

Análise de propriedades reológicas de microconcretos com base em modelo de distâncias entre partículas

(Analysis of rheological properties of microconcretos based on particle distances model)

M. S. Rebmann¹; J. A. Mesquita¹; R. G. Pileggi¹

¹Departamento de Engenharia de Construção Civil - Escola Politécnica - USP
Av. Prof. Almeida Prado, Trav. 2, N° 83 - 05508-900 - São Paulo/SP - Brasil
markus.rebmann@lme.pcc.usp.br

Resumo

Reduzir o consumo de cimento e incorporar resíduos em composições cimentícias são alternativas que contribuem com a mitigação de impactos ambientais. Para manter adequadas propriedades no estado endurecido, e garantir durabilidade e vida útil, é necessário reduzir a porosidade (reduzir teor de água), o que pode afetar propriedades reológicas. Este estudo avaliou como mudanças na composição (teores de água e pasta; granulometria dos agregados; tipo de finos) afetam propriedades reológicas de microconcretos. Estas mudanças foram avaliadas em termos de distâncias entre partículas, calculadas, ao nível da pasta e dos agregados, com base em modelo que considera o empacotamento granular e a área superficial das partículas. Estas distâncias puderam ser correlacionadas com as propriedades reológicas, constituindo-se assim em parâmetros de mobilidade da suspensão. Observou-se ainda que a incorporação de resíduo de bauxita apresentou pouco impacto, apesar de sua elevada área superficial, fato atribuído ao potencial de melhorar o empacotamento da pasta.

Palavras chave: material cimentício, reologia, modelo de distâncias entre partículas, resíduo de bauxita

Abstract

Reducing cement consumption and incorporating waste into cementitious compositions are alternatives that contribute to the mitigation of environmental impacts. To maintain adequate properties in the hardened state, and to ensure durability and service life, it is necessary to reduce porosity (reduce water content), which may affect rheological properties. This study evaluated how changes in composition (water and paste content, aggregate granulometry, type of fines) affect rheological properties of microconcretos. These changes were evaluated in terms of particle distances, calculated at the paste and aggregate level, based on a model that considers the granular packing and the surface area of the particles. These distances could be correlated with the rheological properties, thus constituting parameters of suspension mobility. It was also observed that the incorporation of bauxite residue had little impact, despite its high surface area. This was attributed to the potential of improving paste packing.

Keywords: cementitious material, rheology, particle distances model, bauxite residue

INTRODUÇÃO

Reduzir o impacto ambiental decorrente das atividades humanas é um desafio atual e necessário. O cimento Portland é uma das grandes fontes antropogênicas de emissão de CO₂, devido ao seu elevado volume de produção [1]. Por outro lado, o acúmulo de resíduos de processos industriais e de mineração gera impactos ambientais, econômicos e sociais relevantes [2], que precisam ser reduzidos. Neste cenário, reduzir o consumo de cimento [3] e incorporar resíduos [4] em materiais cimentícios são alternativas de baixo impacto ambiental.

O comportamento mecânico e a durabilidade de materiais cimentícios estão relacionados ao seu sistema de poros [5]. Para não aumentar a porosidade ao reduzir o consumo de cimento e incorporar resíduos se faz necessário reduzir a água de mistura, o que pode afetar as propriedades no estado fresco. Para que não ocorram prejuízos demasiados às propriedades reológicas, é necessário aplicar conceitos, como dispersão e empacotamento de partículas, que favoreçam a mobilidade das suspensões, mesmo com menor consumo de água [3].

É de grande interesse prever as propriedades de um produto cimentício a partir da sua composição e das propriedades das matérias primas. Tais modelos preditivos possuem aplicação na etapa de dosagem, reduzindo o esforço experimental, na otimização com base em parâmetros de interesse, no controle de qualidade e na avaliação da robustez frente a cenários de variabilidade de matérias primas e processo.

