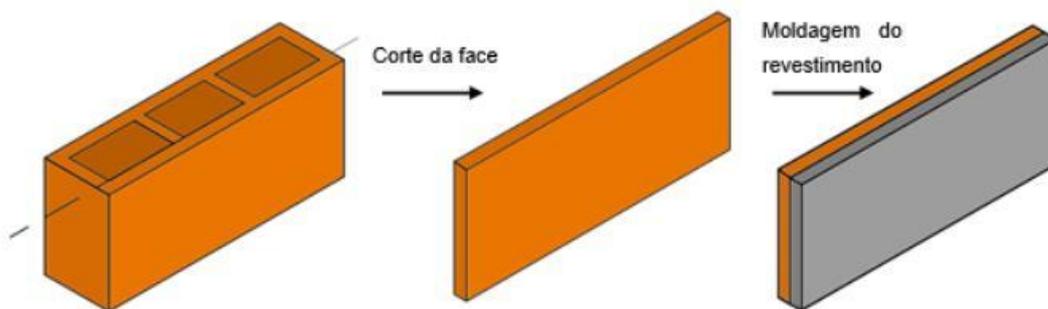
Após estabilização da retração, parte dos cp's foram submetidos a carbonatação acelerada (concentração de CO_2 em 5%) até que os cp's atingiram 200 dias de idade e a retração por carbonatação também não sofria mais modificações.

Por último, parte das amostras, tanto não carbonatada quanto carbonatadas, foram submetidas aos processos de ciclagem térmica indicados no item 3.3.6 deste capítulo, e após reestabelecimento do equilíbrio de umidade interna, as retrações foram novamente medidas.

3.3.4 Aplicação das argamassas nos substratos cerâmicos

Para a aplicação das argamassas nos blocos, inicialmente eles foram cortados, rente a face, de maneira que somente a superfície do bloco recebeu o revestimento conforme esquema da figura 35.

Figura 35: Esquema de corte do bloco e face que receberá o revestimento



Fonte: Elaborada pela autora

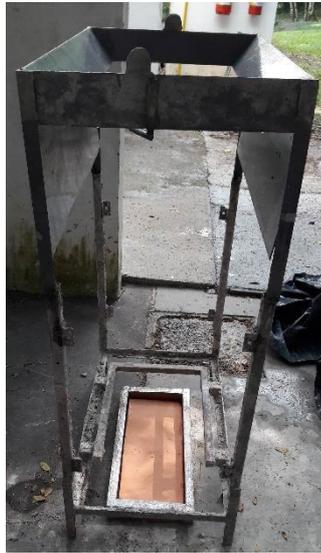
As faces cerâmicas foram secas em estufa até estabilidade de massa e após, permaneceram em sala climatizada por um dia para redistribuição da umidade interna antes da aplicação da argamassa.

Utilizando a altura pré-definida da caixa de queda (figura 33) de maneira a simular a energia de impacto gerada pelo movimento do pedreiro lançando a argamassa sobre uma parede, a argamassa foi lançada com o auxílio de uma colher de pedreiro, até que toda a superfície da placa fosse preenchida. A sequência adotada foi a mesma utilizada por Sentena (2015): lançamento da argamassa, após cinco minutos fez-se o sarrafeamento e após quinze minutos foi realizado o desempeno. A espessura do revestimento foi fixada em $25 \pm 2\text{mm}$ e não foi realizado chapisco.

Figura 36: Passo a passo da aplicação do revestimento



a) Placa cerâmica posicionada dentro do molde da argamassa;



b) Placa cerâmica posicionada na caixa de queda;



c) Argamassa lançada sobre a placa cerâmica;



d) Argamassa após sarrafeamento;



e) Revestimento já desempenado e desmoldado;



f) Placas revestidas mantidas na sala de cura;

Fonte: Elaborada pela autora

O processo de moldagem mostrou-se eficiente, pois dentre todas as amostras analisadas no trabalho (240 amostras), apenas duas amostras apresentaram vazios ou falhas de moldagem, e essas foram descartadas.

A cura dos revestimentos foi feita durante 190 dias em câmara umida com umidade relativa em $95\% \pm 5\%$. Esse tempo de cura teve a finalidade de garantir que o cimento alcançasse quase toda sua hidratação, para após, iniciar-se o processo de sazonalamento.

3.3.5 Processo de carbonatação

Após curados durante 190 dias, os corpos de prova passaram por processo de sazonalamento por 28 dias para atingirem equilíbrio de umidade interna conforme recomendação da RILEM TC 116 PCD (1999). Este processo consistiu em secar totalmente uma placa revestida em estufa com temperatura de $95\% \pm 5^\circ\text{C}$, para obter o volume total de água a ser perdido no revestimento. Assim, as demais placas revestidas foram mantidas em estufa a 40°C até que perdessem 40% de sua umidade interna. Este processo demorou cerca de uma semana. Após, as placas deveriam equilibrar sua umidade interna, e, portanto, foram colocadas dentro de uma câmara com umidade controlada com auxílio de brometo de sódio e cal sodada para evitar carbonatação durante esta etapa. A câmara foi devidamente fechada e vedada para garantir que não haveria troca de gás com o meio externo durante todo o período de equilíbrio de umidade.

Figura 37: Processo de sazonalamento das placas



a) Placas dispostas em estufa a 40°C para perderem 40% de massa



b) Placas dispostas em câmara com umidade controlada

Fonte: Elaborada pela autora

Após o processo de sazonalização durante 28 dias, as laterais e fundo das amostras foram revestidas com tinta epóxi emborrachada, e fita adesiva reforçada, para garantir que somente a face da argamassa recebesse carbonatação, e que a entrada do CO₂ nas placas fosse unidirecional.

A câmara foi mantida com umidade relativa de 60%, com o auxílio de brometo de sódio, que foi verificada constantemente com o uso de um sistema para monitoramento contínuo de umidade e temperatura (tipo tinytag) e foi mantida concentração de CO₂ de 5%, valor comumente utilizado pela literatura. A câmara de carbonatação utilizada possui um sistema de circulação de ar forçado, que distribui o CO₂ de forma uniforme em seu interior.

Das 19 placas moldadas, 12 foram para a câmara de carbonatação. Um esquema de como as placas estão dispostas na câmara é mostrado na figura 38.

Figura 38: Disposição das placas na câmara de carbonatação



Fonte: Elaborado pela autora

Com a finalidade de verificar a carbonatação de cada placa, foi utilizada uma serra circular, e um canto da amostra foi cortado, sem água, a fim de analisar a espessura de carbonatação de cada placa. Ao final, foi possível perceber que apesar de todas as placas terem recebido o mesmo traço de argamassa aplicado, o mesmo processo de moldagem e de cura, elas possuíam diferentes espessuras de

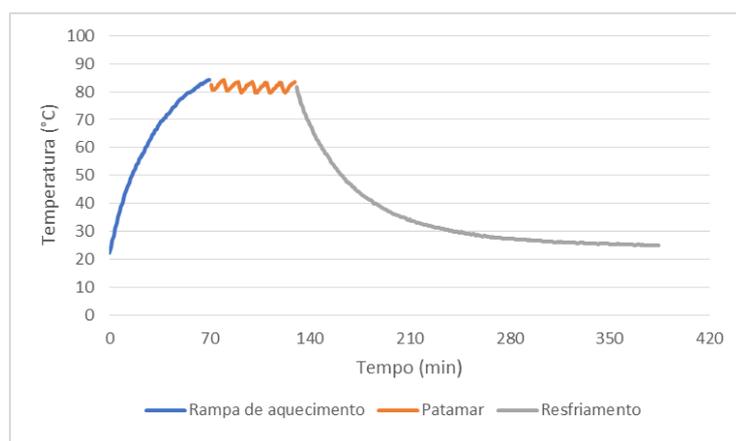
carbonatação para um mesmo período na câmara. Por este motivo, as amostras avaliadas possuíam idades diferentes nos dias de ensaio, e só foram ensaiadas, após carbonatarem toda sua espessura.

3.3.6 Processo de envelhecimento acelerado

Para avaliação do envelhecimento acelerado foram utilizadas caixas térmicas produzidas no trabalho de Sentena (2015) de dimensões 50x40x140cm com lâmpadas, e isoladas com lâmina de alumínio de maneira a aquecer as faces dos sistemas de revestimento e manter o calor no interior da caixa. O ensaio foi adaptado da norma ABNT NBR 15575:2013 parte 4.

Os intervalos de aquecimento foram testados durante diversos ensaios pilotos, a fim de verificar quanto tempo de aquecimento era necessário para que a superfície das placas chegasse a uma temperatura de $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Obteve-se que era necessária uma taxa de aquecimento de 70 minutos para atingir a temperatura proposta. Após, a temperatura de $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ foi mantida por mais 70 minutos, e o resfriamento foi feito a partir da molhagem dos corpos de prova, a fim de promover um choque térmico e causar tensões internas nos revestimentos.

Figura 39: Curva representativa do sistema de aquecimento e resfriamento das amostras



Fonte: Elaborada pela autora

Cada ciclo térmico foi realizado somente uma vez por dia, e nos mesmos horários, a fim de manter constante a umidade da amostra. Ainda, o ensaio foi realizado em uma sala climatizada com umidade e temperatura controladas. Durante os finais de semana, ou recessos, as placas foram armazenadas em uma câmara com

umidade equilibrada em 60%, para que quando os ciclos térmicos fossem realizados novamente, todas as amostras estivessem com a mesma umidade interna.

Neste ensaio foram utilizadas 4 placas revestidas, sendo 2 de referência e 2 totalmente carbonatadas.

As modificações causadas na matriz pelo envelhecimento acelerado foram avaliadas na macroescala com ensaio de resistência de aderência, absorção de água por capilaridade, módulo de elasticidade dinâmico e índice de vazios e na microescala com análise do módulo de elasticidade por meio de nanoindentações.

Figura 40: Procedimento dos ciclos térmicos



a) Caixa térmica ligada



b) Interior da caixa térmica



c) Placas dispostas com termopares para acompanhamento dos ciclos térmicos

Fonte: Elaborado pela autora

3.3.7 Ensaios do sistema de revestimento

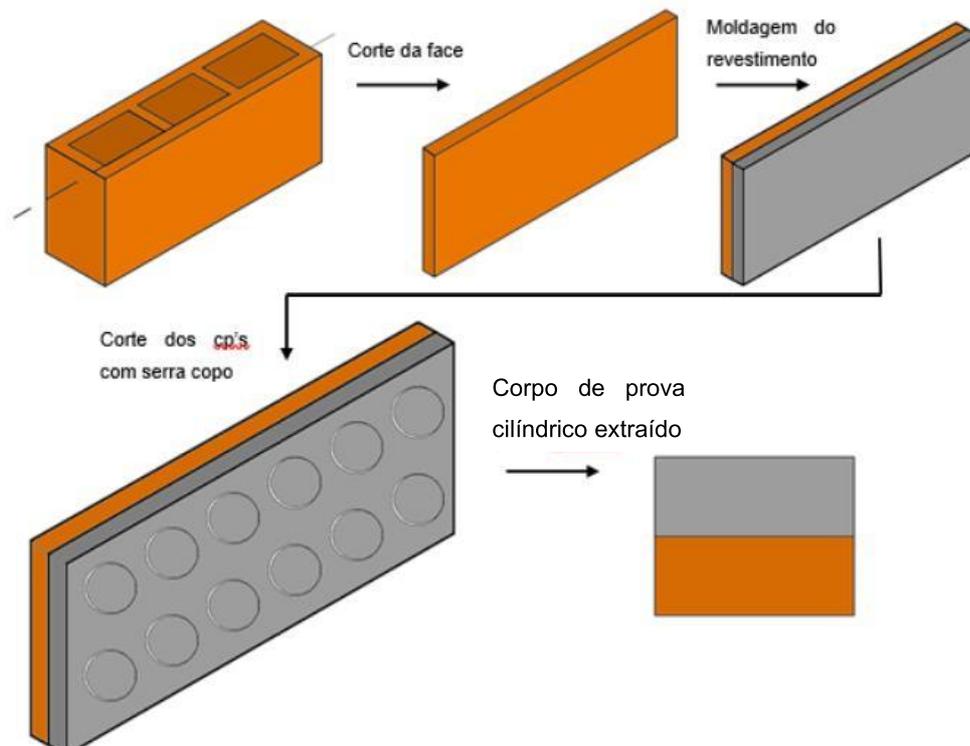
O sistema de revestimento foi ensaiado de maneira macroestrutural quanto as propriedades de módulo de elasticidade, absorção de água por capilaridade, índice de vazios e resistência de aderência à tração nas placas de referência e totalmente carbonatado.

Ainda macroestruturalmente parte das faces revestidas foram analisadas frente a ensaio de envelhecimento acelerado e as mesmas propriedades foram avaliadas, de maneira a verificar alterações.

A análise em microescala foi realizada com o objetivo de analisar a interface argamassa/substrato com o auxílio de microscopia de força atômica (MFA).

No esquema apresentado na figura 41 é possível visualizar como foram extraídos os corpos de prova para serem utilizados nos ensaios.

Figura 41: Esquema representativo de extração dos corpos de prova do sistema de revestimento



Fonte: Elaborado pela autora

3.3.7.1 Análises macroestruturais

3.3.7.1.1 Absorção de água por capilaridade

Este ensaio consistiu na análise da absorção de água por capilaridade dos sistemas de revestimento antes da carbonatação, durante e após carbonatar completamente. Após ciclagem térmica este ensaio também foi realizado e comparado com os valores sem envelhecimento acelerado.

O ensaio foi feito conforme norma RILEM TC 116 PCD (1999) e os tempos e montagem dos corpos de prova foram de acordo com o descrito no item 3.3.6.4, mesmo procedimento utilizado para argamassas no estado endurecido e blocos cerâmicos.

3.3.7.1.2 Módulo de elasticidade dinâmico

Para este ensaio foi utilizada a norma ABNT NBR 15630 de 16.04.2009 e o ensaio foi realizado nos exemplares do sistema de revestimento antes e após a carbonatação e depois da ciclagem térmica. O valor do módulo foi do conjunto substrato/argamassa e, portanto, a análise foi feita pela comparação entre um conjunto e outro.

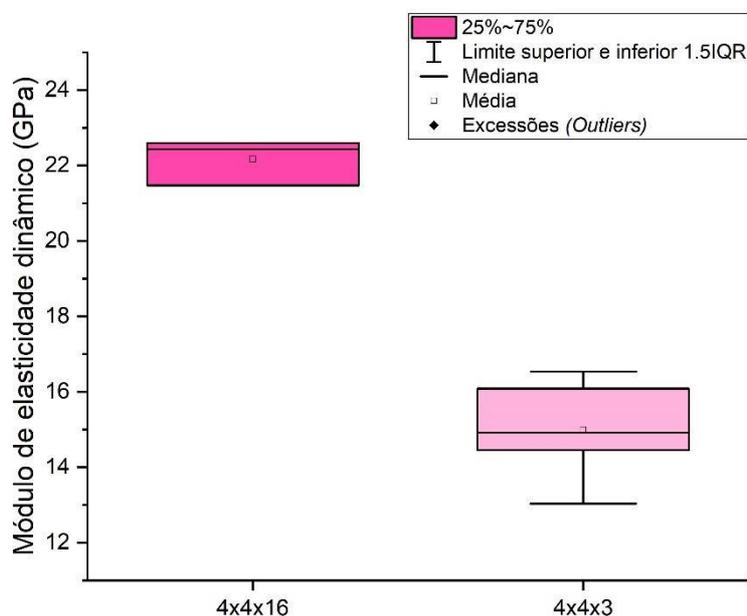
Figura 42: Ensaio de ultrassom para determinação do módulo de elasticidade nos exemplares de revestimento



Fonte: Elaborada pela autora

Com o intuito de realizar uma estimativa entre o módulo de elasticidade dinâmico, medido em amostras de dimensões 4x4x16cm e amostras de 4x4x3cm (tamanho próximo às amostras de revestimento), fez-se a medição do módulo de elasticidade nas amostras maiores, e as mesmas foram cortadas em amostras menores de 4x4x3cm e ensaiadas. Os resultados (figura 43) demonstraram que, não só há um aumento na variação dos resultados do ensaio como também há uma grande diferença entre os valores de módulo de elasticidade obtidos.

Figura 43: Comparação entre os módulos de elasticidade dinâmicos obtidos para amostras de diferentes dimensões



Fonte: Elaborada pela autora

Com base na figura 43, é possível então confirmar que não há relação direta entre módulo de elasticidade dinâmico quando analisado em amostras de grandes dimensões, comparadas com amostras, provenientes do mesmo corpo de prova, mas de menores dimensões. Além disso, a variabilidade do ensaio, antes de 3%, passa a ter variabilidade de 8% quando analisado em amostras menores. A variabilidade do ensaio nas amostras de revestimento (conjunto argamassa/bloco) apresentou uma média de 7% de variação. Por fim, conclui-se que este ensaio, com o transdutor utilizado e com um tamanho de amostra reduzido, não é possível estimar o módulo de elasticidade com confiabilidade. Apesar disso, os resultados obtidos para esse ensaio estão apresentados no APÊNDICE D.

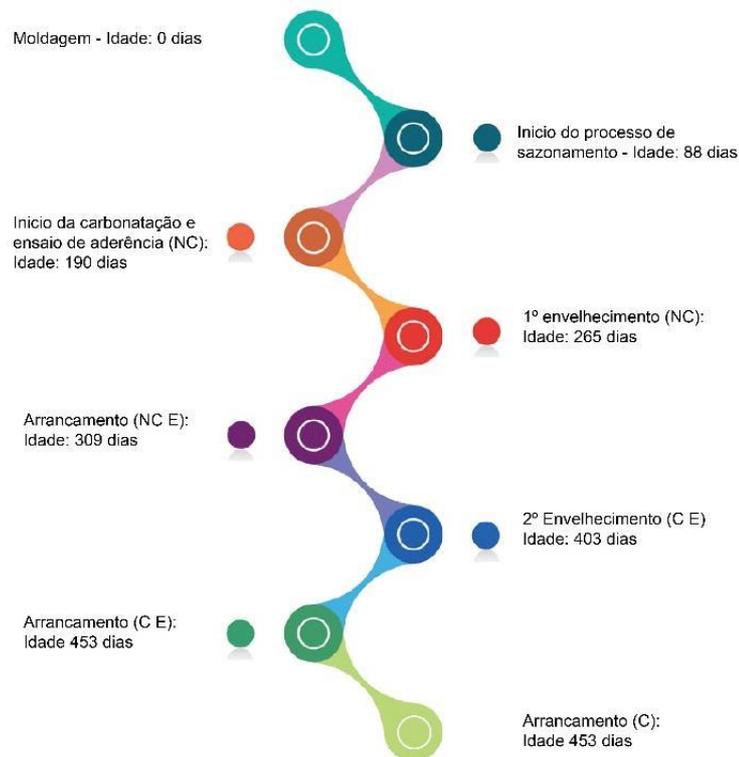
3.3.7.1.3 Resistência de aderência à tração

A resistência de aderência à tração dos corpos de prova foi realizada conforme norma ABNT NBR 13528 parte 1 e parte 2 de 23.09.2019 onde especifica que deve ser realizado um número de no mínimo 12 corpos de prova e deve ser determinada a umidade do corpo de prova no momento do ensaio e a forma de ruptura. Os corpos de prova foram serrados com serra copo até cerca de 5mm dentro do substrato, foram

coladas as pastilhas em 72 horas antes do ensaio e feita a realização do arrancamento com um dinamômetro de tração da marca Dinatest, modelo DS2-DPU-1100.

Este ensaio foi realizado para os revestimentos não carbonatados e totalmente carbonatado, antes e após ciclagem térmica. A idade de realização do ensaio está especificada na figura 44, onde é possível notar que houve um grande período de tempo entre as amostras de 28 dias e a segunda verificação de resistência, que deu-se aos 190 dias e para as amostras totalmente carbonatadas foi somente aos 453 dias.

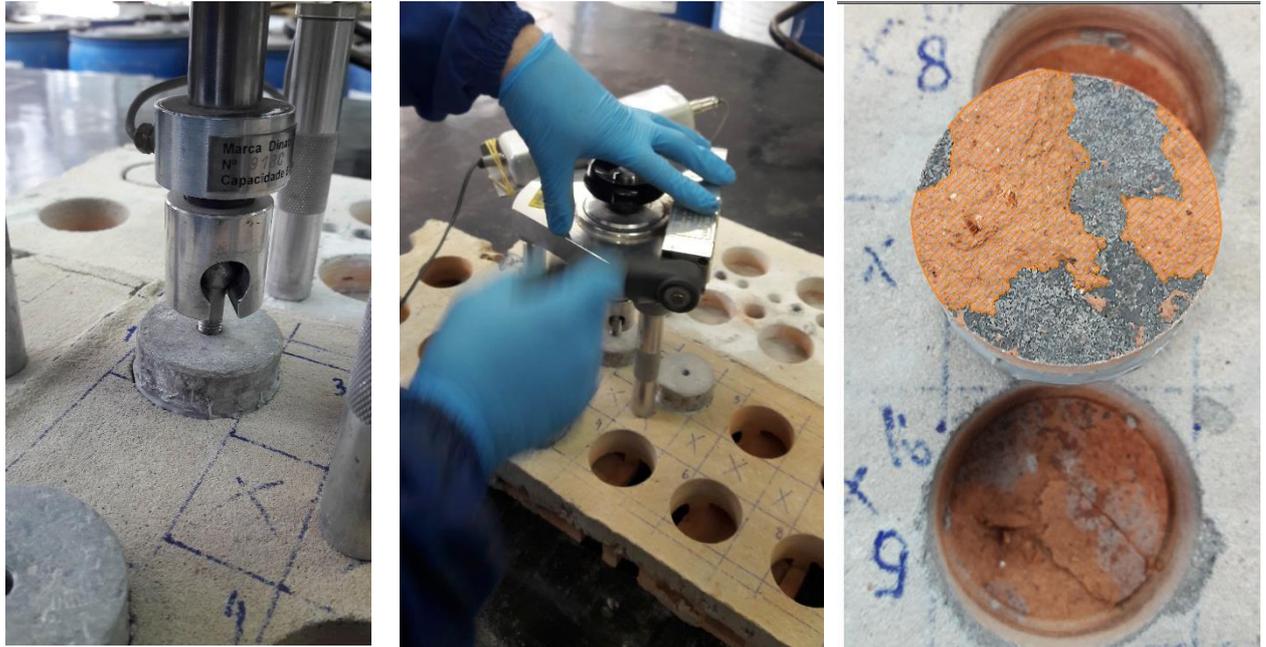
Figura 44: Linha do tempo da realização dos ensaios de resistência de aderência



Fonte: Elaborada pela autora

A verificação do tipo de ruptura foi feita através de registros fotográficos do arrancamento com uma câmera semiprofissional da marca Nikon, modelo D3200. As imagens foram carregadas no software autoCAD, ajustada a escala e realizada a demarcação do perímetro da área com argamassa, diferenciando-a do substrato.

Figura 45: Procedimento de ensaio de arrancamento



- a) Pino de arrancamento encaixado no aderímetro
- b) Ensaio sendo realizado
- c) Área de cerâmica demarcada no autoCAD

Fonte: Elaborada pela autora

Após o ensaio de tração, foram analisadas também as profundidades de ruptura, uma vez que alguns dos exemplares apresentaram ruptura na argamassa e não na interface com a cerâmica. Para isso, as placas cerâmicas foram cortadas em três partes (figura 46), com os cortes passando sobre o meio dos corpos de prova ensaiados, para que assim os perfis de ruptura fossem medidos. Mediu-se então com o auxílio de um paquímetro a distância entre a superfície da ruptura e o bloco.

Figura 46: Medição da profundidade de ruptura dos corpos de prova



- a) Perfil do corte das placas revestidas
- b) Aproximação do perfil em um corpo de prova

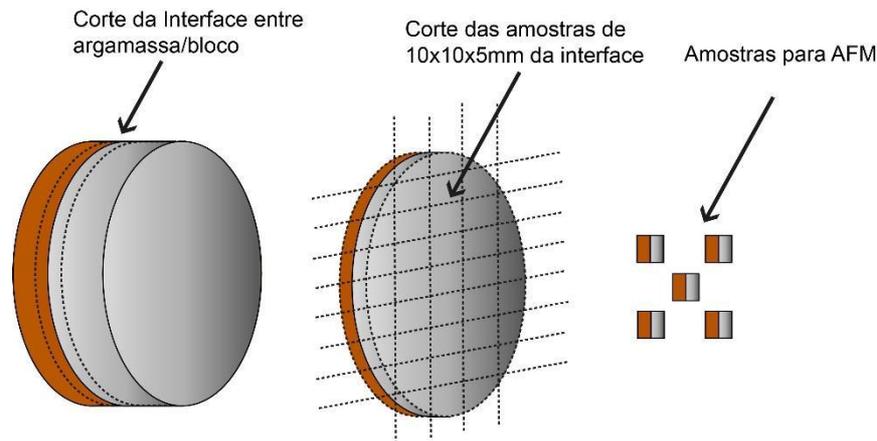
Fonte: Elaborada pela autora

3.3.7.2 Análises nanoestruturais

3.3.7.2.1 Preparo de amostras

O preparo das amostras para a microscopia de força atômica consistiu em realizar o corte dos cilindros de 50x35mm em cubos de 10x10x5mm. Para isso, foi necessário realizar um corte próximo à interface com uma serra, e retirar um cilindro de 50x10mm. Desse cilindro, foram retiradas várias amostras de 10x10x5mm, todas dispostas no interior na amostra, sendo as laterais, descartadas, a fim de evitar possíveis fissuras geradas pelo corte dos cilindros com a serra copo.

Figura 47: Esquema representativo do corte das amostras



Fonte: Elaborado pela autora

Após o corte, as amostras foram embutidas em resina acrílica para garantir a planicidade das amostras no momento do polimento. O procedimento de polimento seguiu o especificado por Lunardi et al. (2019). As amostras foram lixadas com lixas de carbeto de silício nas granas 220, 320, 400, 600, 800 e 1200 e polidas com pasta de diamante de 1 μ em um pano de polimento com álcool isopropílico. Após o corte das resinas, as amostras passaram por limpeza em banho ultrassônico, da marca Buehler, modelo UltraMet 2002 Sonic Cleaner por 5 minutos em um becker com acetona. As amostras foram armazenadas em recipientes de acrílico com sílica gel e ficaram dispostas dentro de um dessecador sempre com vácuo.

Figura 48: Etapa de polimento e corte da resina

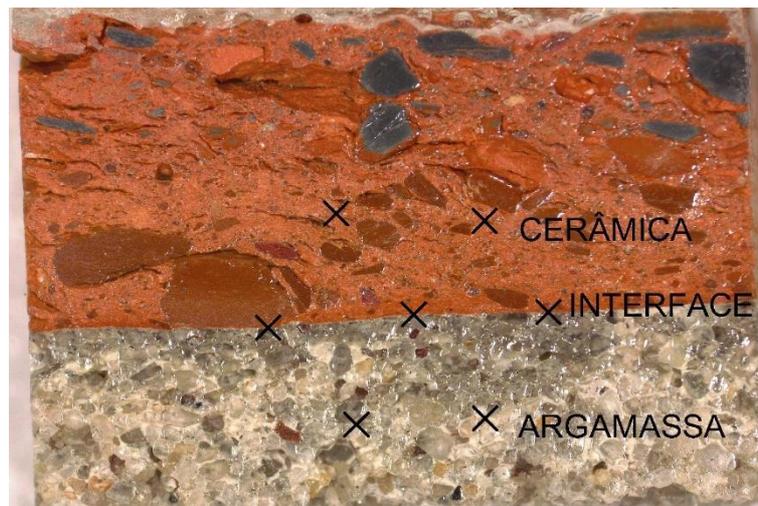


a) Amostra após processo de polimento após de b) Amostra após corte da resina c) Amostras armazenadas em um recipiente de acrílico com sílica gel

Fonte: Elaborada pela autora

Para cada amostra de 50x30mm foram retiradas diversos exemplares menores de 10x10mm, e esses foram polidos e guardados em dessecador. Para este trabalho, para cada conjunto (NC, NC E, C e C E) foi analisada uma amostra, e foram realizadas as medições nos locais indicados com X na figura 49.

Figura 49: Esquema de localização das áreas de análise em cada exemplar

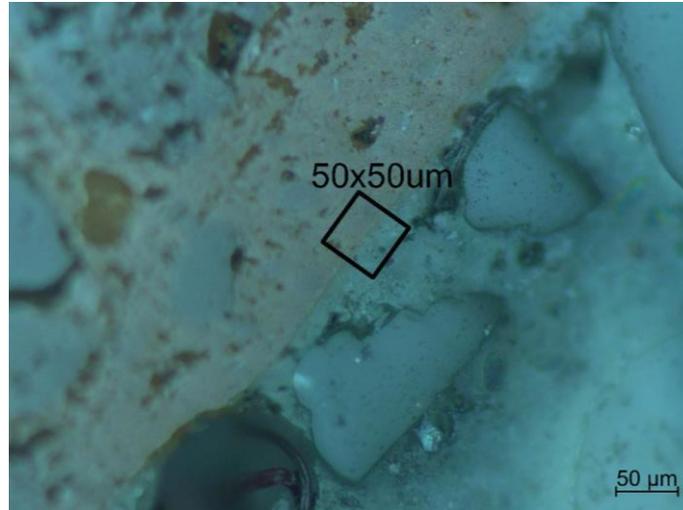


Fonte: Microscópio óptico Zeiss Axio LAB.A1

Conforme figura 49, é possível perceber que, a interface foi analisada em três áreas diferentes em cada amostras e a cerâmica e a argamassa foram analisadas duas áreas em cada amostra. Na figura 50 é apresentada uma imagem de

aproximação da interface, onde, é possível visualizar a área de medição de $50 \times 50 \mu\text{m}$ realizada em cada uma das regiões apresentadas na figura 49.

Figura 50: Área de $50 \times 50 \mu\text{m}$ representada sobre uma região da interface



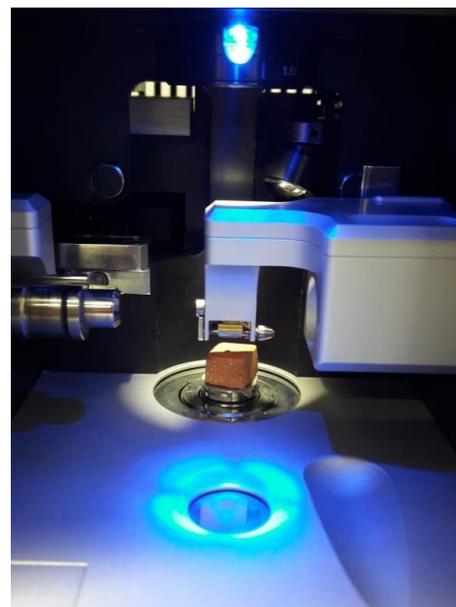
Fonte: Microscópio óptico Zeiss Axio LAB.A1

As análises foram realizadas em microscópio de força atômica (MFA), modelo Solver Next da marca NT-MDT. Em cada área analisada ($50 \times 50 \mu\text{m}$) foram realizados 500×500 pontos, então a resolução utilizada no MFA foi de 8 nm . Foi utilizada uma ponteira do tipo contato, de modelo CSG10, linha ouro, e a amostra foi varrida com um setpoint de 2 nA e gain de 1.

