

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de
Minas

Tese de Doutorado

Caracterização micro-nanoestrutural e química de argamassas
de cimento Portland

Autor: Matheus de Faria e Oliveira Barreto
Orientador: Prof. Paulo Roberto Gomes Brandão, Ph.D.

Fevereiro/2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de
Minas

Matheus de Faria e Oliveira Barreto

Caracterização micro-nanoestrutural e química de argamassas
de cimento Portland

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola
de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de Concentração: Ciência e Engenharia de Materiais

Orientador: Paulo Roberto Gomes Brandão

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
2014

“Ser Engenheiro é pesquisar e desenvolver a tecnologia a favor das pessoas e do meio ambiente, é desenvolver modelos matemáticos de grandes sistemas considerados complexos, é inventar e dar solução para problemas e esperar que a solução traga mais problemas para serem resolvidos, é compreender o passado de modo a intervir no presente de forma racional, responsável e sustentável, é antecipar o futuro, é possuir a sensatez de um doutor e a maestria de um artesão, ser Engenheiro é ser capaz de realizar, utilizando a boa técnica, tudo o que começou pela poesia ou pelo sonho de alguém, é projetar as cidades, é saber que nem o céu é o limite, é fazer muito com muito pouco. Para um Engenheiro o futuro é agora.”

“O lugar mais seguro para um barco é o porto, porém ele foi projetado para navegar em quaisquer águas. Quanto mais bravo o mar mais prazeroso é a chegada ao destino.” (Autor desconhecido).

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus pela saúde, força, resiliência e paz necessária para esta longa caminhada da graduação até hoje (2002-2014). (O Senhor me abençoou em TUDO na minha vida, tudo deu certo na minha vida, absolutamente tudo. Obrigado por esta dádiva).

Em relação as pessoas que foram decisivas para este trabalho, gostaria de agradecer em primeiro lugar ao Prof. Paulo Brandão, que além da ajuda, paciência, amizade, disponibilidade, competência, humildade e humanidade, é um exemplo de conduta acadêmica e profissional, uma verdadeira inspiração para qualquer profissional que deseja ser um verdadeiro “professor”.

Gostaria de agradecer os membros da banca que se dispuseram a acompanhar e avaliar este trabalho contribuindo com suas sugestões e críticas: Prof. Dr. Abdias Magalhães Gomes, Prof. Dr. Antônio Neves de Carvalho Junior, Profa. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa, Prof. Dr. Luiz Antônio Melgaço Nunes Branco e o Prof. Dr. Otávio Luiz do Nascimento.

Gostaria de agradecer também a todos os professores da Escola de Engenharia da UFMG que passaram pela minha vida acadêmica, Graduação em Engenharia Civil (2002-2006), Mestrado em Construção Civil (2007-2009) e Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Minas e Materiais (2010-2014) e que foram decisivos na minha formação profissional e na minha inspiração.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Minas e Materiais (PPGEM) pelas ótimas condições para a realização deste e de todos os trabalhos acadêmicos desenvolvidos aqui. Meu agradecimento ao Centro de Microscopia da UFMG e todos os seus técnicos e funcionários pela excelência nas análises microscópicas contidas nesta tese e ao técnico Roberto Lois pela ajuda e paciência.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

À minha mãe, Margarida, pelo apoio e incentivo sempre dados ao longo de minha vida e pelos sacrifícios que fez para que eu pudesse chegar até aqui.

As minhas tias Helena e Leopoldina que me possibilitaram o sonho de estudar e a toda minha família.

A Aline (o Amor da Minha Vida), pela compreensão pelas minhas ausências, pelo apoio e incentivo.

Ao Théo (meu anjo da guarda) pelo amor incondicional e pelos ensinamentos marcantes.

Um agradecimento especial a “*Engenharia, a Educação e ao Conhecimento*” eles transformaram e mudaram a minha vida e a condição social da minha família.

SUMÁRIO

Lista de Figuras

Lista de Tabelas

Lista de Notações e Abreviaturas

Resumo

Abstract

1. Introdução	1
2. Objetivo	3
3. Revisão bibliográfica	4
3.1 Alvenarias de blocos	4
3.2 Argamassa.....	6
3.2.1 Argamassa de cimento Portland	7
3.2.1.1 Cimento Portland	7
3.2.1.2 Cal.....	9
3.2.1.3 Agregados miúdos	10
3.2.1.4 Trabalhabilidade e consistência	12
3.2.2 Sistema de aderência.....	13
3.2.2.1 Aderência mecânica e a cinética de hidratação do cimento Portland	14
3.2.2.2 Influência da cal na aderência.....	18
3.2.2.3 Resistência de aderência à tração.....	18
3.3 Microestrutura.....	21
3.3.1 Superfícies e interfaces	26
3.3.2 Morfologia e hábito mineral	29
3.4 Métodos de caracterização.....	32
3.4.1 Lupa estereoscópica.....	32
3.4.2 Difração de raios-X (DRX).....	33
3.4.3 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX).....	36
3.4.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	38
3.4.5 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG)	42
3.4.6 Espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS)	43

3.4.7 Microscopia de força atômica (MFA)	44
4. Materiais e métodos	50
4.1 Materiais	53
4.1.1 Retirada e preparação das amostras	56
4.2 Métodos	59
4.2.1 Avaliação da resistência de aderência à tração da argamassa	59
4.2.2 Lupa estereoscópica	65
4.2.3 Difração de raios-X (DRX).....	65
4.2.4 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX).....	67
4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) convencional e espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS)	67
4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS).....	69
4.2.7 Preparação das amostras para a microscopia eletrônica de varredura convencional (MEV) e de alta resolução (MEV-FEG) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)	72
4.2.8 Microscopia de força atômica (MFA)	79
4.2.9 Preparação das amostras para microscopia de força atômica (MFA).....	82
5. Resultados e discussão	84
5.1 Avaliação da resistência de aderência à tração da argamassa.....	84
5.2 Lupa estereoscópica	86
5.3 Difração de raios-X (DRX).....	89
5.4 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX).....	93
5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)	95
5.6 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)	111
5.6.1 Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB	111
5.6.2 Microscópio eletrônico de varredura FEG Quanta 200 FEI.....	178
5.7 Microscopia de força atômica (MFA)	193
6. Conclusões	206

7. Relevância dos resultados.....	209
8. Sugestões para trabalhos futuros.....	211
9. Referências bibliográficas.....	212

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Etapas de hidratação de uma partícula de cimento: silicato tricálcico (C_3S); silicato dicálcico (C_2S); aluminato tricálcico (C_3A); ferroaluminato tetracálcico (C_4AF); silicato de cálcio hidratado (CSH); tri-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFt); mono-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm). Dimensões: partícula de cimento: 1 a $90\mu m$; (C_3S): 25 a $65\mu m$; (C_2S): 20 a $40\mu m$; (C_3A): 1 a $60\mu m$	15
Figura 3.2 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa no MEV-IES, onde se podem ver cristais típicos de etringita (1), responsável pelo intertravamento, saindo de dentro de microfissuras do bloco (2).....	17
Figura 3.3 – Tipos de ruptura no ensaio de aderência à tração de revestimentos de argamassa, considerando o revestimento aplicado diretamente ao substrato (sem chapisco).	20
Figura 3.4 – Modelo físico simplificado para cimento Portland hidratado.	23
Figura 3.5 – Imagem de microscópio eletrônico de varredura (MEV) de (a) micro- $CaCO_3$ e (b) nano- $CaCO_3$	24
Figura 3.6 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico / reboco pronto (vista de superfície do bloco cerâmico após a retirada do reboco) MEV-IES.	25
Figura 3.7 – Fotomicrografia do bloco cerâmico próximo a interface junto ao reboco pronto (vista lateral do bloco cerâmico após a retirada do reboco) MEV-IES.....	26
Figura 3.8 – Ilustração das entidades que compõem um material.	27
Figura 3.9 – Fotomicrografias do perfil do bloco cerâmico aderido à argamassa 1:0:6. a) vista geral; b) cristais de etringita no interior de poros a $100\mu m$ de profundidade; c) cristais de etringita no interior de poros a $100\mu m$ de profundidade; d) cristais de etringita perpendiculares à superfície do substrato; e) cristais de etringita no interior de poros a $100\mu m$ de profundidade. MEV-IER.....	29
Figura 3.10 – Morfologias (hábito) comuns a estruturas minerais.	31
Figura 3.11 – Difração de raios-X por um cristal.	36
Figura 3.12 – Diagrama representativo de funcionamento do microscópio eletrônico de varredura convencional.....	39
Figura 3.13 – Processos de interação possíveis durante a incidência de um feixe de elétrons em uma amostra sólida.....	40

Figura 3.14 – Vista lateral de um detector óptico de deflexão.	46
Figura 3.15 – Relação de forças que atuam entre a agulha e amostra, de acordo com as distâncias que as separam.	47
Figura 3.16 – Regimes de operação MFA.	49
Figura 4.1 – Fluxograma simplificado do projeto de pesquisa.	51
Figura 4.2 – Desdobramento do fluxograma do projeto de pesquisa.	52
Figura 4.3 – Bloco cerâmico convencional (dimensões em cm).	53
Figura 4.4 – Painel construído para a avaliação das argamassas já com argamassa de chapisco aplicada.	54
Figura 4.5 – Painel subdividido em quatro partes.	54
Figura 4.6 – Detalhe do painel subdividido e com argamassa de revestimento.	55
Figura 4.7 – Detalhe da espessura do revestimento argamassado, cerca de 2,5cm.	55
Figura 4.8 – Corte e retirada das amostras para as análises.	56
Figura 4.9 – Retirada das amostras para as análises.	56
Figura 4.10 – Detalhe da retirada da amostra para as análises.	57
Figura 4.11 – Detalhe da amostra retirada para as análises.	57
Figura 4.12 – Detalhe do substrato da amostra retirada para as análises.	58
Figura 4.13 – Corte lateral da amostra retirada para as análises químicas, micro e nanoestruturais.	58
Figura 4.14 – Aparelho verificador Dyna “ <i>pull-off tester</i> ” para ensaio de resistência de aderência à tração.	60
Figura 4.15 – Painel de argamassa preparado para os ensaios de resistência de aderência à tração.	60
Figura 4.16 – Painel de argamassa preparado para os ensaios de resistência de aderência à tração.	61
Figura 4.17 – Detalhe do corte com serra copo preparado para o ensaio de resistência de aderência à tração.	61
Figura 4.18 – Detalhe do equipamento DYNA Z16 durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 1 de argamassa.	62
Figura 4.19 – Corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.	62

Figura 4.20 – Detalhe do corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.....	63
Figura 4.21 – Detalhe do equipamento DYNA Z16 durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.	63
Figura 4.22 – Detalhe do corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.....	64
Figura 4.23 – Detalhe dos seis arrancamentos do painel 3 de argamassa no ensaio de resistência de aderência à tração.	64
Figura 4.24 – Detalhe dos seis arrancamentos de um dos painéis de argamassa no ensaio de resistência de aderência à tração.	65
Figura 4.25 – Difratômetro Philips modelo PW3710 equipado com tubo de raios-X com cátodo de cobre.	66
Figura 4.26 – Microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 6360LV.....	68
Figura 4.27 – Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB-Quanta FEG 3D FEI.....	70
Figura 4.28 – Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB-Quanta FEG 3D FEI.....	70
Figura 4.29 – Detalhe da tela do (MEV-FEG Dual-FIB 3D).	71
Figura 4.30 – Porta amostras do (MEV-FEG Dual-FIB 3D).....	71
Figura 4.31 – Microscópio eletrônico de varredura FEG-Quanta 200 FEI.	72
Figura 4.32 – Amostras de argamassas de cimento Portland de cerca de 2 a 3cm.....	73
Figura 4.33 – Metalizadora Bal-Tec, modelo MD20.....	74
Figura 4.34 – Amostras em processo de recobrimento/metalização.	74
Figura 4.35 – Amostras recobertas/metalizadas com uma camada de 10nm de ouro. ...	75
Figura 4.36 – Amostras recobertas/metalizadas com duas camadas de 5nm de carbono.	75
Figura 4.37 – Detalhe da fita condutora nas amostras montadas no suporte.....	76
Figura 4.38 – Detalhe do recobrimento com ouro.....	76
Figura 4.39 – Detalhe do recobrimento com ouro e da lateral pintada de carbono sem fita condutora.	77

Figura 4.40 – Amostras sem recobrimento: A) Superfície argamassa de revestimento, B) Interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco/argamassa de revestimento, C) Superfície argamassa de chapisco, D) Superfície argamassa de chapisco rolado.	78
Figura 4.41 – Amostras de argamassa sem recobrimento para microscopia e microanálise.	78
Figura 4.42 – Amostras de argamassa sem recobrimento e destacadas para microscopia e microanálise.	79
Figura 4.43 – Microscópio de força atômica (MFA).	80
Figura 4.44 – Microscópio de força atômica (MFA), detalhe da câmara aberta.	80
Figura 4.45 – Microscópio de força atômica (MFA), módulos principais.	81
Figura 4.46 – Microscópio de força atômica (MFA), detalhe da amostra.	81
Figura 4.47 – Amostra embutida em resina sintética (epóxi) para microscopia de força atômica.	82
Figura 4.48 – Detalhe da amostra embutida em resina sintética (epóxi) para microscopia de força atômica.	83
Figura 5.1 – Imagem macroscópica de amostra de argamassa de chapisco destacada do bloco cerâmico. Escala em milímetros.	86
Figura 5.2 – Imagem macroscópica de superfície da argamassa de chapisco aderida sobre o bloco cerâmico. Escala em milímetros.	87
Figura 5.3 – Imagem macroscópica da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco da amostra de argamassa. Escala em milímetros.	88
Figura 5.4 – Imagem macroscópica da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco/argamassa de revestimento da amostra. Escala em milímetros.	88
Figura 5.5 – Difração de raios-X da amostra de argamassa (AM130072) Painel 4.	89
Figura 5.6 – Difração de raios-X da amostra de argamassa enriquecida (AM130108) Painel 3.	91
Figura 5.7 – Fotomicrografia de superfície de argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).	96
Figura 5.8 – Fotomicrografia de superfície argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).	97
Figura 5.9 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).	98

Figura 5.10 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).	99
Figura 5.11 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).	100
Figura 5.12 – Fotomicrografia da argamassa, próximo da interface de chapisco/argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).	101
Figura 5.13 – Fotomicrografia da argamassa, próximo da interface de chapisco/argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).	102
Figura 5.14 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	103
Figura 5.15 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento) (imagem de elétrons retroespalhados).	104
Figura 5.16 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	105
Figura 5.17 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	106
Figura 5.18 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	107
Figura 5.19 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	108
Figura 5.20 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	109
Figura 5.21 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).	110
Figura 5.22 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de ouro).	112
Figura 5.23 – Microanálises EDS da figura 5.22.	113
Figura 5.24 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de ouro). As setas brancas indicam placas de portlandita e as setas vermelhas fitas de etringita.	114
Figura 5.25 – Microanálises EDS da figura 5.24.	115

Figura 5.26 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa revestimento com cal (recoberta de carbono).	116
Figura 5.27 – Microanálise EDS da figura 5.26.	117
Figura 5.28 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal (sem recobrimento). As setas brancas indicam placas de portlandita e setas vermelhas fitas de etringita.	118
Figura 5.29 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal (sem recobrimento).	119
Figura 5.30 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (sem recobrimento).	120
Figura 5.31 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).	121
Figura 5.32 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).	121
Figura 5.33 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).	122
Figura 5.34 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de ouro).	123
Figura 5.35 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de ouro).	124
Figura 5.36 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	125
Figura 5.37 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	126
Figura 5.38 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	127
Figura 5.39 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	127
Figura 5.40 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	128
Figura 5.41 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).	128

Figura 5.42 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	129
Figura 5.43 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	130
Figura 5.44 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	131
Figura 5.45 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	131
Figura 5.46 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	132
Figura 5.47 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	133
Figura 5.48 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	134
Figura 5.49 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	135
Figura 5.50 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	135
Figura 5.51 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	136
Figura 5.52 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	136
Figura 5.53 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	137
Figura 5.54 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	138
Figura 5.55 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	138
Figura 5.56 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	139
Figura 5.57 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	140

Figura 5.58 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	141
Figura 5.59 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	142
Figura 5.60 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	142
Figura 5.61 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	143
Figura 5.62 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	144
Figura 5.63 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	144
Figura 5.64 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	145
Figura 5.65 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	146
Figura 5.66 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	146
Figura 5.67 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).	147
Figura 5.68 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	147
Figura 5.69 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	148
Figura 5.70 – Fotomicrografia da superfície da argamassa revestimento (recobrimento de carbono).	149
Figura 5.71 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).....	149
Figura 5.72 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	150
Figura 5.73 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	151