Quanto às propriedades reológicas, estudos indicam que a mobilidade da suspensão está relacionada com as distâncias entre as partículas que a compõe [6–8]. Um valor médio destas distâncias pode ser calculado distribuindo o excesso de volume de fluido (a fração do volume total de fluido remanescente após o preenchimento da porosidade de empacotamento) pela área superficial das partículas. Matematicamente a distância média *Dist* é calculada [6] por:

$$Dist = \frac{2}{VSA} \times \left[\frac{1}{V_s} - \left(\frac{1}{1 - P_{of}} \right) \right] \quad (A)$$

onde: *VSA* é a área superficial volumétrica, *V_s* é a fração volumétrica de sólidos na suspensão e *P_{of}* é a porosidade de empacotamento das partículas. Se *VSA* é dado em m²/cm³, *Dist* resulta em μm. Esta distância pode ser avaliada em dois níveis: pasta, em que apenas partículas finas (<100 μm) são consideradas [6]; e agregados, em que apenas as partículas mais grossas são consideradas [7]. Para a pasta, a água é o fluido, já para os agregados, a pasta desempenha o papel de fluido, promovendo o recobrimento e afastamento das partículas.

O objetivo deste estudo é verificar se há relação da distância entre as partículas da suspensão com as propriedades reológicas de microconcretos produzidos com reduzido teor de cimento e incorporação de resíduo de mineração de bauxita.

MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho desenvolveu-se a partir de uma composição de referência (Tabela I), desenvolvida em um trabalho anterior buscando características autonivelantes e baixo consumo de cimento (~250 kg/m³ para resistência à compressão acima de 60 MPa). Para tanto, aplicou-se conceitos de empacotamento e dispersão de partículas. Como agregados empregou-se areias britadas grossa e média e areia natural fina. A pasta constituiu-se de cimento tipo CPV-ARI, fíler de calcário, aditivo superplastificante (policarboxilato de sódio) e água. A caracterização física dos materiais é descrita na Tabela II e Figura 1.

Tabela I – Composição do microconcreto de referência

Materiais	Areia brit. grossa	Areia brit. média	Areia nat. fina	Cimento	Fíler	SP	Água	Ar
massa (kg/m ³)	366	819	323	253	393	7,5	194	-
% vol. total	13,2	29,7	12,2	7,7	14,2	0,70	19,4	2,95

Tabela II - Propriedades e parâmetros dos materiais granulares

Propriedade	Areia Brit. Grossa	Areia Brit. Média	Areia Nat. Fina	Cimento	Fíler	Resíduo Bauxita
Densidade (g/cm ³) ⁽¹⁾	2,77	2,76	2,65	3,29	2,78	3,02
Área esp. BET (m ² /g) ⁽²⁾	0,20	0,30	0,25	1,31	1,16	10,60
VSA BET (m ² /cm ³) ⁽³⁾	0,55	0,83	0,66	4,31	3,22	32,02
VSA esférico (m ² /cm ³) ⁽⁴⁾	0,0025	0,0092	0,039	1,16	1,42	3,47
Módulo de finura	4,76	3,14	1,28	-	-	-
D ₁₀ (mm) ⁽⁵⁾	2,12	0,365	0,153	0,0023	0,0017	0,0007
D ₅₀ (mm) ⁽⁵⁾	2,77	1,09	0,260	0,0145	0,0102	0,0030
D ₉₀ (mm) ⁽⁵⁾	3,64	1,89	0,423	0,0367	0,0240	0,0330

(1) Densidade real, obtida por picnometria de gás hélio (Multipycnometer/Quantachrome);

(2) Área superficial específica (SSA), obtida por adsorção de N₂ BET (Belsorp max/Bel Japan);

(3) Área superficial volumétrica, calculada a partir da distribuição granulométrica, assumindo partículas esféricas;

(4) Área superficial volumétrica, calculada como SSA BET N₂ / densidade real;

(5) Diâmetros característicos referentes ao percentil 10% (D₁₀) and 90% (D₉₀) e mediano (D₅₀), obtido por análise de imagens dinâmicas (Qipic/Sympatec) para agregados e por difração laser (Helos/Sympatec) para os finos.