Figura 51: Equipamento de MFA e amostra no porta amostras



a) Equipamento de MFA – Solver Next



b) Amostra no porta amostras dentro do equipamento

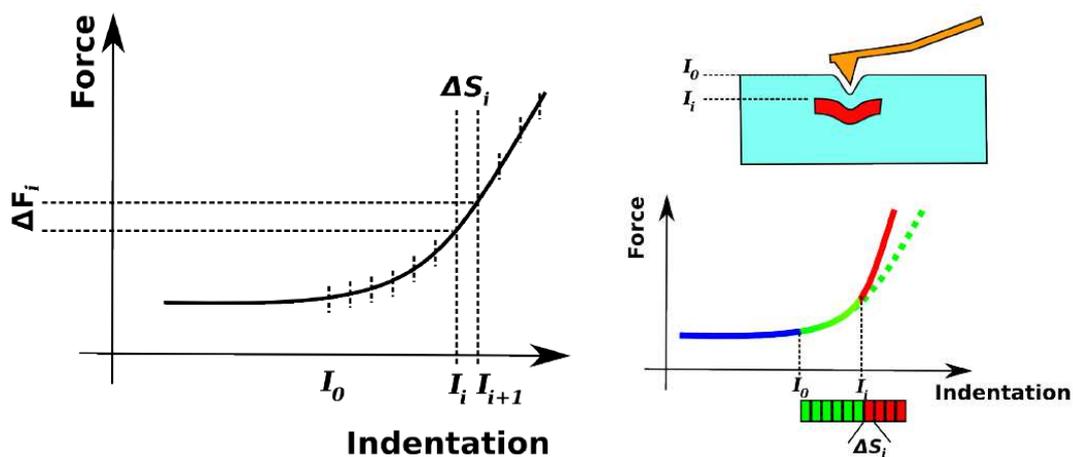
Fonte: Elaborada pela autora

O equipamento MFA está locado nas instalações do ITT Chip, na UNISINOS/RS e está localizado em uma sala limpa com controle de partículas nível ISO 8. Há ainda controle de temperatura (22°C) e umidade (60%) na sala, e a mesma é mantida constante.

3.3.7.2.2 Análise das propriedades da amostra quanto ao módulo de elasticidade

A análise no MFA foi feita por dois métodos, ambos utilizam a técnica de contato, pelo método de modulação de força, que fornece informações de topografia, magnetismo neste caso relacionado a elasticidade do material, e diferença de fase, este último relacionado a elasticidade, viscosidade e adesividade do material de maneira a obter a espessura da zona de interface argamassa/bloco e pelo método de nanoindentação por curvas força x deslocamento que nos dá valores referentes as propriedades mecânicas do material, como módulo de elasticidade. Foram realizadas indentações nas amostras, que geraram gráficos de força x deslocamento de maneira a obter resultados de módulo de elasticidade da superfície da interface e dos demais materiais. A interpretação dos resultados deu-se conforme figura 52.

Figura 52: Representação da curva força x indentação e seu significado



c) Gráfico força x indentação gerado a partir do gráfico força x deslocamento.

d) Interpretação das variações de força e indentação no gráfico. Material com baixa dureza (verde) material com alta dureza (vermelho)

Na figura 52 é demonstrada as variações de força e indentação utilizadas no cálculo de módulo de elasticidade do material, que se dá pela Equação 20, modelo desenvolvido por Hertz em 1989.

$$E = \frac{\pi}{2.tg(\alpha)} \cdot \frac{\Delta F}{\Delta \delta^2} \cdot (1 - \nu^2) \quad (18)$$

Onde:

E: Módulo de elasticidade

α : Semi-ângulo da ponteira utilizada

F: Força de indentação

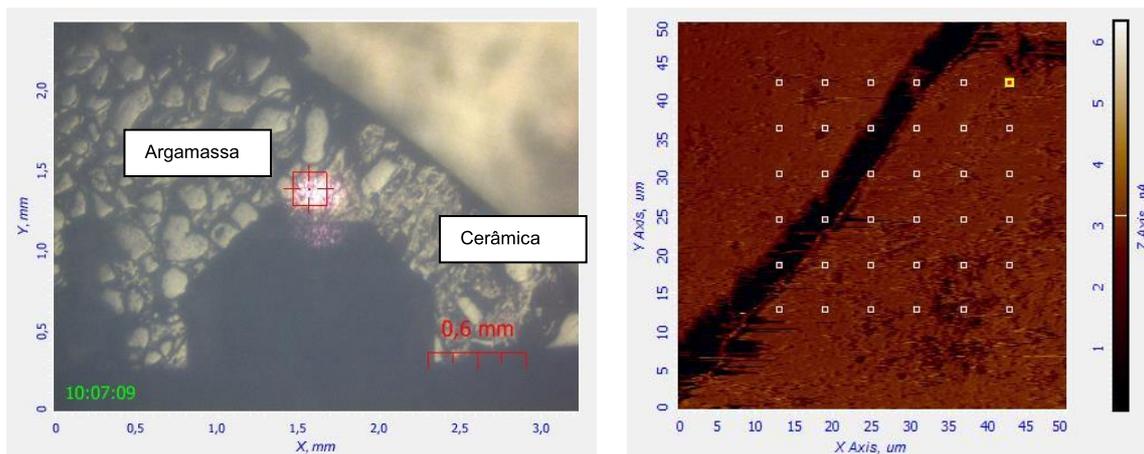
δ : Profundidade de indentação

ν : Coeficiente de Poisson do material

Ao aplicar o modelo de Hertz nos resultados foi obtido como resposta o módulo de elasticidade do material, sendo que a variação da profundidade de indentação utilizada no cálculo foi de 10nm (Roduit et al, 2009).

Após realizar a análise pelo modo de modulação de força nas regiões indicadas na figura 49 (áreas de 50x50 μm) foram realizadas os pontos de indentação nessas áreas. Padronizou-se 36 pontos de indentação dentro de uma área de 30x30 μm (dentro da área de 50x50 μm), e a distância entre cada ponto foi de 5 μm .

Figura 53: Definição dos pontos de indentação no MFA



a) Imagem da área de análise da câmera do MFA

b) Após varredura da superfície da amostra, a localização dos pontos de indentação

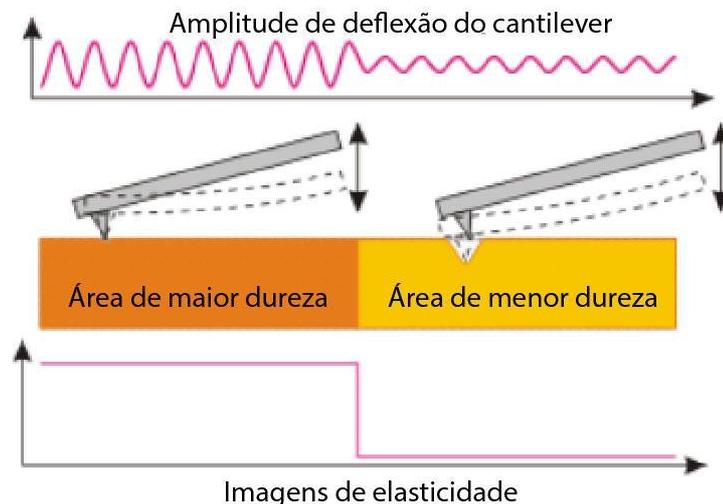
Fonte: Elaborada pela autora

3.3.7.2.3 Análise qualitativa da região de interface e da argamassa

A região de interface foi analisada qualitativamente por meio das imagens obtidas pelas varreduras realizadas no modo de modulação de força no MFA. Ao varrer as amostras, é obtido como resposta três sinais, sendo eles, topografia da amostra (μm), que neste caso não é interessante, uma vez que as amostras foram polidas, amplitude da amostra (nA) relacionada com a elasticidade do material e contraste de fase ($^\circ$) relacionado com a viscosidade, elasticidade e adesividade do material analisado.

No modo de modulação de força, uma força constante é aplicada sobre a amostra e a deflexão do cantilever é medida. O sinal medido é corrigido e convertido para fornecer dados de cada um dos parâmetros avaliados. Conforme figura 54 é possível perceber que, no sinal de amplitude, à medida que a ponteira varre a amostra ela obtém valores relacionados com a elasticidade do material. Quanto maior o valor no eixo (nA) maior a elasticidade e quanto menor o valor, menor a elasticidade.

Figura 54: Representação da forma de obtenção dos dados de amplitude no modo de modulação de força

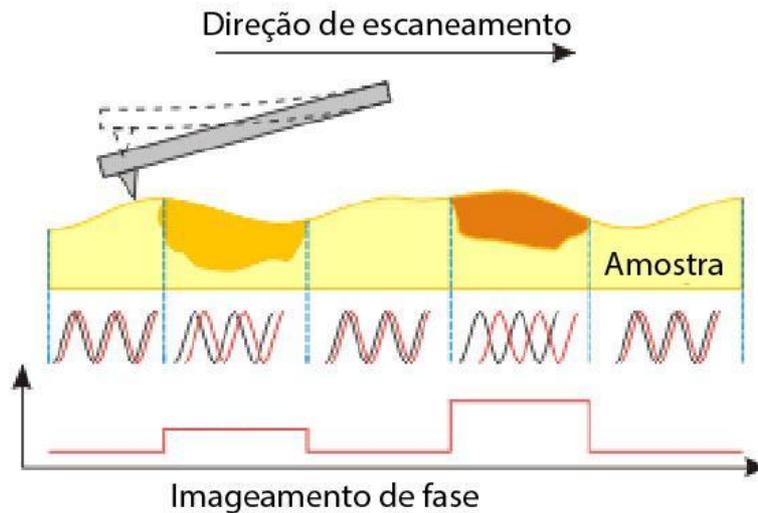


Fonte: Disponibilizado no manual do MFA – Solver Next – NT-MDT

Já o sinal obtido por contraste de fase leva em consideração as oscilações da ponteira a uma amplitude constante, sendo essa leitura variável por diversos parâmetros, como a elasticidade do material, a viscosidade, a adesão e as cargas superficiais. (LOPES; FONSECA FILHO, 2015; MARTI, 1997). O contraste de fase é

medido a partir da dissipação da energia aplicada na amostra. Normalmente materiais mais cristalinos tentem a dissipar menos energia, o que proporciona à fase cores mais claras, enquanto que uma maior dissipação tende a gerar regiões mais escuras.(SCHÖN et al., 2011).

Figura 55: Representação forma de obtenção das imagens de contraste de fase



Fonte: Disponibilizado no manual do MFA – Solver Next – NT-MDT

Apesar de, nesse trabalho, essas técnicas não serem usadas como métodos quantitativos, as imagens são usadas para avaliar a qualidade da área analisada, como presença de poros, verificação da interface argamassa/substrato, presença de heterogeneidade entre os materiais, entre outros.

4 ANÁLISE DOS RESULTADOS

A análise dos resultados foi dividida em ensaios relacionados com o substrato utilizado, ensaios relacionados com argamassa utilizada e ensaios relacionados com o sistema de revestimento.

4.1 SUBSTRATOS

Os substratos foram caracterizados na macroescala quanto a sua absorção de água por capilaridade, resistência à tração superficial e dureza superficial, e na nanoescala quanto a sua rugosidade e módulo de elasticidade.

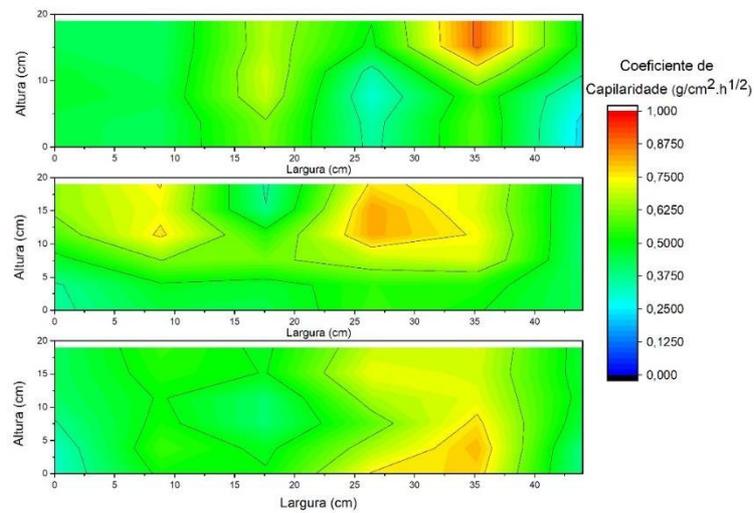
4.1.1 Absorção de água por capilaridade

O coeficiente de capilaridade de blocos cerâmicos está relacionado com a força que determinado poro tem de succionar água. A absorção capilar por sua vez é a responsável por absorver a água da argamassa no momento em que essa entra em contato com a superfície do substrato e quanto maior a força capilar, maior a perda de água da argamassa para o bloco. (PAES et al., 2014; REDA TAHA; SHRIVE, 2001; GROOT; LARBI, 1999)

A água que é levada para dentro do bloco usualmente carrega compostos do cimento que podem vir a hidratar nas cavidades do bloco e criar uma ponte de aderência aumentando o intertravamento mecânico nessa região. Se por um lado a absorção capilar traz benefícios para a aderência, por outro ela altera a relação a/c da região próxima a interface, podendo causar um aumento da zona de transição entre o bloco e a argamassa, uma modificação da porosidade na região e aumento de produtos não hidratados, o que ocasionará em baixa aderência e consequentemente baixa durabilidade do revestimento. Ainda não é consenso na literatura sobre valores ideais de absorção capilar pois são muitos os fatores que interferem na aderência das argamassa.(LAWRENCE; CAO, 1987).

Na figura 56 está representado um mapeamento das 63 medições de capilaridade realizadas em 3 substratos cerâmicos (21 amostras em cada bloco).

Figura 56: Mapeamento da absorção capilar nas 3 faces ensaiadas

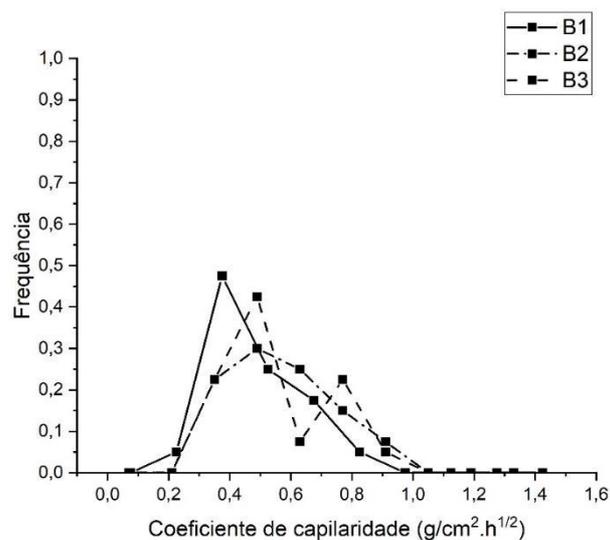


Fonte: Elaborada pela autora

Foram analisadas três faces cerâmicas, a partir de 21 determinações de capilaridade em cada face, permitindo determinar a variabilidade da capilaridade ao longo de um mesmo bloco e a diferença de capilaridade entre os blocos.

A maior capilaridade observada entre as coordenadas de 25 e 35cm dos blocos (ao longo da largura) pode ser explicada pela existência de uma ranhura nessa região, proveniente de algum defeito na boquilha da maromba utilizada para a extrusão da massa cerâmica.

Figura 57: Distribuição de frequência dos resultados de absorção por capilaridade



Fonte: Elaborada pela autora

A partir do gráfico apresentado na figura 57 é possível notar que apesar de haver dispersão dos resultados de absorção capilar, os três blocos apresentaram maior densidade de valores de absorção capilar entre 0,3 e 0,6 g/cm².h^{1/2}, além de apresentarem curvas de distribuição semelhantes.

Tabela 7: Resumo dos resultados de absorção por capilaridade

	B1	B2	B3	Média (3 blocos)
Média (g/cm ² .h ^{1/2})	0,50	0,58	0,57	0,55
Desvio Padrão (g/cm ² .h ^{1/2})	0,15	0,17	0,17	0,12
CV (%)	31%	29%	30%	22%
Variância	0,024	0,028	0,028	
P-valor	0,2496			
Significância	Não			

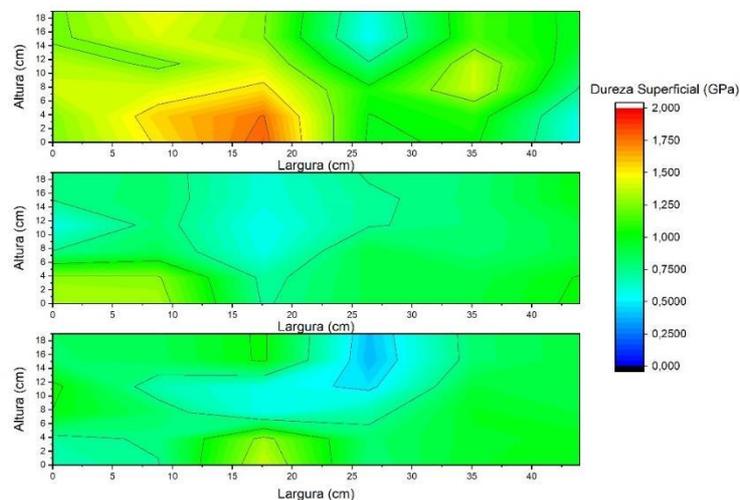
Fonte: Elaborada pela autora

Na tabela 7 estão apresentados os valores médios e os resultados estatísticos realizados por ANOVA – fator único. A análise estatística mostrou que apesar de haver variações de coeficiente de capilaridade entre os blocos, estatisticamente não há diferenças entre os resultados de absorção capilar para os blocos dessa olaria.

4.1.2 Dureza superficial (vickers)

A dureza superficial dos blocos cerâmicos foi medida em micro escala a partir do ensaio de dureza vickers e os valores na escala vickers foram convertidos para valores em GPa.

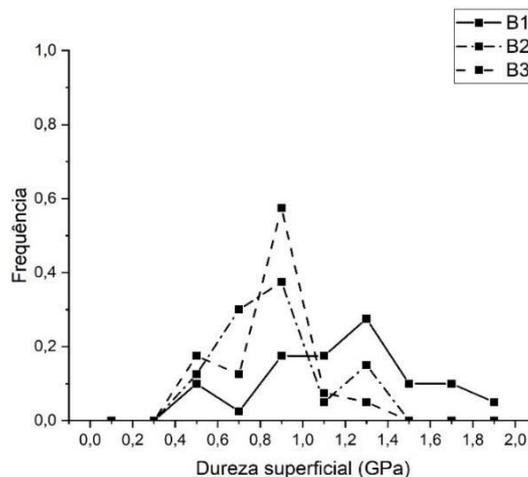
Figura 58: Mapeamento da dureza superficial nas três faces ensaiadas



Fonte: Elaborada pela autora

Na figura 58 é apresentado o mapeamento de dureza superficial para as três faces ensaiadas, sendo que os blocos, as coordenadas e as amostras eram as mesmas utilizadas para o ensaio de absorção capilar. É possível perceber que o comportamento dos resultados é similar ao encontrado no ensaio de absorção capilar, onde existe uma variação em pontos internos de maior e menor dureza superficial, mas a maior parte do bloco possui durezas na mesma escala de grandeza. É possível notar também que os blocos 1 e 3, apresentaram uma diminuição da dureza superficial ($\sim 0,3\text{GPa}$) no mesmo intervalo (entre 25 e 35cm) onde nos ensaios de absorção capilar houve aumento do coeficiente de capilaridade.

Figura 59: Distribuição de frequência dos resultados de dureza superficial



Fonte: Elaborada pela autora

A partir do gráfico de distribuição de frequência dos resultados de dureza superficial apresentado na figura 59 é possível notar que diferentemente das curvas de coeficiente de capilaridade, esse não apresenta similaridade entre si, principalmente ao analisarmos os resultados do bloco 1. Apesar disso, existe uma tendência de maior concentração de resultados entre 0,8 e 1 GPa.

Tabela 8: Resumo dos resultados de dureza superficial

	B1	B2	B3	Média (3 blocos)
Média (GPa)	1,17	0,84	0,82	0,95
Desvio Padrão (Gpa)	0,36	0,20	0,25	0,17
CV (%)	31%	24%	30%	18%
Variância	0,131	0,040	0,061	
Valor-P	0,00013			
Significância	Sim			

Fonte: Elaborada pela autora

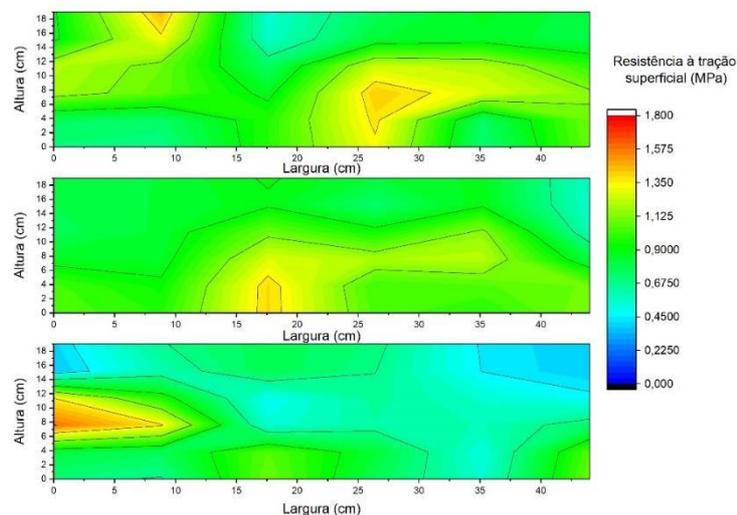
Na tabela 8 está apresentado o resumo dos resultados de dureza superficial para os blocos analisados e os resultados da análise estatística. Como já esperando, observando a distribuição de frequência dos resultados, a análise estatística comprovou que existe diferenças significativas entre as durezas superficiais apresentadas para os blocos de mesmo lote. Isso pode ocorrer devido aos processos intrínsecos a produção das peças cerâmicas, como a composição, o processo de extrusão e a queima dos blocos.

4.1.3 Resistência à tração superficial

O ensaio de resistência à tração superficial foi realizado nas mesmas amostras onde foi verificado o coeficiente de capilaridade e a dureza superficial dos três blocos analisados.

Este ensaio é importante para verificar o potencial de resistência à tração que o bloco cerâmico pode suportar, pois isso poderá se refletir diretamente na forma de ruptura da argamassa que será aplicada sobre este substrato.

Figura 60: Mapeamento da resistência à tração superficial das faces cerâmicas

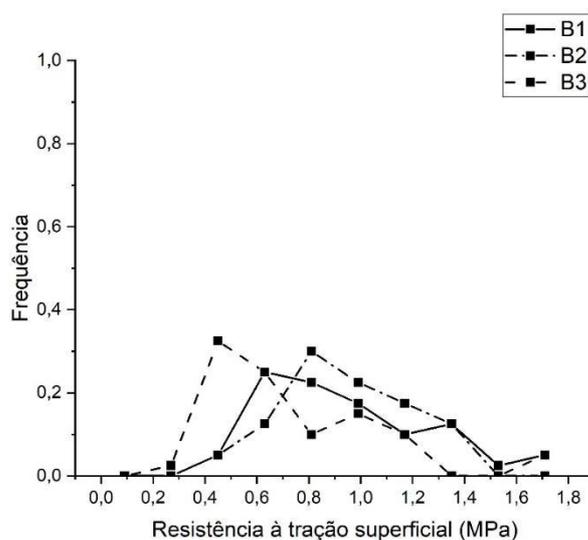


Fonte: Elaborada pela autora

Na figura 60 é apresentado o mapeamento da resistência à tração superficial dos blocos, que apresentaram valores médios de resistência na ordem de 0,9 MPa. É possível novamente notar que ocorrem variações significativas dentro de uma mesma face cerâmica, como no caso do bloco 3 que apresenta valores mínimos de 0,3 até valores máximos de 1,7MPa. Apesar disso, o valor mínimo dos blocos foi de 0,3 MPa,

valor condizente com o desempenho mínimo exigido pela ABNT NBR 13749 para a resistência à tração do revestimento. Pressupõe-se então que, se a resistência à tração da argamassa for inferior às resistências à tração dos substratos, a forma de ruptura se dará majoritariamente na interface ou na própria argamassa, mas se a resistência da interface e da argamassa forem superiores às do bloco, então a ruptura se dará prioritariamente no bloco cerâmico.

Figura 61: Distribuição dos resultados de resistência à tração superficial



Fonte: Elaborada pela autora

A partir da distribuição dos resultados apresentados na figura 61 é possível notar que a faixa onde há maior densidade de valores para a tração superficial é mais ampla que nos outros dois ensaios, apresentando grande concentração de pontos entre 0,4 e 1,4 MPa de resistência. Essa variação dos resultados irá ser visualizada no desvio padrão do ensaio e nos coeficientes de variação apresentados na tabela 9. Uma grande variação nos resultados de resistência de aderência superficial pode vir a interferir diretamente na variação dos resultados de resistência de aderência do revestimento que será aplicado sobre os substratos.

Tabela 9: Resumo dos resultados de resistência à tração superficial

	B1	B2	B3	Média (3 blocos)
Média (MPa)	1,02	0,74	0,98	0,91
Desvio Padrão (MPa)	0,32	0,33	0,28	0,14
CV (%)	31%	45%	28%	15%
Variância	0,099	0,110	0,077	
Valor-P	0,01122			
Significância	Sim			

Fonte: Elaborada pela autora

Na tabela 9 é apresentado o resumo dos resultados e a análise estatística realizada no trabalho onde é possível verificar que estatisticamente há diferenças de resistência à tração superficial entre os três blocos analisados.

Nota-se que, dos três principais ensaios de caracterização dos blocos apresentados, o único onde não havia diferenças significativas entre os blocos era para o ensaio de absorção por capilaridade. Os demais apresentaram diferenças entre si, tanto ao se analisar diferentes regiões de um mesmo bloco, quanto entre blocos, todos do mesmo lote.

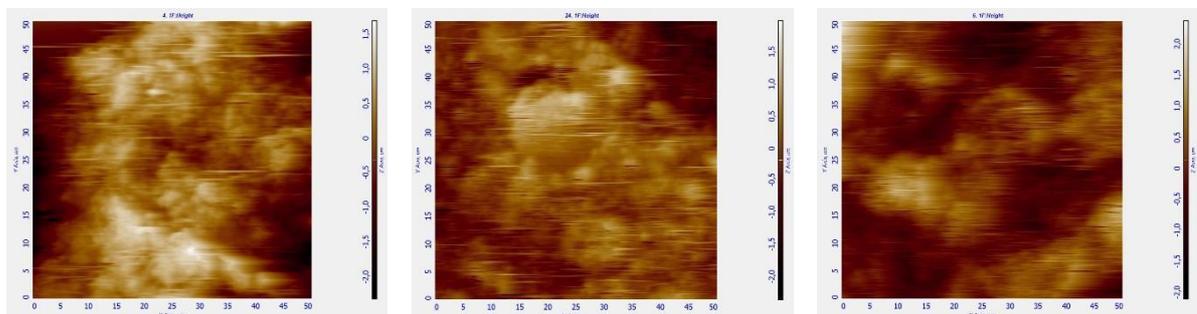
Essas variações estão presentes na literatura, onde diversos autores apontam a variabilidade da massa cerâmica e dos processos industriais ligados a produção dos substratos (CARASEK; VAZ; CASCUDO, 2018; PAES et al., 2014b; PAGNUSSAT, 2013).

4.1.4 Rugosidade a partir de microscopia de força atômica

Além de caracterização dos blocos na macro e micro escala, foram realizadas também caracterizações na nano escala com o auxílio de um microscópio de força atômica.

Na figura 62 estão apresentadas as imagens da varredura de topografia para as 3 análises realizadas.

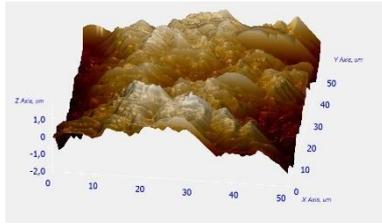
Figura 62: Mapas de topografia 2D e 3D obtidos por MFA



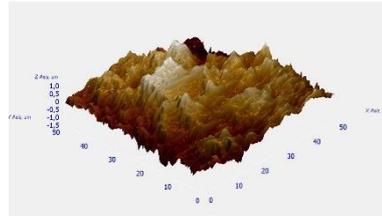
a) Varredura de topografia 2D 1 (Ra 572nm)

b) Varredura de topografia 2D 2 (Ra 411nm)

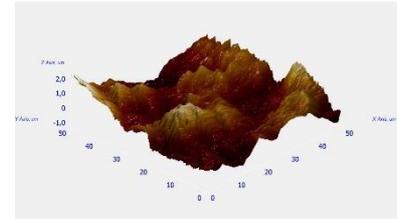
c) Varredura de topografia 2D 3 (Ra 447nm)



d) Varredura de topografia 3D 1



e) Varredura de topografia 3D 2



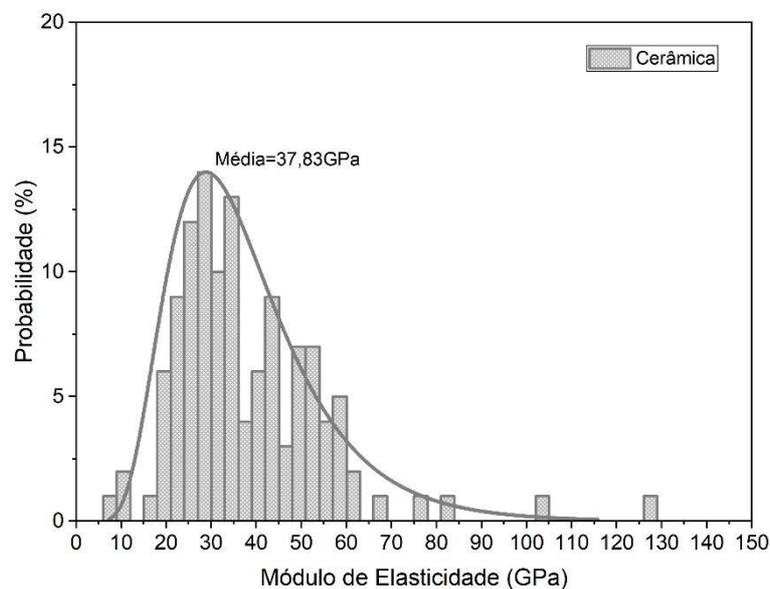
f) Varredura de topografia 3D 3

Fonte: Elaborada pela autora

Verifica-se que as três varreduras realizadas apresentam similaridade entre si, tanto nas imagens 2D quanto nas 3D. As rugosidades (R_a) das três medições foram 552 nm, 411 nm, 447 nm respectivamente, tendo como R_a médio 470nm.

Além da verificação da topografia da cerâmica foram realizadas indentações em algumas áreas da cerâmica, com a finalidade de caracterizar em nanoescala o módulo de elasticidade do substrato, uma vez que esses valores influenciarão no módulo de elasticidade da interface como um todo.

Figura 63: Distribuição dos resultados de módulo de elasticidade da cerâmica



Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 63, correspondente ao gráfico de distribuição dos resultados de módulo de elasticidade para os diversos pontos de indentações, percebe-se que a cerâmica possui módulo variando principalmente entre 20 e 50GPa, possuindo média de 37,83GPa. A variação dos resultados entre todos os valores é de aproximadamente 45%. Considerando que a análise é realizada com uma ponteira na escala atômica e a cerâmica possui grande variabilidade já nos ensaios na macroescala, então essa

variação já era esperada. Os valores médios de módulo de elasticidade de cerâmicas encontrados na literatura estão na faixa de 32GPa, valores coerentes ao encontrado neste trabalho. (SÁEZ DEL BOSQUE et al., 2017).