Figura 5.74 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	151
Figura 5.75 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	152
Figura 5.76 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	153
Figura 5.77 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	154
Figura 5.78 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	154
Figura 5.79 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	155
Figura 5.80 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	156
Figura 5.81 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	157
Figura 5.82 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	158
Figura 5.83 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	158
Figura 5.84 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	159
Figura 5.85 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	159
Figura 5.86 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	160
Figura 5.87 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	160
Figura 5.88 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	161
Figura 5.89 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	162

Figura 5.90 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	163
Figura 5.91 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	163
Figura 5.92 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	164
Figura 5.93 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	165
Figura 5.94 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	165
Figura 5.95 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	166
Figura 5.96 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	167
Figura 5.97 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).....	167
Figura 5.98 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	168
Figura 5.99 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	169
Figura 5.100 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	169
Figura 5.101 – Fotomicrografia interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	170
Figura 5.102 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	171
Figura 5.103 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	172
Figura 5.104 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	172
Figura 5.105 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	173

Figura 5.106 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	173
Figura 5.107 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	174
Figura 5.108 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).	174
Figura 5.109 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	175
Figura 5.110 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	176
Figura 5.111 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	177
Figura 5.112 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	177
Figura 5.113 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	178
Figura 5.114 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	179
Figura 5.115 – Fotomicrografia da superfície de argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	180
Figura 5.116 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	180
Figura 5.117 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	181
Figura 5.118 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	181
Figura 5.119 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).	182
Figura 5.120 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	183
Figura 5.121 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).	183

Figura 5.122 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	184
Figura 5.123 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	184
Figura 5.124 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	185
Figura 5.125 – Fotomicrografia de superfície, argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	186
Figura 5.126 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	186
Figura 5.127 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	187
Figura 5.128 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	187
Figura 5.129 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).....	188
Figura 5.130 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.129.	189
Figura 5.131 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	190
Figura 5.132 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.131.	190
Figura 5.133 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).....	191
Figura 5.134 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.133.	192
Figura 5.135 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.	193
Figura 5.136 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.	194
Figura 5.137 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.	195
Figura 5.138 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.	196

Figura 5.139 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, Figura 5.138.....	196
Figura 5.140 – Micrografia do perfil topográfico do tijolo em uma região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.	197
Figura 5.141 – Micrografia 3D do perfil topográfico do tijolo em uma região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, Figura 5.140.....	198
Figura 5.142 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.141.....	199
Figura 5.143 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.	200
Figura 5.144 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.	200
Figura 5.145 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.	201
Figura 5.146 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.145.....	202
Figura 5.147 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.	202
Figura 5.148 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.147.....	203
Figura 5.149 – Micrografia do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.	204
Figura 5.150 – Micrografia 3D do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal, Figura 5.149.	204
Figura 5.151 – Micrografia do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.	205
Figura 5.152 – Micrografia 3D do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.....	205

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Microanálises EDS, pontos 1 e 2 da Figura 3.6.....	25
Tabela 5.1 – Resistência de aderência à tração dos painéis com argamassa de revestimento.....	84
Tabela 5.2 – Tipo de ruptura no ensaio de resistência de aderência à tração dos painéis com argamassa de revestimento	85
Tabela 5.3 – Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) das amostras de argamassas de cimento Portland	94
Tabela 5.4 – Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) de amostra do bloco cerâmico.....	94
Tabela 5.5 – Fórmulas e sistemas cristalinos dos minerais (fases).....	95
Tabela 5.6 – Microanálises EDS, áreas 1, 2, 3 e 4 da Figura 5.7	96
Tabela 5.7 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.8	97
Tabela 5.8 – Microanálises EDS, áreas 1, 2 e 3 da Figura 5.11	100
Tabela 5.9 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.12	101
Tabela 5.10 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.13	102
Tabela 5.11 – Microanálises EDS, áreas 1 e 2 da Figura 5.14	103
Tabela 5.12 – Microanálises EDS, áreas 1, 2, 3, 4 e 5 da Figura 5.16	105
Tabela 5.13 – Microanálise EDS, da Figura 5.17.....	106
Tabela 5.14 – Microanálise EDS, da Figura 5.18.....	107
Tabela 5.15 – Microanálise EDS, da Figura 5.21	110
Tabela 5.16 – Microanálises EDS, da Figura 5.28	118
Tabela 5.17 – Microanálises EDS, da Figura 5.29	119
Tabela 5.18 – Microanálises EDS, da Figura 5.30	120
Tabela 5.19 – Microanálises EDS, da Figura 5.33	122
Tabela 5.20 – Microanálise EDS, da Figura 5.34.....	123
Tabela 5.21 – Microanálises EDS, da Figura 5.35	124
Tabela 5.22 – Microanálises EDS, da Figura 5.36	125
Tabela 5.23 – Microanálise EDS, da Figura 5.80.....	156

LISTA DE NOTAÇÕES

d: espaço interplanar

n: número inteiro do comprimento dos caminhos entre raios-X adjacentes

Z: número atômico

λ : comprimentos de onda

θ : ângulo de espalhamento

ABREVIATURAS

ABCP: Associação Brasileira de Cimento Portland

ASTM: *American Society for Testing and Materials*

BCCA: bloco de concreto celular autoclavado

BCE: bloco cerâmico estrutural

CCA: concreto celular autoclavado

CP: corpo de prova

CP I: cimento Portland comum

CP II: cimento Portland composto

CP III: cimento Portland de alto-forno

CP VI: cimento Portland pozolânico

CP V ARI: cimento Portland de alta resistência inicial

CRT: tubo de raios catódicos

DRX: difração de raios-X

DTA: análise térmica diferencial

DTG: análise termogravimétrica diferencial

EDS: *energy-dispersive spectrometer* (espectroscopia de raios-X dispersiva em energia)

fbk: resistência característica

FEG: *field emission gun*

FRX: espectrometria de fluorescência de raios-X

IER: imagens obtidas com elétrons retroespalhados

IES: imagens obtidas com elétrons secundários

IPT: Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo

ISO: *International Organization for Standardization*

MET: microscopia eletrônica de transmissão

MEV: microscopia eletrônica de varredura (ou microscópio eletrônico de varredura)

MEV-FEG: microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (ou microscópio eletrônico de varredura de alta resolução)

MF: módulo de finura

MFA: microscopia de força atômica

MO: microscopia óptica

NBR: Norma Brasileira

SEM: *scanning electron microscope*

SEM-FEG: *high resolution scanning electron microscope*

SFA: medida da força em superfícies

SFM : *scanning force microscope*

STM: microscopia de efeito túnel

TGA: análise termogravimétrica

WDS: *wavelength-dispersive spectrometer*

RESUMO

O presente trabalho é fruto de um projeto de pesquisa experimental que teve como objetivo principal caracterizar microestruturas, nanoestruturas e composições químicas de argamassas de cimento Portland e a avaliação do sistema de aderência à tração. Buscou-se na fase de caracterização utilizar de todas as ferramentas disponíveis para dirimir dúvidas acerca do comportamento micro e nanoestrutural do material cimentício. Dentre estas ferramentas utilizou-se com muita ênfase a microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) que, juntamente com a microanálise química por espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS), possibilitou significativos avanços na pesquisa e caracterização microestrutural das argamassas de cimento Portland em escala nano, sendo esta uma parte essencial para identificar as fases presentes, como etringita, portlandita, calcita e CSH. Todas estas fases foram analisadas e caracterizadas em sua morfologia, na sua composição química e trama microestrutural, nas superfícies das amostras de argamassa e também nas interfaces bloco cerâmico/argamassa de chapisco e argamassa de chapisco/argamassa de revestimento. Além disso, utilizou-se de forma inédita para a investigação micro e nanoestrutural das argamassas a microscopia de força atômica (MFA). Toda esta investigação experimental indicou que a resistência de aderência à tração é maior em argamassas que contêm maiores proporções de cimento Portland em relação às proporções de agregados miúdos. Argamassas que possuem cal em sua composição apresentam menores valores de resistência de aderência à tração aos 28 dias, comparando-se com argamassas que não utilizam cal na mistura. Na caracterização por difração de raios-X, observou-se que a preparação de amostras com enriquecimento do material cimentício, via cominuição controlada, visando a otimização da fragmentação do material cimentício e preservando o agregado, foi eficiente, pois possibilitou a detecção das fases minoritárias da argamassa que, juntamente com a espectrometria de fluorescência de raios-X, cumpriu a tarefa de caracterização mineralógica e química global das argamassas. Para o preparo das amostras de argamassa para o MEV-FEG e a microanálise EDS, foram utilizadas três técnicas de preparação: duas convencionais, que consistem na deposição de camadas ouro ou carbono sobre as amostras a fim de torná-las condutoras, e uma terceira técnica, que consistiu em não utilizar nenhum tipo

de recobrimento, e analisar as amostras em alto e baixo vácuo nos MEVs. A técnica foi utilizada a fim de se obter microanálises EDS confiáveis, uma vez que as películas de ouro mascaram elementos químicos presentes nas amostras, como o enxofre e o próprio carbono. Já os filmes de carbono podem gerar resultados ambíguos, se a amostra contém carbono originalmente. Assim, as três técnicas de preparação foram essenciais para uma pesquisa confiável e de qualidade. A técnica sem recobrimento foi utilizada de forma inédita na caracterização de argamassas para microscopia eletrônica de varredura de alta resolução. Completando a investigação micro e nanoestrutural, a microscopia de força atômica possibilitou de forma inédita a obtenção de micrografias topográficas e tridimensionais de grupos de etringita aflorando em poros e cristais esqueléticos (parcialmente ocos) de calcita. Especialmente, morfologias de CSH foram acessadas, como colóide/botrioidal e composição de nódulos esféricos coalescidos, o que é típico de fases amorfas.

Palavras-chave: argamassa; microestrutura; microanálise química; microscopia eletrônica de varredura de alta resolução; microscopia de força atômica; resistência de aderência à tração.

ABSTRACT

This work is the result of an experimental research project that aimed to characterize the microstructure, nanostructure and chemical composition of Portland cement mortars and the evaluation of adhesion tensile strength. For the characterization all the available research tools have been used to try to explain some micro and nanostructural aspects of the cementitious material. Among these tools, much emphasis was given in the use of high-resolution scanning electron microscopy (SEM-FEG) with the support of chemical microanalysis by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). This approach has enabled a significant research and microstructural characterization of Portland cement mortars to the nanoscale, thus being an essential part to identify the phases present, mainly ettringite, portlandite, calcite and CSH. All these phases were analyzed and characterized on their morphology, chemical compositions and microstructural fabric, on the surfaces of mortar samples and also at ceramic block/mortar and roughcast roughcast mortar/grout coating interfaces. Furthermore, atomic force microscopy (AFM) was used in an unprecedented way for micro-and nanostructural investigation of mortars. All this experimental investigation indicated that the tensile bond strength is greater in mortars containing higher proportions of Portland cement in relation to the amount of fine aggregates. Mortars that had lime in their composition have lower tensile bond strength values after 28 days, compared with mortars without lime in the mix. For the characterization by X-ray diffraction, the sample preparation method of enriching the cementitious material, performed via comminution, by optimizing the fragmentation of the cementitious materials and preserving the aggregate was efficient, because it allowed the detection of minor phases. The X-ray results along with the X-ray fluorescence spectrometry fulfilled the overall chemical and mineralogical characterization of the mortars. Three techniques for sample preparation were used for the mortar samples for SEM-FEG and EDS microanalysis: two conventional methods consisting in the deposition of a gold or carbon layer onto the samples to make them conductive; the third technique was not using any type of coating, and analyze the samples in high and low vacuum SEMs. The coatless technique was used in order to obtain reliable EDS microanalysis, since the gold films tend to shield chemical elements present in the mortar of Portland cement mortar, such as sulfur and carbon itself.

Carbon films could generate ambiguous results, when carbon occurs originally in the sample. Thus the three preparation techniques were essential for reliable and quality results. The uncoated technique was used in an unprecedented manner in the characterization of mortars by high-resolution SEMs. Completing the micro and nanostructural investigation, atomic force microscopy was an original method for mortar study, obtaining topographical and 3-dimensional micrographs of features such as groups of ettringite crystals surfacing within pores and skeletal (partially hollow) calcite crystals. Especially, CSH morphologies were observed such as colloform/botryoidal grains and compositions of coalesced spherical nodules, what are typical of amorphous phases.

Keywords: mortar; microstructure; chemical microanalysis; high-resolution scanning electron microscopy; atomic force microscopy; tensile bond strength.

1. INTRODUÇÃO

A necessidade da pesquisa e caracterização de materiais voltados à construção civil vem crescendo devido à necessidade da seleção adequada de materiais, baseada no desempenho do sistema em estudo, bem como na escassez cada vez mais constante de matérias-primas e na exigência do mercado para produtos com desempenho e durabilidade adequados.

Neste sentido as argamassas de cimento Portland desempenham um papel importante como revestimento e são largamente utilizados nas edificações como uma camada protetora da estrutura e da alvenaria, conferindo durabilidade e estanqueidade a edificação e conforto aos seus usuários.

A aderência da argamassa ao substrato é proveniente, principalmente, do intertravamento mecânico dos produtos de hidratação do cimento no interior dos poros do bloco cerâmico. Diversos autores concordam que a aderência química é muito pequena se comparada a aderência mecânica, daí a importância do estudo aprofundado dos elementos que constituem a ancoragem mecânica. A interação dos compostos cimentícios com o substrato depende das propriedades da argamassa, do bloco cerâmico, do processo e das condições de aplicação tornando seu entendimento uma tarefa complexa e necessária.

A análise das superfícies e interfaces bloco cerâmico/argamassa de chapisco e argamassa de chapisco/argamassa de revestimento tem muito a contribuir para o melhor entendimento das propriedades dos materiais que a compõem, dos mecanismos de aderência, bem como dos fatores que interferem no seu desempenho.

ORÉFICE et al. (2006) comentam que, no procedimento de caracterização de materiais, é possível definir os seguintes aspectos importantes, a serem avaliados, não necessariamente na sequência apresentada: a) composição química; b) tamanho, forma e distribuição; c) fases e estruturas (cristalino, amorfo, etc); d) microestrutura; e) superfícies, interfaces e recobrimentos. Neste sentido, técnicas de caracterização de materiais como a difração de raios-X (DRX) é uma poderosa técnica que pode ser utilizada, primeiramente, para identificar as fases cristalinas presentes nos materiais cimentícios (argamassas), pois cada sólido cristalino tem o seu padrão único de difração de raios-X que pode ser utilizado para a

sua identificação. Além desta técnica, a fluorescência de raios-X também é uma importante ferramenta na análise química global dos elementos que compõem a matriz da argamassa.

Já a microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) foi utilizada principalmente para esclarecimento dos detalhes nanométricos do material cimentício das argamassas que possuem cimento Portland na sua composição. Ênfase especial foi dada na fase CSH do cimento hidratado, devido a sua trama extremamente fina, na escala nanométrica, e a sua estrutura predominantemente amorfa.

Outra técnica importante, a microscopia de força atômica (MFA) tem uma grande vantagem de poder se trabalhar em diferentes condições e de realizar estudos das propriedades de diversos materiais nas condições ideais para os mesmos, ou seja, amostras em condições de vácuo e principalmente em condições ambientais. Pelo fato de fornecer dados morfológicos 3-D, a técnica possibilita analisar a micromorfologia, a microtopografia e a área da superfície geométrica (Vaz et al., 1998). Esses fatores ajudam a conhecer as características físicas e as reatividades químicas dos minerais, dessa forma podendo controlá-las através de procedimentos físico-químicos específicos.

Neste sentido, este trabalho, oriundo de um projeto de pesquisa exploratório, visa a obtenção do maior número possível de informações detalhadas sobre a micro e nanoestruturas dos elementos componentes das argamassas de cimento Portland, a fim de se obter avanços na investigação deste complexo material largamente utilizado na construção civil mundial.

2. OBJETIVO

Pesquisar as características microestruturais, inclusive na escala nanométrica, químicas, de superfícies e interfaces de argamassas de cimento Portland aplicadas em blocos cerâmicos.

- Caracterizar as microestruturas das superfícies e interfaces das argamassas de cimento Portland aplicadas em blocos cerâmicos;
- Caracterizar as nanoestruturas das superfícies e interfaces das argamassas de cimento Portland aplicadas em blocos cerâmicos;
- Caracterizar as composições químicas dos constituintes das argamassas de cimento Portland;
- Avaliar a resistência de aderência à tração da argamassa aplicada como revestimento em blocos cerâmicos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Em um primeiro momento será abordado, neste texto, o atual estágio de desenvolvimento do uso de argamassas de cimento Portland em alvenarias para a construção civil; posteriormente serão expostas as técnicas de avaliação de aderência mecânica e as técnicas de caracterização micro, nanoestrutural e química que serão utilizadas nesta pesquisa.