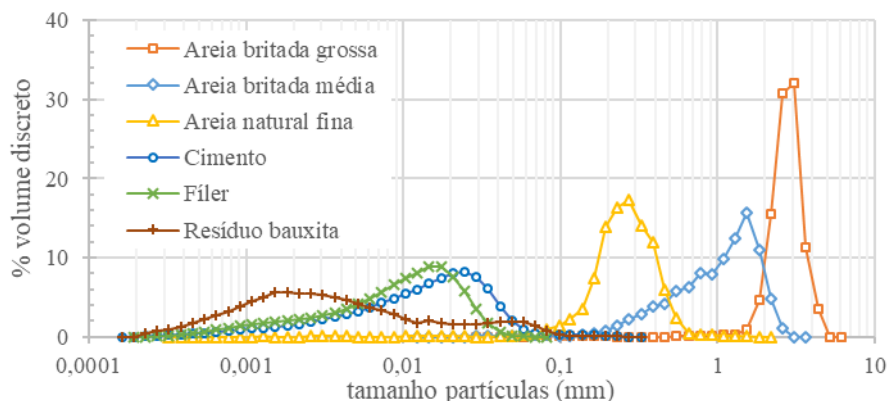


Figura 1 – Distribuição granulométrica dos materiais.

As variáveis controladas no estudo, com seus valores no microconcreto de referência e as variações adotadas, estão descritas na Tabela III. Nos microconcretos com 20% de resíduo de bauxita foram também avaliadas a mudanças no teor de água e volume de pasta, nas mesmas variações indicadas nas linhas iniciais da Tabela III. Cada variável foi variada individualmente, resultando em 15 microconcretos executados.

Tabela III – Variáveis de estudo

Variável	Referência	Variação
Teor de água	9% em relação à massa seca	±1%, mantendo fixos a proporção entre os materiais granulares
Volume de pasta	450L/m ³	±50L/m ³ , mantendo fixa a composição da pasta e as proporções de areias entre si
Teor de areia natural fina	22% do volume de agregados	±15%, compensando a mudança de areia em proporções equivalentes das outras areias, de modo a manter o volume de pasta constante
Teor de areia grossa	24% do volume de agregados	±24%, alterando a areia média proporcionalmente, de modo a manter a pasta e a areia fina
Teor de resíduo de bauxita	0%	+10% e +20%, substituindo o fíler de calcário. As proporções de 10% e 20% se referem à proporção de volume de cimento, mantendo constantes os demais materiais

Os microconcretos foram misturados em reômetro para argamassa/concreto (PHESO – Poli/USP, Figura 2), adicionando todo material seco e, após homogeneização, a água junto com o aditivo superplastificante. A mistura foi realizada em rotação constante (128 rpm) por 150 segundos. Após o fim da mistura executou-se dois ciclos de cisalhamento sequenciais, cada um constituído de rampa de aceleração e desaceleração, com rotações entre 18 e 183 rpm. Cada rampa constituiu-se de 10 patamares de 8 segundos, de cada qual se extraiu um valor médio de torque. Adicionalmente avaliou-se ainda o diâmetro de espalhamento livre (sem golpes) em mesa de consistência e teor de ar pelo método gravimétrico.

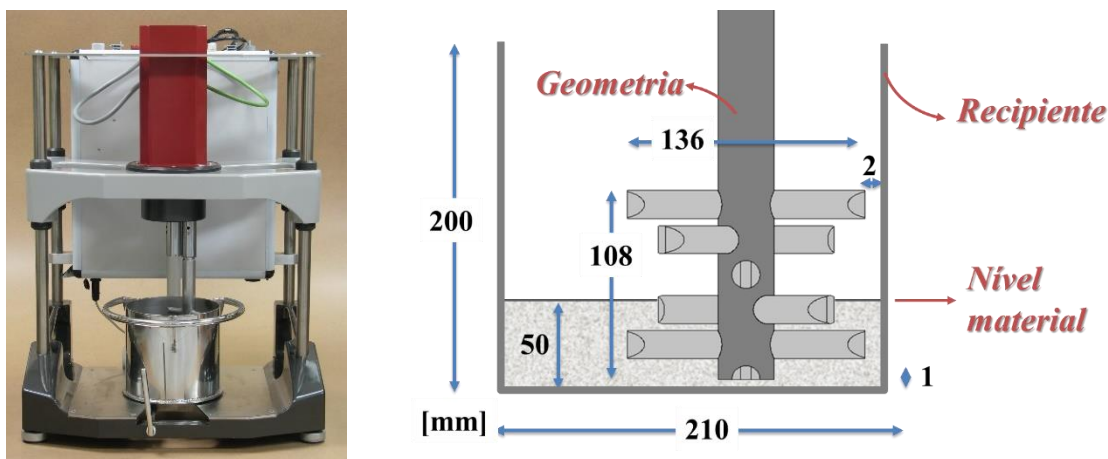


Figura 2 – Reômetro: vista geral do equipamento e detalhe do recipiente e geometria de ensaio.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Comportamento reológico