4.2 ARGAMASSA

4.2.1 Caracterização das argamassas no estado fresco e endurecido

Na tabela 10 é possível verificar a caracterização do traço da argamassa escolhida para a confecção dos revestimentos deste trabalho.

Tabela 10: Resultados da caracterização da argamassa no estado fresco e endurecido

	Ensaio	Norma	Resultado	Desvio Padrão	Unidade de medida
Estado fresco	Índice de consistência	ABNT NBR 13276:2016	157,00	2,00	mm
	Densidade de massa	ABNT NBR 13278:2005	2,07	0,10	g/cm ³
	Teor de ar incorporado	ABNT NBR NM 47	5,50	0,20	%
	Retenção de água	ABNT NBR 13277:2005	98,70	0,50	%
Estado Endurecido	Resistência à tração na flexão	ABNT NBR 13279:2005	1,75	0,05	MPa
	Resistência à compressão	ABNT NBR 13279:2005	10,43	1,80	MPa
	Módulo de elasticidade dinâmico	ABNT NBR 15630:2009	22168,72	607,65	MPa
	Absorção de água total	ABNT NBR 9778:2005	12,40	0,32	%
	Índice de vazios	ABNT NBR 9778:2005	22,86	0,15	%
	Massa específica seca	ABNT NBR 9778:2005	1,84	0,04	g/cm ³

Massa específica saturada	ABNT NBR 9778:2005	2,69	0,04 g/cm ³
Massa específica real	ABNT NBR 9778:2005	2,39	0,04 g/cm ³
Absorção de água por capilaridade	RILEM TC 116 PCD 1999	0,43	0,03 g/cm ² .h ^{1/2}
Densidade de massa aparente	ABNT NBR 13280:2005	2044,12	25,59 kg/cm ³
Variação dimensional	ABNT NBR 15261:2005	0,81	0,02 mm/m
Variação de massa	ABNT NBR 15261:2005	5,82	0,28 %

Fonte: Elaborada pela autora

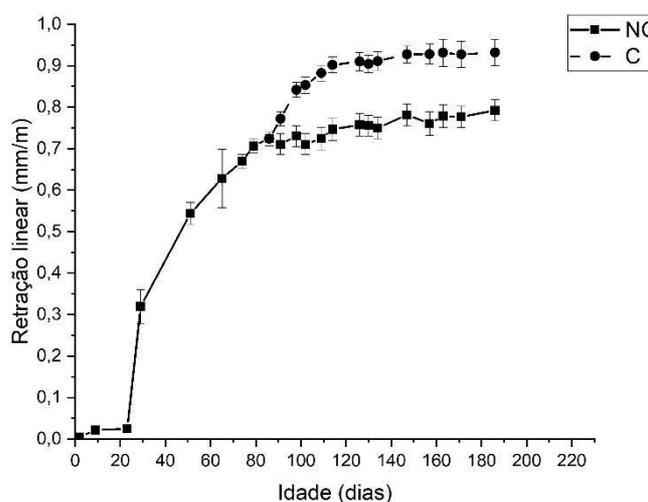
Com base nos resultados obtidos verifica-se que por ser uma argamassa de cimento:areia, o módulo de elasticidade é elevado, possuindo as argamassas não carbonatadas ME médio de 22,16GPa. Após a carbonatação o módulo de elasticidade médio da argamassa passou para 26,33GPa, correspondendo a um aumento de 19% em relação as argamassas não carbonatadas.

A retração total da argamassa mostrou-se baixa, o que diminui a probabilidade de microfissuração interna e fissuras na face, e indica que o traço foi dosado com uma boa distribuição granulométrica dos grãos tanto do cimento quanto da areia, visto que o agregado miúdo neste caso tem o efeito de mitigar a retração causada pela hidratação do cimento e processos de secagem.

Após a estabilização da retração, ou seja, quando já não havia grandes variações nos resultados de retração, que ocorreu aos 87 dias contados após a moldagem das amostras, parte delas foram colocadas na câmara de carbonatação e as demais foram mantidas na câmara sem CO₂ e com umidade controlada. Cabe ressaltar que ambas as câmaras estiveram com umidade em 60% durante todo o período dos ensaios, a fim de eliminar a probabilidade de retração por perda de umidade interna e avaliar somente a retração gerada pelo processo de carbonatação.

Na figura 64 são apresentadas as curvas médias para retração nas amostras com seus respectivos desvios padrão.

Figura 64: Retração linear das argamassas ao longo do tempo

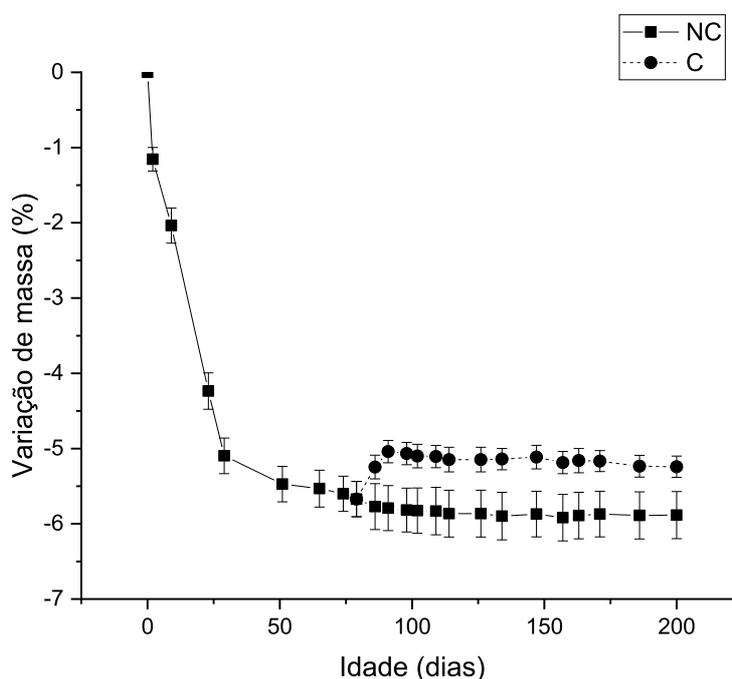


Fonte: Elaborada pela autora

É possível perceber que houve uma retração inicial nas amostras até os 21 dias de análise que, deve estar relacionada com a hidratação dos grãos de cimento (ao longo dos primeiros 21 dias a cura ocorreu em ambiente saturado). Após os 21 dias, há um expressivo aumento da retração das amostras, que pode estar relacionada com a gradual perda de massa ao longo do tempo, isso porque as amostras foram transferidas para uma câmara com umidade controlada em $60\% \pm 5\%$. Essa retração começa a estabilizar próximo aos 80 dias após a moldagem, e neste momento, parte das amostras começaram a passar por processo de carbonatação. Acompanhou-se a carbonatação das amostras até os 200 dias de idade e obteve-se um acréscimo da retração total na ordem de 18% quando comparada a retração das amostras de referência.

A retração no estado endurecido possui basicamente 4 processos determinantes para a maior retração da argamassa, sendo eles a retração autógena, térmica, por secagem e por carbonatação. (HOLT, 2001). Neste estágio foi possível então avaliar a retração autógena, por secagem e por carbonatação das amostras. A retração térmica não foi considerada pois todas as amostras foram mantidas em ambiente com temperatura controlada durante todo o processo e, portanto, não houve variações térmicas a serem consideradas.

Figura 65: Variação de massa das argamassas ao longo do tempo



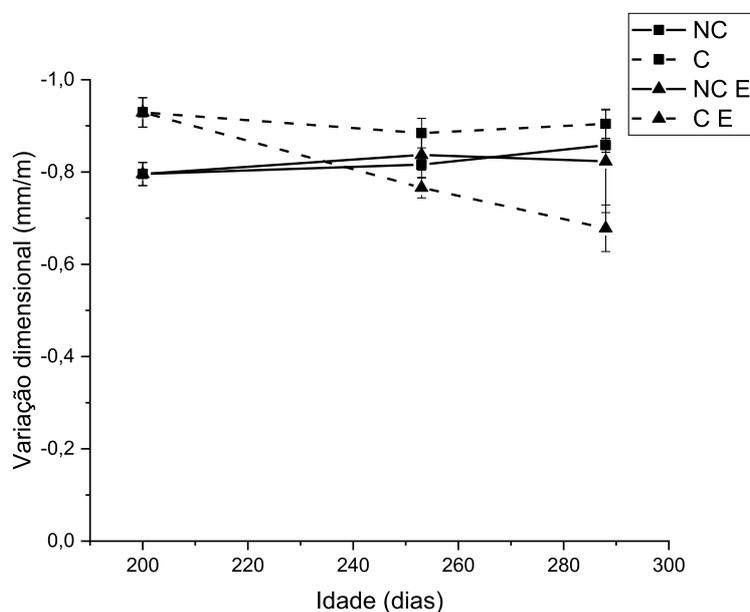
Fonte: Elaborada pela autora

Na figura 65 é apresentado o gráfico de variação de massa das argamassas ao longo do tempo com seus respectivos desvios padrão. O gráfico apresentou comportamento semelhante ao gráfico de retração linear, e corroborou com o entendimento da expressiva retração que ocorreu até os 80 dias de idade, pois as amostras estavam passando pelo processo de estabilização de umidade interna.

Percebe-se que, quando as amostras começam a ser carbonatadas ocorre um rápido acréscimo de massa, que equivale a 15% em relação as argamassas de referência. Esse ganho de massa está relacionado com a transformação do hidróxido de cálcio em produtos de carbonatação, como calcita, aragonita e vaterita que ocupam um maior volume interno que o CH original. A literatura aponta que, o ganho de massa nesta etapa pode chegar à ordem de 35% (BASTOS, 2001).

Na figura 66 estão apresentadas as curvas de variação dimensional nas amostras antes e após carbonatação, com e sem envelhecimento acelerado.

Figura 66: Efeito do envelhecimento acelerado na variação dimensional



Fonte: Elaborada pela autora

Ao analisar o efeito do envelhecimento acelerado nas amostras (figura 66) percebe-se que, nas argamassas não carbonatadas a variação dimensional manteve-se praticamente constante. Já nas amostras carbonatadas há uma expansão expressiva, equivalente à 13% em relação a retração final das argamassas que não foram envelhecidas. A hipótese inicial é que isso pode ocorrer pois com a diminuição da porosidade total das argamassas, há uma menor absorção de água, diminuindo a intensidade do choque térmico nessas amostras, que passa a ocorrer majoritariamente pelo efeito do gradiente de temperatura ($80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$). Como as amostras estavam mantidas a umidade de 60%, havia água nas paredes dos poros o que pode ter causado efeitos de expansão devido a aceleração das moléculas de água que estavam a ponto de mudar seu estado, de líquido para gasoso.

Uma segunda hipótese gira em torno da possibilidade de expansão química devido a presença dos carbonatos, da sílica gel e das alterações na etringita presente em amostras com alto grau de carbonatação. Este efeito, porém, necessitaria de análises mais aprofundadas para que pudesse ser avaliado e confirmado. No entanto, em um estudo realizado por Zhang, Li e Ellis (2019) no qual avaliava o efeito de cura por carbonatação e cura térmica à vapor na estabilidade dimensional inicial de corpos de prova, constatou que devido a cura térmica, havia expansão nas amostras, assim como em cura conjunta por carbonatação e térmica. O estudo relacionou esse efeito a perda da estabilidade da etringita. Apesar disso, esse estudo avaliava a expansão

em idades iniciais, o que pode não ocorrer da mesma maneira em idades avançadas. Não foram encontrados estudos que avaliassem a estabilidade dimensional de matrizes cimentícias carbonatadas sob efeito de alta temperatura ($\sim 80^{\circ}\text{C}$).

Uma vez que o processo de carbonatação das argamassas gerou um acréscimo na retração das argamassas de 18% e o envelhecimento acelerado expandiu cerca de 13%, houve no final, uma compensação da retração nas argamassas carbonatadas, as quais voltaram praticamente ao seu estado original.

4.3 SISTEMA DE REVESTIMENTO

Neste item serão apresentados os resultados referentes às análises macro e microestruturais do sistema de revestimento, que comportam as argamassas sem carbonatação e carbonatadas, com e sem processo de envelhecimento acelerado.

4.3.1 Ensaio macroestruturais

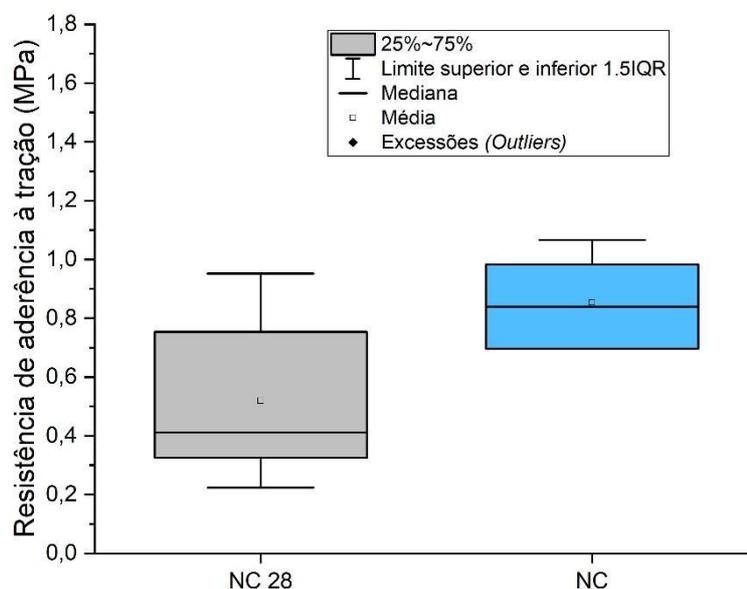
Entre os ensaios na macroescala realizados neste trabalho estão a resistência de aderência dos revestimentos e suas respectivas profundidades de ruptura e de carbonatação, a absorção de água por capilaridade, o módulo de elasticidade e índices de vazios.

4.3.1.1 Resistência de aderência à tração

Os valores individuais de resistência de aderência à tração e as formas de ruptura estão detalhados no apêndice 1. No apêndice 2 estão contidos os registros fotográficos de todos os corpos de prova ensaiados.

Na figura 67 estão apresentadas as resistências de aderência à tração para as argamassas não carbonatadas nas idades de 28 dias, que foram utilizadas para fins de aceitação do traço a ser utilizado neste trabalho, e a idade de 190 dias, relacionada com a idade exatamente antes dos corpos de prova serem carbonatados.

Figura 67: Comparação da resistência de aderência à tração das argamassas pelo tempo de cura



Fonte: Elaborada pela autora

Analisando o gráfico apresentado na figura 67 é possível notar que, aos 28 dias de cura em ambiente com umidade de $95\pm 5\%$, os corpos de prova estavam apresentando resistência de aderência média de 0,5MPa, e como este valor atendia ao mínimo especificado pela norma ABNT NBR 13528 (2019), 0,3MPa, este traço foi aceito para as demais moldagens. Devido a dificuldades no acesso ao laboratório durante alguns meses entre março e julho de 2020 (restrições decorrentes da pandemia de COVID-19), houve atraso no processo de sazonalização das amostras, o que fez com que a verificação da aderência não carbonatada exatamente antes das amostras começarem a ser carbonatadas fossem realizadas somente 190 dias após a moldagem, já em idade avançada, mas mais próxima a uma situação real.

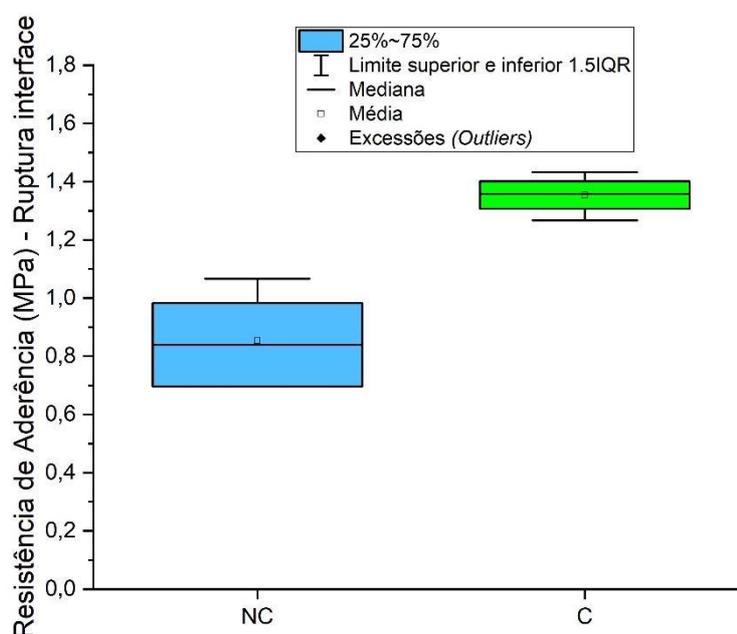
O efeito da idade de cura e conseqüentemente de um maior grau de hidratação fez com que houvesse um ganho de resistência nas amostras, passando em média de 0,5MPa para 0,85MPa, além de diminuir o desvio padrão dos resultados. Valores elevados de resistência de aderência não eram desejáveis, uma que, se fossem superiores às resistências superficiais dos blocos a ruptura se daria majoritariamente no substrato, não sendo possível analisar a resistência de aderência. Conforme visto no item 4.1.3 correspondente a resistência à tração superficial dos blocos, a resistência média encontrada foi de 0,9MPa, atingindo máximas de 1,7MPa. A análise

completa do efeito do tempo de cura nas argamassas está disponível no APÊNDICE F.

Os valores de resistência de aderência à tração das argamassas não carbonatadas obtidos aos 190 dias foram adotados como referência nas avaliações a seguir.

Na figura 68 estão apresentados os resultados de resistência de aderência à tração das amostras não carbonatadas (NC) e carbonatadas (C), contemplando somente os dados de ruptura na interface entre argamassa/substrato.

Figura 68: Resistência de aderência para revestimento não carbonatado e carbonatado



Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 68 é possível notar que o processo de carbonatação resultou em um aumento da resistência de aderência à tração dos revestimentos de 0,85MPa para 1,35MPa, além de resultar em uma sensível diminuição no coeficiente de variação dos resultados, de 18% para 5% de variação. Esse aumento da resistência pode estar relacionada com a carbonatação do hidróxido de cálcio, resultando em carbonato de cálcio, que segundo a literatura é um material que possui maior dureza e maior módulo de elasticidade (HAN et al., 2014b).

Tabela 11: Análise de variância (ANOVA) para a resistência de aderência na interface das amostras NC e C

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico	Significância
Entre grupos	0,601241	1	0,601241	37,58953	0,00028	5,317655	Sim
Dentro dos grupos	0,127959	8	0,015995				
Total	0,7292	9					

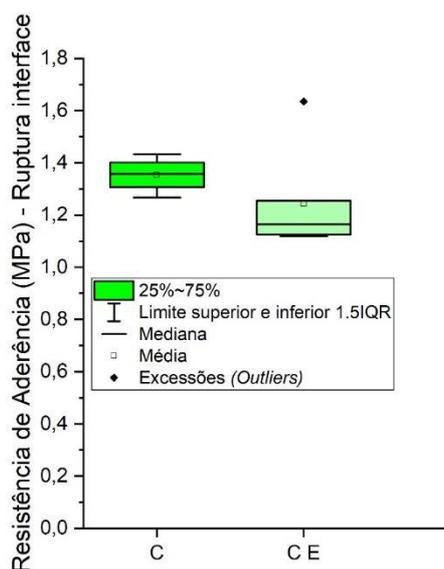
Fonte: Elaborada pela autora

A análise de variância (ANOVA) apresentou um p-valor de 0,00028, concluindo então que para um nível de significância de 95%, as amostras analisadas apresentam diferenças significativas entre si.

Na figura 69 estão apresentados os resultados de resistência de aderência à tração para os revestimentos carbonatados, antes (C) e após (C E) o envelhecimento acelerado.

Figura 69: Comparação entre resistência de aderência na interface para as amostras

C e C E



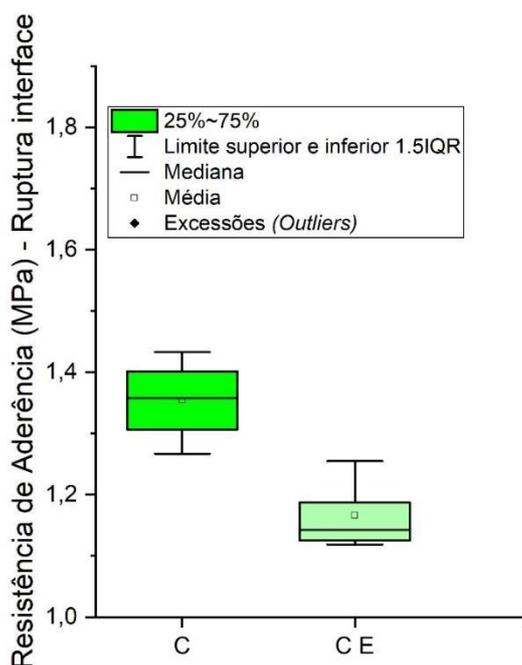
Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 69, é possível verificar que houve uma queda da média das resistências de aderência entre os revestimentos carbonatados e carbonatados envelhecidos de 1,35MPa para 1,24MPa. Entretanto a análise de variância (ANOVA) indica que não há como concluir que as amostras apresentam diferenças entre si, isso porque o coeficiente de variação para as amostras carbonatadas envelhecidas teve um aumento para 16% em relação às amostras carbonatadas (5%).

Apesar de não ser possível concluir que houve diminuição da resistência de aderência para as amostras carbonatadas envelhecidas, houve um aumento da heterogeneidade dos resultados, e comparando os valores mínimos obtidos para os revestimento analisados, as amostras carbonatadas apresentaram mínima de 1,26MPa enquanto que as argamassas carbonatadas envelhecidas apresentaram mínima de 1,11MPa. Analisando somente os resultados do revestimento carbonatado envelhecido é possível notar que a mediana encontra-se em valores próximos à 1,16MPa, e muito possivelmente a média aumentou devido à presença de um valor atípico equivalente a 1,63MPa que não condiz com o restante dos resultados.

Considerando a presença de um valor atípico nos dados carbonatados envelhecidos, o dado foi excluído e realizou-se a interpretação dos resultados novamente (conforme figura 70).

Figura 70: Comparação entre amostras C e C E (sem *outliers*)



Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 70, na qual estão apresentados os resultados da comparação entre a resistência de aderência à tração na interface entre as amostras carbonatadas e carbonatadas envelhecidas, sem *outliers*, é possível perceber que houve uma diminuição da resistência de aderência após o envelhecimento. Realizou-se análise de variância (ANOVA) e, concluiu-se que, para uma significância de 95% os exemplares analisados são diferentes entre si (tabela 12).

A queda da resistência de aderência na interface ocorreu devido ao processo de envelhecimento acelerado, que danificou as amostras, gerando microfissuras e perda das propriedades mecânicas devido ao choque térmico causado pelos processos de molhagem e secagem do revestimento.

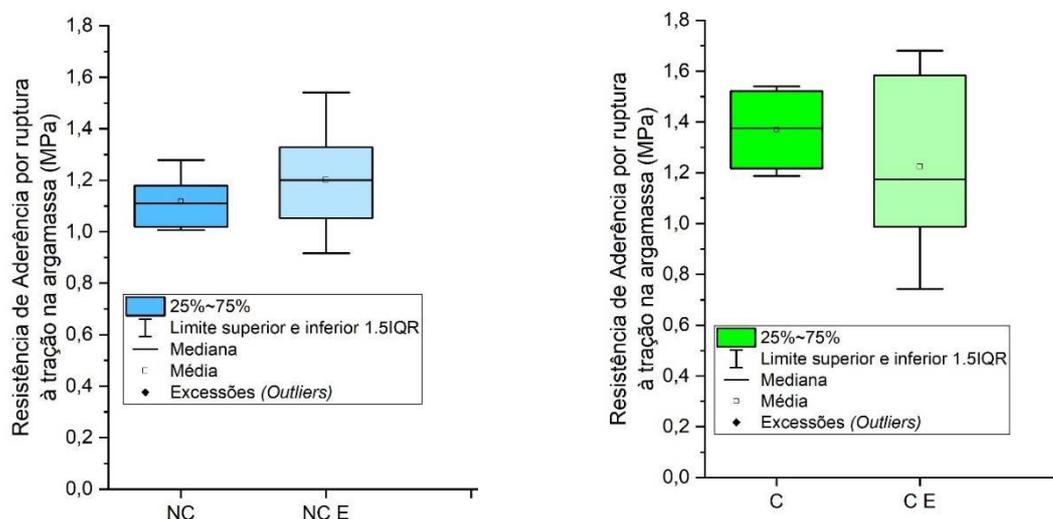
Tabela 12: Análise de variância para os revestimentos C e C E

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico	Significância
Entre grupos	0,078706	1	0,078706	20,42981	0,002732	5,591448	Sim
Dentro dos grupos	0,026967	7	0,003852				
Total	0,105673	8					

Fonte: Elaborada pela autora

Como cerca de 40% das rupturas ocorreram fora da interface, e quando não há ruptura na interface os resultados não equivalem à resistência de aderência e sim à resistência à tração da argamassa, para fins de comparação, utilizou-se nos gráficos das figuras 71 (a e b) somente os valores de aderência obtidos fora da interface, ou seja, com ruptura na argamassa.

Figura 71: Comparação entre resistência de aderência à tração por ruptura na argamassa para os revestimentos



a) Comparação Ra fora da interface (NC – média 1,11MPa e NC E – média 1,20MPa)

b) Comparação Ra fora da interface (C – média 1,37MPa e C E – média 1,22MPa)

Fonte: Elaborada pela autora

Ao analisar os gráficos da figura 71, é possível perceber que o aumento da resistência entre as amostras não carbonatadas e as amostras carbonatadas continua presente ao avaliar somente as rupturas fora da interface. Porém ao comparar as

amostras não carbonatadas envelhecidas e carbonatadas envelhecidas não é possível concluir que há diferenças entre as médias, visto que o desvio padrão aumenta após o envelhecimento acelerado.

Analisando somente a figura 71 (a) onde é comparada a resistência à tração dos revestimentos não carbonatados e não carbonatados envelhecidos é possível verificar que, apesar da média ter aumentando para as amostra envelhecidas, devido ao aumento do desvio padrão, a análise de variância (tabela 13) indicou que não há diferença entre as amostras. Analisando somente os valores mínimos atingidos, obtemos que para a os revestimentos não carbonatados encontrou-se valor de 1,00 MPa e para os não carbonatados envelhecidos encontrou-se valor de 0,91MPa indicando que houve perda da resistência em alguns pontos no sistema de revestimento.

Tabela 13: Análise de variância para resistência à tração entre NC e NC E

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>	<i>Significância</i>
Entre grupos	0,02957	1	0,02957	0,943326	0,345041	4,451322	Não
Dentro dos grupos	0,532896	17	0,031347				
Total	0,562466	18					

Fonte: Elaborada pela autora

Analisando somente a figura 71 (b) é possível verificar que houve uma aparente diminuição da resistência média para os revestimentos carbonatados envelhecidos em comparação aos que não passaram por ciclagem térmica. Apesar disso, devido ao aumento do coeficiente de variação, a anova (tabela 14) concluiu que não há diferenças significativas entre os revestimentos. As amostras carbonatadas apresentaram valores mínimos de resistência à tração de 1,18 MPa, enquanto que as amostras carbonatadas com envelhecimento acelerado o valor mínimo foi de 0,74MPa, indicando novamente que houveram pontos em que o envelhecimento deteriorou sensivelmente as amostras. Estes são os pontos onde as manifestações patológicas surgirão primeiro.

Tabela 14: Análise de variância entre as resistências à tração para amostras C e C E

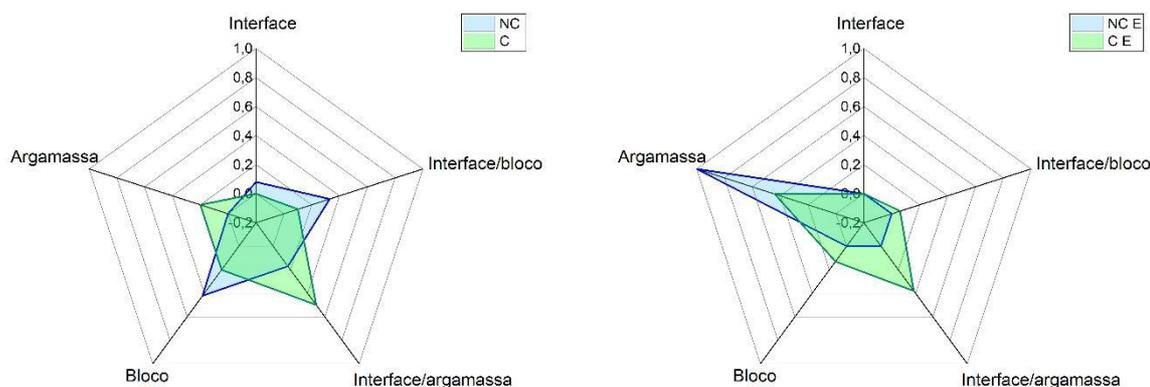
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>	<i>Significância</i>
Entre grupos	0,021545	1	0,021545	0,300388	0,592271	4,60011	Não
Dentro dos grupos	1,004136	14	0,071724				
Total	1,025681	15					

Fonte: Elaborada pela autora

De forma geral, percebe-se que a carbonatação melhorou a resistência à tração dos revestimentos, porém após a deterioração acelerada dos mesmos, tanto as amostras não carbonatadas quanto as carbonatadas apresentaram resistências semelhantes. Apesar disso, houve uma maior variação nos resultados ao analisar as amostras carbonatadas envelhecidas (CV=26%), comparando com as não carbonatadas envelhecidas (CV=17%), as não carbonatadas (CV=9%) e as carbonatadas (CV=11%).

Na figura 72 estão apresentados os gráficos relacionados a forma de ruptura dos corpos de prova para todas as variáveis ensaiadas.

Figura 72: Gráfico de radar da forma de ruptura das argamassas ensaiadas



a) Argamassas sem envelhecimento acelerado

b) Argamassas com envelhecimento acelerado

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 72 (a), que representa a forma de ruptura encontrada nas amostras analisadas é possível perceber que o processo de carbonatação não alterou diretamente a forma da ruptura do revestimento, ou seja, ambos os sistemas de revestimento apresentaram ruptura majoritariamente na interface.

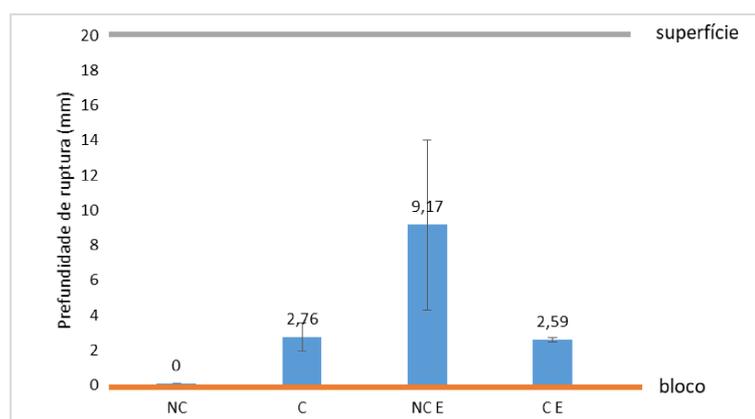
Ao analisar a figura 72 (b), onde os revestimentos passaram por processo de envelhecimento acelerado, percebe-se alterações sensíveis na forma de ruptura das argamassas. Analisando somente as argamassas não carbonatadas com envelhecimento acelerado nota-se que essa, apresentou 100% da ruptura na argamassa, ou seja, o processo de envelhecimento acelerado fez com que houvesse perda de resistência na argamassa, e essa, rompeu à tração direta, antes de romper na interface. Portanto, os dados obtidos no ensaio para as argamassas não

carbonatadas não representam a resistência de aderência do revestimento e sim a resistência à tração dessas argamassas. Nas amostras carbonatadas com envelhecimento acelerado o efeito do envelhecimento não foi tão expressivo, o que resultou em rupturas similares às da figura 72 (a) onde não havia o efeito do envelhecimento acelerado.