3.1 Alvenarias de blocos

Segundo MONTEIRO et al. (2003), até meados do século XIX, o conhecimento existente acerca dos materiais era essencialmente empírico. Desde então, maiores desenvolvimentos começaram a ser conseguidos devido à possibilidade da observação com o microscópio, o que permitiu estudos mais avançados dos materiais e de seus processos de fabricação e transformação, dando origem à Ciência dos Materiais e, posteriormente, à Engenharia de Materiais. Hoje em dia dispõe-se aproximadamente de 50.000 materiais, classificados em cinco grandes grupos: metais, cerâmicas, polímeros, semicondutores e compósitos.

As alvenarias são elementos discretos construídos de blocos: cerâmicos, de concreto, sílico-calcários e concretos celular autoclavado, ligados entre si de modo estável, ou seja, travados em sobreposição pela combinação de juntas e interposição de argamassa formando um conjunto rígido e coeso que servem para a execução de edificações (MARTINS, 2009).

A alvenaria pode ser empregada na confecção de diversos elementos construtivos como paredes, muros, abóbadas, etc. e podem ter função de vedação ou estrutural.

A importância do conhecimento das alvenarias e seus componentes deve-se ao fato de que todos fazem parte do sistema de vedação vertical, e devem apresentar um conjunto de propriedades que permitam o cumprimento de suas funções, contribuindo desta forma para o comportamento final da edificação.

Segundo THOMAZ & HELENE (2000), as alvenarias apresentam bom comportamento às solicitações de compressão, o mesmo não ocorrendo em relação às solicitações de tração, flexão e cisalhamento. Muito em função da utilização conjugada de materiais de constituição diferente, como os blocos e a argamassa de assentamento, com propriedades

mecânicas diferenciadas, as alvenarias são normalmente heterogêneas e anisotrópicas. Além das propriedades mecânicas, influenciam o comportamento mecânico das alvenarias, outros fatores, tais como:

- a) Geometria, rugosidade superficial e porosidade do componente de alvenaria;
- b) Índice de retração, aderência e retenção de água da argamassa de assentamento;
- c) Esbeltez, eventual presença de armaduras, número e disposição das paredes contraventantes;
- d) Amarrações, cintamentos, disposição e tamanho dos vãos de portas e janelas;
- e) Enfraquecimentos provocados pelo embutimento de tubulações, rigidez dos elementos de fundação, geometria do edifício etc.

As alvenarias de tijolos e blocos cerâmicos ou de concreto, são as mais utilizadas pelo mercado da construção civil, existem investimentos crescentes no desenvolvimento de tecnologias para industrialização de sistemas construtivos aplicando materiais diversos e técnicas construtivas que possibilitam agilidade na execução e racionalização dos materiais de construção, porém, nota-se uma grande lacuna no desenvolvimento de blocos leves para alvenaria com propriedades mecânicas, térmicas e acústicas favoráveis à construção civil.

Além disso, as alvenarias divisórias tradicionais em blocos cerâmicos ou de concreto assentadas e revestidas com argamassa, pouco evoluíram tecnologicamente, algumas tentativas de racionalização e maior controle foram aplicadas com sucesso, mas efetivamente, pouco em relação ao avanço das estruturas de concreto armado e aço.

Essencialmente as paredes utilizadas como elemento de vedação devem possuir as seguintes características:

- a) Resistência mecânica;
- b) Isolamento térmico e acústico;
- c) Resistência ao fogo;
- d) Estanqueidade;
- e) Durabilidade.

3.2 Argamassa

Segundo SABBATINI (1986), a argamassa pode ser conceituada como um material complexo, constituído essencialmente de materiais inertes de baixa granulometria (agregados miúdos) e de uma pasta com propriedades aglomerantes, composta por minerais e água (materiais ativos), podendo ser composto, ainda, por produtos especiais, denominados aditivos.

Segundo FIORITO (1994), as argamassas utilizadas em obras são comumente compostas de areia natural lavada e os aglomerantes são em geral o cimento Portland e a cal hidratada. Exemplos de argamassas de cimento: argamassa de chapisco (devido ao ganho de resistência a curto prazo) e argamassa de pisos cimentados (devido à exigência de resistência mecânica e ao desgaste). Exemplos de argamassas de cimento e cal: argamassas para revestimentos (emboço) de paredes e tetos (devido ao fato das argamassas de cimento, apesar de mais resistentes, apresentarem pior trabalhabilidade, a adição de cal auxilia no sentido de torná-las mais plásticas e facilitar o acabamento).

NBR 13529 (ABNT, 2013) define a argamassa para revestimento como sendo “uma mistura homogênea de agregado(s) miúdo(s), aglomerante(s) inorgânico(s) e água, contendo ou não aditivos ou adições, com propriedades de aderência e endurecimento”. Nesta mesma norma brasileira são definidos outros termos usuais envolvendo o revestimento executado à base de cimento e cal, ou ambos, quanto ao campo de sua aplicação. Podem-se encontrar definições como:

- a) Adições: materiais inorgânicos naturais ou industriais finamente divididos, adicionados às argamassas para modificar as suas propriedades e cuja quantidade é levada em consideração no proporcionamento;
- b) Argamassa de cal: argamassa preparada com cal como único aglomerante;
- c) Argamassa de cimento: argamassa preparada com cimento como único aglomerante;
- d) Argamassa de revestimento: é o recobrimento de uma superfície lisa ou áspera com uma ou mais camadas sobrepostas de argamassa, em espessura normalmente uniforme, apta a receber um acabamento final.

3.2.1 Argamassa de cimento Portland

As argamassas de revestimento mais utilizadas na construção civil são compostas de cimento, agregado miúdo e água e cimento, cal, agregado miúdo e água, podendo ser adicionados aditivos para melhorar as características de ambas. Também existe a argamassa de cal composta apenas de cal, agregado miúdo e água, sendo pouco utilizada nos dias atuais.

3.2.1.1 Cimento Portland

Segundo TAYLOR (1967), o engenheiro John Smeaton, por volta de 1756, procurava um aglomerante que endurecesse mesmo em presença de água, de modo a facilitar o trabalho de reconstrução do farol de Edystone, na Inglaterra. Em suas tentativas, verificou que uma mistura calcinada de calcário e argila tornava-se, depois de seca, tão resistente quanto as pedras utilizadas nas construções. Entretanto, foi o construtor Joseph Aspdin, em 1824, quem patenteou a descoberta, batizando-a de cimento Portland, numa referência à Portlandstone, tipo de pedra arenosa muito usada em construções na região de Portland, Inglaterra. No pedido de patente constava que o calcário era moído com argila, em meio úmido, até se transformar em pó. A água era evaporada pela exposição ao sol ou por irradiação de calor através de cano com vapor. Os blocos da mistura seca eram calcinados em fornos e depois moídos bem finos.

Segundo a Associação Brasileira de Cimento Portland – ABCP (2002), o cimento Portland é um pó fino com propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes, que endurece sob ação da água. Depois de endurecido, mesmo que seja novamente submetido à ação da água, o cimento Portland não se decompõe mais. O cimento Portland é composto de clínquer e adições. O clínquer é um material granulado, resultante da calcinação de uma mistura de rocha calcária britada e moída com argila moída, submetida a temperaturas da ordem de 1450°C. Na saída do forno o clínquer ainda incandescente, é bruscamente resfriado para posteriormente ser finamente moído, transformando-se em pó. As adições são adicionadas ao clínquer na fase da moagem. Adições comumente utilizadas são o gesso, as escórias de alto-forno, os materiais pozzolânicos e os materiais carbonáticos.

Segundo YAZIGI (2013) os constituintes fundamentais do cimento Portland são: a cal (CaO), a sílica (SiO₂), a alumina (Al₂O₃), certa proporção de magnésia (MgO) e uma pequena proporção de anidrido sulfúrico (SO₃), que é adicionado após a calcinação para retardar o tempo de pega do produto. Cal, sílica, alumina e óxido de ferro são os componentes essenciais do cimento Portland, e constituem, geralmente, 95% a 96% do total na análise química em óxidos. A magnésia, que parece permanecer livre durante todo o processo de calcinação, está usualmente presente na proporção de 2 a 3%, limitada, pelas especificações, ao máximo permissível de 6,4%.

Segundo RIBEIRO et al. (2002), os principais tipos de cimento Portland, normalizados pela ABNT, são apresentados a seguir:

- a) Cimento Portland Comum – CP I;
- b) Cimento Portland Composto – CP II (com adições de escória de alto-forno, pozolana e filler);
- c) Cimento Portland de Alto-Forno – CP III (com adição de escória de alto-forno, apresentando baixo calor de hidratação);
- d) Cimento Portland Pozolânico – CP IV (com adição de pozolana, apresentando baixo calor de hidratação);
- e) Cimento Portland de Alta Resistência Inicial – CP V ARI (com maiores proporções de silicato tricálcico, C₃S, que lhe confere alta resistência inicial e alto calor de hidratação).

Segundo SOUZA et al. (1996) a escolha do tipo de cimento para cada uso depende das características desejadas em relação ao tempo de desforma, à cura do concreto ou da argamassa e às necessidades de resistência mecânica e química. Para usos comuns, podem ser utilizados os cimentos CP I, CP II, CP III ou CP IV. No caso dos cimentos CP III (alto-forno) e CP IV (pozolânico), deve-se verificar se o tempo de início e fim de pega não prejudica o serviço em questão, principalmente para a execução de chapisco ou outros serviços que demandem tempo de cura acelerado. Vale ressaltar que seu uso é recomendado em ambientes mais agressivos, sujeitos a ataque químico (atmosfera muito poluída, água ou solo poluído/contaminado). O cimento CP V não tem seu uso recomendado para a execução das argamassas, devendo-se evitar sua utilização também em ambientes sujeitos a ataque químico. CARASEK et al. (2001) confirmam esta afirmação, observando que, apesar de argamassas confeccionadas com o cimento CP V ARI apresentarem maiores valores de

resistência de aderência que as demais, um cuidado especial deve ser tomado, pois sua maior finura pode conduzir mais facilmente a fissuração (comparando-se com a utilização de outros cimentos, considerando-se o mesmo consumo).

CINCOTTO & BOLORINO (1997) observaram que o cimento CP II-E-32 é um dos aglomerantes mais utilizados nas composições das argamassas.

3.2.1.2 Cal

Segundo a NBR 7175 (ABNT, 2003), a cal hidratada é um pó seco obtido pela hidratação adequada da cal virgem, constituída essencialmente de hidróxido de cálcio ou de uma mistura de hidróxido de cálcio e hidróxido de magnésios, ou ainda, de uma mistura de hidróxido de cálcio, hidróxido de magnésio e óxido de magnésio.

De acordo com CARASEK et al. (2001) as cales podem ser classificadas, segundo a sua composição química em:

- a) Cálctica: teor de $\text{CaO} \geq 90\%$ em relação aos óxidos totais;
- b) Magnésiana: $65\% < \text{CaO} < 90\%$;
- c) Dolomítica: teor de $\text{CaO} \leq 65\%$.

Tradicionalmente, sempre se utilizou cal como um dos constituintes das argamassas. Atualmente, com o uso de aditivos cada vez mais difundido, a cal tem sido abandonada em muitos casos, porém sabe-se que essa prática afeta a durabilidade do revestimento (RAGO & CINCOTTO, 1999).

Ainda segundo RAGO & CINCOTTO (1999), a cal no estado fresco propicia maior plasticidade à argamassa, permitindo melhor trabalhabilidade e, conseqüentemente, maior produtividade na execução do revestimento. Outra propriedade importante no estado fresco da cal é a retenção de água, por não permitir a sucção excessiva de água pela base.

Segundo CARASEK et al. (2001), diversos estudos indicam que à medida que se aumenta a percentagem de hidróxido de magnésio na composição da cal, em relação ao hidróxido de cálcio, há também um aumento na capacidade de aderência da argamassa.

3.2.1.3 Agregados miúdos

Segundo a NBR 7211 (ABNT, 2005), agregados miúdos são “agregados cujos grãos passam pela peneira com abertura de malha de 4,75mm e ficam retidos na peneira com abertura de malha de 150 μ m, em ensaio realizado de acordo com a ABNT NBR NM 248, com peneiras definidas pela ABNT NBR NM ISO 3310-1”.

Segundo ANGELIM et al. (2003), a distribuição granulométrica da areia influencia diretamente no desempenho da argamassa, interferindo na trabalhabilidade e no consumo de água e aglomerantes, no estado fresco; no revestimento acabado, exerce influência na fissuração, na rugosidade, na permeabilidade e na resistência de aderência.

Em geral, a areia é caracterizada pelo seu módulo de finura, especificações de faixas granulométricas, ou selecionada a partir de normas, as quais especificam a granulometria dentro de certas faixas. Não existe um consenso entre os autores nacionais, pois curvas granulométricas distintas podem levar ao mesmo módulo de finura.

Em sua pesquisa TRISTÃO (1995) estudou a influência da composição granulométrica da areia, recomendada em diferentes especificações, nas propriedades de argamassas de revestimento, cujos resultados foram obtidos através da utilização do módulo de finura. Ainda, segundo o mesmo autor, não existe qualquer relação significativa entre módulo de finura de diferentes composições granulométricas originárias de uma mesma areia e o desempenho das argamassas.

De acordo com SELMO (1989), os intervalos adotados para o módulo de finura (MF) para classificação das areias são:

- a) $MF < 2.0$ (areia fina);
- b) $2.0 < MF < 3.0$ (areia média);
- c) $MF > 3.0$ (areia grossa).

A areia não participa das reações químicas do endurecimento da argamassa, interferindo no estado fresco pela composição granulométrica; o formato dos grãos influencia na trabalhabilidade e na retenção de água; no estado endurecido, influência nas resistências mecânicas, na capacidade de deformação e na permeabilidade (CARNEIRO & CINCOTTO, 1999).

A areia de granulometria muito uniforme, independentemente do formato dos grãos, compromete a trabalhabilidade da argamassa. Há um conseqüente enrijecimento, impedindo o deslizamento dos grãos da areia entre si, com demanda de um maior consumo de pasta (CARNEIRO et al., 1997).

No entanto, SABBATINI (1998) afirma que, em linhas gerais, a areia que apresenta melhor potencial de produzir uma argamassa adequada é a que tem granulometria contínua (corrida) e classificada como média (módulo de finura entre 1,8 e 2,8) e tenha predominância de grãos arredondados.

É importante ressaltar que o módulo de finura, a distribuição granulométrica e o coeficiente de uniformidade desconsideram a forma dos grãos que, evidentemente, tem grande influência no empacotamento dos grãos.

Segundo ANGELIM et al. (2003) os agregados tem três funções principais:

- a) Prover o aglomerante de um material de enchimento relativamente econômico;
- b) Prover a pasta de partículas adaptadas para resistir às cargas aplicadas, ao desgaste mecânico e à percolação da intempérie;
- c) Reduzir as variações de volume resultantes do processo de pega, endurecimento e variações de umidade na pasta de cimento, cal e água.

Segundo GUIMARÃES (1997), as propriedades mecânicas das areias que interferem no comportamento das argamassas seriam as seguintes:

- a) Inchamento. A areia seca absorve água, que passa a formar uma película em torno dos grãos. Como os vazios da areia chegam, por vezes, a ser tão delgados quanto a espessura da película de água, este afasta os grãos entre si, produzindo inchamento;

b) Higroscopia. A areia seca tem duas fases: sólidos (grãos) e vazios (ar); a areia úmida tem três: sólidos, água e ar; a areia saturada, duas fases: sólidos e água. Os vazios (espaços entre os grãos) da areia seca são de dimensões muito pequenas, de modo que a areia pode apresentar higroscopia ou ascensão capilar, isto é: quando a areia entra em contato com água na base, a água no interior da massa alcança nível acima da água no exterior, devido à capilaridade. Quanto mais fina a areia, mais alta é a ascensão capilar;

c) Coesão aparente. O valor cresce rapidamente de zero (para teor de umidade nulo) até o máximo, para decrescer em seguida até se anular novamente para a areia saturada;

d) Friabilidade. A areia perde qualidade se contiver grãos friáveis. Para verificar, em primeira aproximação, a presença de grãos friáveis em tempo mais curto do que o necessário para o ensaio de qualidade pode ser feito um teste de esmagamento. A areia é colocada em um molde e recoberta por um êmbolo sobre o qual se exerce uma força crescente, necessária para atingir a pressão de 40MPa em um minuto. Essa pressão é conservada constante por quatro minutos. Determinam-se os módulos de finura antes e depois do ensaio e calcula-se a sua porcentagem de redução, que se compara com a da areia normal.