Na Figura 3-a mostra-se o resultado da reometria rotacional (ciclos de cisalhamento) da composição de referência. A execução se inicia pelo trecho de aceleração do ciclo 1 (linha contínua azul). Observa-se um acréscimo aproximadamente linear nos torques com o aumento da rotação, até em torno de 50 rpm. Extrapolando estes pontos até rotação = 0 obtém-se torques próximos a zero, isto é, torques de escoamento muito baixos. Acima de 50 rpm ocorre uma mudança repentina de tendência, com menores mudanças de torque com o aumento de rotação. Após a rotação máxima inicia-se o trecho de desaceleração, que segue de forma aproximadamente linear em direção à origem. O segundo ciclo (linhas pretas) desenvolve-se de forma similar, apresentando uma mudança ainda mais nítida acima de 50 rpm.

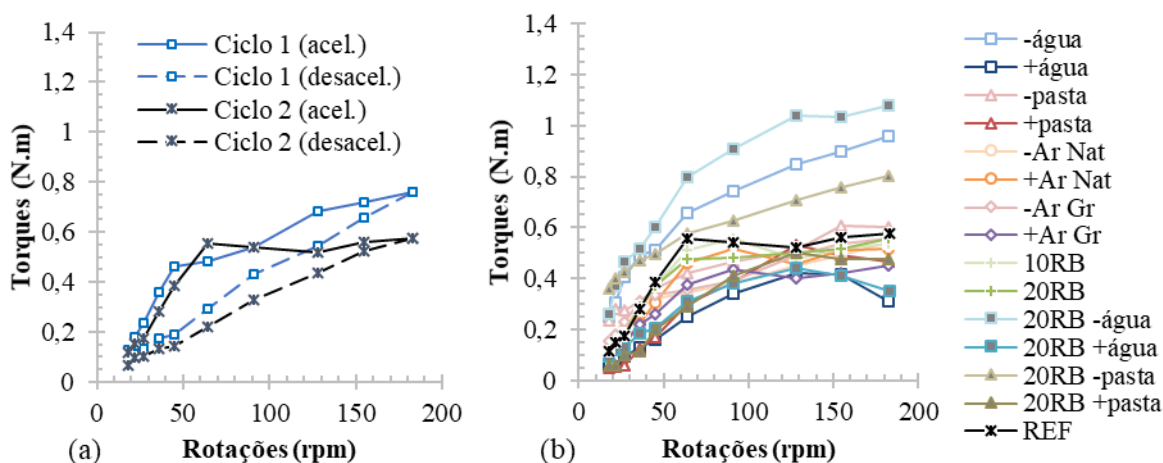


Figura 3 – Resultados de reometria rotacional: (a) ciclos de cisalhamento da formulação de referência; (b) rampas de aceleração do ciclo 2 de todas composições.

Comportamento semelhante foi observado também nas demais composições. Para facilitar a leitura, na Figura 3-b mostram-se apenas os trechos de aceleração do segundo ciclo. Especialmente nas composições que apresentam torques mais baixos, a mudança de tendência é mais evidente, ocorrendo em rotações intermediárias (50 a 100 rpm).

Mudanças de viscosidade são fenômenos conhecidos em suspensões concentradas, resultando em comportamentos pseudoplásticos e dilatantes (alteração da viscosidade com a mudança na taxa de cisalhamento) e reopéxicos e tixotrópicos (alteração da viscosidade com a evolução do tempo de cisalhamento). Geralmente estão associados à formação e rompimento de estruturas na suspensão, como bloqueios, aglomerados de partículas, ou alinhamento e desalinhamento de elementos (partículas alongadas ou fibras) com as linhas de fluxo [7]. Estes fenômenos, porém, costumam ser gradativos, não ocorrendo de modo abrupto, como o

observado nos experimentos. Também, em geral, uma vez rompidos os aglomerados ou alinhadas as partículas, não ocorre volta imediata para situação anterior, resultando em um segundo ciclo com torques mais baixos que o primeiro. Também não é o que aparenta ocorrer.