Estes resultados sugerem que os ciclos térmicos realizados não degradaram a interface entre a argamassa e o bloco, envelhecendo majoritariamente de argamassa de revestimento. Cabe ressaltar que, foram realizados 20 ciclos de aquecimento e resfriamento nas amostras, e que a norma de desempenho ABNT NBR 15575/2013 – parte 4 (anexo E) especifica que devem ser realizados 10 ciclos similares ao utilizado neste trabalho, a norma não especifica que deva ser realizado ensaio de resistência de aderência à tração nestes sistemas. A verificação da degradação segundo a norma, deve ser feita analisando aparecimentos de fissuras, trincas, descolamento e deteriorações em ambas as faces dos corpos de prova, o que indiretamente sugere que o ensaio pretende degradar também a interface.

Além da análise da forma de ruptura, foi realizada também a quantificação da profundidade de ruptura dos exemplares (figura 73) que apresentaram ruptura na argamassa e não na interface.

Figura 73: Verificação de profundidade de ruptura média dos revestimentos



Fonte: Elaborada pela autora

Os resultados apresentados na figura 73 representam a profundidade de ruptura média dos revestimentos analisados. Os valores de profundidade de ruptura referentes às amostras não carbonatadas sem envelhecimento acelerado estão sobre o eixo x pois estas não apresentaram ruptura na argamassa. Para as demais variáveis,

a profundidade de ruptura é o valor médio dos corpos de prova que tiveram rompimento na argamassa.

Percebe-se que quando realizadas as ciclagens térmicas nos revestimentos as amostras não carbonatadas apresentaram comportamento muito diferente do inicial, antes do envelhecimento, onde essas, tiveram sua profundidade de ruptura média exatamente na metade da espessura do revestimento. Isso é explicado pois o ensaio gerou maiores danos principalmente próximo da superfície do sistema, o que causou degradação da matriz cimentícia e diminuição da resistência à tração das argamassas, possivelmente causada por aumento da microfissuração interna.

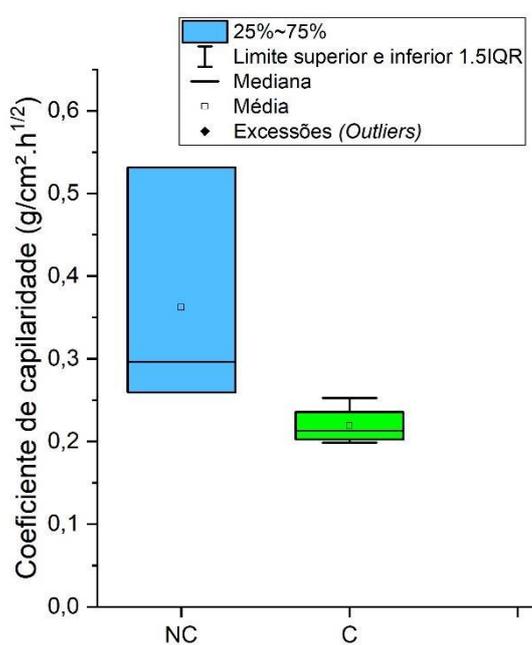
Já nas argamassas carbonatadas, o comportamento manteve-se similar antes e após os ciclos térmicos. Conforme a literatura, o aumento do módulo de elasticidade das argamassas prejudica a durabilidade do sistema, pois esse, possui maior rigidez e portanto, deforma menos e está mais suscetível ao aparecimento de fissuras (JOHN, 2003 apud POLITO, 2008). Deve ser levado em consideração neste caso, a modificação da porosidade interna causada pela carbonatação, que, neste caso diminuiu a absorção capilar da matriz o que fez com que os choques térmicos devido ao aquecimento e a molhagem do sistema fosse menos agressivo para as argamassas carbonatadas, fazendo com que o envelhecimento para este sistema fosse menos severo que nas argamassas não carbonatadas.

4.3.1.2 Coeficiente de capilaridade

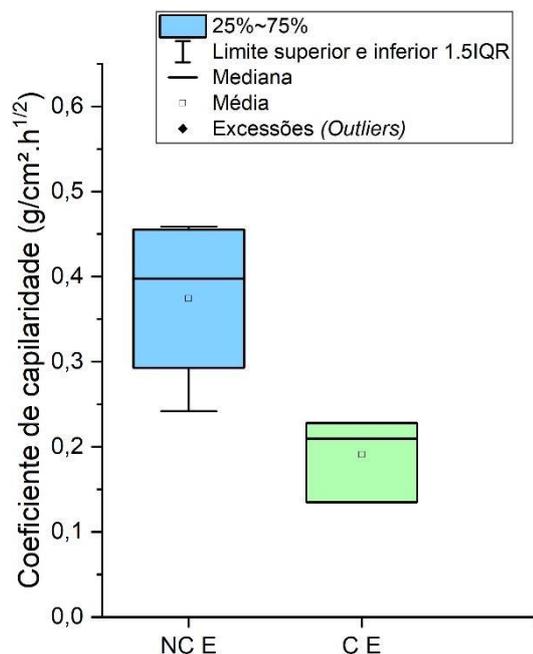
Realizou-se ensaio de absorção de água por capilaridade nos sistemas de revestimento não carbonatados, carbonatados, não carbonatados envelhecidos e carbonatados envelhecidos. A partir das curvas de absorção capilar foi possível obter os coeficientes de capilaridade das amostras.

Na figura 74 estão apresentados os resultados de coeficiente de capilaridade calculados para as amostras.

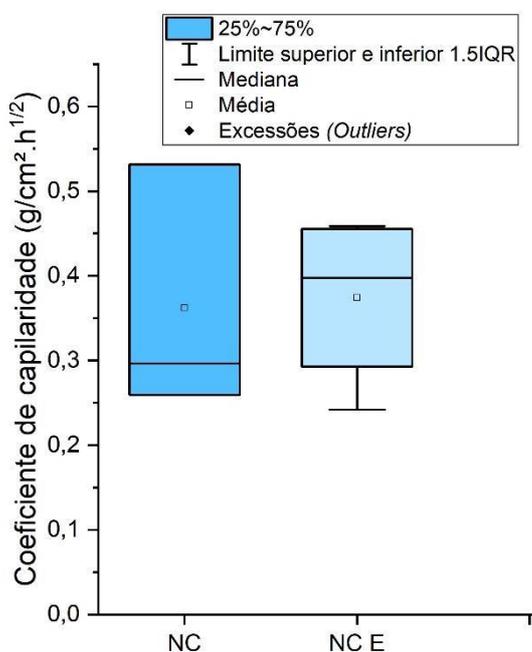
Figura 74: Comparação entre os coeficientes de capilaridade para os revestimentos



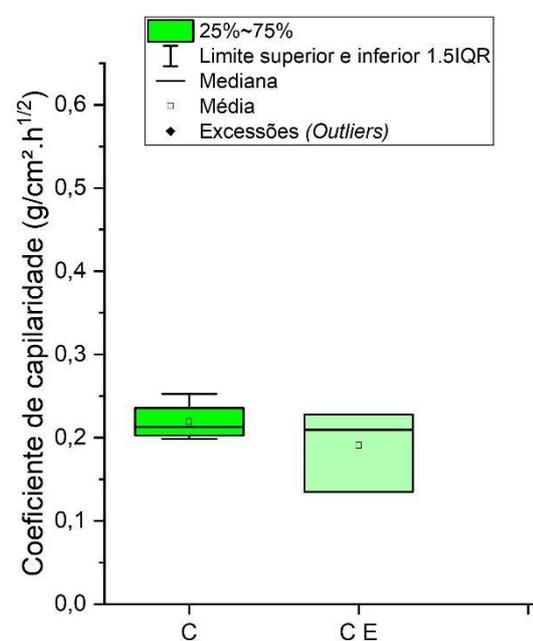
a) Comparação entre as amostras NC (média = 0,36) e C (média = 0,22)



b) Comparação entre as amostras NC E (média = 0,37) e C E (média = 0,19)



a) Coeficientes de capilaridade para as amostras NC (média = 0,36) e NC E (média = 0,37)



b) Coeficientes de capilaridade para as amostras C (média = 0,22) e C E (média = 0,19)

Fonte: Elaborada pela autora

Analisando os gráficos apresentados na figura 74 é possível perceber que há uma diminuição da absorção por capilaridade quando os revestimentos são carbonatados. Também observa-se diminuição da variação dos resultados nas amostras carbonatadas (CV = 11%) comparando com as não carbonatadas (CV = 41%). Já a variação para as amostras não carbonatadas envelhecidas foi de 27% e para as amostras carbonatadas envelhecidas foi de 26%. Essas variações podem estar relacionadas com a presença do substrato cerâmico nos conjuntos avaliados, onde, conforme resultados da caracterização dos substratos, obteve-se coeficientes de variação dentro de um mesmo bloco em torno de 30%. Essas variações de absorção capilar do bloco influenciam na absorção capilar do revestimento, assim como na quantidade de água que a argamassa perdeu para o substrato naquele ponto (CARASEK; VAZ; CASCUDO, 2018).

Devido a variação do ensaio, a análise de variância não indicou diferenças significativas antes e depois do envelhecimento acelerado. Apenas há diferenças significativas quando comparadas as amostras não carbonatadas e envelhecidas e as carbonatadas e envelhecidas conforme tabela 15.

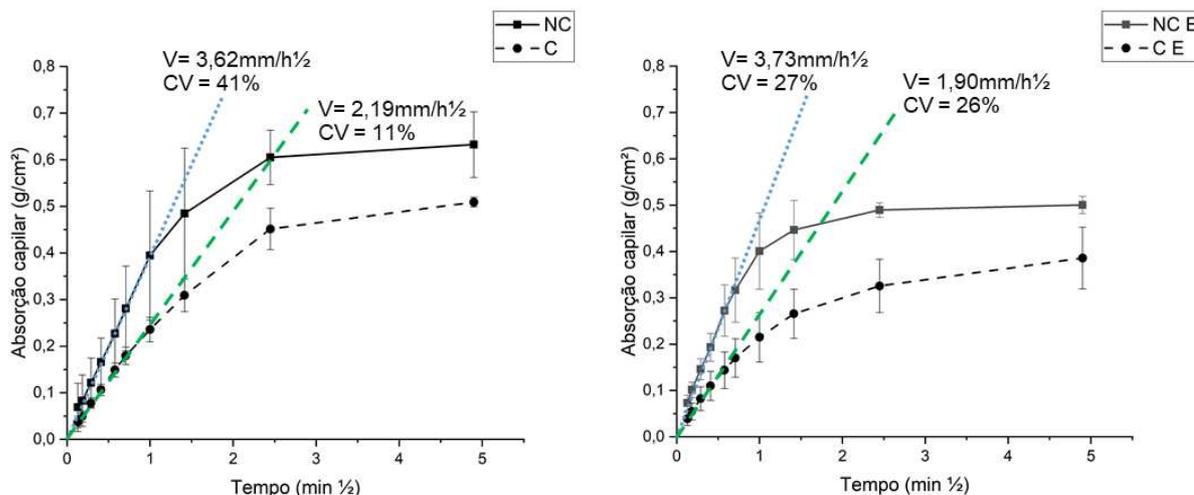
Tabela 15: Análise de variância para o ensaio de absorção de água por capilaridade

Combinações	p-valor	Significância
NC x C	0,105708	Não
NC E x C E	0,037798	Sim
NC x NCE	0,90637	Não
C x C E	0,352902	Não

Fonte: Elaborada pela autora

Na figura 75 estão apresentadas as curvas médias de absorção capilar para as amostras analisadas onde a diferença foi estatisticamente mais significativa

Figura 75: Comparação entre as curvas médias de absorção capilar



a) Comparação entre NC e C

b) Comparação entre NC E e C E

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figuras 75 (a,b) é possível notar que após a carbonatação dos revestimentos houve uma diminuição da inclinação da reta de absorção capilar, indicando que a velocidade de penetração de água por capilaridade é mais lenta quando as amostras estão carbonatadas. Analisando somente a figura 75 (a), apesar da anova não apresentar significância, há diminuição da velocidade da entrada de água por capilaridade de $3,62 \text{ mm/h}^{1/2}$ para as amostras não carbonatadas e de $2,19 \text{ mm/h}^{1/2}$ para as amostras carbonatadas. Essa alteração na velocidade de penetração de água é decorrente da precipitação de produtos carbonatados que possuem um volume superior ao do Ca(OH)_2 o que faz com que ocorra modificações na porosidade interna do material.

Apesar de, neste trabalho, a quantificação da porosidade não ter sido avaliada, é possível aferir que houve diminuição da quantidade de poros capilares. Não é consenso na literatura de que a carbonatação gera diminuição da porosidade capilar em todos os casos, apesar de ser encontrada nos trabalhos de Tiery (2005) e Cui et al. (2019). Na grande maioria dos trabalhos, é relatada uma diminuição da porosidade total das amostras e aumento dos macroporos na faixa entre 100 e 600nm. (TIERY, 2005; CHINDAPRASIRT; RUKZON, 2009; CUI et al., 2019). Já no estudo desenvolvido por Ngala e Page (1997) concluiu-se que houve aumento dos poros capilares em relações a/c de 0,4 a 0,7, o que foi atribuído a carbonatação do C-S-H e a formação de sílica gel.

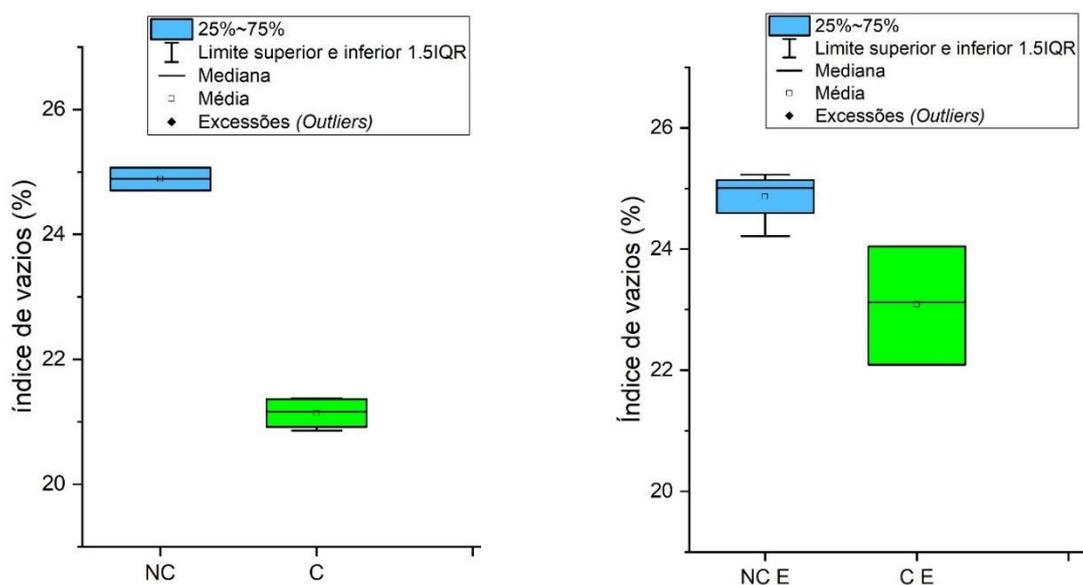
Ao analisar a figura 75 (b) percebe-se que mesmo após o envelhecimento acelerado das amostras a velocidade de penetração de água por capilaridade diminui

para as amostras carbonatadas. Apesar do ensaio de envelhecimento acelerado gerar aumento da fissuração interna das argamassas, esses resultados não foram notados neste ensaio. Isso pode ser relacionado com a presença da cerâmica na amostra, e também com o fato deste ensaio medir absorção por capilaridade, não sendo efetivo para mapear possíveis variações na macroporosidade das amostras.

4.3.1.3 Índice de vazios

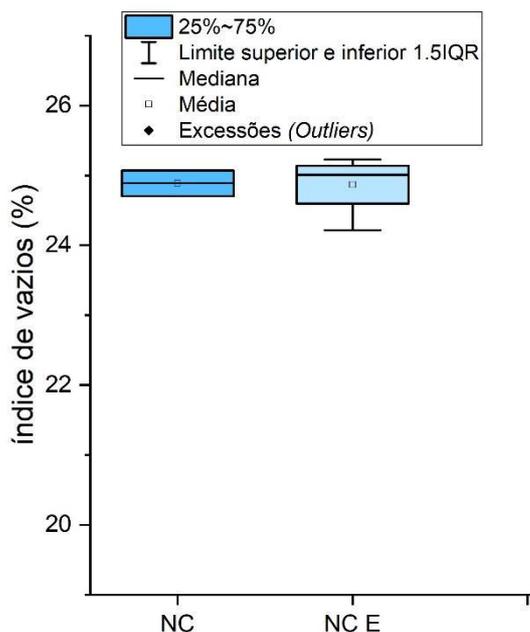
Os resultados do ensaio de índice de vazios das amostras estão indicados na figura 76.

Figura 76: Comparação entre os resultados de índice de vazios

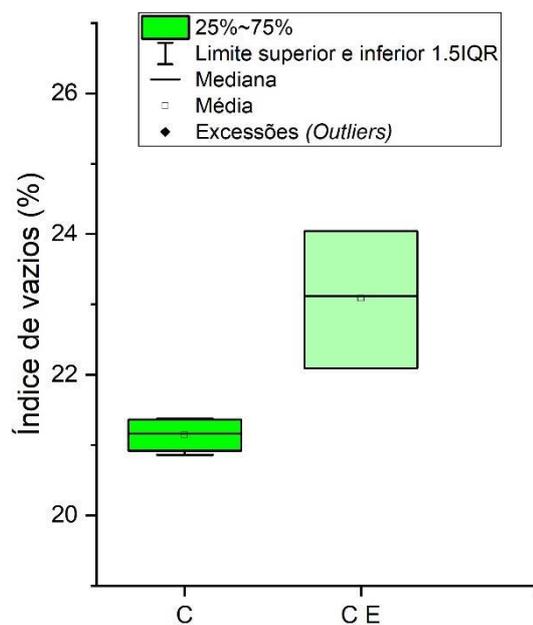


a) Comparação entre amostras não carbonatadas (M = 24,89%) e carbonatadas (M = 21,14%)

b) Comparação entre amostras não carbonatadas envelhecidas (M = 24,87%) e carbonatadas envelhecidas (M = 23,09%)



c) Comparação entre amostras não carbonatadas (M = 24,89%) e não carbonatadas envelhecidas (M = 24,87%)



d) Comparação entre amostras carbonatadas (M = 21,14%) e carbonatadas envelhecidas (M = 23,09%)

Fonte: Elaborada pela autora

Analisando a figura 76 (a) é possível notar que após a carbonatação, há uma diminuição do índice de vazios da amostra. O índice de vazios está diretamente relacionado com a porosidade interna de uma matriz cimentícia, e portanto, pode-se inferir que a carbonatação diminuiu a porosidade total da matriz. Esse comportamento já era esperado, pois a literatura aponta que há uma diminuição da porosidade total da após a carbonatação porque os produtos da carbonatação ocupam um espaço interno superior ao produto de hidratação original. (NGALA, PAGE; 1997). Após a carbonatação houve uma diminuição da porosidade total da matriz na ordem de 15%. Arandigoyen e Alvarez (2006) encontraram uma diminuição de 25% na porosidade total após a carbonatação em argamassas com a presença de cal. Um fator que pode influenciar uma maior diminuição da porosidade em argamassas de cal hidratada que em argamassas de cimento é a carbonatação do C-S-H, que quando ocorre, forma um gel rico em sílica e muito poroso. (THIERY, 2005). Ao realizar a análise de variância (ANOVA), apresentada na tabela 16, pode-se concluir que, para um nível de significância de 95%, as amostras analisadas são diferentes entre si.

Ao analisar a figura 76 (b) observa-se que, após o envelhecimento acelerado das amostras, a diferença entre a porosidade total da matriz das amostras não

carbonatadas e carbonatadas, passa a ser menos expressiva, estando na ordem de 7%. O processo de envelhecimento gera microfissurações na argamassa e conseqüentemente ocorre um aumento da porosidade interna. A análise estatística demonstra que existe diferenças significativas entre as amostras analisadas.

Analisando as figuras 76 (c, d) percebe-se que o envelhecimento acelerado provocou uma mudança na porosidade interna maior para as amostras carbonatadas (aumento de 9%) que para as amostras não carbonatadas, devido também ao desvio padrão das amostras não carbonatadas envelhecidas. De fato, o processo de envelhecimento acelerado parece causar uma maior dispersão dos resultados que antes da realização dos choques térmicos, e como já explorado em itens anteriores, deve-se ao fato de que o processo não acontece de forma homogênea em toda matriz, pois, a argamassa aplicada sobre um bloco cerâmico perde água, e como essa perda de água não é homogênea, então a matriz hidrata de formas diferentes, gerando porosidades diferentes e um envelhecimento não homogêneo. A análise de variância, demonstra que, há diferenças significativas entre os índices de vazios das amostras carbonatadas antes e após as ciclagens térmicas, mas não há significância entre as amostra não carbonatadas antes e após ciclagem térmica.

Tabela 16: Análise de variância para o ensaio de índice de vazios

Combinações	p-valor	Significância
NC x C	4,54E-06	Sim
NC E x C E	0,021662	Sim
NC x NC E	0,939271	Não
C x C E	0,011218	Sim

Fonte: Elaborada pela autora

4.3.2 Ensaio nanoestruturais

Os ensaios nanoestruturais serão apresentados neste capítulo, dividindo-os entre análise da superfície das amostras, análise qualitativa da interface e sua caracterização, e os resultados das indentações na escala nanométrica.

4.3.2.1 Módulo de elasticidade – Curvas força x deslocamento

O módulo de elasticidade das amostras foi medido a partir de indentações com uma ponteira na escala atômica, utilizando-se um microscópio de força atômica. O

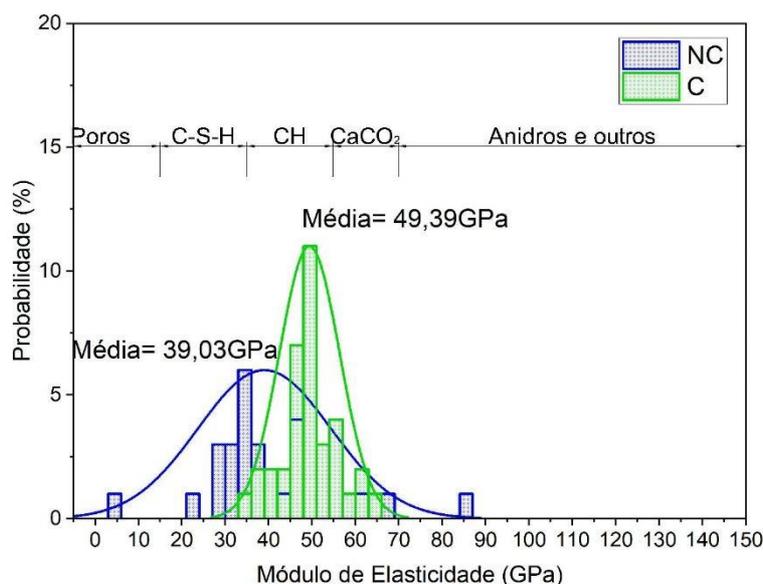
processo gerou curvas força x deslocamento e pode-se então calcular o módulo de elasticidade (GPa) em cada ponto.

No apêndice C estão apresentados os gráficos individuais de cada área indentada bem como a localização dos pontos. Neste item, os gráficos constam os valores de todas as áreas de medição para cada amostra.

4.3.2.1.1 Modulo de elasticidade na argamassa

Na figura 77, estão apresentados os módulos de elasticidade calculados a partir das indentações na argamassa para cada uma das variáveis analisadas e as suas comparações.

Figura 77: Distribuição do módulo de elasticidade para argamassas não carbonatadas e carbonatadas



Fonte: Elaborada pela autora

Analisando a figura 77 é possível perceber que após a carbonatação (C) há um aumento do módulo de elasticidade das amostras de aproximadamente 10GPa. Esse aumento do módulo já era esperado, pois, a literatura também encontrou valores maiores de módulo após a carbonatação. Han et al., 2015 encontrou um aumento do módulo médio de pastas de cimento de 47 para 60GPa, e Han et al, 2014 encontrou um aumento do módulo após a carbonatação de 23GPa para 39GPa.

O módulo de elasticidade irá depender principalmente da relação a/c utilizada, já que essa é responsável pela resistência da pasta, além disso, a presença de agregado miúdo também pode vir a influenciar no módulo de elasticidade da matriz.

A literatura normalmente faz análise em pasta, e este trabalho analisou argamassa, ou seja, há presença de agregados miúdos, e esses podem influenciar no módulo. O módulo de elasticidade da areia segundo a literatura é acima de 70GPa (SORELI et al., 2008).

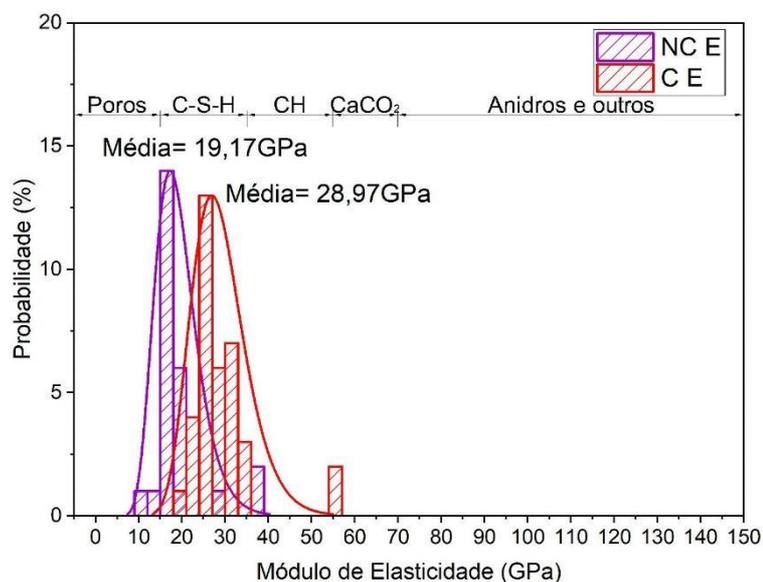
Além de haver um aumento no módulo de elasticidade após a carbonatação, percebe-se também uma maior homogeneidade dos resultados. Na distribuição dos resultados das amostras não carbonatadas (NC) é possível perceber grande desvio padrão entre os pontos, o que faz com que curva fique mais aberta e achatada. Já para as amostras carbonatadas os dados estão mais homogêneos e a curva representa melhor os dados.

A literatura costuma comparar valores usuais de módulo de elasticidade encontrados para cada composto da matriz, sendo eles, porosidade, C-S-H de baixa e alta densidade, CH, CaCO_2 e anidros e outros componentes (HAN et al., 2014a; LI et al., 2012). Portanto, na figura 77 visualiza-se também a faixa em que se localiza os módulos de elasticidade padrão para cada componente da matriz. Percebe-se que, a matriz não carbonatada maioria dos valores de módulo de elasticidade medidos coincidem com os módulos de elasticidade atribuídos aos compostos C-S-H e CH, sendo coerente com o esperado.

Nas argamassas carbonatadas há então um aumento do módulo médio dos pontos e, para este caso, os valores estão presentes majoritariamente na faixa correspondente ao CH e o CaCO_2 . Este resultado sugere uma carbonatação do C-S-H, além da transformação da maior parte do CH original em carbonatos. Além disso, estes carbonatados podem apresentar maior ou menor módulo de elasticidade dependendo da origem e da composição do carbonato gerado.

Na figura 78 estão apresentados os resultados para as amostras não carbonatadas e carbonatadas que passaram por processo de envelhecimento acelerado.

Figura 78: Distribuição do módulo de elasticidade para as argamassas após envelhecimento acelerado



Fonte: Elaborada pela autora

Analisando a figura 78 é possível perceber que, após o ensaio de envelhecimento acelerado, ambas as argamassas tiveram uma expressiva diminuição do módulo de elasticidade. Além disso é possível perceber também que, assim como anterior ao envelhecimento, as amostras carbonatadas possuem módulo médio superior às argamassas não carbonatadas.

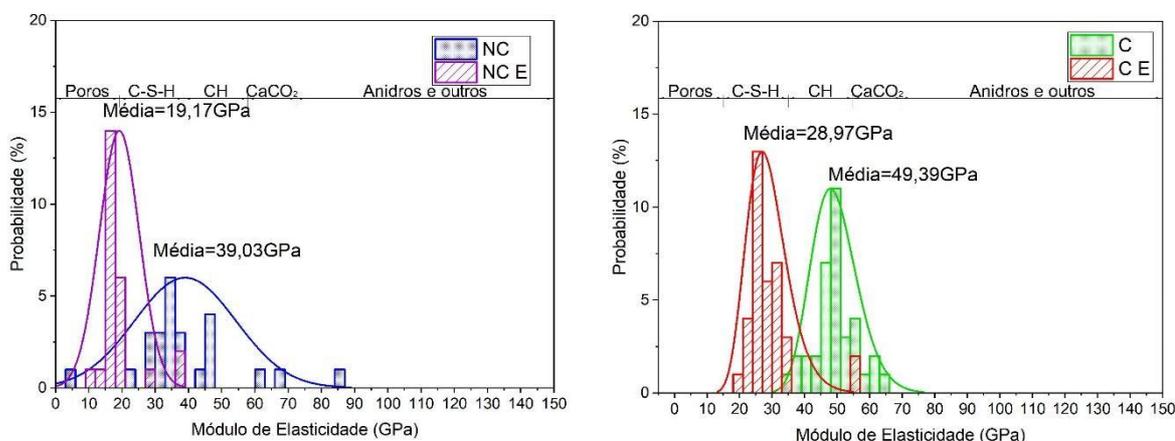
O processo de envelhecimento acelerado faz com que haja propagação das microfissuras internas e desagregação da argamassa, causando diminuição das resistências mecânicas e consequentemente do módulo de elasticidade em escala atômica.

Ao analisar somente as amostras não carbonatadas envelhecidas é possível perceber que há uma concentração de valores de módulo de elasticidade entre os intervalos equivalentes à porosidade da matriz, que nesse caso podem ser microfissuras, e C-S-H, praticamente não havendo resultados acima de 40GPa.

Já as amostras carbonatadas envelhecidas também possuem maior concentração dos resultados de módulo de elasticidade no intervalo correspondente ao módulo do C-S-H, apresentando somente 2,5% dos resultados ainda na faixa correspondente aos carbonatos.

Na figura 79 estão apresentadas as comparações entre as amostras antes e após a carbonatação e o envelhecimento acelerado.

Figura 79: Comparação entre as argamassas antes e após carbonatação e envelhecimento acelerado



a) Argamassas não carbonatadas antes e após envelhecimento

b) Amostras carbonatadas antes e após envelhecimento

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 79 (a), analisando somente as amostras não carbonatadas antes e após envelhecimento acelerado é possível perceber que, há uma queda do módulo de elasticidade médio de cerca de 51% após as ciclagens térmicas. Além disso, os valores agora estão concentrados majoritariamente na faixa entre porosidade e C-S-H, e antes do envelhecimento encontravam-se majoritariamente entre C-S-H e CH, além de possuir alguns valores superiores a 70GPa correspondentes a presença de material anidro (clínquer não hidratado) ou quartzo.