3.2.1.4 Trabalhabilidade e consistência

Esta propriedade relaciona-se principalmente à consistência. Em termos práticos, a trabalhabilidade significa facilidade de manuseio. Pode-se dizer que uma argamassa é trabalhável, de um modo geral, quando ela distribui-se facilmente ao ser assentada, não gruda na ferramenta quando está sendo aplicada, não segrega ao ser transportada, não endurece em contato com superfícies absorptivas e permanece plástica por tempo suficiente para que a operação seja completada (SABBATINI, 1986).

Uma argamassa é considerada de boa trabalhabilidade quando se distribui facilmente, preenchendo todas as reentrâncias, não agarra-se à colher durante a projeção, não segrega ao ser transportada, não endurece em contato com substrato de elevada absorção e permanece plástica até a realização do acabamento. A importância de cada propriedade é relativa ao tipo e função da argamassa (CARASEK, 1996; SABBATINI, 1998).

Segundo CINCOTTO et al. (1995) consistência é a propriedade pela qual a argamassa no estado fresco tende a resistir à deformação. Diversos autores classificam as argamassas,

segundo a consistência, em secas (a pasta preenche os vazios entre os grãos), plásticas (a pasta forma uma fina película e atua como lubrificante na superfície dos grãos dos agregados) e fluidas (os grãos ficam imersos na pasta). A consistência é diretamente determinada pelo conteúdo de água, sendo influenciada pelos seguintes fatores: relação água/aglomerante, relação aglomerante/areia, granulometria da areia, natureza e qualidade do aglomerante.

3.2.2 Sistema de aderência

Quando a argamassa no estado plástico entra em contato com a superfície absorvente, o substrato, parte da água de amassamento, que contém em dissolução ou estado coloidal os componentes do aglomerante, penetra pelos poros e cavidades do substrato. No interior destes, ocorrem fenômenos de precipitação, seja de géis de silicato do cimento, seja de hidróxido de cálcio da cal, e, transcorrido algum tempo, com a cura, esses precipitados intracapilares exercem a ação de ancoragem da argamassa à base (VALDEHITA ROSELO, 1976).

Diversos autores corroboram com a descrição supracitada e afirmam (CHASE, 1984; LAWRENCE & CAO, 1988; CARASEK, 1996; LANGE et al., 1999) que o mecanismo de ligação entre argamassas inorgânicas e substratos porosos é essencialmente mecânico, com a resistência de aderência derivada do entrelaçamento dos produtos hidratados nos poros e na superfície do substrato. De acordo com esses autores, a parcela de adesão superficial devida às forças de atração entre a superfície da argamassa inorgânica e substrato não é significativa.

CARASEK et al. (2001) identificam que o termo aderência é usado para descrever a resistência e a extensão do contato entre a argamassa e uma base porosa; esta base, o substrato, geralmente é representada pela alvenaria (podendo ser esta constituída por blocos cerâmicos, blocos de concreto, blocos de concreto celular, blocos sílico calcários, etc.) ou pela estrutura de concreto moldado “in loco”. Os autores ainda consideram que a aderência da argamassa endurecida ao substrato é um fenômeno essencialmente mecânico, devido, basicamente, à penetração de pasta aglomerante ou da própria argamassa nos poros ou entre as rugosidades da base de aplicação. Segundo os autores, quando a argamassa no estado plástico entra em contato com a superfície absorvente do substrato, parte da água de

amassamento, que contém em dissolução ou estado coloidal os componentes do aglomerante, penetra nos poros e cavidades deste substrato. No interior destes, ocorrem fenômenos de precipitação dos produtos de hidratação do cimento e da cal, e, transcorrido algum tempo, com a cura, esses precipitados intracapilares exercem ação de ancoragem da argamassa à base.

A resistência de aderência pode ser definida como a capacidade que a interface substrato-argamassa possui de absorver tensões sem romper-se, sendo uma propriedade que depende da interação de dois materiais. Desta forma, a aderência é significativamente influenciada pelas propriedades da base, tais como porosidade, absorção de água, resistência mecânica, textura superficial (CARASEK, 2001; CINCOTTO et al., 1995; SABBATINI, 1998).

3.2.2.1 Aderência mecânica e a cinética de hidratação do cimento Portland

Segundo GALLEGOS (1995), aderência da argamassa no substrato é proveniente da penetração de cristais de cimento hidratado nos poros das unidades de alvenaria, sendo este fenômeno dependente da interação hídrica entre a argamassa e a unidade de alvenaria, da temperatura, da retenção de água e da composição da argamassa e da qualidade do processo construtivo. O autor também observa que análises da interface de contato entre a argamassa e a unidade de alvenaria têm identificado a etringita como a substância que forma, nos poros da unidade de alvenaria, cristais hexagonais em forma de agulha, com diâmetro de 50nm.

Segundo DAVYDOV (2010), a pasta de cimento e concreto em si são materiais heterogêneos muito complexos, com diferentes estruturas que variam de escala nanométrica para escala macroscópica. São constituídos de fases amorfas e cristalinas e poros.

O cimento Portland é normalmente comercializado na forma de partículas com dimensões entre 1 e 90 μm , sendo essencialmente constituídos por:

- a) Silicato tricálcico (C_3S) 30 a 70%;
- b) Silicato dicálcico (C_2S) 10 a 55%;
- c) Aluminato tricálcico (C_3A) 0 a 15%;
- d) Ferroaluminato tetracálcico (C_4AF) 5 a 15%;
- e) Sulfato de cálcio e gesso (CS) 3 a 8%.

Segundo COSTA et al. (2009), a mistura das partículas de cimento com água desencadeia uma série de reações químicas, que ocorrem a velocidades diferentes e que se influenciam mutuamente conduzindo a alterações químicas, físicas e mecânicas do sistema. Os produtos destas reações (compostos hidratados estáveis) aderem uns aos outros conferindo ao cimento propriedades adesivas e coesivas.

Segundo HEWLETT (1998) e BYE (1999), o mecanismo de hidratação do cimento é complexo e não está totalmente esclarecido. Na Figura 3.1 apresenta-se um esquema simplificado das etapas de hidratação:

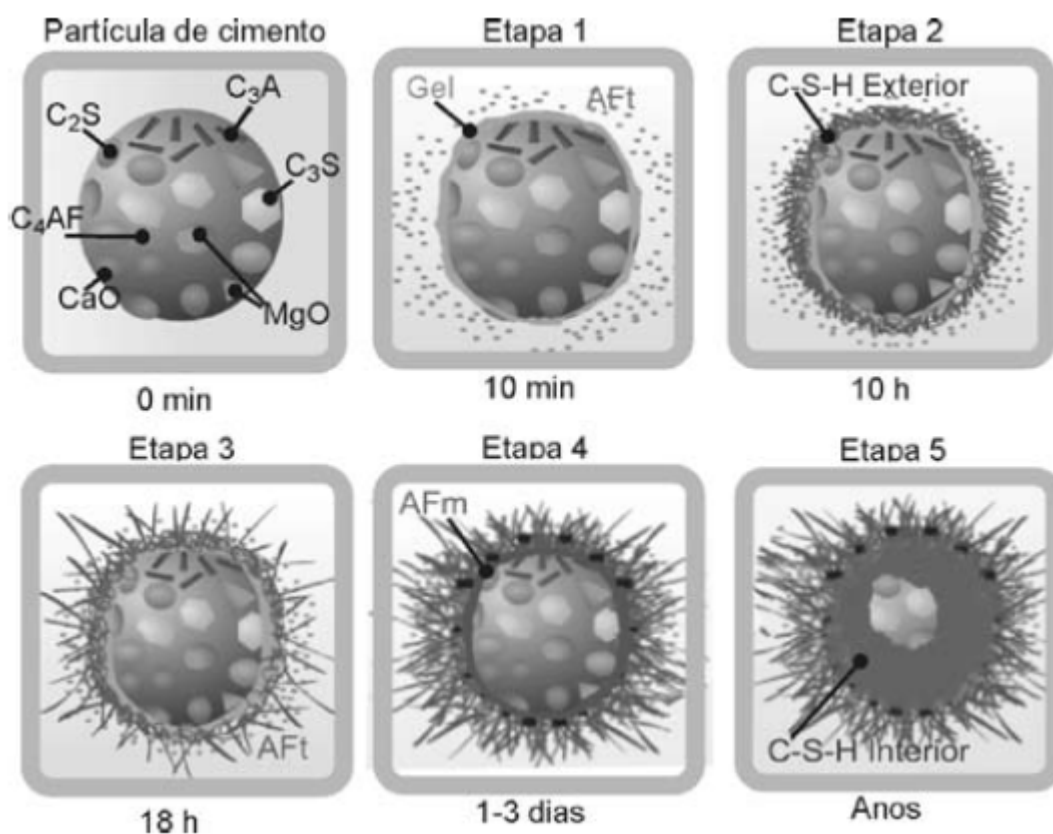


Figura 3.1 – Etapas de hidratação de uma partícula de cimento: silicato tricálcico (C_3S); silicato dicálcico (C_2S); aluminato tricálcico (C_3A); ferroaluminato tetracálcico (C_4AF); silicato de cálcio hidratado (CSH); tri-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFt); mono-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm). Dimensões: partícula de cimento: 1 a $90\mu m$; (C_3S): 25 a $65\mu m$; (C_2S): 20 a $40\mu m$; (C_3A): 1 a $60\mu m$.

Fonte: SCRIVENER (1997).

Etapa 1 – Nos primeiros minutos ocorre essencialmente a reação da água com: a) o aluminato tricálcico (C_3A) e o gesso (CS) formando-se cristais curtos de trissulfoaluminato de cálcio hidratado (AFt); e (b) o silicato tricálcico (C_3S) formando-se um gel amorfo de silicato de cálcio hidratado (CSH), que se deposita na superfície da partícula e hidróxido de cálcio (CH), que precipita nos espaço entre as partículas de cimento com um hábito hexagonal (COSTA et al., 2009);

Etapa 2 – Prossegue a reação da água com os silicatos de cálcio (C_3S e C_2S), formando-se uma camada adicional de CSH em torno da partícula a uma distância de cerca $1\mu m$, que se designa correntemente por “CSH exterior” (HADLEY et al., 2000 e KJELLEN & JUSTNES, 2004);

Etapa 3 – Ocorre uma reação de hidratação secundária dos aluminatos de cálcio (C_3A e C_4AF) formando-se compostos aciculares longos de tri-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFt). O CSH que se começa a formar nesta etapa designa-se por “interior” uma vez que, devido à mobilidade progressivamente mais reduzida dos produtos das reações, se deposita dentro da camada de hidratação formada nas etapas anteriores (COSTA et al., 2009);

Etapa 4 – A hidratação prossegue a uma velocidade lenta, correspondente a reações em estado sólido. Continua a formar-se “CSH interior”, com diminuição progressiva do espaço livre entre a camada de hidratação e a partícula não hidratada, e aparece uma nova fase de aluminato, mono-sulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm) (COSTA et al., 2009);

Etapa 5 – As reações de hidratação decorrem ao longo de anos, continuando essencialmente a formar se “CSH interior” adicional (COSTA et al., 2009).

Ainda segundo Costa et al. (2009), a microestrutura dos materiais de base cimentícia hidratados é constituída por: fases sólidas (essencialmente, CSH, CH, AFt, AFm, partículas de cimento ainda por hidratar e inertes); poros (com diferentes formas, dimensões e conectividades); e, fases líquidas e gasosas (no interior dos poros). Os compostos hidratados de CSH constituem a fase ligante mais importante uma vez que estabelecem entre si ligações de van der Waals que asseguram a aglomeração das fases sólidas e determinam a sua coesão e adesão.

Em análises realizadas com o microscópio eletrônico de varredura (MEV), em argamassas aplicadas sobre blocos cerâmicos, é possível identificar uma predominância de cristais de etringita nas regiões próximas à interface. Este aumento localizado da concentração se deve ao fato de que ao se misturar o cimento Portland com a água, a gipsita utilizada como reguladora de pega do cimento dissolve-se levemente e libera íons sulfato (SO_4^{2-}) e cálcio (Ca^{2+}). Em seguida são liberados íons aluminato (AlO^{4-}) e cálcio (Ca^{2+}), provenientes da dissolução do C_3A do cimento. Através do efeito de sucção imposto pelo substrato poroso, estes íons são carregados para o interior dos poros, sendo que, este fenômeno depende da interação hídrica entre a argamassa e alvenaria, da temperatura, da retenção de água, da composição da argamassa e do processo construtivo. Com a precipitação da etringita, os poros são preenchidos prioritariamente por ela, restando menos espaço para a precipitação de outros produtos de hidratação do cimento nesta região, como o CSH, ou mesmo produtos posteriores da carbonatação da cal, como a calcita (Figura 3.2) (CARASEK,1996; CARASEK et al.. 2001; POLITO,2008).

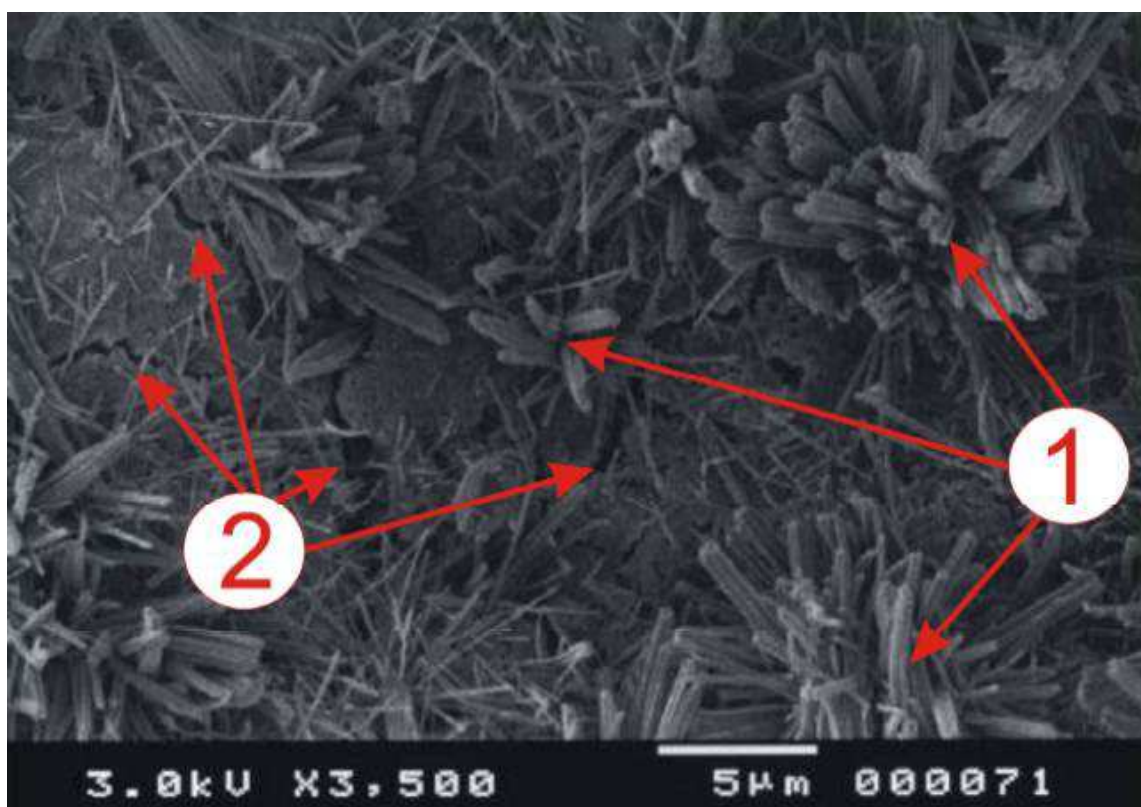


Figura 3.2 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa no MEV-IES, onde se podem ver cristais típicos de etringita (1), responsável pelo intertravamento, saindo de dentro de microfissuras do bloco (2).

Fonte: POLITO (2008).

Existe ainda outro mecanismo de aderência entre a argamassa e o substrato: a aderência química, onde a resistência é proporcionada por ligações covalentes, ou forças de van der Waals. Este mecanismo representa cerca de 1/10 da resistência total de aderência. Entretanto, o sistema químico pode ser melhorado substancialmente com a introdução de aditivos adesivos (CARVALHO JR., 2005; KAMPF, 2001; TAHA & SHRIVE, 2001).

A esse respeito, KAMPF (2001) mostrou em seus trabalhos que a contribuição da ligação mecânica para a resistência de aderência é muito maior do que a contribuição da ligação química.

Segundo SILVA (2004), não existe uma reação química importante entre substratos cerâmicos e as argamassas inorgânicas. A aderência é controlada pelas características do substrato e argamassa, pela penetração da pasta no interior dos poros do substrato e pela natureza dos produtos de hidratação formados na interface.