A interpretação dada para explicar os resultados obtidos é que se trata de comportamento induzido pelo ensaio. Como não há confinamento da amostra, o material é deslocado, pelo efeito da força centrífuga, em direção às paredes do recipiente, onde se acumula em uma altura maior, reduzindo o volume cisalhado pela geometria de ensaio. Na impossibilidade de determinar o volume de material efetivamente cisalhado após a mudança de comportamento, optou-se por restringir a análise ao trecho inicial do ciclo. Para reduzir possíveis efeitos de aglomeração, considerou-se o trecho inicial do ciclo 2. Para cada formulação identificou-se este trecho e ajustou-se um modelo reológico de Bingham - equação (B) - aos dados experimentais. Valores de R^2 entre 0,94 e 0,99 (Tabela IV) foram obtidos, indicando que até a mudança de tendência as formulações se comportaram de maneira previsível.

$$T = T_0 + h_B R \quad (B)$$

sendo: T = torque (N.m); R = rotação (rpm); T_0 = torque de escoamento (N.m); h_B = constante equivalente à viscosidade plástica no modelo de Bingham (N.m/rpm).

A Tabela IV apresenta os parâmetros reológicos determinados nos ensaios de espalhamento e reometria rotacional, além do volume de pasta da composição e distâncias IPS e MPT.

Tabela IV - Parâmetros reológicos e da composição

Composição	Vol _{pasta} (L/m ³)	IPS ⁽³⁾ (µm)	MPT ⁽³⁾ (µm)	flow _{livre} (mm)	T ₀ (N.m)	h _B (N.m.s)	R ²	Visc _{cap} ⁽²⁾ (N.m.s)
REF	457	0,92	104	343	-0,07	0,59	0,99	0,47
-água	443	0,77	94	348	0,14	0,51	0,94	0,75
+água	478	1,07	118	378	0,00	0,21	0,98	0,21
-pasta	411	0,91	75	247	0,22	0,15	0,96	0,53
+pasta	515	0,92	147	500 ⁽¹⁾	-0,04	0,27	0,99	0,21
-Ar Nat	456	0,92	130	418	-0,01	0,46	0,97	0,45
+Ar Nat	455	0,91	79	365	0,02	0,36	0,96	0,39
-Ar Gr	467	0,92	90	318	0,03	0,43	0,97	0,48
+Ar Gr	456	0,92	124	390	0,04	0,28	0,97	0,35
10RB	465	0,88	109	400	-0,06	0,55	0,99	0,45
20RB	464	0,85	109	380	-0,05	0,52	0,98	0,44
20RB -água	444	0,72	95	345	0,12	0,65	0,96	0,86
20RB +água	481	0,98	121	398	0,06	0,20	0,96	0,29
20RB -pasta	415	0,85	78	198	0,37	0,15	0,96	0,78
20RB +pasta	504	0,85	138	500 ⁽¹⁾	-0,02	0,26	0,98	0,23

(1) nestas composições se ultrapassou as bordas da mesa, adotando-se o diâmetro da mesa como resultado;

(2) viscosidade aparente em 35 rpm (rotação comum a todos os trechos lineares delimitados);

(3) Distâncias calculadas segundo a equação (A), com porosidade de empacotamento obtida segundo modelo de empacotamento compressível [8] e VSA esférico.

Tensão de escoamento

As composições apresentaram torques de escoamento muito baixos, refletindo a natureza autonivelante da composição de referência. Isto é possibilitado pela presença de pasta em volume adequado e altamente dispersa, graças ao alto teor de aditivo superplastificante. Valores ligeiramente negativos de torque de escoamento foram obtidos, mostrando a dificuldade em prever com precisão torques de escoamento a partir da extrapolação linear de dados obtidos nesta configuração de ensaio. Para fins práticos, valores próximos a zero (-0,1 a 0,1 N.m) podem ser considerados como referentes a composições com tensões de escoamento muito baixas.