Analisando a figura 79 (b), correspondente as amostras carbonatadas antes e após o envelhecimento, percebe-se que houve uma diminuição do módulo de elasticidade médio em torno de 41%. Os valores após os ciclos térmicos passam a se concentrar majoritariamente entre a faixa de C-S-H e não mais apresentam valores correspondentes ao CH e CaCO₂. Estima-se que o processo de envelhecimento deteriorou sensivelmente os cristais de CaCO₂ e CH, resultando na perda das propriedades mecânicas que haviam sido aumentadas pela carbonatação.

Considerando que a queda no módulo de elasticidade das amostras não carbonatadas após o envelhecimento foi de 51% e para as amostras carbonatadas após o envelhecimento foi de 41% pode-se inferir que as amostras carbonatadas foram menos prejudicadas pelas ciclagens térmicas. Inicialmente esperava-se que, o aumento do módulo de elasticidade das matrizes carbonatadas tornasse a mesma mais susceptível ao aparecimento de fissuras e perda de suas propriedades resistentes, devido ao aumento da rigidez da matriz e a menor dissipação de tensões

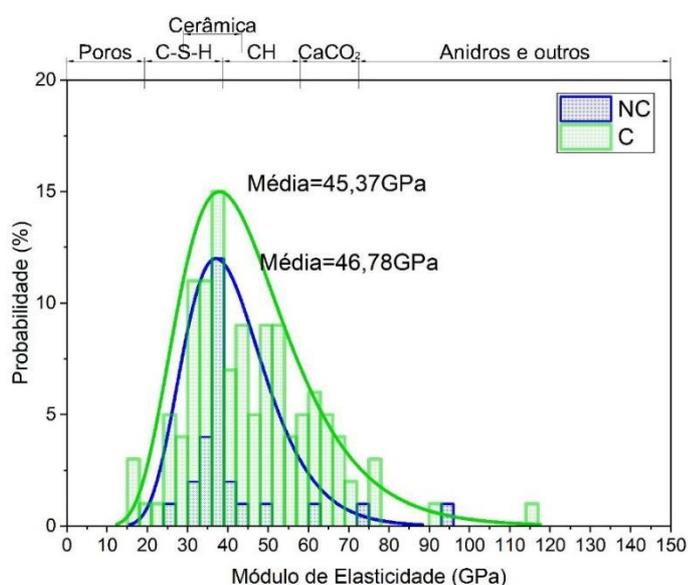
internas pelo preenchimento dos poros. Os resultados encontrados mostram o oposto, as amostras após a carbonatação apresentaram maior resistência às tensões internas causadas pelo envelhecimento, o que pode estar ligado também a diminuição da porosidade da matriz, diminuindo o choque causado pela penetração da água enquanto a amostras ainda está a uma temperatura de 80°C. Nas amostras não carbonatadas a penetração de água é mais rápida devido a uma maior absorção capilar (conforme resultados apresentados no item 4.3.1.2).

4.3.2.1.2 Módulo de elasticidade na interface

Os resultados referentes ao módulo de elasticidade na interface estão apresentados neste item e correspondem aos valores encontrados em todas as áreas analisadas para cada tipo de amostra. Os pontos indentados estão apresentados no apêndice C. Por entender que na interface entre cerâmica e argamassa ocorre a penetração de produtos de hidratação nos poros superficiais e na rugosidade da cerâmica, os valores de indentação da parte correspondente a cerâmica também estão presentes nos gráficos.

Na figura 80 estão representados os resultados do módulo de elasticidade comparando as amostras não carbonatadas e carbonatadas.

Figura 80: Distribuição do módulo de elasticidade na interface argamassa/substrato em amostras não carbonatadas e carbonatadas



Fonte: Elaborada pela autora

Analisando o gráfico apresentado na figura 80, é possível verificar que as médias entre os módulos das amostras não carbonatadas e carbonatadas apresentaram valores semelhantes. É necessário frisar que a presença da cerâmica na interface acarreta em uma maior concentração de resultados na faixa próxima ao módulo da cerâmica, ~40GPa. Portanto, a análise da interface deve ser realizada considerando-se todos os dados do histograma apresentado para uma fiel interpretação.

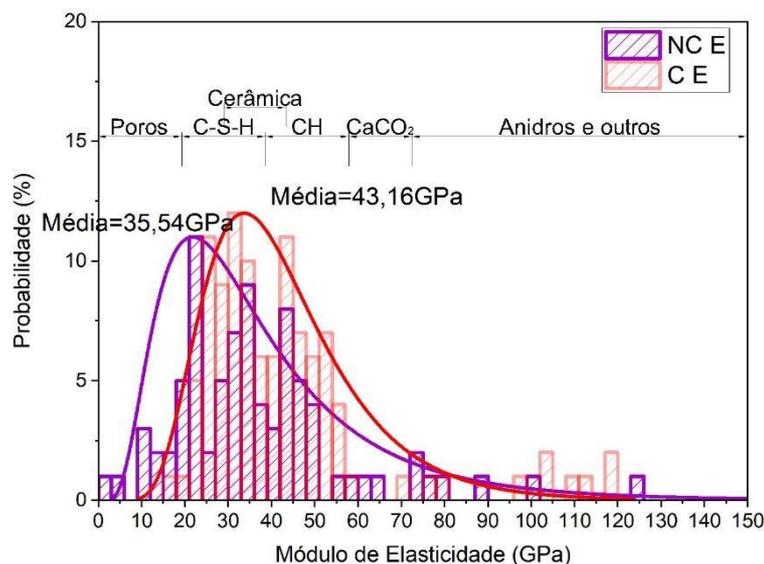
Analisando somente os resultados da amostra não carbonatada, é possível verificar que há uma maior concentração de valores de módulo de elasticidade nas faixas correspondentes ao C-S-H e ao CH, possuindo também alguns pontos correspondentes a produtos anidros na mistura. Essas faixas de valores estão coerentes com a literatura, a qual indica que pastas de cimento sem carbonatação possuem valores de módulo de elasticidade entre 20 e 40GPa. (Han et al., 2014).

Já as argamassas que passaram por carbonatação apresentaram um aumento dos valores de módulo na faixa entre 50 e 80GPa, correspondentes principalmente aos produtos carbonatados na matriz. Além disso, as argamassas carbonatadas apresentaram grande concentração de resultados de módulo nas faixas correspondentes ao C-S-H e ao CH, assim como alguns valores correspondentes a produtos anidros na matriz.

Analisando as médias entre os dois conjuntos de dados, há uma similaridade entre as amostras, entretanto, analisando as distribuições de dados, há claramente uma diferença entre as amostras analisadas, principalmente no intervalo equivalente a presença de carbonatos na matriz.

Na figura 81 estão apresentados os resultados de módulo de elasticidade referentes as amostras não carbonatadas envelhecidas e carbonatadas envelhecidas.

Figura 81: Distribuição do módulo de elasticidade após o envelhecimento acelerado

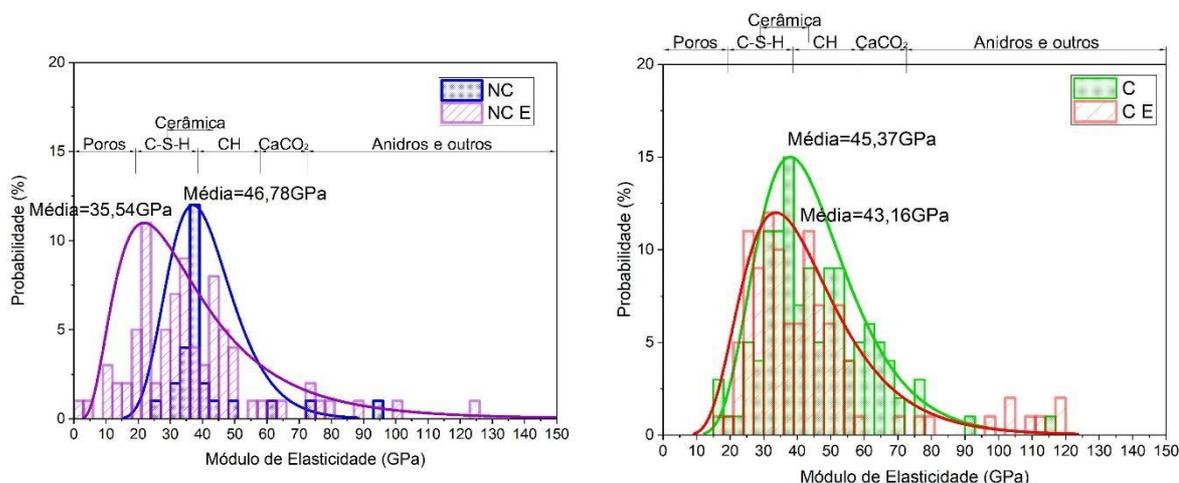


Fonte: Elaborada pela autora

Analisando a figura 81, é possível perceber que, o envelhecimento acelerado causou uma diminuição do módulo de elasticidade médio nas amostras não carbonatadas (melhor visualizado na figura 81 a,b). Houve uma queda de quase 10GPa nas amostras não carbonatadas, sendo que essas, possuíam módulo médio similar antes do envelhecimento. Em porcentagem, a queda foi de cerca de 18% entre as amostras. O comportamento é similar ao apresentado na análise das argamassas envelhecidas, e novamente, leva a conclusão de que as amostras carbonatadas apresentam um melhor desempenho frente aos ciclos de molhagem e secagem realizados.

Analisando somente as amostras não carbonatadas envelhecidas percebe-se que, os valores de módulo estão na faixa equivalente a porosidade e aos produtos hidratados, C-S-H e CH. Os valores correspondentes a porosidade sugerem maior quantidade de fissuras nesta amostras. Há também a ocorrência de valores acima de 70GPa, na faixa correspondente aos grãos de cimento não hidratados. Já os dados das amostras carbonatadas envelhecidas estão majoritariamente concentrados na faixa equivalente ao C-S-H e CH, não apresentando valores correspondentes à porosidade. A matriz carbonatada também apresenta valores acima de 70GPa correspondentes aos produtos anidros.

Figura 82: Comparação entre as amostras antes e após envelhecimento acelerado



a) Amostras não carbonatadas antes e após envelhecimento

b) Amostras carbonatadas antes e após envelhecimento

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 82 (a), onde está apresentada a comparação entre as amostras não carbonatadas e não carbonatadas envelhecidas é possível perceber que, na interface, também é notada a queda do módulo de elasticidade entre as amostras após o envelhecimento. O envelhecimento acelerado causou uma queda de 24% no módulo de elasticidade das amostras não carbonatadas, além de apresentar agora, muitos valores na faixa correspondente à porosidade da matriz, ou à microfissuras.

Na figura 82 (b), está apresentada a comparação entre as distribuições antes e após envelhecimento para as amostras carbonatadas. É possível perceber que essas interfaces não sofreram tanto com o envelhecimento, quanto às amostras não carbonatadas, apresentando uma queda do módulo médio de 5% em relação às amostras sem envelhecimento. Isso indica que, a carbonatação nas argamassas, e neste caso, na interface, promove benefícios em relação à durabilidade das mesmas.

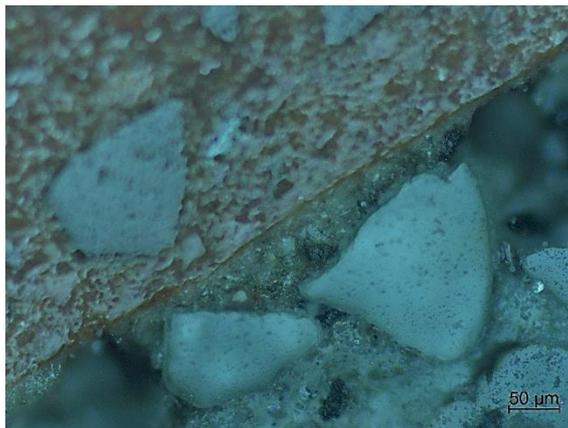
4.3.2.2 Análise qualitativa da interface

Por meio das imagens referentes ao sinal de amplitude (magnitude - nA) obtidas nas varreduras do MFA, no modo de modulação de força, a interface foi analisada qualitativamente, de maneira a verificar presença de poros e regiões de falha de extensão de aderência. A varredura de amplitude nas amostras no modo

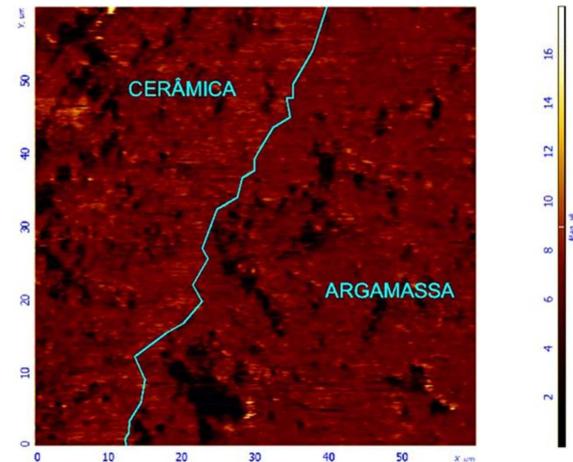
modulação de força apresenta, de forma indireta, um mapeamento da elasticidade do material.

Neste item, estão apresentadas as imagens de apenas uma área de medição em cada amostra, uma delas obtida em microscópio óptico (com aproximação de 20x) e a outra obtida na varredura do MFA (com resolução de 8nm e área de análise de 50x50 μ m). Todas as varreduras realizadas estão apresentadas no apêndice E.

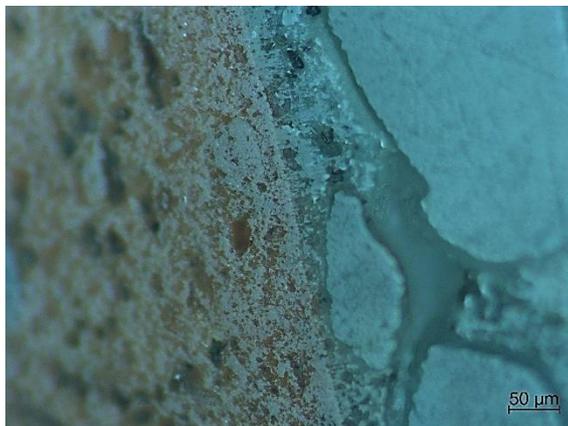
Figura 83: Imagens das varreduras da interface



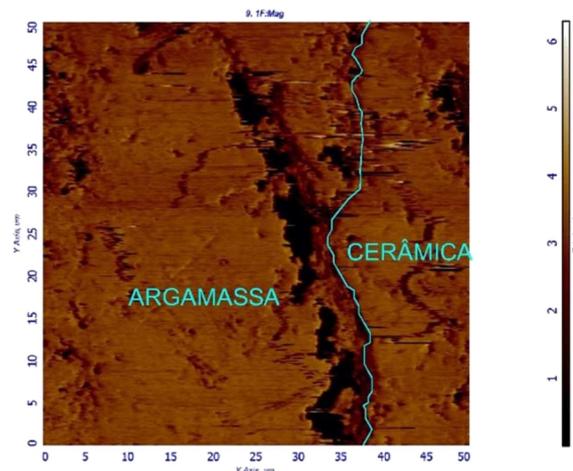
a) Amostra não carbonatada visualizada em microscópio óptico



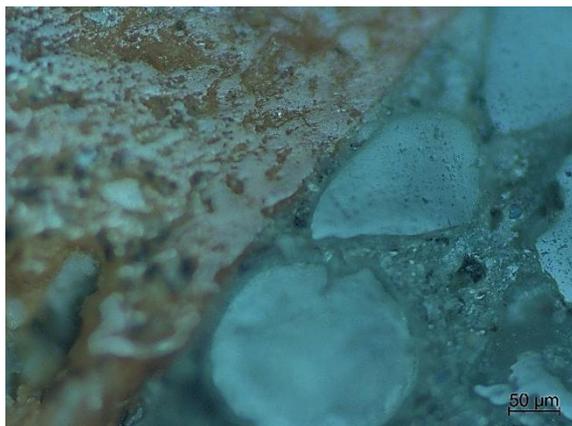
b) Amostra não carbonatada – varredura de elasticidade no MFA



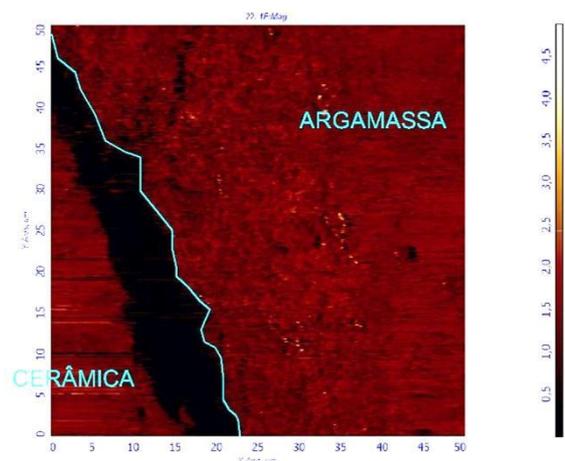
c) Amostra carbonatada visualizada em microscópio óptico



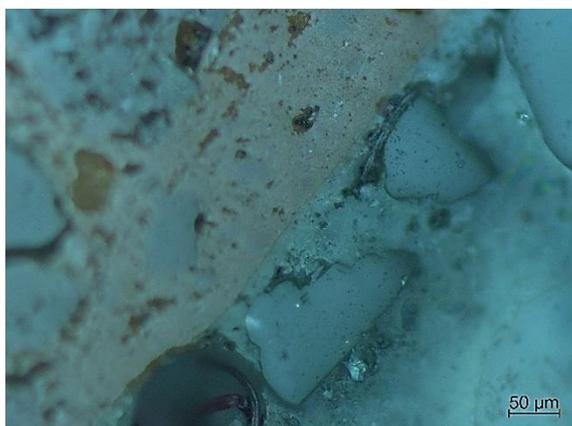
d) Amostra carbonatada – varredura de elasticidade no MFA



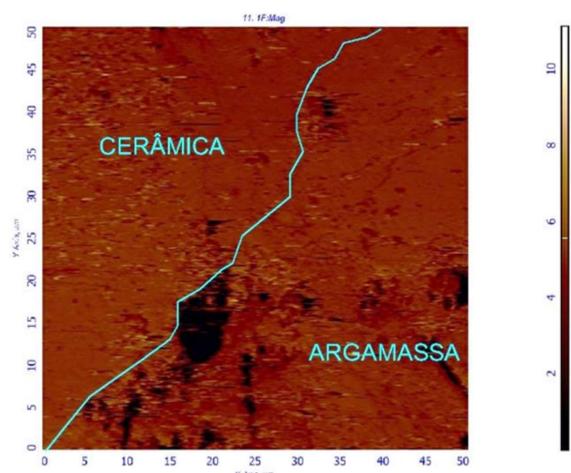
e) Amostra não carbonatada envelhecida visualizada em microscópio ótico



f) Amostra não carbonatada envelhecida – varredura de elasticidade no MFA



g) Amostra carbonatada envelhecida visualizada em microscópio ótico



h) Amostra carbonatada envelhecida – varredura de elasticidade MFA

Fonte: Elaborada pela autora

Na figura 83 estão apresentadas as imagens das interfaces entre a argamassa e o substrato cerâmico em cada amostra analisada. Ao analisar tanto as imagens obtidas por microscópio ótico quanto as imagens do MFA é possível verificar que não é possível identificar com clareza uma região de interface entre os materiais, isso porque ao entrar em contato com o substrato, a argamassa perde água, que contém em dissolução produtos da hidratação do cimento, que são levados para o interior dos poros e da rugosidade superficial do substrato e promovem um intertravamento mecânico entre eles. Assim, a quantificação de uma espessura de interface não é coerente, uma vez que a medição se concentraria em quantificar as falhas na

extensão de contato entre argamassa/substrato ao invés de medir uma região com propriedades mecânicas muito diferentes do restante do conjunto.

É importante também trazer em discussão conceitos de zona de transição em concretos, que, segundo consenso na literatura, tratar-se de uma região mais porosa, frágil, com uma relação a/c inferior do restante da matriz, composta por pouco C-S-H, algumas partículas não hidratadas e microfissuras. A explicação deste comportamento baseia-se no fato de que durante o processo de mistura do concreto forma-se um filme de água no entorno do agregado, conferindo a essa região uma relação a/c maior que no restante da matriz cimentícia. Por esse motivo os íons se diluem com mais facilidade, criando cristais maiores e, portanto, tornando a região mais porosa. Essa porosidade tende a diminuir conforme o grau de hidratação da pasta, uma vez que novos cristais de etringita e hidróxido de cálcio são formados na região e preenchem parte dos vazios, contribuindo para uma melhora na resistência da ZT. (MONTEIRO; MASO; OLLIVIER, 1985; MASO; 1980 apud Mehta; Monteiro, 2006, MONDAL; SHAH; MARKS, 2009).

Ainda no concreto, devido ao inadequado empacotamento das partículas na zona de transição, tem-se um “efeito parede” que contribui para uma maior concentração de água ao redor do agregado, aumentando a porosidade dessa região. Sendo os agregados muito maiores que os grãos de cimento, cada agregado torna-se uma mini parede que dificulta o empacotamento dos grãos de cimento. Por esse motivo, a região acaba conferindo propriedades mecânicas inferiores ao concreto. (SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGESSEN, 2004b)

A interface argamassa/substrato se assemelha em parte com a zona de transição em concretos, isso porque a interface também irá apresentar diferente relação a/c comparada ao restante da matriz, no caso de concreto a relação a/c sempre se apresenta superior devido ao efeito parede, já nas argamassas pode ser maior ou menor que no restante da matriz, maior concentração de produtos anidros, como visto neste trabalho, e maior concentração de fissuras e porosidade. Porém, nos sistemas de revestimento, ao invés das partículas de cimento encontrarem um material de módulo de elasticidade e características muito diferentes da pasta, as partículas encontram um material poroso, de módulo semelhante à argamassa e que absorverá uma quantidade de água da matriz permitindo a aproximação dos grãos de cimento. Portanto, a depender de diversos fatores, a região de interface nos

revestimentos de argamassa pode apresentar um módulo de elasticidade superior ao restante da matriz.

5 DISCUSSÃO

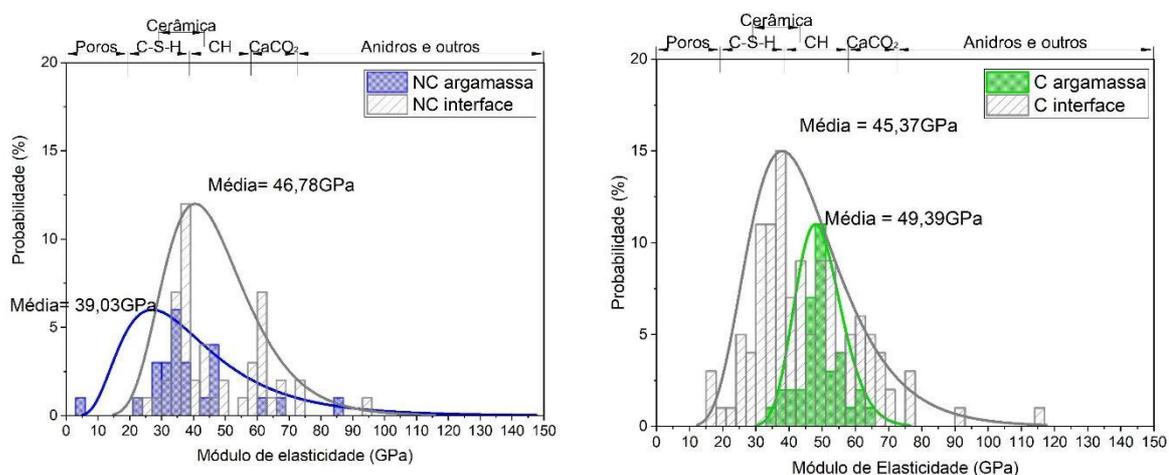
Neste capítulo serão discutidas as interações entre interface x argamassa em micro escala, e como as propriedades na microescala estão relacionadas com as propriedades na macroescala.

5.1 MÓDULO DE ELASTICIDADE – COMPARAÇÃO ARGAMASSA X INTERFACE

Após avaliar o módulo de elasticidade por MFA das argamassas e das interfaces separadamente (item 4.3.2.3.1 e 4.3.2.3.2), neste capítulo, cada variável (NC, NC E, C e CE) são avaliadas considerando ambas as fases presentes no sistema de revestimento.

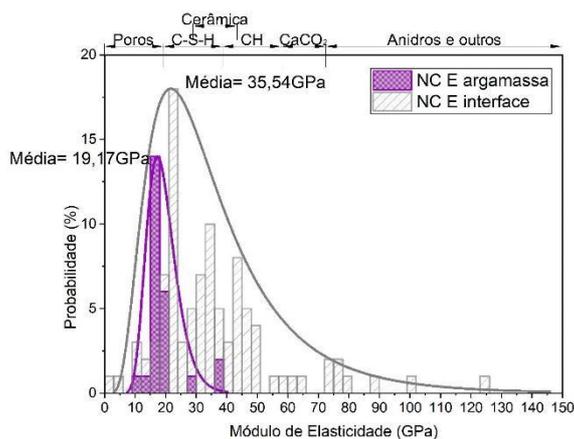
Na figura 84 estão apresentados os gráficos dos módulos de elasticidade para todas as variáveis, comparando as curvas obtidas na interface e na argamassa em cada um deles.

Figura 84: Comparação entre módulo de elasticidade analisado na argamassa e na interface

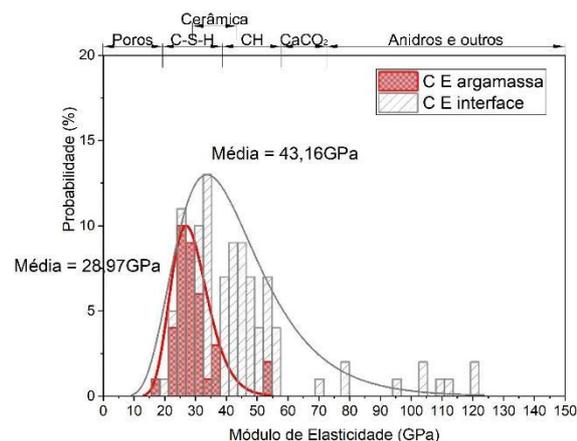


a) Comparação amostras não carbonatadas argamassa x interface

b) Comparação amostras carbonatadas argamassa x interface



c) Comparação amostras não carbonatadas e envelhecidas argamassa x interface



d) Comparação amostras carbonatadas e envelhecidas argamassa x interface

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 84 (a,b,c e d) é possível verificar que, exceto para as amostras carbonatadas, todas as amostras apresentaram uma queda do módulo de elasticidade médio, quando analisada a argamassa, ou seja, a interface possuía um módulo de elasticidade superior ao restante da matriz. Esse resultado é coerente com a literatura, onde a mesma aponta que, à depender da absorção de água do substrato, a interface perde água acarretando em uma relação a/c diferente do restante da matriz, e se a quantidade de água diminuir nessa região, a tendência é que haja um acréscimo da resistência da interface.

A teoria mais disseminada sobre este fato é a teoria dos poros ativos, proposto por Detriché et al. (1985) e Dupin, Detriché e Maso (1988), os quais propõe uma modelagem para determinar como funciona a interação argamassa – substrato, sendo a argamassa, porosa, em estado fresco, com seus poros preenchidos com água, aplicada sobre um substrato, com capilares inicialmente secos. A teoria propõe que enquanto os poros capilares do substrato forem menores que os da argamassa, o substrato irá absorver a água da mistura. Ao longo da hidratação da argamassa, conforme os poros vão sendo preenchidos com produtos hidratados, estes vão diminuindo seu tamanho, até que suas dimensões sejam próximas às dos poros capilares do substrato. No momento em que a porosidade da argamassa se torna menor que o diâmetro dos poros do substrato, há uma inversão no movimento da água, que passa a sair do substrato para o interior da argamassa.

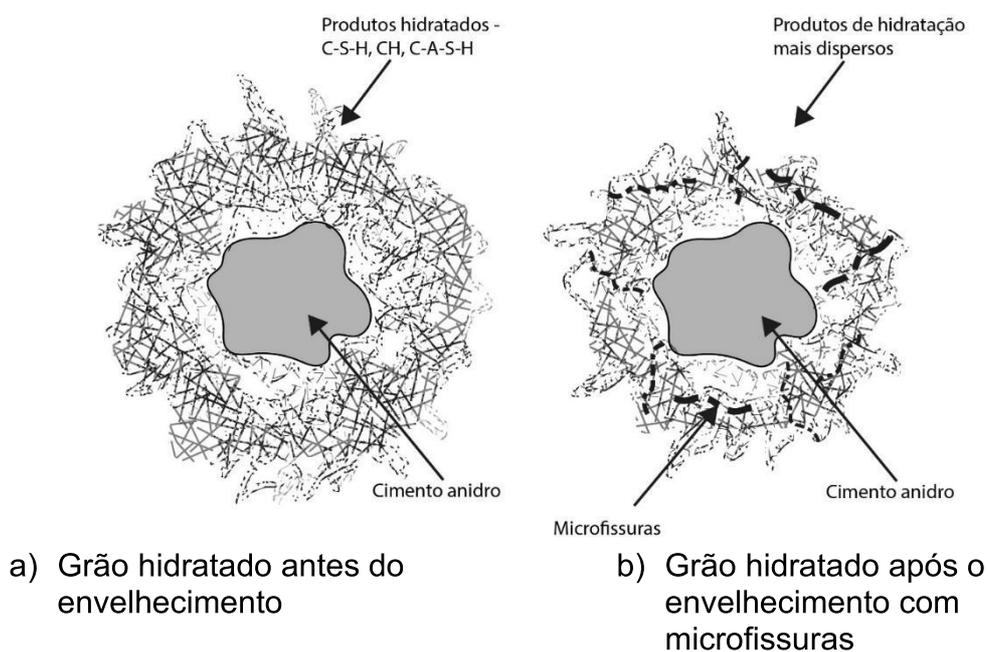
Portanto, se a água absorvida pelo substrato não voltar para a argamassa, ou seja, os poros capilares do substrato forem consideravelmente menores que os poros

da argamassa, então essa, perderá parte da água da mistura para o substrato, haverá uma aproximação dos produtos de hidratação do cimento para a interface devido ao movimento da água, e automaticamente, a interface possuirá um módulo de elasticidade superior ao módulo do restante da matriz cimentícia, conforme apresentado neste trabalho.

Ainda analisando os exemplares em conjunto, nota-se que todas as distribuições de módulo de elasticidade relacionadas às argamassas apresentam menores variações nos pontos analisados. Todas as interfaces analisadas apresentaram curvas de distribuição com uma maior heterogeneidade entre os módulos que nas argamassas. Isso ocorre, pois, a interface perde água para o substrato e portanto hidrata de forma diferente que no restante da matriz, e essa perda de água não ocorre de forma homogênea, conforme relatado no item 4.1.1 (referente aos ensaios de absorção capilar realizados nos substratos). Isso significa que partes da interface perderão mais água que as outras acarretando em regiões muito porosas, ou em regiões com grande percentual de cimento não hidratado, pois este, não possui água em quantidade suficiente para hidratar completamente.

Analisando somente as interfaces, é possível notar que após o envelhecimento acelerado há um aumento dos pontos de módulo de elasticidade na faixa dos produtos não hidratados. A hipótese para explicar isso está apresentada na figura 85.