3.2.2.2 Influência da cal na aderência

Segundo GALLEGOS (1995) é grande a importância do uso da cal para a manutenção da aderência nas argamassas, observando que as obras de alvenaria estanques e que não apresentam fissuras tem sido sempre assentadas com argamassas de cimento e cal, enquanto que as constituídas somente com o aglomerante cimento apresentam infiltrações e fissurações. Isto decorre do fato de que o cimento, sem a presença da cal, produz argamassas pouco trabalháveis que geram um contato tentacular – forte, porém incompleto – na interface bloco cerâmico/argamassa e se retrai ao avançar em seu processo de hidratação. A cal permite aumentar a extensão da aderência, endurece lentamente mantendo a argamassa “elástica” e resistindo a fissuras de maneira autógena ao ocorrer sua carbonatação.

3.2.2.3 Resistência de aderência à tração

A aderência da argamassa ao substrato deriva da conjugação de três propriedades: a resistência de aderência ao cisalhamento, a extensão de aderência e a resistência de aderência à tração (SELMO, 1989).

Segundo SLVA (2004), a importância da avaliação da resistência de aderência ao cisalhamento está relacionada com a capacidade do revestimento resistir às tensões de cisalhamento que se produzem na interface substrato/argamassa.

A extensão de aderência corresponde à razão entre a área de contato efetivo e a área total possível de ser unida (SELMO, 1989). Conforme LUCAS (1986), quando a aderência é pobre em extensão, os revestimentos ficam mais propícios a perder a aderência com as variações volumétricas diferenciais entre a argamassa e o substrato, pelas tensões geradas na interface.

A resistência de aderência à tração é a tensão máxima suportada por um corpo-de-prova de revestimento, quando submetido a um esforço normal de tração. A avaliação da resistência de aderência à tração pode ser realizada através de procedimento prescrito na norma brasileira NBR 13528/2010 – “Revestimento de paredes e tetos em argamassas inorgânicas – determinação da resistência de aderência à tração”.

Segundo o método de ensaio da ABNT, o corpo-de-prova é obtido cortando-se o revestimento perpendicularmente ao seu plano, que pode ser feito de forma circular com serra copo diamantada com diâmetro de 50mm. Sobre o mesmo é colada, com cola à base de epóxi, uma pastilha metálica, na qual é afixado um equipamento de tração. Através deste equipamento aplica-se a carga de tração até produzir a ruptura.

Após a ruptura, anota-se o peso que causou a ruptura e o tipo de ruptura, considerando as porcentagens correspondentes a cada parte do corpo-de-prova, tomando como referência os tipos de ruptura definidos pela norma NBR 13528/2010, conforme Figura 3.3 a seguir:

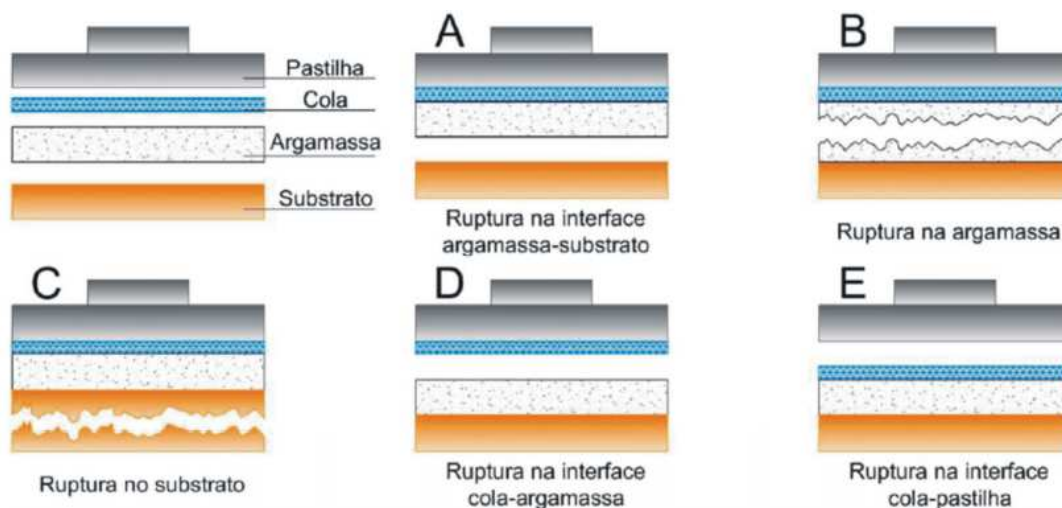


Figura 3.3 – Tipos de ruptura no ensaio de aderência à tração de revestimentos de argamassa, considerando o revestimento aplicado diretamente ao substrato (sem chapisco).

Fonte: CARASEK (2010).

Tão importante quanto os valores de resistência de aderência obtidos é a análise da forma de ruptura. A ruptura é denominada como do tipo coesiva quando ocorre no interior da argamassa ou no substrato (tipo B e C, da Figura 3.3). Neste caso, os valores são menos preocupantes, a não ser que sejam muito baixos. A ruptura é denominada como do tipo adesiva (tipo A) quando ocorre na interface argamassa/substrato. Neste caso, os valores devem ser mais elevados, pois existe um potencial maior para patologias. Quando a ruptura acontece na camada superficial da argamassa (tipo D), indica que esta é a camada mais fraca do revestimento. Neste caso, quando os resultados são baixos significa que a resistência inicial é inadequada (pulverulência). E finalmente, quando a ruptura ocorre entre a pastilha e a cola, significa que houve falha na colagem, devendo o resultado ser desprezado (CARASEK, 2010).

Somente no tipo A de ruptura, o valor da resistência de aderência é igual ao valor obtido no ensaio.

De acordo com CARASEK (1996), os resultados obtidos no ensaio de resistência de aderência à tração apresentam alta variabilidade, cujos coeficientes de variação são da ordem de 10 a 35%. Ainda segundo ela a resistência de aderência à tração depende tanto das características da argamassa quanto das características do substrato, as quais variam bastante, e ainda depende da forma de aplicação do revestimento, que não é constante ao

longo da execução. Dessa forma, espera-se elevada variação nos resultados obtidos nos ensaios de resistência de aderência à tração.

3.3 Microestrutura

Segundo DAVYDOV (2010), considerando a microestrutura dos materiais cimentícios pode-se classifica-los em quatro escalas distintas:

1) Faixa nanométrica 10^{-9} a 10^{-6} m:

a) Grãos de poli minerais principais:

- C_3S : alita, silicato tricálcico;
- C_2S : belita, silicato dicálcico;
- C_4AF : ferrita, ferroaluminato tetracálcico;
- C_3A : celita, aluminato tricálcico.

b) Silicatos de cálcio hidratados (CSH):

- CSH nanoporoso;
- CSH amorfo intercalados com poros capilares.

2) Faixa micrométrica 10^{-6} a 10^{-4} m:

a) Grãos poliminerálicos;

b) CSH poroso;

c) Portlandita (CH), cristais hexagonais;

d) Volume de vazios grandes (poros) devido à mistura;

e) Gesso CSH_2 , espalhados sobre a superfície do grão, de 2% (em grãos anidros);

f) Monossulfato C_4ASH_{12} (Afm);

g) Etringita $C_6AS_3H_{32}$, trissulfato aluminato de cálcio (AFt), cristais hexagonais, bastões e agulhas menores que 10^{-6} m;

h) Aluminato de cálcio hidratado C_4AH_{13} .

3) Faixa micrométrica 10^{-4} a 10^{-3} m:

- a) Pasta de cimento;
- b) Agregados miúdos.

4) Faixa macrométrica 10^{-3} a 10^{-2} m:

- a) Agregado graúdo;
- b) Argamassa.

Segundo RAKI et al. (2010), o principal produto da hidratação do cimento Portland é um material quase amorfo – Silicato de Cálcio Hidrato (CSH) que representa cerca de 60% em volume da pasta. Na química do cimento, CaO, SiO₂, e H₂O são representados por C, S e H, respectivamente. Os hifens em C-S-H indicam estequiometria indefinida e o composto hidratado é muitas vezes referido como "gel CSH". O composto CSH é produzido juntamente com o hidróxido de cálcio na reação química das fases do silicato (ou seja, β-C₂S e C₃S) com água. O composto CSH é o agente de ligação principal na pasta de cimento e é responsável por importantes propriedades, tais como a resistência mecânica e a retração. Pesquisar e caracterizar a estrutura desse material em escala nano é uma parte essencial de compreender e prever o seu comportamento, sendo de suma importância também, no contexto da modificação e desenvolvimento de novos sistemas de CSH. Um dos objetivos principais desta pesquisa é justamente a caracterização dos componentes das argamassas de cimento Portland, sendo o CSH um dos elementos principais.

O estudo da estrutura de CSH em sistemas de cimento Portland utilizando difração de raios - X (DRX) é limitado devido à sua natureza cristalina mal definida. Primeiras pesquisas foram conduzidas utilizando principalmente área superficial específica, medidas de densidade e análise de isotérmicas, de modo a primeira tentativa de caracterizar este material (RAMACHANDRAN et al., 1981, TAYLOR, 1997).

Segundo RAKI et al. (2010), nas últimas décadas, muitos novos aspectos dos CSH foram revelados com o avanços nas técnicas de análise e aplicação de novos métodos, tais como ressonância magnética nuclear (RMN) e microscopia de força atômica (MFA), sendo este último objeto desta pesquisa.

Segundo RAKI et al. (2010), a nanoestrutura do CSH tem sido objeto de muitas pesquisas, mas ainda não é claramente entendida, alguns modelos sugeridos apontam que variam de coloidal a "camadas - folheares". Um dos primeiros modelos foi proposto por POWERS & BROWNYARD (1947).

Ele descreve CSH como um material coloidal. Neste modelo as partículas de gel são mantidas unidas principalmente por forças de van der Waals e o espaço entre eles é chamado de "porosidade no gel ", que é acessível apenas por moléculas de água. Um modelo mais abrangente foi desenvolvido mais tarde por Feldman e Sereda com base em extensos estudos experimentais de sistemas de cimento Portland hidratado (FELDMAN & SEREDA, 1968, 1970). O papel da água neste modelo é explicada em mais detalhes e as alterações nas propriedades mecânicas do CSH relacionado a água pode ser mais facilmente descrito. A principal característica do seu modelo mostrado na Figura 3.4 está relacionada com a distribuição em camadas de CSH.

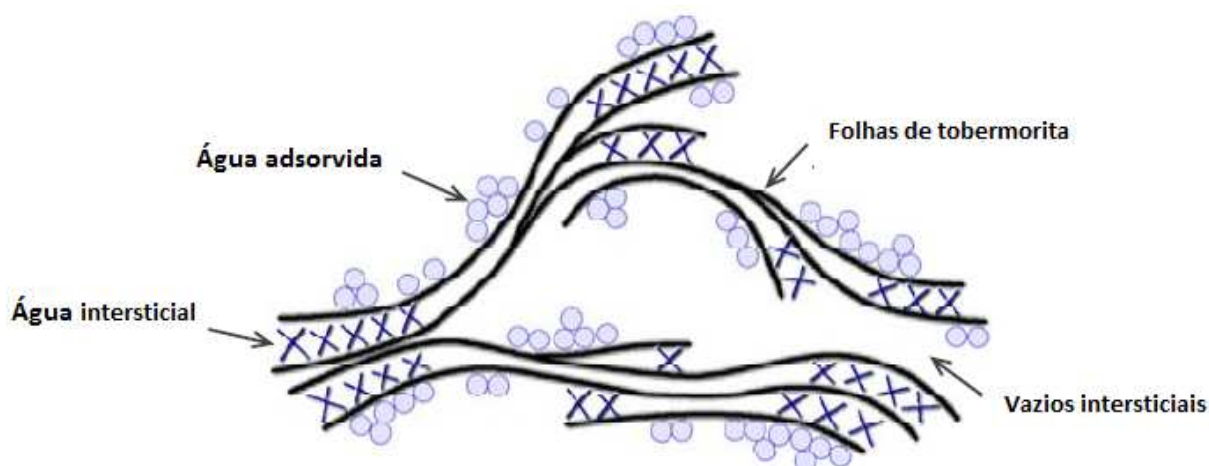


Figura 3.4 – Modelo físico simplificado para cimento Portland hidratado.

Fonte: RAKI et al. (2010).

RAKI et al. (2010) em suas pesquisas com o microscópio eletrônico de varredura (MEV) conseguiu imagens de partículas de CaCO_3 em diferentes escalas que são mostradas na Figura 3.5. O tamanho médio de partícula das micro- CaCO_3 era de aproximadamente 5 a $20\mu\text{m}$ enquanto que de nano- CaCO_3 foi de cerca de 50 a 120nm. Ainda segundo os autores, os valores da área superficial para a micro e nano- CaCO_3 foram $0,35\text{m}^2/\text{g}$ e de $20\text{m}^2/\text{g}$, respectivamente.

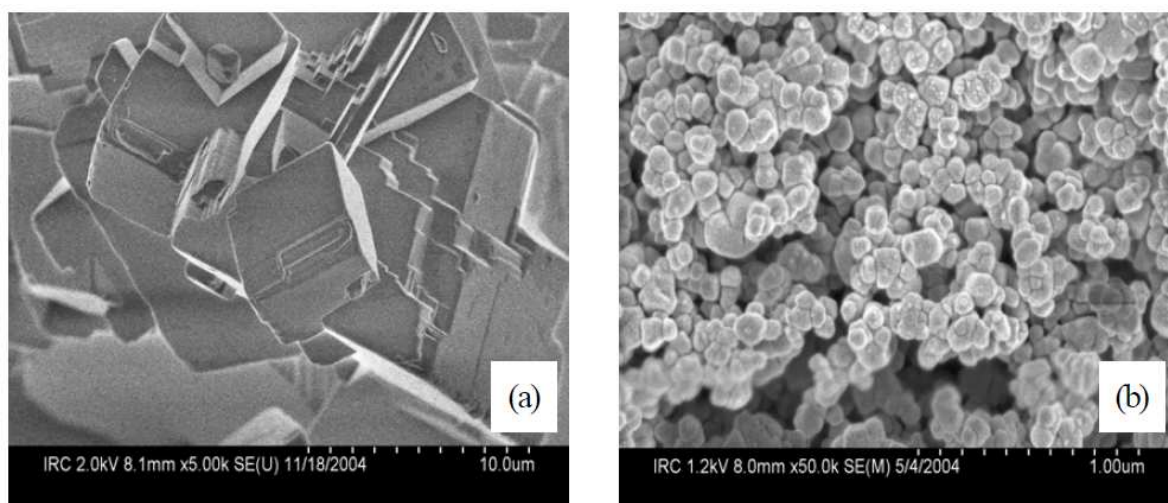


Figura 3.5 – Imagem de microscópio eletrônico de varredura (MEV) de (a) micro- CaCO_3 e (b) nano- CaCO_3 .

Fonte: RAKI et al. (2010).

Segundo CARVALHO JR. (2005), no ponto 1 da fotomicrografia de MEV-IES apresentada na Figura 3.6, o elevado valor de cálcio e as presenças de enxofre e alumínio, associados à morfologia característica (agregados radiais de fitas euédricas) indicam que a fase dominante na microestrutura provavelmente é etringita. No ponto 2, o teor elevado de cálcio, também associado à morfologia característica (placas) indica que esta fase é calcita (ou portlandita). Todos os resultados das microanálises químicas EDS, pontos 1 e 2 da Figura 3.6, podem ser vistos na Tabela 3.1.