Algumas composições apresentaram torques de escoamento mais altos, especialmente aquelas com redução de volume de pasta. A redução de água também promoveu redução de pasta, por este motivo também apresentando aumento do torque de escoamento. Quando o volume de pasta cai abaixo de um mínimo necessário ocorrem aumentos de torque de escoamento. O volume de pasta é responsável por afastar as partículas de agregado, facilitando o seu movimento. Assim, em composições com pastas de baixa tensão de escoamento, o fator determinante na tensão de escoamento do microconcreto está atrelado à distância entre as partículas de agregados, proporcionado pelo excesso de pasta. No ensaio de espalhamento livre, que pode ser correlacionado à tensão de escoamento, este efeito é bem ilustrado (Figura 4).

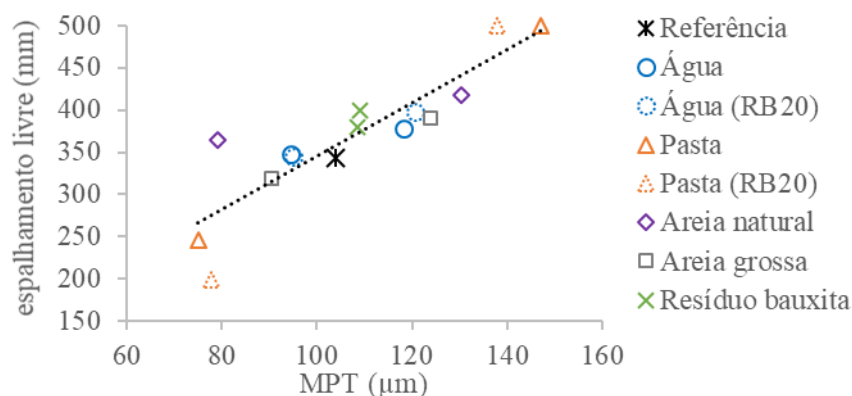


Figura 4 – Espalhamento livre *versus* distância entre partículas grossas (MPT)

Viscosidade

Na Figura 5 mostra-se o efeito na viscosidade aparente da modificação do teor de água, volume de pasta e inclusão de resíduo de bauxita. A modificação do volume de pasta afeta apenas a distância entre os grãos de agregados (MPT). Tendo-se mantido a proporção entre os materiais granulares, maior consumo de água aumenta a distância entre as partículas finas (IPS) e o volume de pasta, resultando assim também em aumento de MPT. A inclusão do resíduo diminuiu ligeiramente o IPS, por se tratar de partículas com maior área superficial.

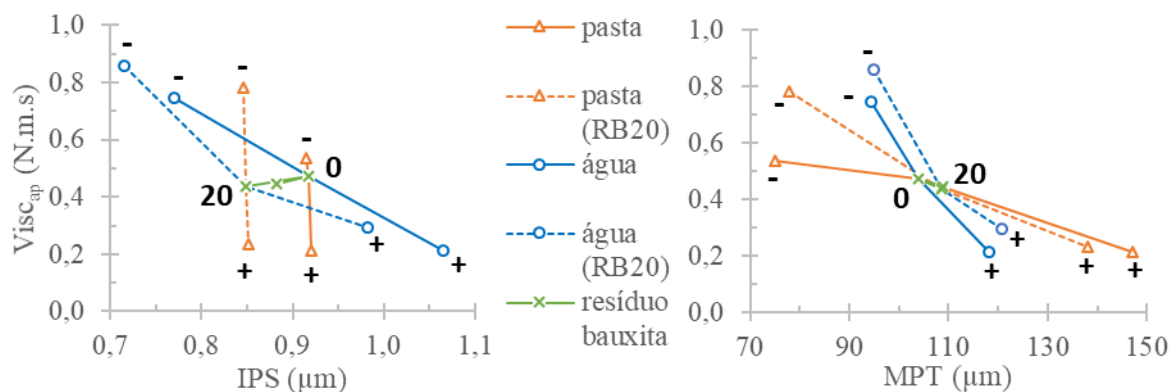


Figura 5 – Viscosidade aparente em função das distâncias entre partículas finas (IPS) e grossas (MPT). Rótulos indicam níveis das variáveis.

Tanto o volume de pasta, quanto o teor de água, foram variados em relação à referência em $\pm 11\%$. O efeito na viscosidade foi bem superior a este percentual. O aumento de pasta reduziu a viscosidade em 47% a 55%. Na redução de pasta o efeito foi pequeno na pasta de referência (aumento de 14%) e grande na pasta com 20% de resíduo de bauxita (79%). Estes resultados mostram que a viscosidade da composição pode variar mesmo se a composição da pasta (mesma viscosidade) se mantiver inalterado.