Figura 85: Proposta de explicação para aparecimento de cimento anidro após envelhecimento acelerado



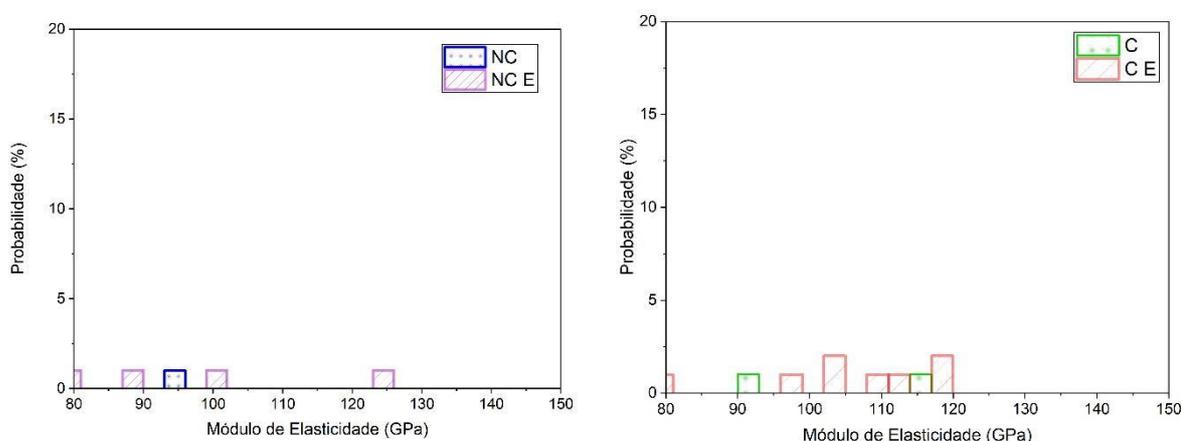
Fonte: Elaborada pela autora

A figura 85 (a) representa a hidratação de um grão de cimento, que ao dissolver gera no seu entorno produtos de hidratação com o C-S-H, CH e C-A-S-H. Nem sempre é possível garantir a hidratação completa do grão, isso porque os produtos hidratados vão densificando a região ao redor da partícula, dificultando o contato com a água para haver novas reações. Assim, alguns grãos de cimento não conseguem hidratar completamente.

A figura 85 (b) tenta explicar o que ocorre ao envelhecer com ciclos térmicos a matriz. A hipótese apresentada é que ocorre nos produtos hidratados uma disseminação de microfissuras, causadas pelos choques térmicos. Essas microfissuras causam instabilidade mecânica nestes produtos tornando-os menos resistentes e ao passar por processos de polimento, como o utilizado neste trabalho, são facilmente eliminadas. Como a ponteira utilizada para as indentações possui uma precisão na escala atômica, a degradação dos produtos hidratados facilita o acesso da ponteira para indentar uma região do grão ainda anidro.

A maior concentração de produtos anidros está localizada na interface, praticamente não havendo pontos anidros nas indentações realizadas na argamassa, isso porque a interface perde mais água que a matriz e portanto, há uma menor quantidade de água disponível para o grão hidratar por completo. Na figura 86 está apresentado um recorte entre 80 e 150GPa dos resultados de módulo de elasticidade na interface.

Figura 86: Recorte dos valores entre 80-150GPa no módulo de elasticidade da interface



a) Recorte do ME das amostras não carbonatada e envelhecidas

b) Recorte do ME das amostras carbonatadas e envelhecidas

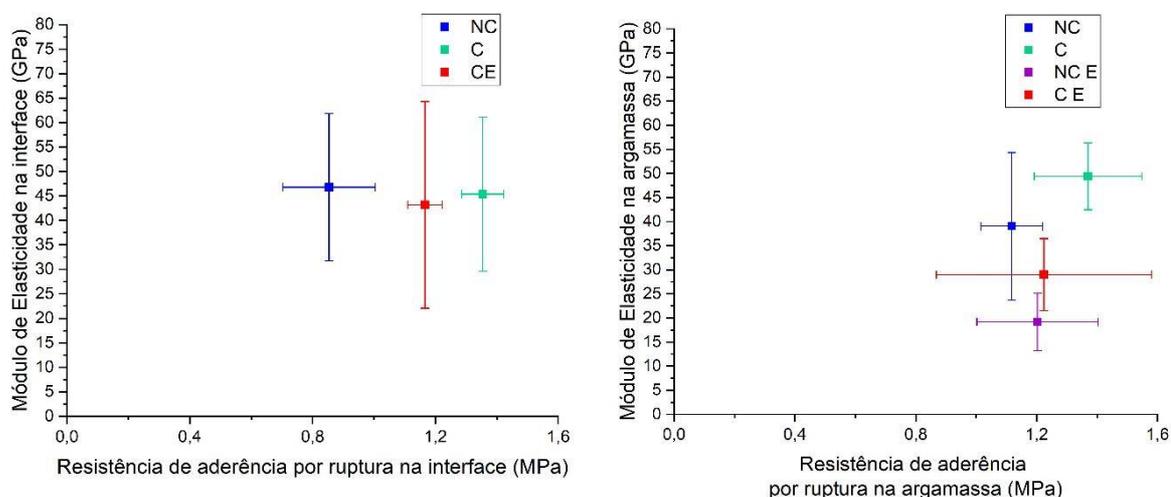
Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 86, é possível notar que apesar de todas as amostras quando avaliadas na interface, terem apresentado pontos de indentação correspondente à faixa dos produtos anidros, nota-se que as amostras carbonatadas envelhecidas foram as que apresentaram maior quantidade de pontos anidros. Isso pode estar relacionado com a decalcificação do C-S-H, existente em matriz cuja carbonatação não se restringe apenas às reações com o CH. O CO₂ ao reagir com o C-S-H, forma carbonatados, como calcita e vaterita, sílica gel e água. A literatura aponta que uma matriz exposta a carbonatação natural, 3% de concentração de CO₂, por 326 dias, composta principalmente por C-S-H, apresenta um elevado grau de fissuração interna devido à formação de sílica gel. (KANGNI-FOLI et al., 2021). Conforme já discutido, a microfissuração dos produtos hidratados, seja pelo envelhecimento ou pela liberação de sílica gel, pode ter sido responsável pelo contato da ponteira com o material ainda anidro na matriz.

5.2 INFLUÊNCIA DO MÓDULO DE ELASTICIDADE EM ESCALA NANOMÉTRICA NA RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA E FORMA DE RUPTURA

Neste capítulo, serão discutidas as influências das propriedades avaliadas em nanoescala nas propriedades mecânicas obtidas na macroescala. Para isso será feito uma comparação entre todas as amostras comparando as médias de módulo e de aderência na interface e a comparação entre médias de módulo e aderência na argamassa.

Figura 87: Comparação entre módulo de elasticidade x resistência de aderência



a) Comparação na interface

b) Comparação na argamassa

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 87 (a), onde estão apresentados os resultados de média de módulo de elasticidade x média da resistência de aderência não é possível ver uma correlação entre as propriedades, isso também porque há nessa região uma grande variação dos valores de módulo de elasticidade, o que faz a média nem sempre representar o conjunto inteiro dos dados. Além disso, só estão apresentados os dados referentes as amostras NC, C e CE, uma vez que as amostras NC E não apresentaram ruptura na interface. Deve ser considerado que os valores da interface também correspondem a parte das indentações na cerâmica, e devido a sua rugosidade superficial (item 4.1.4) e a penetração da pasta nos poros superficiais da cerâmica, é inviável a separação desses valores para avaliar somente a pasta na interface.

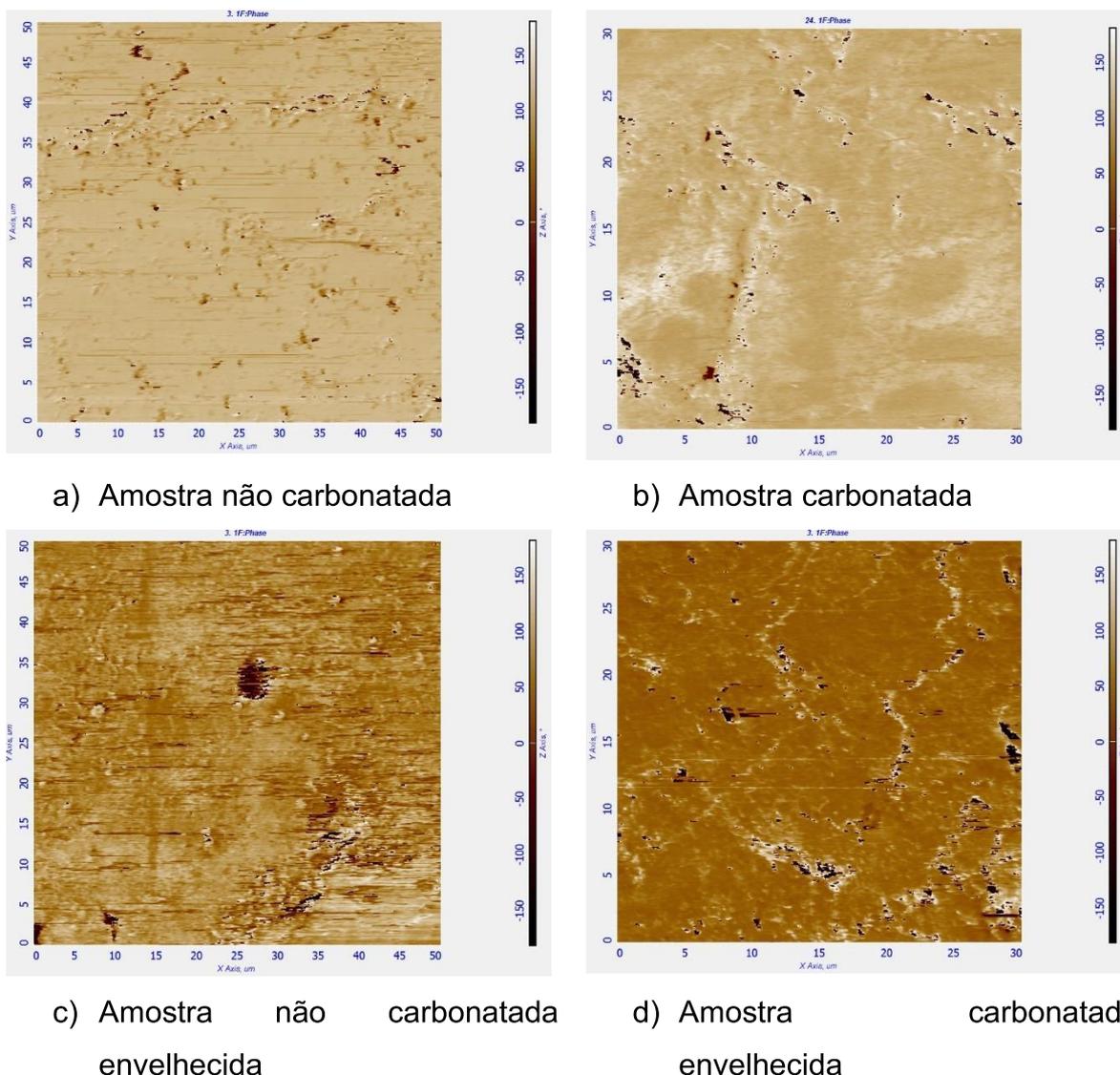
Conforme figura 87 (b) é possível perceber que ainda não há boa relação entre os resultados, pois com exceção das amostras carbonatadas, as demais apresentaram resistência de aderência muito parecidas, e desvios padrão elevados.

Como já explorado no item anterior, os módulos de elasticidade encontrados nas argamassas apresentavam menor média que os das interfaces, sendo elas 16%, 33% e 46% menor que as interfaces das amostras NC, C E e NC E, respectivamente, e 8% maior que a interface das amostras tipo C. Complementar a isso, analisando as formas de ruptura das amostras, percebemos que as que passaram por envelhecimento acelerado sofreram uma alteração na forma de ruptura, passando a possuir rupturas majoritariamente na argamassa, não mais na interface. Portanto, as argamassas que tiveram maior queda no módulo de elasticidade na nanoescala foram as não carbonatadas envelhecidas e carbonatadas envelhecidas, que são as mesmas que passaram a romper majoritariamente na argamassa.

A resistência de aderência por ruptura na argamassa não apresentou grandes diferenças entre as amostras pois essas, chegaram no seu limite de resistência à tração antes de romper na interface, e isso é refletido nos valores de módulo de elasticidade nessas amostras na região da argamassa, indicando que o envelhecimento degradou mais as argamassas que a interface argamassa/substrato.

Na figura 88 é possível visualizar uma varredura de contraste de fase realizado somente na superfície de argamassa de cada amostra.

Figura 88: Varredura de contraste de fase nas argamassas



Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura 88 (a, b, c e d), a qual apresenta uma varredura de contraste de fase na superfície da argamassa, é possível perceber que as amostras não envelhecidas (a e b) apresentam uma superfície mais homogênea e valores de fase superiores às envelhecidas. Nas amostras envelhecidas há um aumento da heterogeneidade da varredura, nas amostras não carbonatadas envelhecidas (c) há maior quantidade de poros e microfissuras na matriz. Já as amostras carbonatadas envelhecidas (d) parecem apresentar surgimento de microfissuras por toda a área de varredura, causadas pelo processo de ciclagem térmica realizado. As imagens corroboram com a hipótese de que houve uma expressiva degradação nas argamassas tanto não carbonatadas quanto as carbonatadas, que fez com que a

mesma tivesse sua resistência à tração comprometida, passando a romper não mais na interface e sim na argamassa.

No item 4.2.1 foi apresentado o gráfico de variação dimensional (figura 66) das amostras antes e após o envelhecimento acelerado. No gráfico, as amostras carbonatadas ao passarem pelos choques térmicos, apresentaram expansão de 13% em relação a suas dimensões antes do envelhecimento, e esse comportamento só foi observado nas amostras carbonatadas envelhecidas. Ao compararmos com as varreduras do MFA da figura 88, percebe-se que, apesar de ambas as amostras (NC E e C E) terem apresentado matriz com menores valores no eixo de contraste de fase, a única que claramente apresenta uma microfissuração mapeada é a figura 88d, correspondente a amostra carbonatada envelhecida. A microfissuração nessa amostra provavelmente foi gerada devido às forças de expansão que ocorreram durante e após o envelhecimento acelerado. As possíveis causas para essa expansão já foram apresentadas no item 4.2.1, e estas necessitam de estudos complementares para sua validação.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho teve como objetivo avaliar a influência da carbonatação na durabilidade de argamassas de revestimento. Para isso, foram realizados ensaios macroestruturais e nanoestruturais na argamassa, na cerâmica e na região de interface a fim de verificar as alterações geradas de forma multiescalar.

Com relação a argamassa, verificou-se que a carbonatação gerou uma retração na matriz de 18% em relação as argamassas não carbonatadas. A retração possivelmente é gerada pela decalcificação do C-S-H e a formação de sílica gel. Após o processo de envelhecimento acelerado, as argamassas não carbonatadas mantiveram suas dimensões constantes, já as argamassas carbonatadas apresentaram expansão de 13%. Em teoria, a expansão pode estar relacionada com o aumento das tensões internas e uma possível expansão química da sílica gel, mas esse fato necessita de mais aprofundamento e da realização de ensaios complementares. Em nanoescala foi possível identificar a presença de microfissuras mapeadas nas amostras carbonatadas envelhecidas, as quais podem ter sido geradas devido à expansão das amostras.

Nos sistemas de revestimento, com relação a resistência de aderência à tração, a carbonatação apresentou melhora de 38% na resistência de aderência comparada com as amostras não carbonatadas. Após o envelhecimento acelerado, tanto as amostras não carbonatadas quanto as carbonatadas apresentaram resistência de aderência semelhante, o que leva à conclusão que apesar da carbonatação melhorar a aderência entre argamassa/substrato ela perde essas melhorias após degradar e se iguala às amostras não carbonatadas. Contudo, o envelhecimento acelerado causou uma alteração na forma de ruptura principalmente nos revestimentos não carbonatados, onde esses passaram a romper na argamassa e não na interface, sugerindo que o envelhecimento foi mais prejudicial para a argamassa do que para a interface e gerou uma queda na resistência à tração da argamassa. Nas argamassas carbonatadas também foi observado este comportamento após o envelhecimento, mas com menor intensidade.

No ensaio de absorção por capilaridade, houve diminuição da absorção capilar após a carbonatação, e após o envelhecimento acelerado não houve aumento da capilaridade das argamassas, indicando que o envelhecimento não gerou modificação nos poros capilares, mas a carbonatação gerou.

No ensaio de índice de vazios, após a carbonatação houve diminuição da porosidade em 15% em relação as amostras não carbonatadas. Após o envelhecimento acelerado, a porosidade das amostras não carbonatadas manteve-se constante, mas houve aumento de 8% nas carbonatadas envelhecidas em relação as carbonatadas sem envelhecimento. Isso pode estar relacionado com a diminuição dos espaços internos responsáveis por dissipar as tensões de tração geradas pelos ciclos de aquecimento e resfriamento, o que gerou expansões, microfissurações e conseqüentemente aumento do índice de vazios. Nas amostras não carbonatadas isso não ocorre, pois há mais porosidade interna e assim, maior dissipação de tensões.

Com relação aos ensaios nanoestruturais, as análises realizadas na argamassa mostraram que o módulo de elasticidade médio das argamassas carbonatadas foi 20% superior que o das argamassas não carbonatadas. O envelhecimento acelerado gerou queda nos módulos de 51% e 41% em relação as amostras não carbonatadas sem envelhecimento e carbonatadas sem envelhecimento, respectivamente.

Na interface o módulo de elasticidade médio não apresentou diferenças entre as amostras não carbonatadas e carbonatadas. Após o envelhecimento o módulo médio das amostras carbonatadas manteve-se o mesmo, mas das amostras não carbonatadas apresentou queda de 24%. Além disso, nota-se que na interface ocorre uma maior variação entre os módulos, apresentando valores entre 0 e 15GPa correspondentes à porosidade e entre 80 e 150GPa correspondente a produtos não hidratados. Isso ocorre devido a interação argamassa/substrato, onde o substrato succiona a água da argamassa fazendo com que a região de interface possua uma relação a/c diferente que o restante da matriz. Essa relação a/c, quando menor na interface, pode impedir que o grão de cimento hidrate por completo e portanto, a região apresente pontos característicos de módulo de produtos anidros.

De maneira geral, o módulo médio da interface se apresentou maior que o módulo médio das argamassas, o que pode ter ocorrido por dois principais motivos, a maior variação dos valores de módulo na interface, que podem ter elevado o módulo médio nessa região, além de uma possível aproximação dos produtos de hidratação, levados durante o movimento de transporte de água da argamassa para a cerâmica. As diferenças entre os módulos da interface e da argamassa aumentam após o envelhecimento acelerado, onde a argamassa apresenta queda de 57% e 49% em relação a interface das amostras não carbonatadas envelhecidas e carbonatadas

envelhecidas, respectivamente. Esse resultado corrobora com a hipótese de que nas amostras não carbonatadas, houve uma maior degradação na argamassa, o que fez a mesma perder sua resistência à tração e apresentar alteração de ruptura passando a romper na argamassa.

Por fim, ao considerar todos dos resultados pode-se concluir que a carbonatação beneficiou as argamassas de revestimento com relação ao aumento na resistência de aderência, diminuição da capilaridade e índice de vazios e maior módulo de elasticidade dos materiais em nanoescala. Após envelhecer as amostras carbonatadas não apresentaram comportamento inferior às não carbonatadas o que foi considerado como positivo, pois o aumento da rigidez causado pela carbonatação não foi prejudicial na durabilidade dos revestimentos. Essa conclusão torna-se interessante no cenário ambiental atual, onde busca-se formas de reduzir a concentração de CO₂ na atmosfera e diminuir os impactos gerados pela construção civil, demonstrando que os revestimentos são materiais com potencial de captura de CO₂, sem que haja grandes prejuízos para sua durabilidade.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Verificar a evolução da carbonatação em revestimentos de argamassa com camadas de pintura;
- b) Estudar os mecanismos que podem gerar expansão das argamassas carbonatadas em situações de aquecimento e resfriamento;
- c) Verificar as modificações na porosidade interna ao longo do revestimento, provocadas pela carbonatação e por processos de deterioração;

REFERÊNCIAS

ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics: fundamentals and applications**. 4 ed. *Taylor & Francis Publishing*, 2017. 630p.

ANDREW, R. M. Global CO₂ emissions from cement production. **Earth System Science Data**, p. 1–52, 2017.

ARANDIGOYEN, M.; ALVAREZ, J. I. Blended pastes of cement and lime: Pore structure and capillary porosity. **Applied Surface Science**, v. 252, n. 23, p. 8077–8085, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13276:2016: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13277:2005: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da retenção de água. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13278:2005: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13279:2005: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13280:2005: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 13528:2019: Revestimento de paredes de argamassas inorgânicas – Determinação da resistência de aderência à tração. Rio de Janeiro, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 15261:2005: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da variação dimensional (retratação ou expansão linear). Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 15270-2:2017: Componentes cerâmicos – Blocos e tijolos para alvenaria. Parte 2: Métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 15575:2013: Edificações habitacionais — Desempenho Parte 4: Requisitos para os sistemas de vedações verticais internas e externas. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 15630:2009: Determinação do módulo de elasticidade dinâmico pelo método do ultrassom. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 16541:2016: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura para a realização de ensaios. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 9778:2005: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 248: Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 45: Agregados – Determinação da massa unitária e o volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 47: Concreto - Determinação do teor de ar em concreto fresco - Método pressométrico. Rio de Janeiro, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 53:

Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente e absorção de água. Rio de Janeiro, 2009.

ARIZZI, A.; VILES, H.; CULTRONE, G. Experimental testing of the durability of lime-based mortars used for rendering historic buildings. **Construction and Building Materials**, v. 28, n. 1, p. 807–818, 2012.

BAKKER, R. F. M. Initiation period. In: Schiessl, P. ed. **Corrosion of steel in concrete**. London, Chapman and Hall, 1988, cap. 3, p. 22-55.

BOMPA, D. V.; ELGHAZOULI, A. Y. **Mechanical properties of hydraulic lime mortars and fired clay bricks subjected to dry-wet cycles** **Construction and Building Materials**, 2021.

CADORE, William Widmar. **Estudo da carbonatação da camada de cobrimento de protótipos de concreto com altos teores de adições mineirais e cal hidratada**. 2008. 150 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Santa Maria, 2008.

CARASEK, H. **Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substrato poroso – avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação**. 1996. 285f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil, Universidade de São Paulo, SP, 1996.

CARASEK, H. In: ISAIA, G. C. (Org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. 2ª ed. São Paulo. IBRACON, 2010, v. 2, p. 885-936.

CARASEK, H. et al. II Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas **MICROESTRUTURA DA INTERFACE ARGAMASSA / TIJOLO**. 1997.

CARASEK, H.; VAZ, F. H.; CASCUDO, O. Statistical analysis of test methods to evaluate rendering surface properties. **Ambiente Construído**, v. 18, n. 2, p. 87–105, 2018.

CASTELLOTE, M. et al. Chemical changes and phase analysis of OPC pastes carbonated at different CO₂ concentrations. **Materials and Structures/Materiaux et**

Constructions, v. 42, n. 4, p. 515–525, 2009.

CHEN, J. J.; THOMAS, J. J.; JENNINGS, H. M. Decalcification shrinkage of cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 36, n. 5, p. 801–809, 2006.

CHINDAPRASIRT, P.; RUKZON, S. Pore Structure Changes of Blended Cement Pastes Containing Fly Ash , Rice Husk Ash , and Palm Oil Fuel Ash. n. November, p. 666–671, 2009.

CINCOTTO, M. A. et al. O Efeito da Carbonatação na Porosidade de Argamassas de Cimento , Cal e Cimento : Cal. **3º Apfac**, v. d, 2010.

COELHO, Ana Zulmira Gomes; TORRAL, F. Pacheco; JAGALI, Said. **A cal na construção**. 1. ed. Portugal: TecMinho, 2009. 132 p. ISBN 978-972-99179-8-1.

COSTA, E. B. C. **Análise de parâmetros influentes na aderência de matrizes cimentícias**. São Paulo, 2014. 156f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo 2014.

CUI, D. et al. Investigation on porosity of partly carbonated paste specimens blended with fly ash through dual CT scans. **Construction and Building Materials**, v. 196, p. 692–702, 2019.

DEHESTANI, A.; HOSSEINI, M.; TALEB BEYDOKHTI, A. Effect of wetting–drying cycles on mode I and mode II fracture toughness of cement mortar and concrete. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v. 106, n. December 2019, p. 102448, 2020.

DROUET, Emeline. **Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires - prise en compte des transferts hydriques**. 2010. 314 f. Tese (DOCTEUR DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN) - Faculdade de Mecânica e Engenharia Civil, Cachan, 2010.

ERGENÇ, D.; FORT, R. Accelerating carbonation in lime-based mortar in high CO₂ environments. **Construction and Building Materials**, v. 188, p. 314–325, 2018.

FORSTER, A. M.; SZADURSKI, E. M.; BANFILL, P. F. G. Deterioration of natural hydraulic lime mortars, I: Effects of chemically accelerated leaching on physical and

mechanical properties of uncarbonated materials. **Construction and Building Materials**, v. 72, p. 199–207, 2014.

FUSADE, L.; VILES, H. A. A comparison of standard and realistic curing conditions of natural hydraulic lime repointing mortar for damp masonry: Impact on laboratory evaluation. **Journal of Cultural Heritage**, v. 37, p. 82–93, 2019.

GRILO, J. et al. Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions. **Construction and Building Materials**, v. 51, p. 287–294, 2014.

GROOT, C.; LARBI, J. Influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. **Heron**, v. 44, n. 2, p. 63–78, 1999.

GROOT, C. Performance and repair requirements for renders and plasters. RILEM TC203-RHM, ITAM, **Prague**; 2010

HAN, J. et al. Monitoring the evolution of accelerated carbonation of hardened cement pastes by X-ray computed tomography. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 25, n. 3, p. 347–354, 2013.

HAN, J. et al. Microstructure Modification of Carbonated Cement Paste with Six Kinds of Modern Microscopic Instruments. **American Society of Civil Engineers**, p. 1–14, 2014a.

HAN, J. et al. Microstructure modification of carbonated cement paste with six kinds of modern microscopic instruments. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 27, n. 10, p. 1–14, 2014b.

HOLT, Erika E. **Early age autogenous shrinkage of concrete**. 2001. 197 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Technical Research Centre of Finland, Finland, 2001.

HOUST, Y. F. Microstructural Changes of Hydrated Cement Paste Due To Carbonation. **Int. J. Restoration Buildings Monuments**, v. 2, p. 49–66, 1996.

HOUST, Y. F.; WITTMANN, F. H. Influence of porosity and water content on the diffusivity of CO₂ and O₂ through hydrated cement paste. v. 8846, n. December, 1994.

HOUST, Y. F.; WITTMANN, F. H. Depth Profiles of Carbonates Formed During Natural

Carbonation. v. 8846, n. December, 2002.

JIANG, C. et al. Deformation of concrete under high-cycle fatigue loads in uniaxial and eccentric compression. **Construction and Building Materials**, v. 141, p. 379–392, 2017.

KANGNI-FOLI, E. et al. Carbonation of model cement pastes: The mineralogical origin of microstructural changes and shrinkage. **Cement and Concrete Research**, v. 144, n. March, 2021.

KAZMIERCZAK, C. DE S. et al. **Considerações sobre a Avaliação da Durabilidade de Revestimentos de Argamassa com Incorporação de Resíduos por Meio de Ensaios Acelerados com Ciclos Térmicos**. [2016].

KIRKHAM, R. J.; BOUSSABAIN, A. H. Forecasting the residual service life of NHS hospital buildings: a stochastic approach. **Construction Management and Economics**, v. 23, n. 5, p. 521–529, jun. 2005.

KOPSHITZ, P. et al. Retração e desenvolvimento de propriedades mecânicas em argamassas de revestimento Metodologia , materiais e argamassas estudadas Retração no estado fresco. p. 57–70, 2002.

LAWRENCE, R. M. et al. Effects of carbonation on the pore structure of non-hydraulic lime mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 7, p. 1059–1069, 2007.

LAWRENCE, S. J.; CAO, H. T. **An experimental study of the interface between brick and mortar**. Proceedings of the fourth North American Masonry Conference. **Anais...** Los Angeles: 1987

LEE, M. K.; BARR, B. I. G. An overview of the fatigue behaviour of plain and fibre reinforced concrete. **Cement and Concrete Composites**, v. 26, n. 4, p. 299–305, 2004.

LI, W. et al. Interfacial transition zones in recycled aggregate concrete with different mixing approaches. **Construction and Building Materials**, v. 35, p. 1045–1055, 2012.

LIMA, J. In: CONCEIÇÃO, L. F. P. (Org.). **Novos dispersos de arquitetura**. 1ª ed. Portugal: Instituto Superior Manuel Teixeira Gomes. 2014, 231 p. ISBN 978-989-97766-8-5.

LOPES, G. A. DE C.; FONSECA FILHO, H. D. DA. Dissipated energy in tapping mode by the atomic force microscope. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 37, n. 4, p. 403, 2015.

LOTTHENBACH, B. et al. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 6, p. 848–860, 2008.

LUNARDI, M. et al. **Microstructural evaluation of ITZ in concrete with carbonated recycled concrete aggregates**. Proceedings of the Ninth International Conference on Concrete Under Severe Conditions-Environment & Loading. **Anais...**2019

MARTI, A. R.-Z. AND E. W. AND S. H. AND O. The simultaneous measurement of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: pulsed-force mode operation. **Measurement Science and Technology**, v. 8, n. 11, p. 1333, 1997.

MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L. Carbonation of ternary cement systems. v. 27, p. 313–318, 2012.

MATSUSHITA, F.; AONO, Y.; SHIBATA, S. Calcium silicate structure and carbonation shrinkage of a tobermorite-based material. v. 34, p. 1251–1257, 2004.

MEHTA, P. Kumar; MONTEIRO, Paulo J. M. **Concrete: Microstructure, Properties, and Materials**. 3º. ed. [S.l.]: McGraw-Hill, 2006. 647 p.

MENEGOTTO, C. W. **Avaliação em multiescala da aderência entre substrato e composto cimentício de revestimento**. Monografia (Graduação em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos. São Leopoldo, p. 133. 2020.

MONDAL, P.; SHAH, S. P.; MARKS, L. D. Nanotechnology in Construction 3. n. June 2015, 2009.

MONTEIRO, P. J. M.; MASO, J. C.; OLLIVIER, J. P. Particle Size Analysis of the Sand.

Cement and Concrete Research, v. 15, n. c, p. 953–958, 1985.

MORAES, G. A. et al. Análise da profundidade de carbonatação em argamassas de revestimento com substituição parcial de areia natural por resíduo de construção civil (RCC). **Brazilian Journal of Development**, v. 4, n. 6, p. 3212–3225, 2018.

NGALA, V.T; PAGE, C. L. Effects of carbonation on pore structure and diffusional properties of hydrated cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 27, n. 7, p. 995-1007, 1997.

OLIVEIRA, L. A.; FONTENELLE, J. H.; MITIDIÉRI FILHO, C. V. Durabilidade de fachadas: método de ensaio para verificação da resistência à ação de calor e choque térmico. **Ambiente Construído**, v. 14, n. 4, p. 53–67, dez. 2014.

OLIVER, W. C., & PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research and Technology**, 7(6), 1992.

OLLIVIER, J. P.; MASO, J. C.; BOURDETTE, B. Interfacial transition zone in concrete. **Advanced Cement Based Materials**, v. 2, n. 1, p. 30–38, 1995.