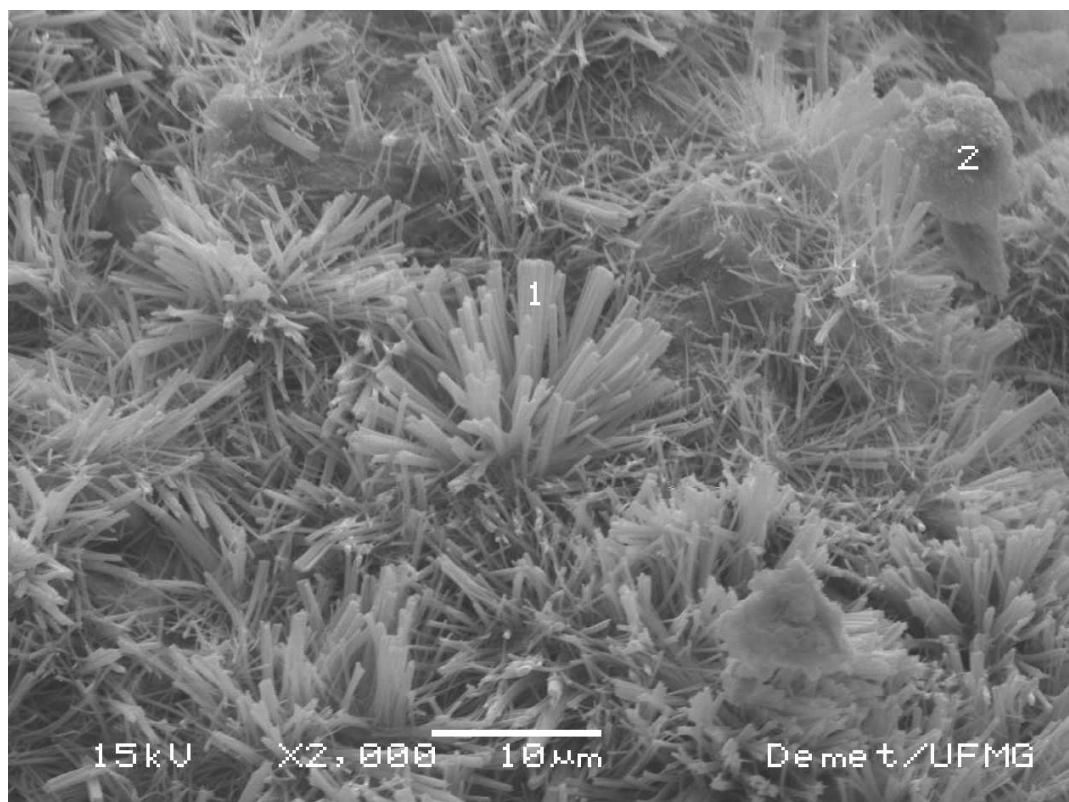


Figura 3.6 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico / reboco pronto (vista de superfície do bloco cerâmico após a retirada do reboco) MEV-IES.

Fonte: CARVALHO JR. (2005).

Tabela 3.1 – Microanálises EDS, pontos 1 e 2 da Figura 3.6

Miniárea ou ponto	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	SO ₃ (%)	K ₂ O (%)	CaO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	∑ (%)	Interpretação (fases prováveis)
1	11,2	30,0	15,6	2,1	39,2	1,9	100,0	etringita (+ CSH)
2	14,8	25,3	17,7	1,8	39,2	1,2	100,0	portlandita (+CSH)

Fonte: CARVALHO JR. (2005).

Ainda em seu trabalho (CARVALHO JR., 2005), mostra a fotomicrografia que pode ser vista na Figura 3.7, e comenta que devido ao elevado teor de cálcio (39,0%) e à presença de enxofre (34,2%), associados a morfologia (agregados radiais de fitas euédricas), conclui-se as fitas focadas na Figura 3.7 é a etringita, que contém ainda 11,3% de SiO₂ em solução sólida.

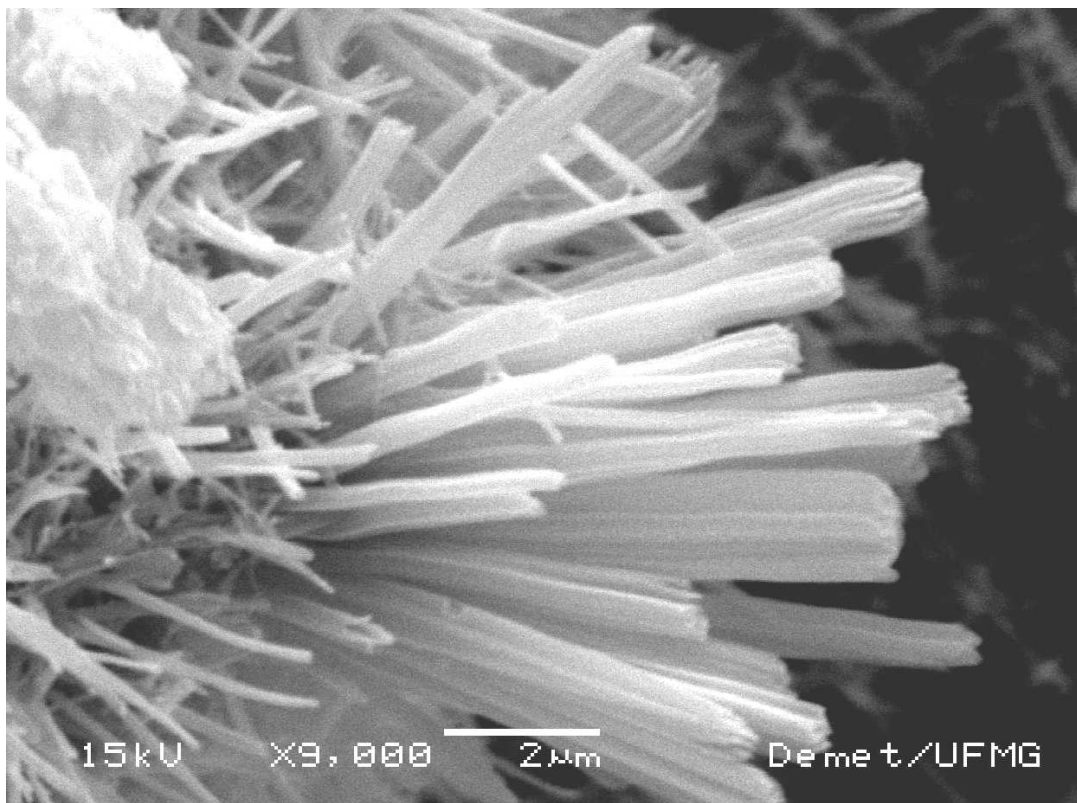


Figura 3.7 – Fotomicrografia do bloco cerâmico próximo a interface junto ao reboco pronto (vista lateral do bloco cerâmico após a retirada do reboco) MEV-IES.

Fonte: CARVALHO JR. (2005).

3.3.1 Superfícies e interfaces

Segundo ORÉFICE et al. (2006), existem diversos conceitos de superfície e interface apresentados na literatura, mas a maioria deles converge para o proposto por J. B. Hudson, 1992: “Uma superfície ou interface existe em um sistema em qualquer caso que houver uma mudança abrupta nas propriedades do sistema com a distância”, conforme pode ser visto na Figura 3.8.

Pode-se entender então que, uma vez que se está avaliando uma propriedade do sistema, quando houver uma descontinuidade na medida desta propriedade, haverá aqui uma interface ou também denominada fronteira deste sistema (ORÉFICE et al.,2006). Como exemplos de propriedades de um sistema pode-se citar:

- a) Densidade;
- b) Estrutura Cristalina;

- c) Orientação Cristalina;
- d) Composição Química;
- e) Ferromagnetismo;
- f) Porosidade.

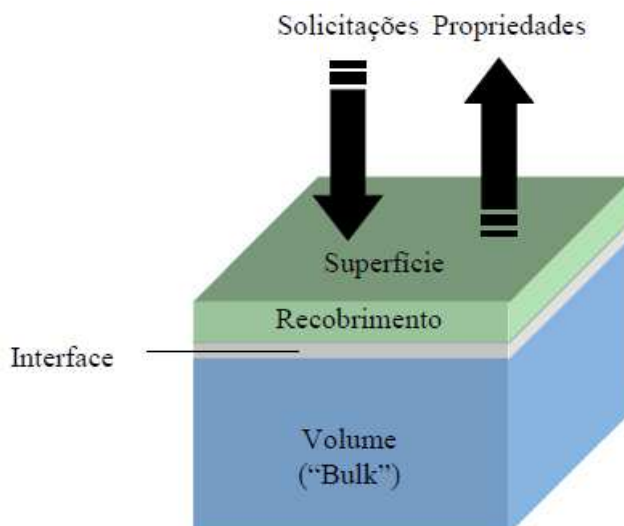


Figura 3.8 – Ilustração das entidades que compõem um material.

Fonte: ORÉFICE et al. (2006).

Segundo SILVA (2004), os estudos sobre o mecanismo de aderência entre argamassas à base de cimento e substratos porosos, os quais deram os primeiros indícios da morfologia dos produtos hidratados na interface, começaram a ser desenvolvidos na década de 30.

DÉTRICHÉ et al. (1985) usaram técnicas de difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para investigar a interface do substrato cerâmico e a argamassa de cimento. Nesse estudo se observou a formação de uma camada de etringita na interface, cuja concentração variava a diferentes distâncias da superfície do tijolo. Ela era máxima na interface e diminuía à medida que se afastava do substrato. Ainda segundo DÉTRICHÉ et al. (1985), esse gradiente de concentração é devido à sucção do substrato. Os íons sulfatos, os quais são liberados quando a gipsita se dissolve em contato com a água, são os primeiros a entrar em solução e devido à sucção do substrato são conduzidos para a interface, formando a camada de etringita. Desta forma, os outros produtos de hidratação, como o Ca(OH)_2 não podem se precipitar na região da interface com o substrato em quantidades significativas.

Ainda segundo estes autores, a aderência entre a pasta de cimento e o substrato cerâmico é proveniente do intertravamento mecânico da etringita nos poros da base, uma vez que ela foi o principal produto de hidratação do cimento cristalizado na interface. No entanto, ainda segundo esses estudos, a adesão da camada de etringita não é frequentemente o fator mais importante. Para os substratos cerâmicos com alta sucção, onde o cimento não foi totalmente hidratado, as rupturas normalmente ocorrem atrás da camada de etringita, dentro da argamassa próxima à interface.

Dessa forma, o grau de hidratação do cimento próximo à interface é determinado pela sucção do substrato. Nesse processo de sucção, parte da água de amassamento da argamassa próximo ao substrato cerâmico é retirada, não deixando água suficiente para completar a hidratação da pasta aglomerante, criando uma região de menor aderência.

CARASEK (1996) também concluiu que a ruptura macroscopicamente identificada como decorrente da falta de aderência não acontece na região rica em etringita, mas sim no interior da camada da argamassa em uma região próxima à interface. Essa camada de argamassa, onde ocorre a ruptura, é constituída provavelmente por gel de CSH e hidróxido de cálcio, às vezes carbonatado.

Segundo POLITO (2013), o processo de sucção proveniente do substrato, também chamado de “efeito superfície”, provoca o acúmulo de um filme de água próximo à superfície, sendo responsável por uma elevada relação a/c nesta região. Entretanto, sobre substratos muito absorventes, este pode retirar parte da água de emassamento da argamassa próxima, não deixando água suficiente para a hidratação completa da pasta, resultando em uma região de menor resistência.

Os produtos de hidratação dos aglomerantes da pasta penetram a profundidades entre 0,1 e 1,6mm no interior do substrato. A principal fase encontrada é a etringita. Não existe evidência de penetração de CSH, hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio (CARASEK, 1996; POLITO, 2008) (Figura 3.9).

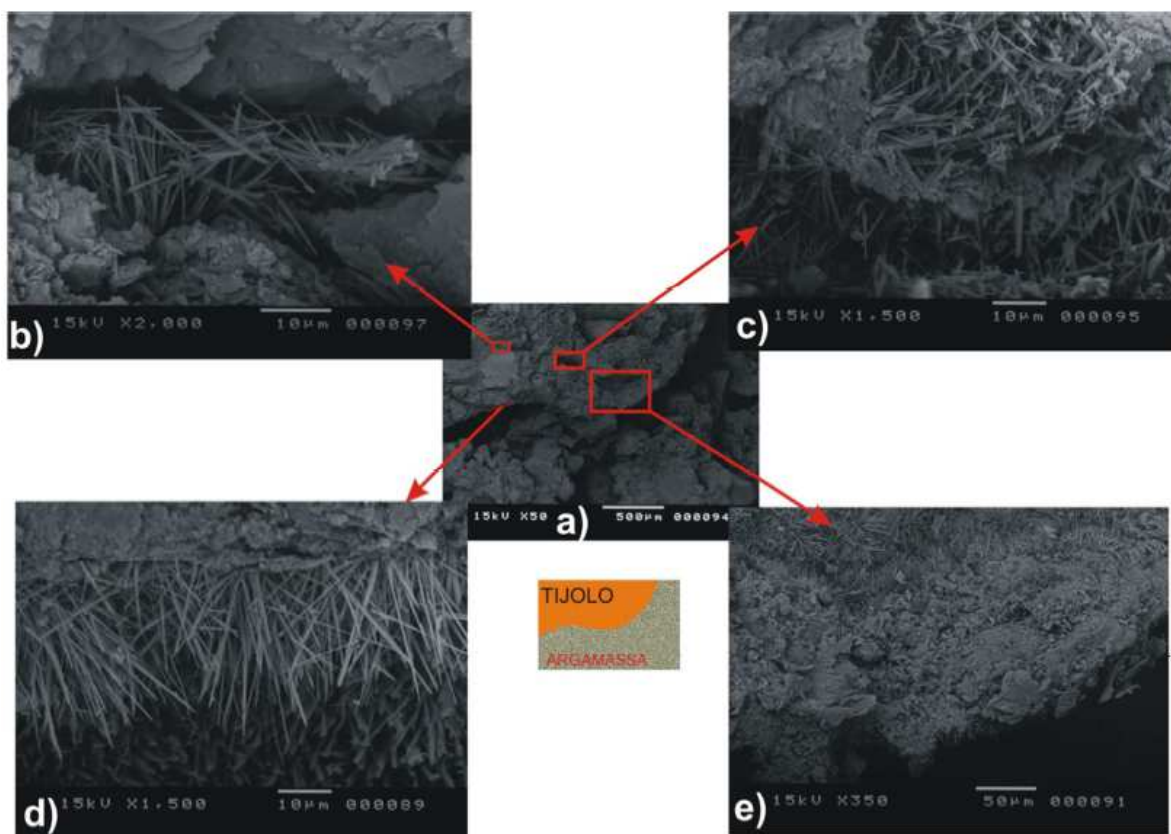


Figura 3.9 – Fotomicrografias do perfil do bloco cerâmico aderido à argamassa 1:0:6. a) vista geral; b) cristais de etringita no interior de poros a 100 μ m de profundidade; c) cristais de etringita no interior de poros a 100 μ m de profundidade; d) cristais de etringita perpendiculares à superfície do substrato; e) cristais de etringita no interior de poros a 100 μ m de profundidade. MEV-IER.

Fonte: POLITO (2008).

3.3.2 Morfologia e hábito mineral

Se um mineral se apresenta segundo cristais suficientemente demarcados, utilizam-se frequentemente as seguintes designações, para descrever o seu aspecto ou hábito:

- a) Capilar, quando os cristais são finos como cabelos;
- b) Acicular, com o aspecto de agulhas;
- c) Colunar, quando os cristais prismáticos têm dimensões que fazem lembrar colunas;
- d) Tabular, quando a forma dos cristais é dominada por duas faces paralelas, próximas, muito desenvolvidas;
- e) Cúbico, octaédrico, prismático, romboédrico, etc., isto é, designações referentes à forma poliédrica dominante desses cristais.

Porém o mais frequente, é a ocorrência dos minerais segundo massas finamente cristalizadas ou, mesmo, sem qualquer aparência de cristalização.

Para o primeiro caso, são comuns os hábitos:

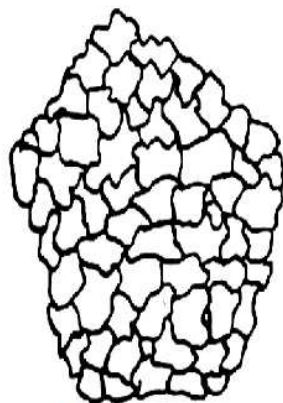
- a) Micáceo, quando o mineral é divisível segundo finíssimas lâminas (como as micas), diz-se ainda, hábito lamelar e hábito escamoso, conforme a divisão se dá por lamelas ou por escamas, respectivamente;
- b) Fibroso, quando a massa mineral aparenta ser formada por fibras;
- c) Granular, quando constituída por um agregado de pequenos grãos.

Para o segundo caso, são comuns os hábitos:

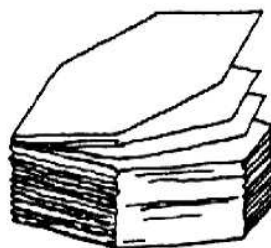
- a) Terrosa, se o mineral for friável;
- b) Concrecionada, se exhibir camadas concêntricas;
- c) Brechiforme, se faz lembrar uma brecha, ou seja, quando fragmentos mais ou menos angulosos do mineral ocorrem no meio de outros mais finos, do mesmo mineral, os quais constituem como que um cimento aglutinador.

Além disso, certas massas minerais, finamente cristalinas ou maciças, ocorrem com uma forma global, sugestiva de objetos comuns. Entre estas estruturas citam-se, reniforme (em forma de rim), amigdalóide (de amêndoa), botrióide ou botrioidal (de cacho), estalactítica, globular, mamilar.

Na Figura 3.10 pode ser observada as principais morfologias minerais.