A modificação no teor de água também gerou efeito considerável na viscosidade. Na redução de água houve elevação da viscosidade entre 55% a 79%, e no aumento de água redução entre 33 e 55%. Observa-se que o efeito é mais intenso na redução da água, concordando com o conceito de que há um aumento exponencial de viscosidade à medida que as suspensões se tornam mais concentradas [9].

O efeito da inclusão do resíduo de bauxita na viscosidade foi bem reduzido, observando-se reduções da ordem de 5% a 7%. Este resultado, à primeira vista, é surpreendente, considerando-se que o resíduo é consideravelmente mais fino que o fíler que substituiu (Figura 1) e por isso apresenta área superficial volumétrica medida por BET 10x maior ($3,22 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ para o fíler; $32,0 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ para o resíduo) e calculada a partir da granulometria 2,5x maior ($1,41 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ para o fíler; $3,47 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ para o resíduo). Avaliando, porém, as distâncias entre partículas, considerando a área superficial volumétrica a partir da granulometria, nota-se pouca alteração. Como nestas formulações se manteve a concentração de sólidos constante, o aumento de área superficial foi compensado pela melhora no empacotamento, resultando em IPS e MPT pouco diferente da referência. Este efeito de microfíler é de grande relevância para a aplicação do resíduo em composições cimentícias, pois permite introdução do resíduo sem impacto negativo na viscosidade, evitando aumentos de demanda de água.

As mudanças nos agregados (Figura 6) não afetam IPS. Já MPT variou devido à alteração de área superficial e empacotamento dos agregados. Diferentemente do efeito do volume de pasta, no entanto, neste caso a mudança em MPT afetou pouco a viscosidade. Quando se aumenta o teor de areia fina há inclusive redução da viscosidade, mesmo para MPT menor. É possível que efeitos não considerados no modelo de distância estejam se manifestando, como, por exemplo, a morfologia dos grãos. Grãos mais esféricos, atuando como microrrolamentos, favorecem a mobilidade, reduzindo a viscosidade, mesmo com menor MPT.

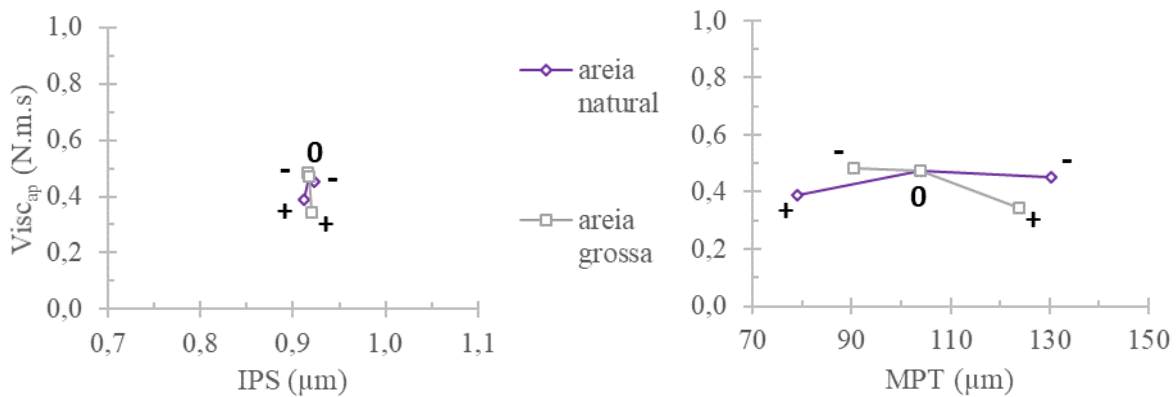


Figura 6 – Efeito da alteração do esqueleto granular de agregados na viscosidade e na distância entre partículas finas (IPS) e grossas (MPT). Rótulos indicam níveis das variáveis.