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Nanotechnology: Advantages and drawbacks in the field of construction and building materials. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 2, p. 582–590, 2011.

PAES, I. N. et al. Influence of water transportation inside a mortar/block system on bonding resistance behavior. **Revista ingeniería de construcción**, v. 29, n. 2, p. 175–186, 2014b.

PAGNUSSAT, D.T. **Efeito da temperatura de queima de blocos cerâmicos sobre a resistência de aderência à tração de revestimentos de argamassa**. 2013. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

PAPADAKIS, V. G.; VAYENAS, C. G.; FARDIS, M. N. A reaction engineering approach to the problem of concrete carbonation. **AIChE Journal**, v. 35, n. 10, p. 1639–1650, 1989.

PETER, M. A. et al. Competition of several carbonation reactions in concrete: A parametric study. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 12, p. 1385–1393, 2008.

PEREIRA, Claudio Henrique de Almeida Feitosa. **Contribuição ao estudo da fissuração, da retração e do mecanismo de descolamento do revestimento à base de argamassa**. 2007. 217 f. Tese (Doutorado em estruturas e construção civil) - Faculdade de Tecnologia, Brasília, 2007.

PEREIRA, E.; SILVA, I. J. DA; COSTA, M. DO R. DE M. M. DA. Avaliação dos mecanismos de aderência entre argamassa colante e substrato não poroso. **Ambiente Construído**, v. 13, p. 139–149, 2013.

PHAN, V. T. **Relationship between the adhesive properties and the rheological behavior of fresh mortars**. 2012. Tese de Doutorado. École normale supérieure de Cachan – ENS, France.

PHUNG, Q. T. et al. Effect of limestone fillers on microstructure and permeability due to carbonation of cement pastes under controlled CO₂ pressure conditions. **CONSTRUCTION & BUILDING MATERIALS**, v. 82, p. 376–390, 2015.

POLITO, Giulliano. **Avaliação da introdução de cal hidratada nas argamassas aplicadas sobre blocos cerâmicos e sua influência no desempenho e morfologia**. Orientador: Antônio Neves de Carvalho Júnior. 2008. 181 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Belo Horizonte, 2008.

POLITO, G.; JUNIOR, A. N. DE C.; GOMES, P. R. Caracterização microestrutural da interface argamassa mista / bloco cerâmico. **VIII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas**, p. 11–17, 2009.

POSSAN, Edna. **Modelagem da carbonatação e previsão de vida útil de estruturas de concreto em ambiente urbano**. 2010. 265 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola de Engenharia, Porto Alegre, 2010.

POSSAN, E. et al. CO₂ uptake potential due to concrete carbonation: A case study. **Case Studies in Construction Materials**, v. 6, p. 147–161, 2017.

QUARCIONI, V. A.; CINCOTTO, M. A. Influência Da Cal Em Propriedades Mecânicas

De Argamassas. **VI Simpósio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas**, p. 233–250, 2005.

RAGO, Fabiola; CINCOTTO, Maria Alba. **Influência do tipo de cal hidratada na reologia de pastas**. São Paulo, 1999. 24p. Boletim técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Construção Civil; BT/PCC/257).

REDA TAHA, M. M.; SHRIVE, N. G. THE USE OF POZZOLANS TO IMPROVE BOND AND BOND STRENGTH. **9TH CANADIAN MASONRY SYMPOSIUM**, p. 12, 2001.

RÉUNION INTERNATIONALE DES LABORATOIRES D'ESSAIS ET MATÉRIAUX. Determination of the Capillary Absorption of Water of Hardener Concrete: TC 116 PCS. *Materials and Structures / Matériaux et constructions*, vol. 32, p. 178-179, Abr. 1999.

RODUI, C. et al. Stiffness tomography by atomic force microscopy. **Biophysical Journal**, v. 97, p. 654–677, 2009.

SÁEZ DEL BOSQUE, I. F. et al. Properties of interfacial transition zones (ITZs) in concrete containing recycled mixed aggregate. **Cement and Concrete Composites**, v. 81, p. 25–34, 2017.

ŠAVIJA, B.; LUKOVIĆ, M. Carbonation of cement paste: Understanding, challenges, and opportunities. **Construction and Building Materials**, v. 117, p. 285–301, 2016.

SENTENA, Jeferson Alcantara Alves. **Discussão sobre métodos acelerados para a avaliação do envelhecimento de revestimentos de argamassas submetidos a ciclos térmicos: aplicação em argamassa com fíler de concreto**. 2015. 156 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, [S. l.], 2015.

SCHÖN, P. et al. Quantitative mapping of elastic moduli at the nanoscale in phase separated polyurethanes by AFM. **European Polymer Journal**, v. 47, n. 4, p. 692–698, 2011.

SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESSEN, P. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. **Interface Science**, v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004a.

SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESEN, P. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. **Interface Science**, v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004b.

SILVA, A. et al. Avaliação de Propriedades Mecânicas de Argamassas de Revestimento através do Módulo de Elasticidade Dinâmico. Ensaio em Provetes de Dimensões Reduzidas. n. march, 2015.

SILVA, A.; DE BRITO, J. **Service life of building envelopes: A critical literature review** *Journal of Building Engineering*, 2021.

SILVA, N. G. DA; CAMPITELI, V. C. Correlação entre módulo de elasticidade dinâmico e resistências mecânicas de argamassas de cimento, cal e areia. n. 42, p. 21–35, 2008.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. Nova Iorque: Thomas Telford Publishing, 1997. 469 p. v. 2. ISBN 0 7277 2592 0.

THIERY, M. Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques. Engineering Sciences. Ecole des Ponts Paris Tech, 2005.

THIERY, M. et al. Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 7, p. 1047–1058, 2007.

TUUTTI, Kyosti. **Corrosion of steel in concrete**. Stockholm: Swedish Cement and Concrete Research Institute, 1982. 473 p. ISSN 0346-6906.

ULM, F. et al. Statistical Indentation Techniques for Hydrated Nanocomposites: Concrete, Bone, and Shale. v. 2692, 2007.

VALENTINI, Paola. **Avaliação da interação de argamassas de revestimento com utilização de filer e substratos com diferentes rugosidades na resistência de aderência**. 2018. 139 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, São Leopoldo, 2018.

VOGLIS, N. et al. Portland-limestone cements. Their properties and hydration compared to those of other composite cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 2, p. 191–196, 2005.

WANG, X. H. et al. Application of nanoindentation testing to study of the interfacial transition zone in steel fiber reinforced mortar. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 8, p. 701–715, 2009.

XIAO, J. et al. Cement & Concrete Composites Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 276–292, 2013.

XIE, Y. et al. Experimental study of the interfacial transition zone (ITZ) of model rock-filled concrete (RFC). **Cement and Concrete Composites**, v. 55, p. 223–231, 2015.

YE, H.; RADLINSKA, A.; NEVES, J. Drying and carbonation shrinkage of cement paste containing alkalis. **Materials and Structures**, p. 50–132, 2017.

YE, H.; RADLIŃSKA, A.; NEVES, J. Drying and carbonation shrinkage of cement paste containing alkalis. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 50, n. 2, 2017.

ZAMPIERI, Valdir Aparecido. **Cimento Portland aditivado com pozolanas de argilas calcinadas: fabricação, hidratação e desempenho mecânico**. 1993. Tese (Doutorado em geociências) - Instituto de geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.

ZHANG, D.; LI, V. C.; ELLIS, B. R. Ettringite-related dimensional stability of CO₂-cured portland cement mortars. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 7, p. 283, 2019.

ZHOU, Q. Æ.; GLASSER, F. P. Æ. Kinetics and mechanism of the carbonation of ettringite. n. 3, p. 3–8, 2000.

ZHU, W. et al. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks. **Materials Characterization**, v. 58, n. 11- 12 SPEC. ISS., p. 1189–1198, 2007.

ZHU, W.; BARTOS, P. J. M. Application of depth-sensing microindentation testing to study of interfacial transition zone in reinforced concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 8, p. 1299–1304, 2000.

APÊNDICE A

RESULTADOS INDIVIDUAIS DO ENSAIO DE RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA

ARGAMASSA NÃO CARBONATADA 28 DIAS

Argamassa não carbonatada (idade 28 dias)						
n°	Resistência de aderência (Mpa)	Forma de ruptura				
		A	B	C	D	E
1	0,75		100%			
2	0,30		100%			
3	0,38	3%	97%			
4	0,38	100%				
5	0,76		100%			
6	0,95		100%			
7	0,35		100%			
8	0,44		100%			
9	0,22		100%			
Resistência de aderência média = 0,50			CV = 47%			

ARGAMASSA NÃO CARBONATADA 190 DIAS

Argamassa não carbonatada (idade 190 dias)						
n°	Resistência de aderência (Mpa)	Forma de ruptura				
		A	B	C	D	E
1	0,695		75%	25%		
2	1,278	100%				
3	1,180	96%	4%			
4	0,811	78%	22%			
5	1,116	100%				
6	1,067		41%	59%		
7	1,020	100%				
8	0,868	52%	48%			
9	1,007	100%				
10	1,104	100%				
11	0,983	85%	15%			
12	0,697		100%			
Resistência de aderência média = 0,99			CV = 18%			

ARGAMASSA CARBONATADA

Argamassa carbonatada (idade 453 dias)						
n°	Resistência de aderência (Mpa)	Forma de ruptura				
		A	B	C	D	E
1	1,267		48%	52%		
2	1,540			100%		
3	1,370		67%	33%		
4	1,346	49%	51%			
5	1,232	100%				
6	1,382	100%				
7	1,504		7%	93%		
8	1,188		3%	97%		
9	1,433		11%	89%		
10	1,247			100%		
Resistência de aderência média = 1,35			CV = 20%			

ARGAMASSA NÃO CARBONATADA ENVELHECIDA

Argamassa não carbonatada env. acel. (idade 309 dias)						
n°	Resistência de aderência (Mpa)	Forma de ruptura				
		A	B	C	D	E
1	0,932			100%		
2	1,201			100%		
3	1,053			100%		
4	1,255			100%		
5	1,199			100%		
6	1,151			100%		
7	0,952			100%		
8	1,248			100%		
9	1,386			100%		
10	1,542			100%		
11	0,916			100%		
12	1,466			100%		
13	1,329			100%		
Resistência de aderência média = 1,20			CV = 16%			

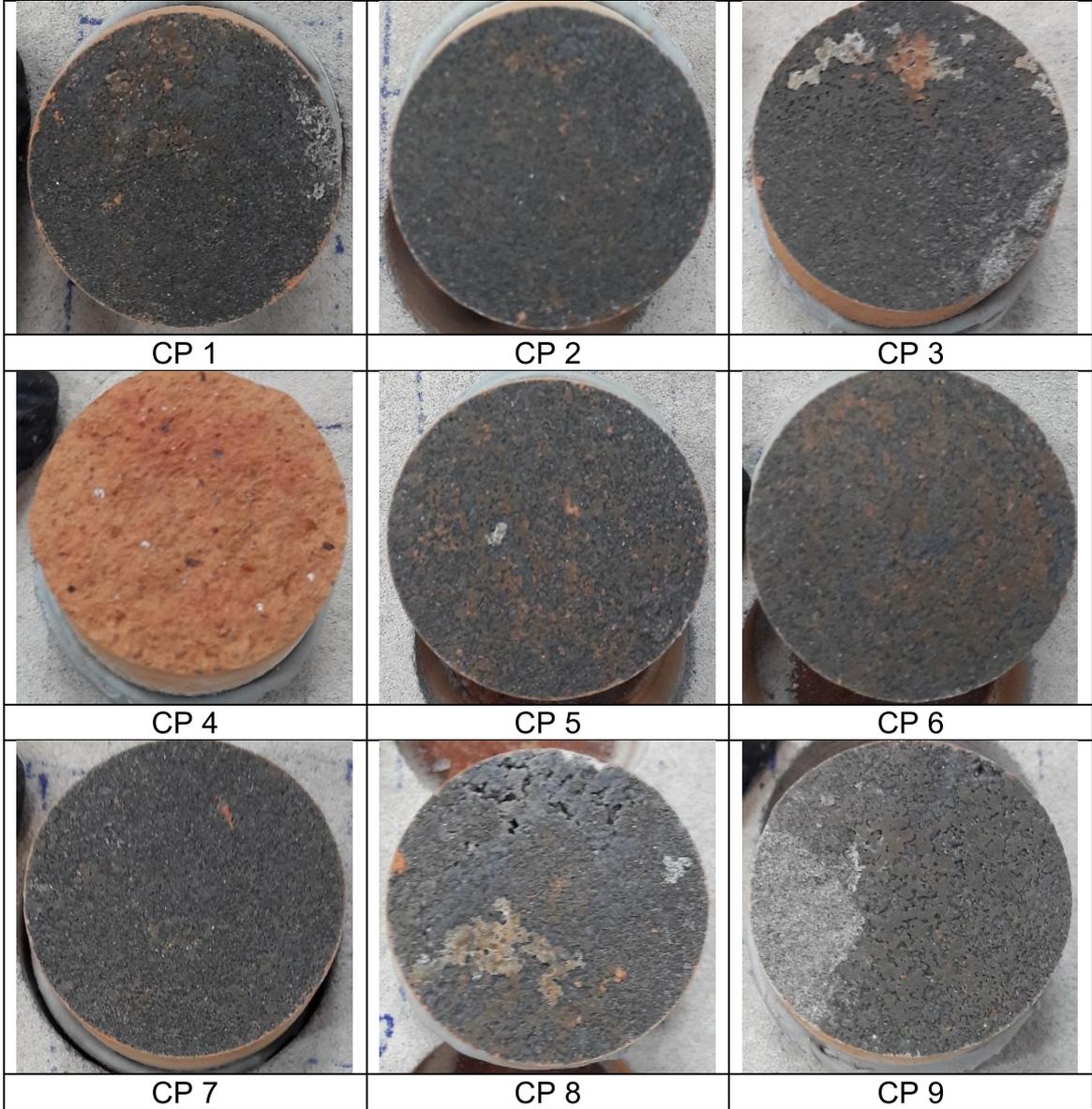
ARGAMASSA CARBONATADA ENVELHECIDA

Argamassa carbonatada env. acel (idade 453 dias)						
n°	Resistência de aderência (Mpa)	Forma de ruptura				
		A	B	C	D	E
1	1,132		9%	91%		
2	1,216			100%		
3	1,187		37%	63%		
4	1,142		27%	73%		
5	1,255	4%	20%	76%		
6	1,125		19%	81%		
7	1,631	100%				
8	1,498	100%				
9	1,681			100%		
10	1,584			100%		
11	1,635	8%	37%	55%		
12	1,118	67%	33%			
13	0,988			100%		
14	0,743			100%		
Resistência de aderência média = 1,28				CV = 21%		

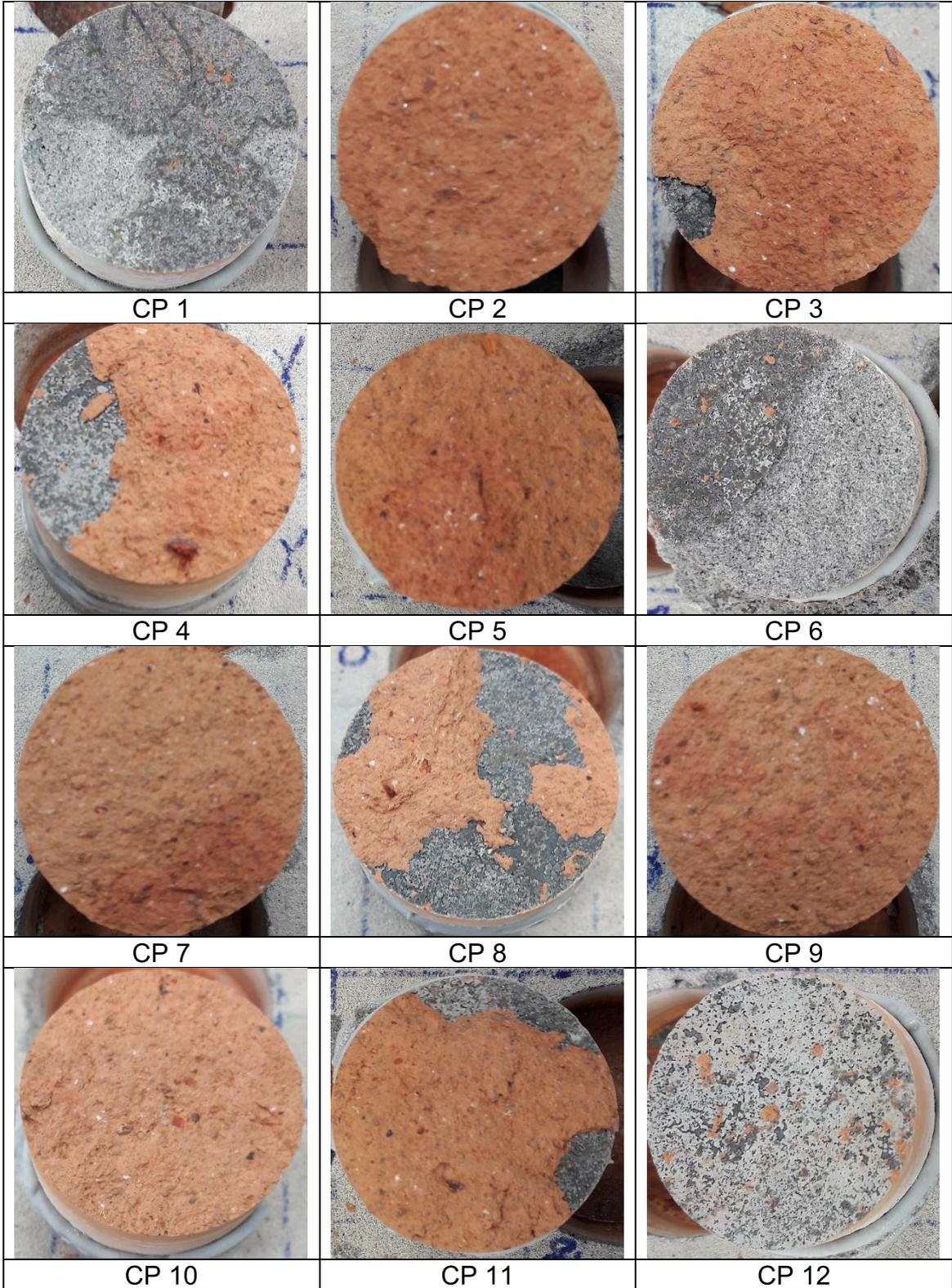
APÊNCICE B

FORMA DE RUPTURA DOS CORPOS DE PROVA

ARGAMASSA NÃO CARBONATADA 28 DIAS



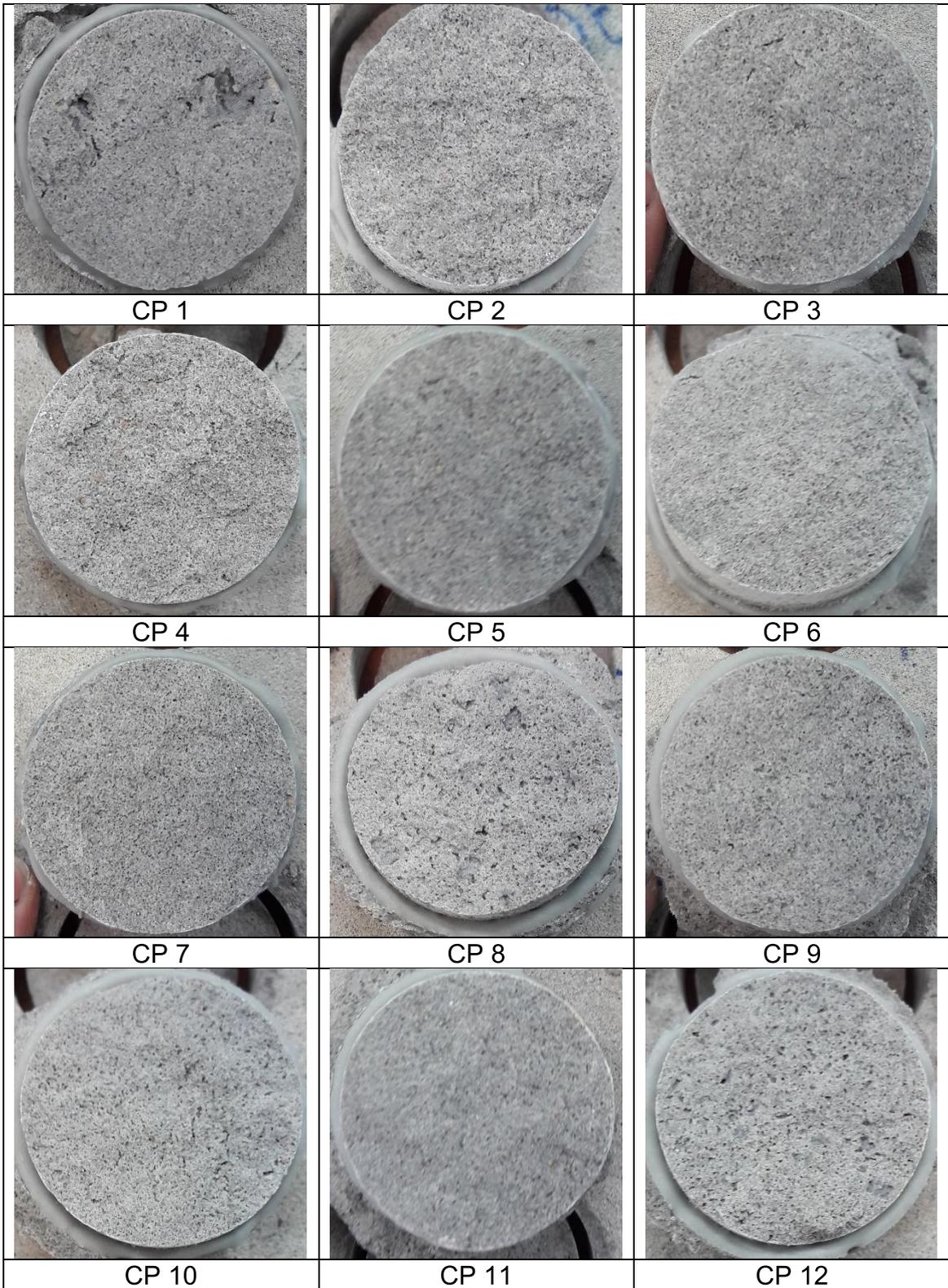
ARGAMASSA NÃO CARBONATADA 190 DIAS

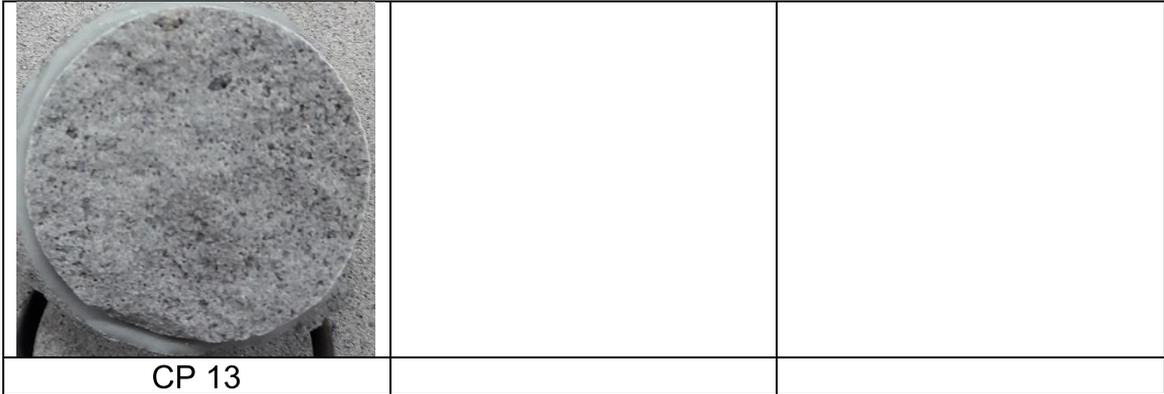


ARGAMASSA TOTALMENTE CARBONATADA

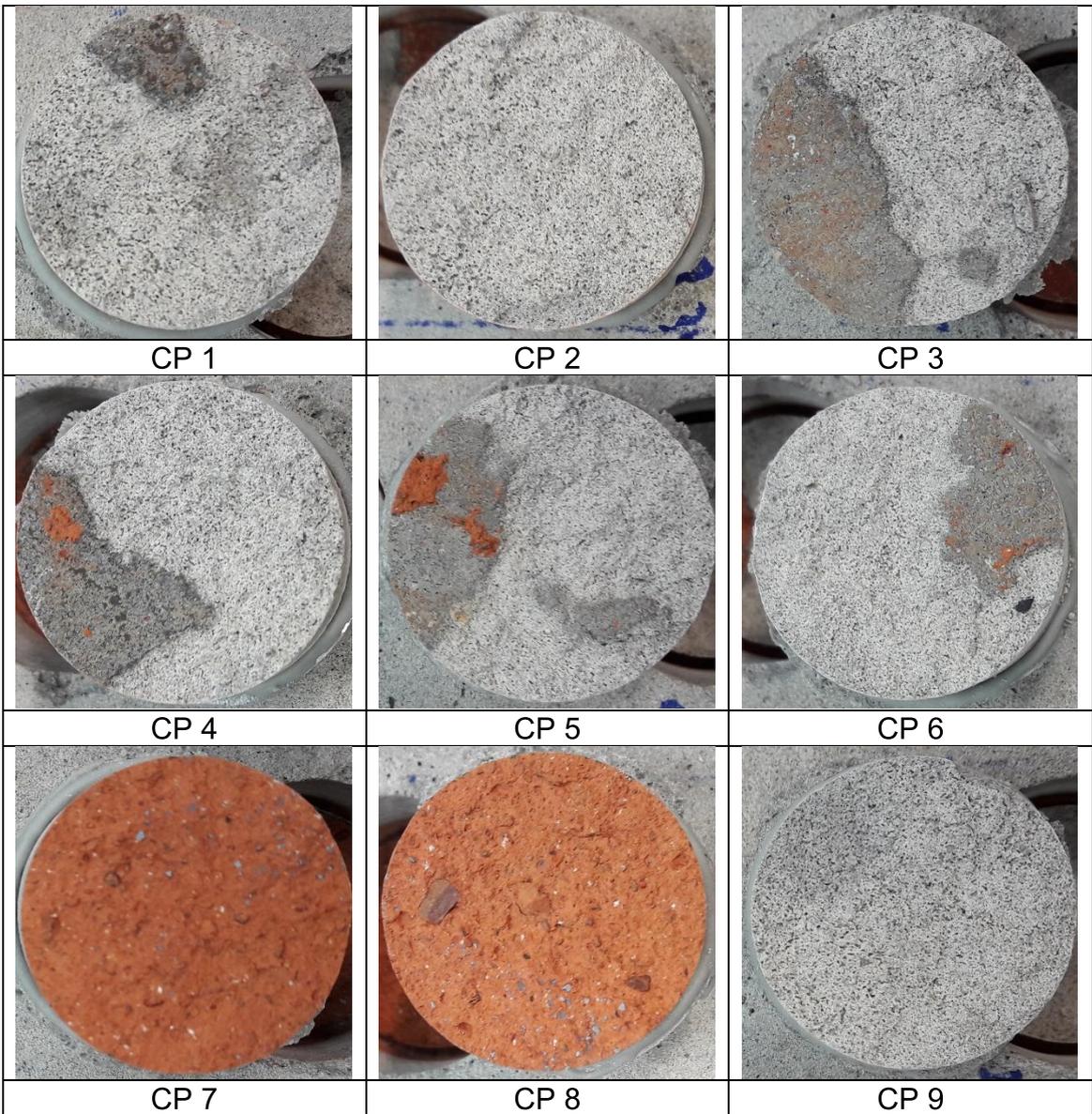
		
CP 1	CP 2	CP 3
		
CP 4	CP 5	CP 6
		
CP 7	CP 8	CP 9
		
CP 10		

ARGAMASSA NÃO CARBONATADA COM ENVELHECIMENTO ACELERADO





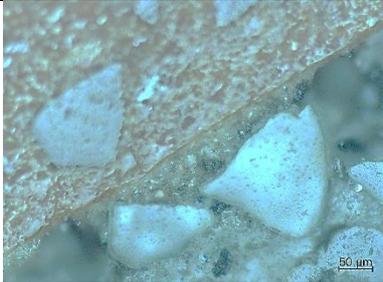
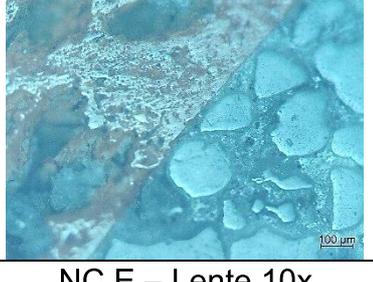
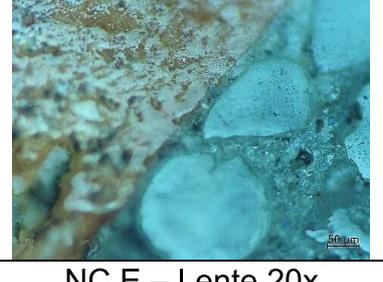
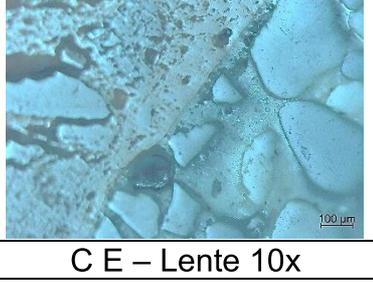
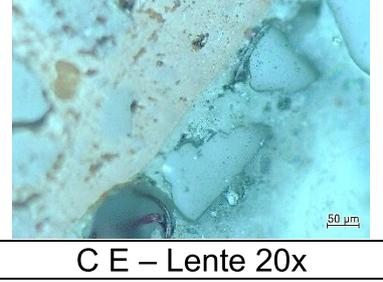
ARGAMASSA CARBONATADA COM ENVELHECIMENTO ACELERADO



		
CP 10	CP 11	CP 12
		
CP 13	CP 14	

APÊNDICE C

VISUALIZAÇÃO ÓPTICA DAS AMOSTRAS ENSAIADAS

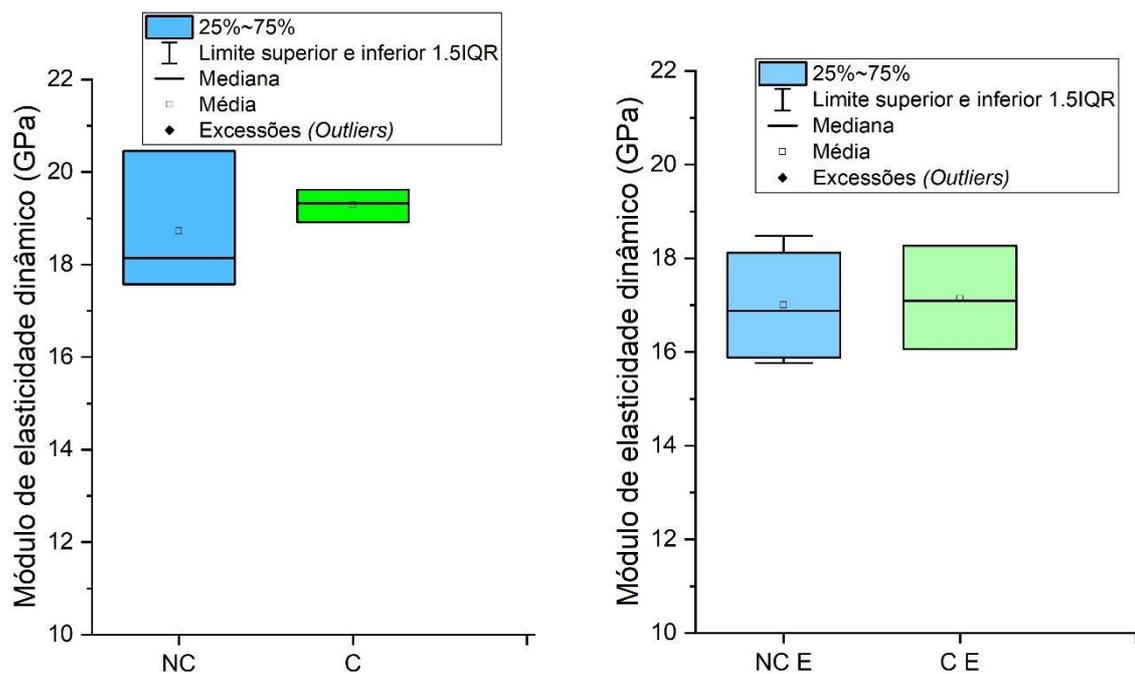
		
<p>NC – Visão geral</p>	<p>NC – Lente 10x</p>	<p>NC – Lente 20x</p>
		
<p>C – Visão geral</p>	<p>C – Lente 10x</p>	<p>C – Lente 20x</p>
		
<p>NC E – Visão geral</p>	<p>NC E – Lente 10x</p>	<p>NC E – Lente 20x</p>
		
<p>C E – Visão geral</p>	<p>C E – Lente 10x</p>	<p>C E – Lente 20x</p>

APÊNDICE D

RESULTADOS DO ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO

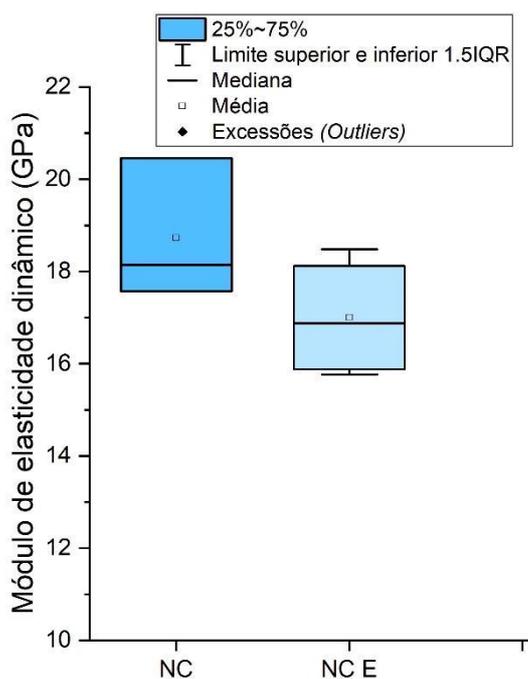
O módulo de elasticidade dinâmico foi verificado para todas as amostras do trabalho, e os resultados estão apresentados na figura abaixo.