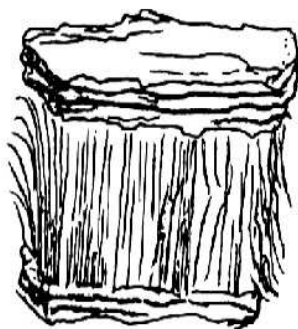
Maciço e granuloso



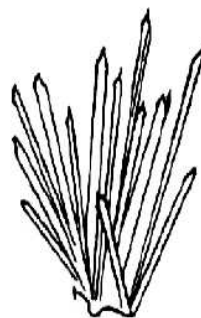
Lamelar e foliado



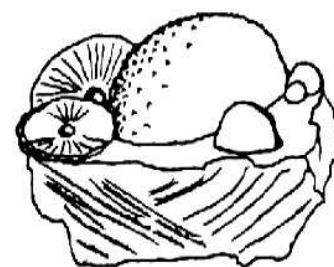
Laminado



Fibrosa



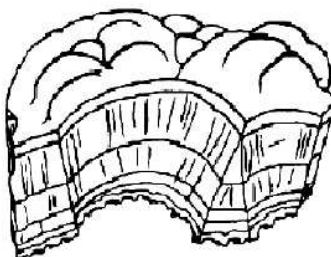
Acicular



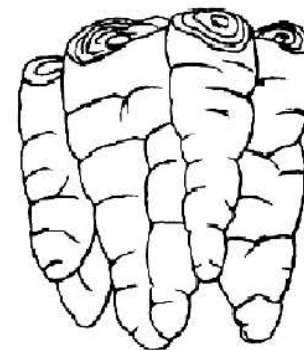
Irradiado e globular



Dendrítico



Botrioidal



Coloforme, forma de estalactite oca

Figura 3.10 – Morfologias (hábito) comuns a estruturas minerais.

Fonte: KLEIN (1989).

3.4 Métodos de caracterização

Segundo ORÉFICE et al. (2006), é crescente o interesse pela área de análise e caracterização de materiais devido à necessidade de seleção adequada do material baseado no desempenho do sistema em estudo. Dependendo das solicitações a que este material ou sistema será submetido, a caracterização poderá abranger a avaliação de propriedades mecânicas, elétricas, bioatividade, imunogenicidade, eletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas e até mesmo a combinação de duas ou mais destas propriedades. Esta caracterização de propriedades visa principalmente estimar o desempenho no período de “vida útil” do material, minimizando a possibilidade de degradação e falhas indesejáveis durante a utilização do produto.

Ainda segundo ORÉFICE et al. (2006), no procedimento de caracterização de materiais, podem-se definir os seguintes aspectos importantes, a serem avaliados, não necessariamente na sequência apresentada:

- a) Composição química;
- b) Tamanho, forma e distribuição;
- c) Fases e estruturas (cristalino, amorfo, etc);
- d) Microestrutura;
- e) Superfícies, interfaces e recobrimentos.

3.4.1 Lupa estereoscópica

O tipo mais simples de microscópio é conhecido como lupa estereoscópica sendo composto, essencialmente, de objetiva e de ocular, que permite a observação de estruturas, numa faixa relativamente baixa de aumento. Este microscópio possui dois caminhos ópticos completamente independentes, possibilitando o efeito de paralaxe das duas imagens correspondentes, o que origina o efeito estereoscópico ou de visão tridimensional.

A profundidade de foco e a largura de campo são muito maiores do que no microscópio óptico convencional, o que permite o exame de objetos tridimensionais. A lupa estereoscópica é muito utilizada para a observação de partículas relativamente grandes de materiais, rochas e minérios, agregados, superfícies de materiais, superfícies de fratura de

metais, amostras de fibras, dentre outros produtos das indústrias química, metalúrgica e de materiais.

A lupa estereoscópica é um instrumento óptico que usa ampliação e iluminação adequadas para melhorar a visibilidade de objetos, sendo utilizada para observação e documentação.

A principal função da lupa é uma primeira observação da superfície dos materiais a serem analisados posteriormente por outras técnicas. Por ser um método rápido e que não exige um preparo complicado, torna-se muito útil em um primeiro contato com a amostra.

3.4.2 Difração de raios-X (DRX)

Raios-X são radiações eletromagnéticas de comprimento de onda curto produzidas pela aceleração ou desaceleração de elétrons de alta energia ou pela transição eletrônica envolvendo elétrons nos orbitais internos dos átomos. A faixa de comprimento de onda coberta pelos raios-X varia de aproximadamente 10^{-5} a 100 ângstroms aproximadamente, porém a espectroscopia convencional de raios-X confina-se à região de 0,1 a 25 ângstroms, principalmente (SKOOG et al., 2002).

Segundo ORÉFICE et al. (2006), nos equipamentos analíticos, os raios-X são obtidos de três maneiras diferentes: pelo bombardeamento de um alvo metálico com um feixe de elétrons de alta energia, pela exposição de uma substância a um feixe de raios-X de tal maneira a gerar um feixe secundário de fluorescência de raios-X e idem pelo emprego de uma fonte radioativa, via bombardeio de raios gama.

ORÉFICE et al. (2006) ainda comentam, que em um experimento de difração é necessário, inicialmente, um gerador de raios-X. Estes são obtidos em um tubo no qual existe uma fonte de elétrons, uma alta tensão de aceleração e um alvo metálico. Os elétrons emitidos termoionicamente em um filamento e acelerados pela diferença de potencial, ao interagirem com o alvo metálico, resultam na emissão de raios-X, principalmente pelo decaimento de elétrons, de uma camada mais externa para uma mais interna, devido à remoção de um elétron de uma camada interna.

O método de difração de raios-X (DRX) é de grande importância na análise mineralógica/microestrutural, por fornecer informações sobre a natureza e os parâmetros do reticulado cristalino, assim como detalhes a respeito do tamanho, da perfeição e da orientação dos cristais. A utilização deste instrumento neste trabalho está relacionada com a identificação de fases cristalinas, para subsidiar as análises do microscópio eletrônico de varredura (PADILHA & AMBROSIO FILHO, 2004).

PADILHA & AMBROSIO FILHO (2004) ainda observam que o estudo do espectro de difração obtido através deste instrumento possibilita a determinação da fração volumétrica de cada fase (considerando, porém, a dificuldade de detecção de fases com frações volumétricas menores que 3 – 5%, devido ao fato de seus picos se confundirem com a radiação de fundo, além da superposição pelas raiais das fases majoritárias).

Segundo ORÉFICE et al. (2006), a DRX é uma poderosa técnica utilizada, primeiramente, para identificar as fases cristalinas presentes nos materiais, pois cada sólido cristalino tem o seu padrão único de difração de raios-X que pode ser utilizado como para a sua identificação. Permite também a medida de propriedades estruturais destas fases, tais como: estado de deformação, tamanho de grão, composição da fase, orientação preferencial e estrutura de defeitos e é usada para determinação da espessura de filmes finos e multicamadas e arranjos atômicos em interfaces.

Na química, a difração de raios-X pode gerar informações valiosas sobre características da estrutura de um composto uma vez que é possível, a partir do uso da difração de raios-X, obter informações precisas sobre a possível estrutura do composto. Estas informações geradas pelo fenômeno físico da difração, ou seja, pela interação com os elétrons da rede cristalina e também pela interferência, iniciam-se quando os raios-X incidem sobre um cristal e ocorre a penetração do raio na rede cristalina (SKOOG et al., 2002).

Segundo ORÉFICE et al. (2006), o espectro de DRX permite uma análise quantitativa do material, pois a intensidade do pico do componente é proporcional a sua quantidade na amostra, devendo ser corrigida, apenas, devido à absorção. Considera-se como uma grande vantagem a possibilidade de identificação da quantidade das espécies químicas presentes e não apenas dos elementos químicos, o que não é possível através da análise química via

úmida. Além disso, o espalhamento de fundo do espectro (background) fornece informação sobre a quantidade de fase não cristalina presente.

De acordo com BRANDÃO (2010), a estrutura repetitiva, caracterizada pela distância interplanar d , torna possível a difração de raios-X. Segundo PADILHA & AMBROSIO FILHO (2004), se um feixe de raios-X com uma dada frequência incidir sobre um átomo isolado, elétrons deste átomo serão excitados e vibrarão com a frequência do feixe incidente.

Segundo BRANDÃO (2010), estes raios-X ao interagirem com o material será observada difração quando ocorrer interferência construtiva entre os raios difratados. Esta condição será satisfeita quando a diferença do comprimento dos caminhos entre raios-X adjacentes for igual a um número inteiro (n) de comprimentos de onda (λ). A relação que demonstra esta condição é a equação de Bragg (3.1),

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (3.1)$$

Onde: d é o espaço interplanar e θ é o ângulo de espalhamento.

BRANDÃO (2010) ainda comenta que cada átomo funciona como um núcleo de espalhamento da radiação e este espalhamento ocorrerá em todas as direções do espaço.

A interferência construtiva se dará somente segundo determinadas direções, no caso, quando os átomos estiverem regularmente espaçados em um reticulado cristalino e a radiação incidente apresentar comprimento de onda da ordem de grandeza deste espaçamento (PADILHA & AMBROSIO FILHO, 2004).

Um exemplo disto pode ser observado na Figura 3.11, onde um feixe monocromático de raios-X, com comprimento de onda λ , incide com um ângulo em um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d .

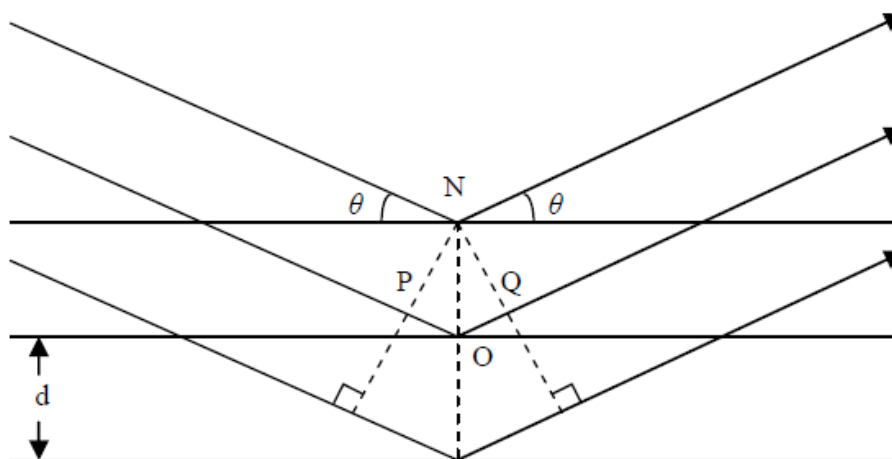


Figura 3.11 – Difração de raios-X por um cristal.

Fonte: PADILHA & AMBROSIO FILHO (2004).

Segundo ORÉFICE et al. (2006), é interessante observar, no entanto, que verificar a equação de Bragg é necessário, mas não suficiente para garantir a difração em materiais cristalinos cuja célula unitária possua átomos situados em outras posições além dos vértices da célula unitária, isto é, ao longo das arestas, nas faces ou no seu interior. Isto resulta porque, nestes materiais pode ocorrer espalhamento por estes átomos, o que pode produzir interferência. Os raios difratados são, então, captados pelo detector. Dependendo do tipo de detector utilizado (filmes fotográficos ou contadores) serão obtidos os padrões de difração do material na forma de pontos brilhantes no filme ou de picos no espectro.

3.4.3 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX)

A fluorescência de raios-X é gerada pela perturbação dos orbitais eletrônicos dos átomos, que pode ser realizada pelo bombardeamento da amostra com elétrons de alta energia, raios-X de maior energia ou partículas aceleradas carregadas. Qualitativamente, observa-se que a intensidade da emissão do contínuo aumenta com o crescimento do número atômico do elemento, com o aumento da corrente do feixe de elétrons e com o aumento do potencial de aceleração do elétron (JESUS FILHO, 1999).

Segundo BRANDÃO (2010), a técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X (*X-ray fluorescence – XRF*) utiliza um instrumento sequencial de configuração WDS (*wavelength dispersive spectrometer*), ou espectrômetro dispersivo em comprimento de

onda, que prioriza a alta intensidade da excitação, isto é, usa um tubo de anodo de ródio de alta intensidade (mínimo de 3000-4000 watt). O objetivo é minimizar o limite de detecção para todos os elementos químicos, atingindo a faixa de partes por milhão e mesmo partes por bilhão, para vários elementos.

Segundo BELMONTE (2005), FRX é uma técnica de análise qualitativa e quantitativa da composição química de amostras, e consiste na exposição de amostras sólidas e líquidas a um feixe de radiação para excitação e detecção da radiação fluorescente resultante da interação da radiação com o material da amostra. Ele ainda comenta que a FRX é uma técnica que obtém ótimos resultados para análises de amostras sólidas e o sucesso depende de um bom preparo das amostras, estas sendo planas e homogêneas.

A fluorescência de raios-X é um dos métodos instrumentais mais utilizados na identificação qualitativa dos elementos com número atômico maior que o boro ($Z \geq 5$), além disso, é muito empregada em análise elementar semiquantitativa e quantitativa. Uma grande vantagem da técnica é de preservar a amostra, pois é não-destrutiva (SKOOG et al., 2002).

ENZWEILER (2010) comenta que a espectrometria de fluorescência de raios-X é uma das técnicas analíticas mais utilizadas em geoquímica. As aplicações principais são as determinações de elementos maiores, menores e traços em rochas, solos e sedimentos. Dentre os elementos e traços, os mais favoráveis à determinação por FRX, em função de limites de detecção são bário (Ba), cério (Ce), cromo (Cr), cobre (Cu), gálio (Ga), lantânio (La), nióbio (Nb), níquel (Ni), chumbo (Pb), rubídio (Rb), escândio (Sc), estrôncio (Sr), tório (Th), vanádio (V), ítrio (Y), zinco (Zn) e zircônio (Zr), sendo os resultados sempre de concentrações elementares totais. A FRX também pode ser útil na análise de amostras mineralizadas, para determinar elementos em concentração anômala como, por exemplo, arsênio (As), antimônio (Sb), bismuto (Bi), tântalo (Ta) e tungstênio (W).

Ainda segundo ENZWEILER (2010), um dos principais atrativos da técnica de FRX é a relativa simplicidade de preparação da amostras já pulverizadas. A fusão das amostras com fundentes e o posterior resfriamento produz vidros.

Esta forma de homogeneização da amostra facilita a determinação de elementos maiores e menores como sódio (Na), magnésio (Mg), alumínio (Al), silício (Si), fósforo (P), potássio

(K), cálcio (Ca), titânio (Ti), manganês (Mn) e ferro (Fe), muito comuns nas argamassas de cimento Portland. A preparação direta de pastilhas prensadas a partir de amostras pulverizadas também é muito utilizada, mas encontra aplicação mais frequente na determinação de elementos e traços.

Elementos leves com número atômico menor que cinco não são analisados na FRX convencional e a baixa concentração de muitos elementos e traços, como por exemplo, metais nobres em amostras geológicas comuns impede a sua determinação por esta técnica.

3.4.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

De acordo com PADILHA & AMBROSIO FILHO (2004), no estudo de materiais de engenharia três tipos de microscopia são utilizados em grande extensão: microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Destaca-se, entretanto, o potencial do MEV, ou *scanning electron microscope* (SEM), para a análise morfológica de superfícies irregulares, como no caso das amostras não polidas de blocos cerâmicos e de amostras de conjuntos bloco cerâmico/argamassa que serão avaliadas neste trabalho, devido à sua excelente profundidade de foco e ampla faixa de aumentos.

O princípio da microscopia eletrônica de varredura consiste na emissão de um feixe de elétrons por um filamento de tungstênio, que concentrado, controlado e reduzido por um sistema de lentes eletromagnéticas, diafragmas e bobinas, conforme a Figura 3.12, incide sobre a amostra, provocando uma série de emissões de sinais relacionados com a interação do feixe de elétrons incidente e a amostra. Os sinais emitidos encontram-se sob a forma de elétrons – secundários, retroespalhados, absorvidos, transmitidos, difratados, etc. – e de fótons de luz (fotoluminescência) e raios-X, os quais são captados por detectores apropriados, sendo amplificados e processados num sistema analisador específico para cada tipo de sinal (ORÉFICE et al., 2006).