As diversas modificações introduzidas sobre a formulação de referência apresentaram efeitos sobre a viscosidade e sobre os parâmetros IPS e MPT. Avaliando o efeito conjunto dos dois parâmetros de distância sobre a viscosidade, obtém-se a regressão da equação (C)(C). A boa adequação dos valores modelados aos valores medidos está ilustrada na Figura 7. MPT e IPS, em conjunto, podem ser empregados como parâmetros de mobilidade das suspensões, respondendo por explicar quase 92% das variações da viscosidade aparente.

$$Visc_{ap} = 8,80 - 8,77 \times IPS - 0,0656 \times MPT + 0,0680 \times IPS \times MPT \quad (C)$$

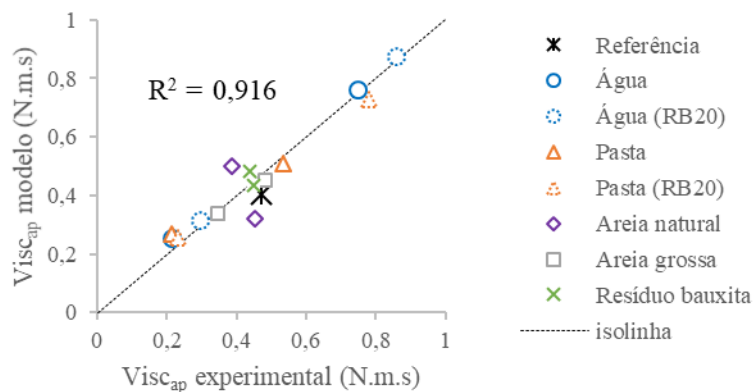


Figura 7 – Viscosidade aparente: valor modelado *versus* valor experimental

CONCLUSÕES

Este trabalho avaliou o impacto que teor de água, volume de pasta, granulometria dos agregados e modificação de finos tem sobre propriedades reológicas de microconcretos autonivelantes produzidos com reduzido consumo de cimento e incorporação de resíduos de mineração de bauxita. Nos intervalos avaliados, os maiores impactos foram decorrentes do teor de água e em menor grau do volume de pasta. A introdução de resíduo de bauxita, até 20% em relação ao cimento, pouco afetou a viscosidade, apesar da elevada área específica do resíduo. Isto pode ser justificado pelo efeito de microfíler obtido, o qual permitiu manter a distância entre as partículas da pasta (IPS) e agregados (MPT) pouco alterados.

Em composições com pastas de baixa tensão de escoamento, usual em composições autonivelantes, o fator determinante na tensão de escoamento está atrelado à distância MPT. Em distâncias abaixo de certo limite, mesmo a pasta sendo de baixa tensão de escoamento, o microconcreto pode apresentar tensão de escoamento.

A viscosidade depende da pasta (IPS) e dos agregados (MPT). Foi obtido um modelo que permite estimar com boa precisão ($R^2 = 0,92$) a viscosidade aparente a partir de IPS e MPT. Desta forma, estes dois parâmetros, em conjunto, podem ser empregados como parâmetros de mobilidade de suspensões cimentícias.

AGRADECIMENTOS

À Alcoa Foundation pelo financiamento da pesquisa.

REFERÊNCIAS

- [1] K.L. Scrivener, V.M. John, E.M. Gartner, *Cem. Concr. Res.* 114 (2018), pp. 2–26.
- [2] D. Kossoff, W.E. Dubbin, M. Alfredsson, S.J. Edwards, M.G. Macklin, K.A. Hudson-Edwards, *Appl. Geochem.* 51 (2014), pp. 229–245.
- [3] B.L. Damineli, *Conceitos para formulação de concretos com baixo consumo de ligantes: controle reológico, empacotamento e dispersão de partículas*, USP, São Paulo, 2013.
- [4] E. Aprianti S, *J. Clean. Prod.* 142 (2017), pp. 4178–4194.
- [5] P.K. Mehta, P.J.M. Monteiro, *Concreto Microestrutura, Propriedades e Materiais*, 3 ed, Ibracon, São Paulo, 2008.
- [6] J.E. Funk, D.R. Dinger, *Predictive Process Control of Crowded Particulate Suspensions: Applied to Ceramic Manufacturing*, Springer, New York, 1994.
- [7] I.R. de Oliveira, A.R. Studart, R.P. Pileggi, V.C. Pandolfelli, *Dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico*, Fazendo Arte, São Paulo, 2000.
- [8] F. De Larrard, *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*, E&FN Spon, London, 1999.
- [9] I.M. Krieger, T.J. Dougherty, *Trans. Soc. Rheol.* 3 (1959), pp. 137–152.