Figura: Comparação entre os resultados de módulo de elasticidade das amostras

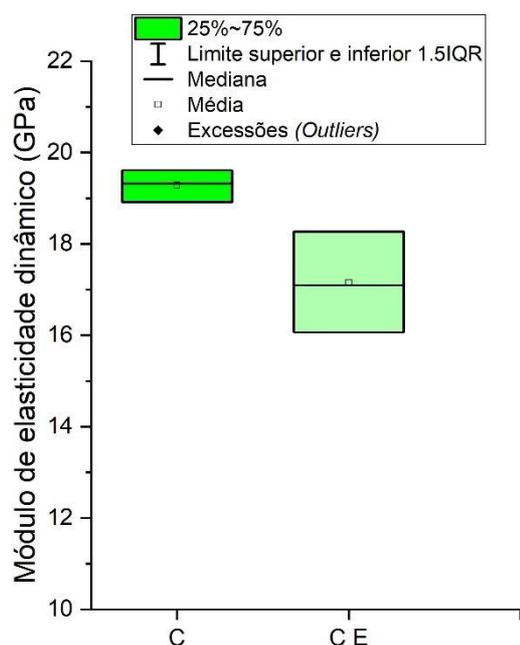


a) Comparação entre as amostras NC (média = 18,72GPa) e C (média = 19,28GPa)

b) Comparação entre as amostras NCE (média = 16,99GPa) e CE (média = 17,14GPa)



c) Módulo de elasticidade dinâmico para NC (média = 18,72GPa) e NC E (média = 16,99GPa)



d) Módulo de elasticidade dinâmico para C (média = 19,28GPa) e C E (média = 17,14GPa)

Fonte: Elaborada pela autora

Conforme figura (a, b) é possível notar que o ensaio de módulo de elasticidade apresentou valores muito parecidos para todas as amostras ensaiadas, além de um coeficiente de variação que impossibilita concluir que as amostras analisadas são diferentes entre si. A análise de variância somente apresentou significância na comparação entre os revestimentos carbonatados e carbonatados envelhecidos, para as demais comparações (NC x C; NC x NC E; NC E x C E) a análise estatística não apresentou significância.

Tabela: Análise de variância para o ensaio de módulo de elasticidade dinâmico

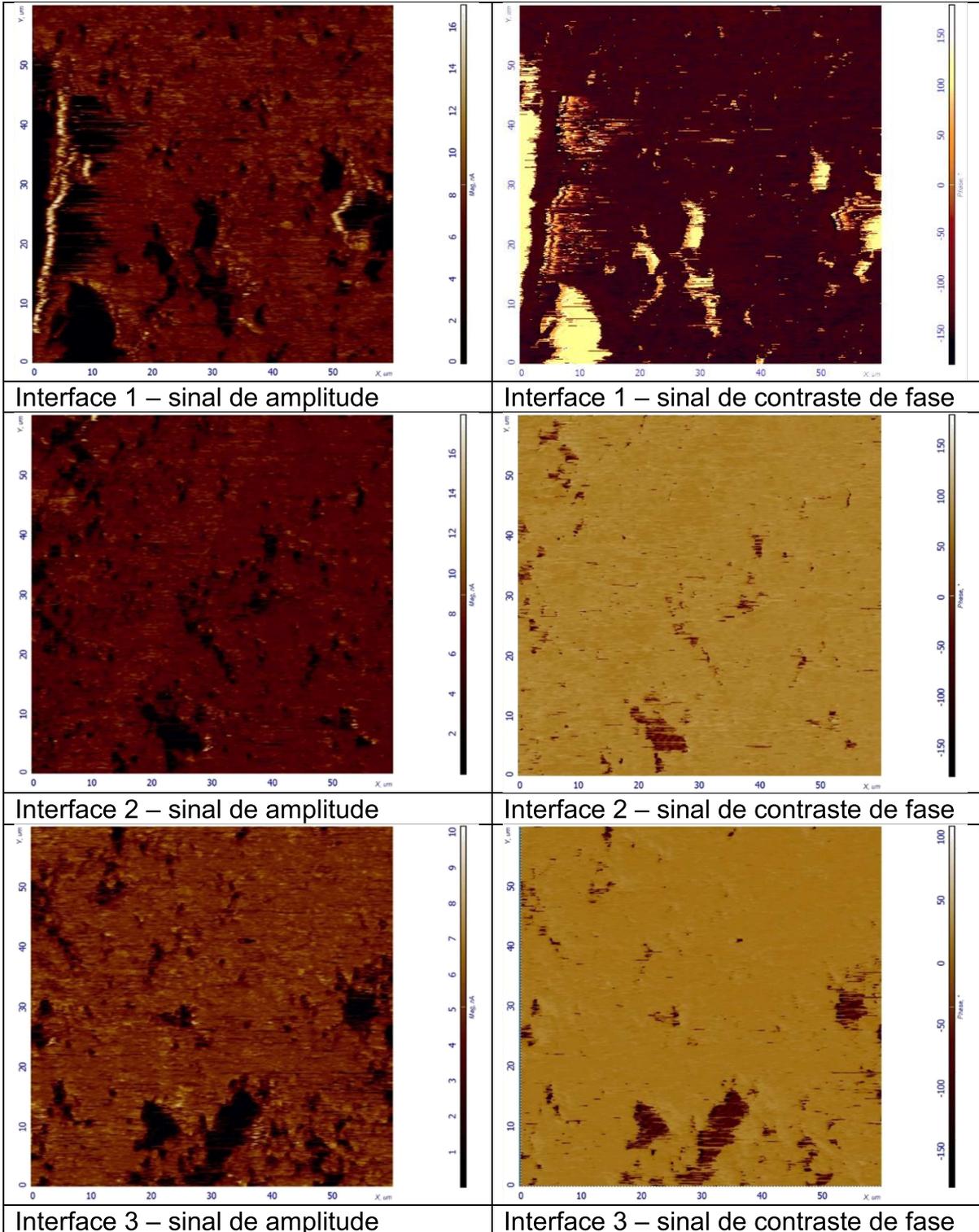
Combinações	p-valor	Significância
NC x C	0,568661	Não
NC E x C E	0,885736	Não
NC x NC E	0,17084	Não
C x C E	0,032793	Sim

Fonte: Elaborada pela autora

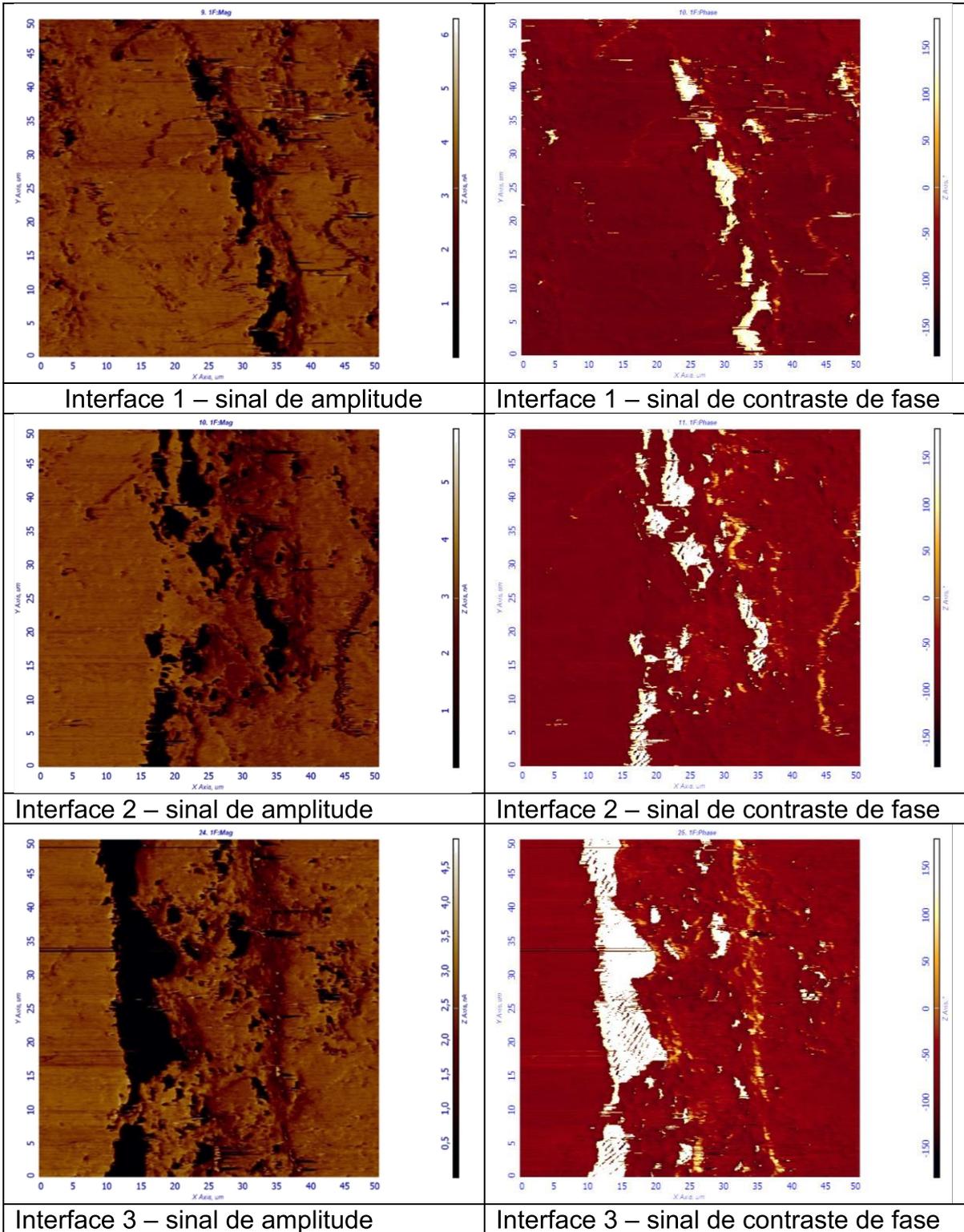
O ensaio de módulo de elasticidade dinâmico pode não ter sido efetivo neste caso pois o tamanho da amostra era de aproximadamente 30mm e o transdutor de pulso utilizado era de 54kHz, ideal para amostras de maiores dimensões. Estudos comparam a utilização de um mesmo sensor para amostras de dimensões menores

concluindo que a relação entre amostras de maior tamanho e amostras menores é de 0,89. (SILVA ET AL., 2015)

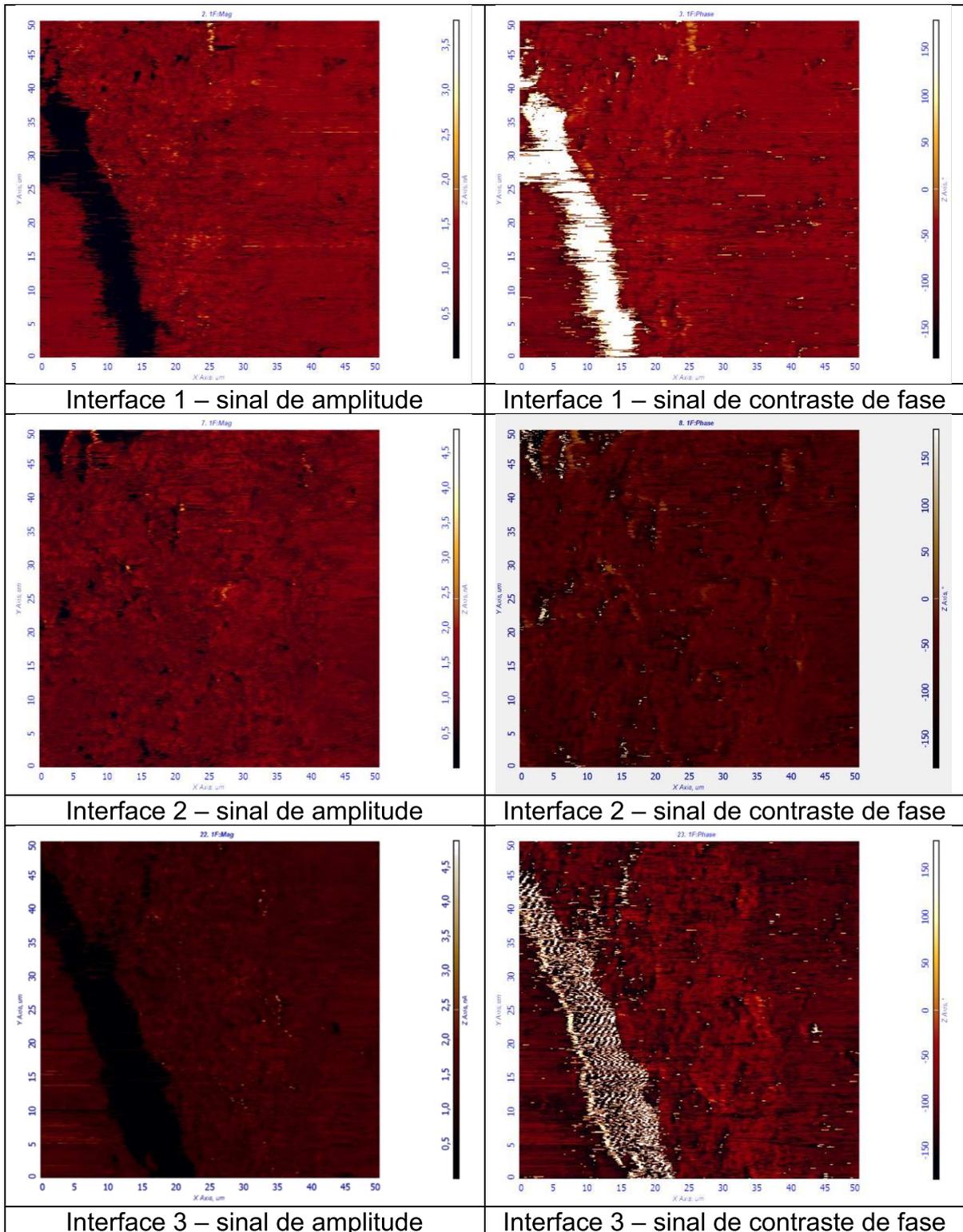
APÊNDICE E
VARREDURAS REALIZADAS NAS INTERFACES
AMOSTRA NÃO CARBONATADA



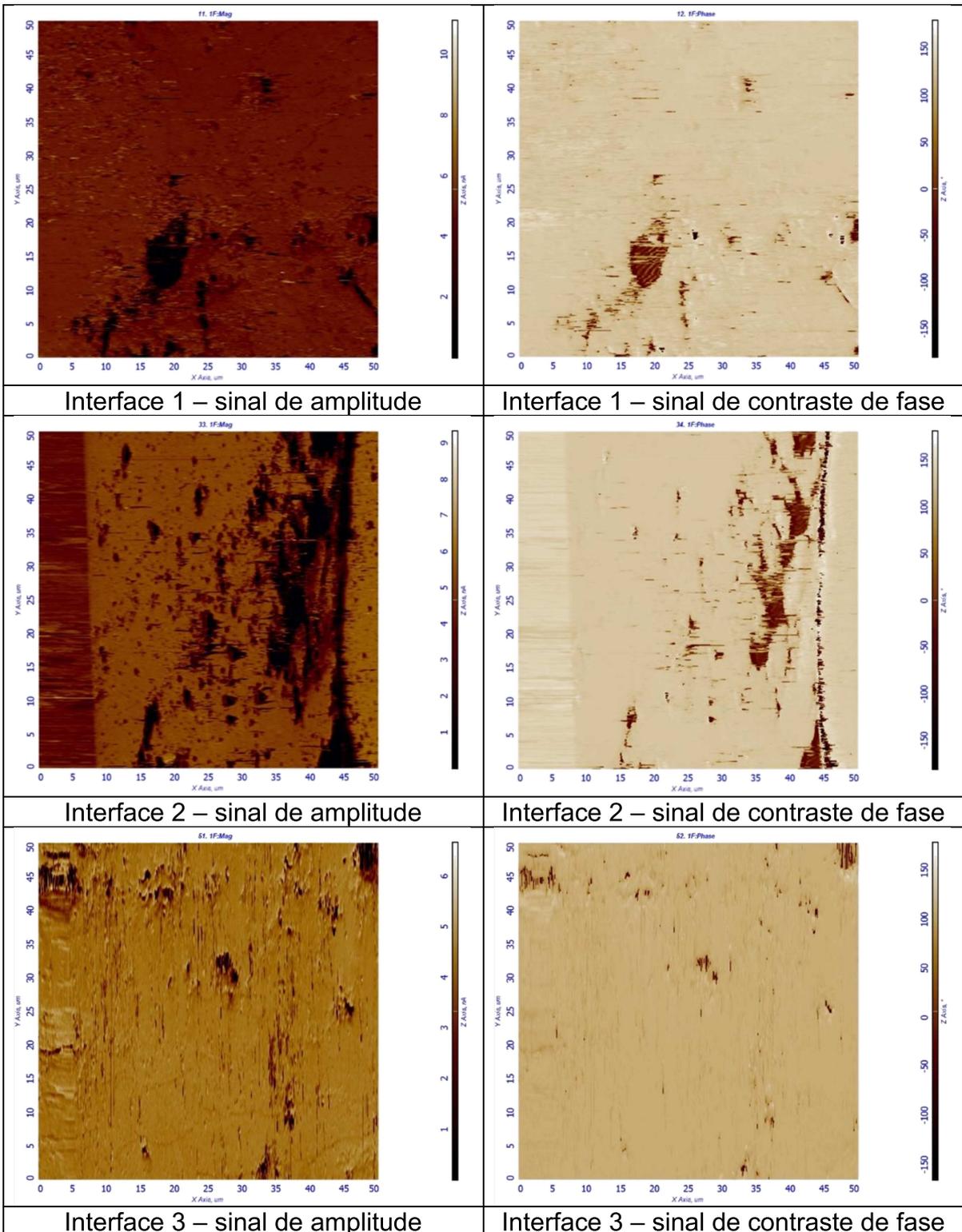
AMOSTRA CARBONATADA



AMOSTRA NÃO CARBONATADA ENVELHECIDA



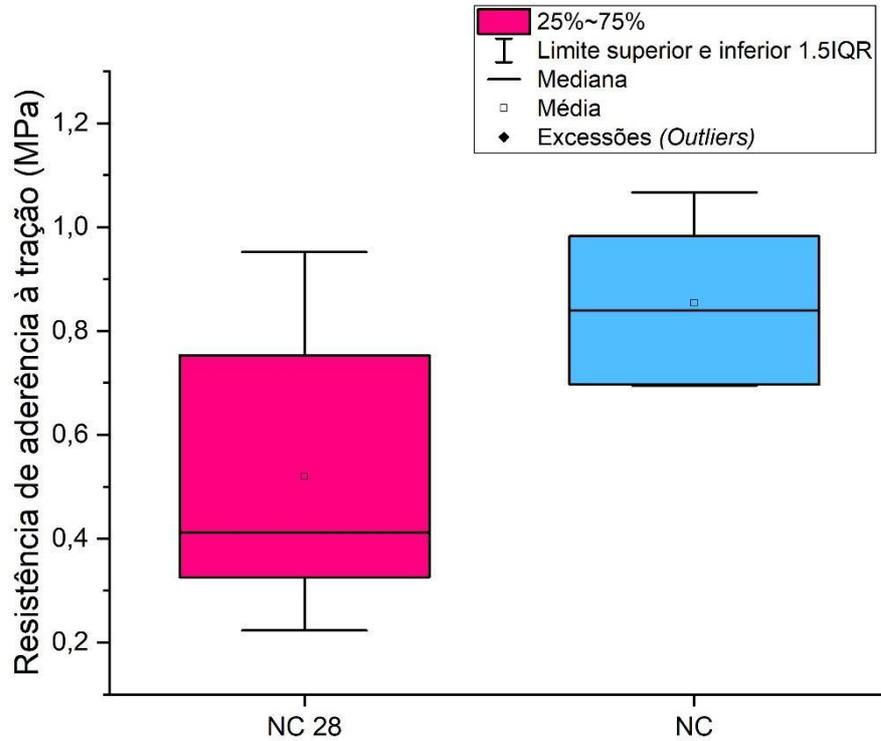
AMOSTRA CARBONATADA ENVELHECIDA



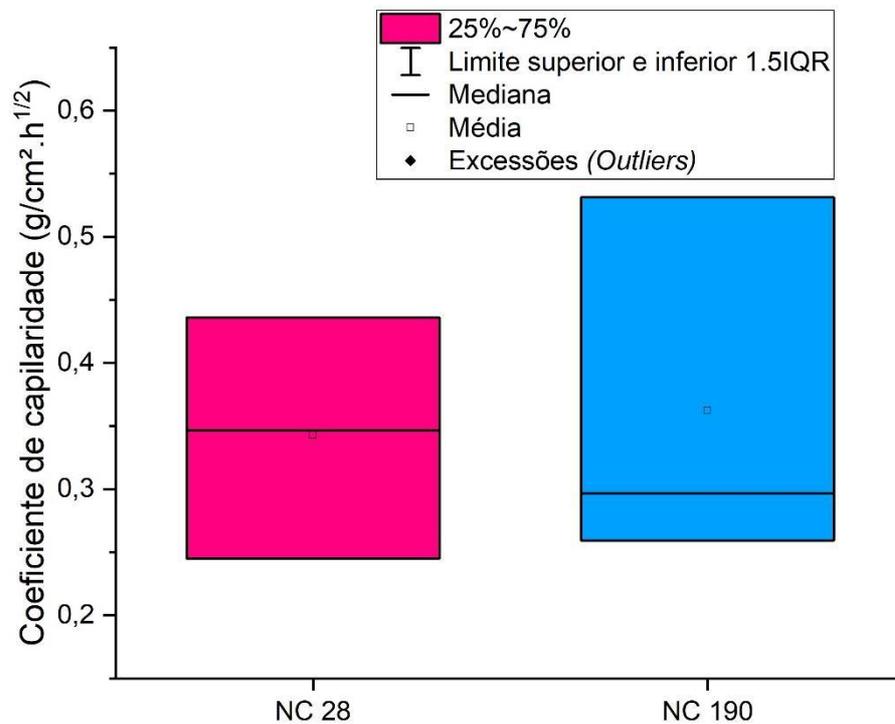
APÊNDICE F

RESULTADOS COMPARATIVOS ENTRE ARGAMASSA 28 DIAS X 190 DIAS

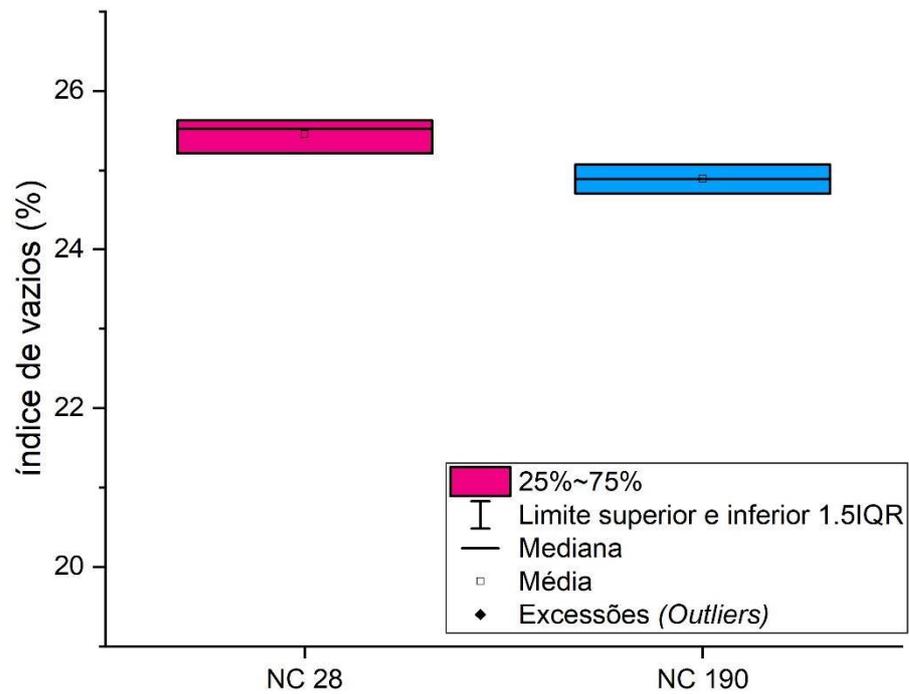
RESISTÊNCIA DE ADERÊNCIA À TRAÇÃO



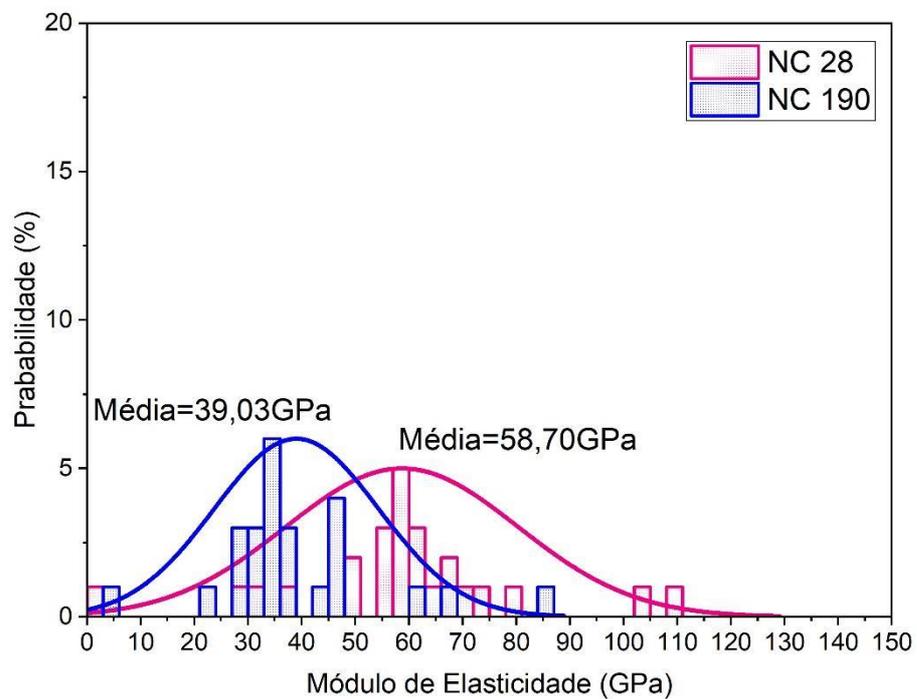
COEFICIENTE DE CAPILARIDADE



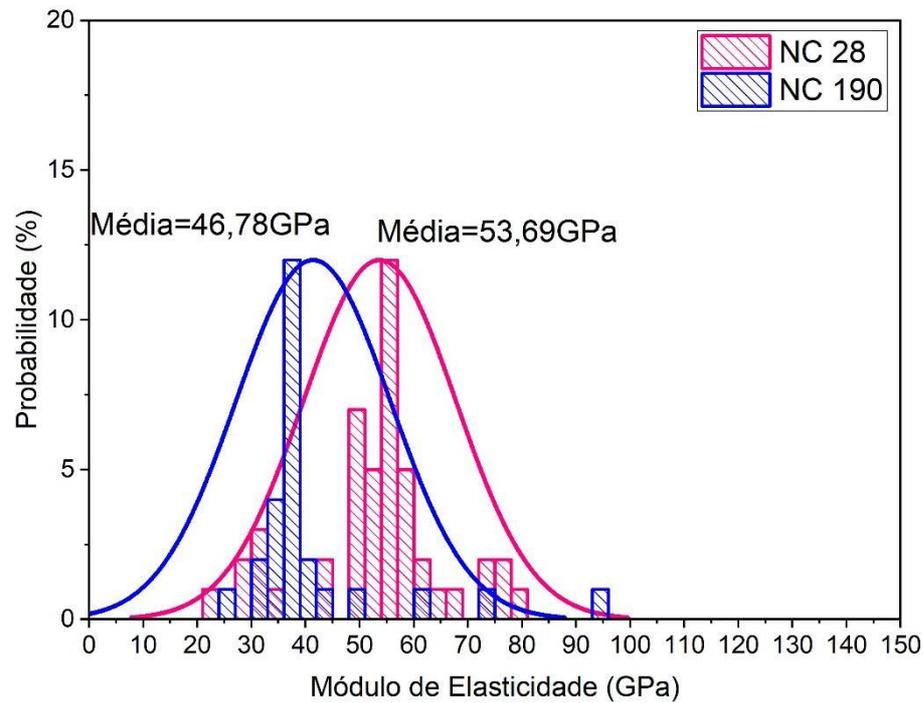
ÍNDICE DE VAZIOS



MÓDULO DE ELASTICIDADE ARGAMASSA (MFA)



MÓDULO DE ELASTICIDADE INTERFACE (MFA)



MÓDULO DE ELASTICIDADE COMPARAÇÃO ARGAMASSA X INTERFACE