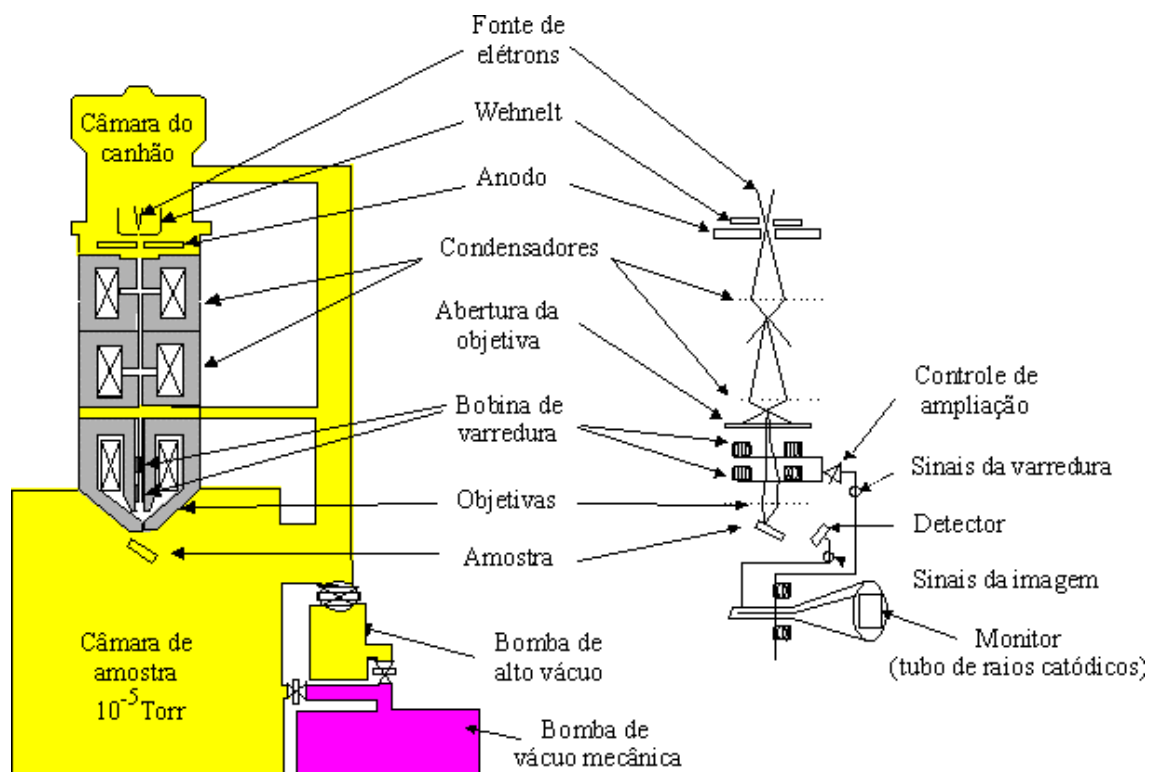


Figura. 3.12 – Diagrama representativo de funcionamento do microscópio eletrônico de varredura convencional.

Fonte: ORÉFICE et al. (2006).

Ainda segundo ORÉFICE et al. (2006), para a garantia do livre caminho médio dos elétrons, é necessário um sistema de alto vácuo (933 – 1333Pa) nas partes essenciais do equipamento (coluna e câmara porta-amostras).

A formação de imagem no MEV se dá através de elétrons de alta energia que são focados em um feixe fino, o qual é varrido sobre a superfície da amostra. Interações complexas do feixe de elétrons com os átomos da amostra produzem uma larga variedade de emissões de radiação. Componentes desta radiação são coletados pelos detectores específicos e o sinal resultante é amplificado e exibido num tubo de raios catódicos ou tela de televisão, varrido em sincronismo com a varredura da amostra (GOLDSTEIN et al., 1992).

BRANDÃO (2010) identifica os processos de interação possíveis dos elétrons com a matéria conforme ilustrado na Figura 3.13.

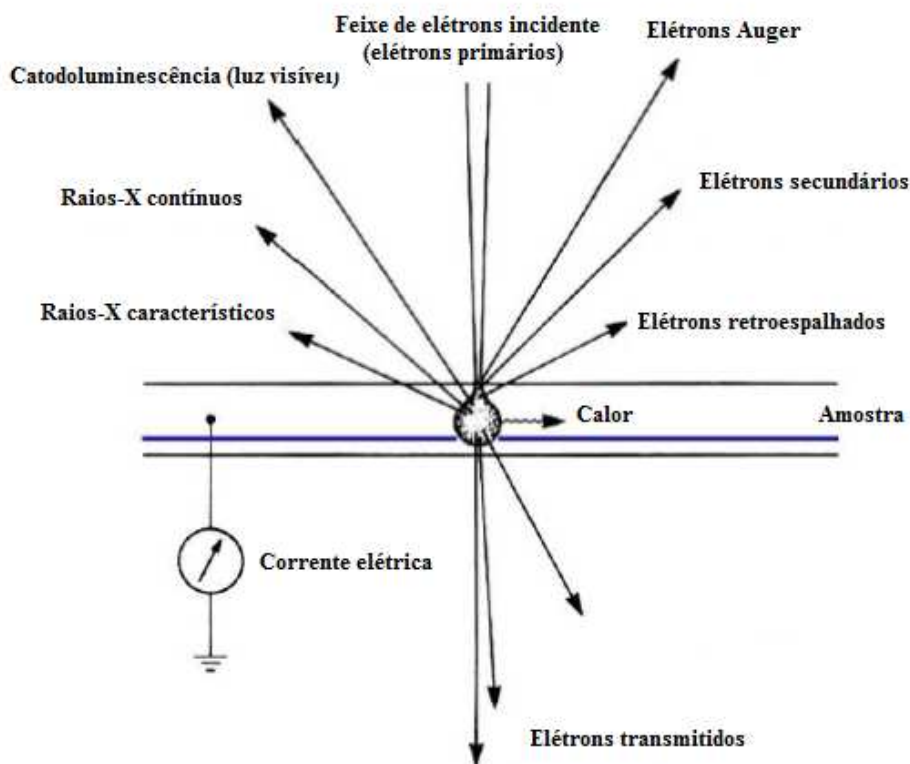


Figura 3.13 – Processos de interação possíveis durante a incidência de um feixe de elétrons em uma amostra sólida.

Fonte: BRANDÃO (2010).

Segundo BRANDÃO (2010), os elétrons secundários apresentam energia relativamente baixa ($<100\text{eV}$) e provém de uma área (volume) relativamente pequena da amostra ($<10\text{nm}$). Apresentam excelente resolução e potencial para formação de imagens com elevados aumentos máximos (30.000 a 100.000X). O contraste dependerá da massa específica do material da amostra: materiais com menores massas específicas serão observados com tonalidades mais escuras e materiais com maiores massas específicas mostrarão tonalidades mais claras. Também a topografia da amostra influi: os topos aparecerão com tonalidades mais claras e os fundos dos vales com tons mais escuros; superfícies planas apresentarão tonalidades médias.

Ainda segundo BRANDÃO (2010), os elétrons retroespalhados apresentam energia relativamente alta (20 a 25keV) e provém de uma área (volume) mediana da amostra, com aproximadamente 100nm de diâmetro. Apresentam resolução média e potencial para formação de imagens com aumentos medianos (máx. 5.000X). O contraste, assim como no caso dos elétrons secundários, dependerá também da massa específica do material da

amostra, da topografia da amostra e ainda da composição química (número atômico médio) do material da amostra.

O processamento eletrônico dos sinais dos detectores de elétrons retroespalhados pode ser do tipo COMPO ou TOPO. O modo COMPO prioriza nas imagens a composição química, incentivando o contraste, fazendo fases de maior número atômico aparecerem ainda mais claras e as de menor Z médio mais escuras; no modo TOPO, ao contrário, a topografia é maximizada, ampliando-se os aspectos de relevo diferencial da amostra.

Segundo PADILHA & AMBROSIO FILHO (2004), os elétrons absorvidos correspondem à fração dos elétrons primários que perdem toda sua energia na amostra, constituindo a chamada corrente da amostra.

Ainda segundo estes autores, os raios-X são utilizados na microanálise do material. De acordo com a Lei de Moseley, a energia dos fótons emitidos do volume irradiado da amostra é proporcional ao número atômico. O volume excitado para a radiação-X é definido pelo espalhamento do feixe primário de elétrons segundo as interações com os núcleos e elétrons dos átomos constituintes da amostra. A zona excitada é muito maior que o diâmetro do feixe, devido a mudanças nos momentos dos elétrons. O volume da amostra onde os raios-X são produzidos é determinado essencialmente pela energia do feixe primário; entretanto, o formato deste volume depende particularmente do número atômico médio desta região da amostra.

Os elétrons transmitidos são utilizados na microscopia eletrônica de transmissão (PADILHA & AMBROSIO FILHO, 2004) e a catodoluminescência, luz emitida, é analisada utilizando-se equipamentos específicos para esta finalidade (BRANDÃO, 2010).

Ainda segundo BRANDÃO (2010), o vértice do feixe de elétrons deve apresentar o menor diâmetro possível, aproximar-se o quanto for possível de um ponto. Quanto menor este diâmetro um maior nível de detalhes poderá ser percebido na amostra (ou seja, melhor será a resolução e, portanto, maior será o aumento máximo potencial).

BRANDÃO (2010) ainda observa a necessidade de preparo da amostra para que a mesma se torne condutora através, por exemplo, da metalização utilizando-se uma liga de ouro ou

ouro-paládio. A amostra condutora é aterrada para que se dissipe a carga elétrica negativa de sua superfície, oriunda da absorção dos elétrons do feixe primário. A cobertura condutora e o contato com o porta-amostra também permitem a remoção do calor, gerado pela interação do feixe de elétrons com a amostra. Posteriormente, a amostra é posicionada na câmara do MEV, onde é colocada no vácuo apropriado, da ordem de 10^{-5} a 10^{-6} Torr, para que então se proceda a sua análise.

3.4.5 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG)

A mais importante inovação no campo da microscopia eletrônica de varredura, nos últimos anos, foi a introdução do MEV de alta resolução. A parte chave para este feito foi a fonte do feixe de elétrons, com o sistema denominado de field emission gun – FEG ou canhão por emissão de efeito de campo, em português. Nesta variante do MEV, denominado MEV-FEG, este canhão substituiu o filamento convencional. O FEG consiste de uma ponta de tungstênio extremamente fina, o que conduz a uma resolução muito melhor que a do filamento convencional.

Assim, com o MEV-FEG consegue-se resolução nominal de, pelo menos, 1,8nm, mas que nos bons instrumentos atuais pode chegar a 0,8nm. Além disto, tem-se uma grande emissão de elétrons e conseqüente uma elevada densidade de corrente, cerca de 10^5 A/cm², quando comparada com a do filamento de tungstênio que é de 3A/cm² (MALISKA, 2005).

A fonte de emissão por efeito de campo tem como princípio básico de funcionamento a criação de campos elétricos intensos em formas pontiagudas. Permite a ampliação da superfície em dezenas de milhares de vezes com uma pequena voltagem de aceleração de elétrons, reduzindo efeitos de acúmulo de cargas na superfície de materiais isolantes e a profundidade de penetração do feixe em algumas dezenas de nanômetros. Esta última característica é particularmente útil no estudo de filmes finos, pois faz com que a imagem de elétrons secundários seja formada por elétrons arrancados predominantemente das camadas superficiais do material (SENA, 2004).

Com o MEV-FEG, pode-se conseguir aumentos válidos de 100.000 a 300.000, com excelentes resolução e contraste e, praticamente, com as mesmas facilidades de preparação de amostras do MEV convencional (MALISKA, 2005).

Segundo GOLDSTEIN et al. (1992), o MEV-FEG deve ser operado com vácuo na região de 10^{-10} Torr, a fim de se obter a emissão de elétrons estáveis com um feixe bem colimado, da ordem de 1 a 2nm. Isso permite trabalho com a tensão de operação mais baixa e com melhor resolução do que o MEV convencional. A tensão de operação é a tensão de aceleração dos elétrons que pode variar de 1 a 40kV, e quanto menor a tensão de aceleração, mais fino torna-se o feixe de elétrons, o que resulta em uma melhor resolução.

3.4.6 Espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS)

Apesar da técnica de espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS) ser uma análise espectroscópica, ela é usualmente apresentada juntamente com a microscopia eletrônica de varredura pela sua disponibilidade nestes equipamentos. Os microscópios eletrônicos de varredura, geralmente, possuem acoplado o equipamento de microanálise, permitindo a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de micrometros. As informações, qualitativas e quantitativas, sobre os elementos presentes são obtidas pela captação dos raios-X característicos resultantes da interação do feixe primário com a amostra (ORÉFICE et al., 2006).

Ainda segundo estes autores, este tipo de análise usa um material semicondutor, para detectar os raios-X, e um analisador multicanal e converte a energia de raios-X em uma contagem eletrônica. A partir do valor acumulado destas contagens, é criado um espectro que representa a composição química da amostra. Para a análise quantitativa dos elementos, deve-se utilizar padrões com concentrações conhecidas dos elementos a serem analisados.

Os raios-X característicos permitem a obtenção de um mapa de imagem da distribuição de um elemento em uma amostra não-homogênea. Quando um elétron, geralmente do feixe primário, interage inelasticamente com a amostra removendo um elétron de uma camada interna (K, L, M, N), deixa o átomo em um estado excitado de energia, permitindo que um elétron de uma camada mais energética decaia para preencher o vazio. Este decaimento ocorre com emissão de energia na forma de um fóton de raios-X. Como as diferenças de energia são bem definidas e específicas dos elementos, estes fótons são denominados raios-X característicos e permitem identificar o elemento que está emitindo a radiação.

Nesta aplicação, um determinado elemento é inicialmente selecionado para ser detectado e ter sua posição identificada. Quando o elemento é detectado, enquanto o feixe primário varre a área em análise, um ponto brilhante é mostrado na tela do CRT e a sua localização está relacionada com o local de detecção na amostra. Após várias passagens do feixe de elétrons sobre a área, é gerado um mapa de regiões brilhantes que representa a distribuição relativa do elemento previamente selecionado (ORÉFICE et al., 2006).

Segundo BRANDÃO (2010), o microanalisador EDS é um instrumento simultâneo; portanto, ele pesquisa e analisa todos os elementos ao mesmo tempo, com o auxílio significativo da computação. Assim as análises são rápidas e muito informativas, prestando-se a análises qualitativas e semiquantitativas, que podem ter significado estatístico bom, tanto em precisão como em exatidão, com o uso adequado de padrões.

Nas análises quantitativas sem padrão, o uso intenso da computação têm evoluído muito em qualidade e confiabilidade, sendo especialmente adequado para estudos exploratórios em amostras pouco conhecidas (ou mesmo desconhecidas), além disso, as imagens de elétrons obtidas no instrumento são otimizadas quanto à qualidade, podendo ter a resolução total do MEV (BRANDÃO, 2010).

3.4.7 Microscopia de força atômica (MFA)

A microscopia de efeito túnel (STM) tornou-se uma ferramenta útil na caracterização de superfícies de metais e semicondutores em escala atômica, sendo que a maior limitação deste método é a necessidade da condutividade da amostra. Em 1986, BINNIG, QUATE e GERBER propuseram um novo microscópio para superar este obstáculo, pois ao invés de medir corrente elétrica, mediriam forças em escala atômica. A partir daí, cerâmicas, polímeros, vidros, filmes orgânicos frágeis e biomoléculas foram alvo de análise por microscopia de força atômica (MFA) (ORÉFICE et al., 2006).

Segundo ISRAELACHVILI (1992), o microscópio de força atômica (MFA) pode ser considerado como um híbrido entre os equipamentos para medida da força em superfícies (SFA) e um perfilômetro (TEAGUE et al., 1982). O MFA pode operar no regime de trabalho conhecido como modo contato, similar ao perfilômetro, mas com força de carga muito menor.

Segundo ORÉFICE et al. (2006), o MFA, ou “*Scanning Force Microscope*” (*SFM*), pode ser operado de diversos modos. Entretanto, seu princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte, de 100 a 200 μ m de comprimento, em cuja extremidade livre está montada a sonda. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra.

Ainda segundo estes autores, as diferentes técnicas fornecem diversas possibilidades para fazer imagens de diferentes tipos de amostras e para gerar uma ampla gama de informações. Os modos de fazer as imagens, também chamados modos de varredura ou de operação, referem-se fundamentalmente à distância mantida entre a sonda, que se chama ponteira, e a amostra, no momento da varredura, e às formas de movimentar a ponteira sobre a superfície a ser estudada. A detecção da superfície realiza-se visando à criação de sua imagem. Há um contínuo de modos possíveis de fazer imagens, devido às diferentes interações em função da distância entre a ponteira e a amostra, assim como ao esquema de detecção utilizado. A escolha do modo apropriado depende da aplicação específica que se deseja fazer.

ORÉFICE et al. (2006) comentam ainda que o MFA opera medindo as forças entre a ponteira e a amostra que dependem de diversos fatores como, por exemplo, dos materiais que compõem a amostra e a ponteira, da distância entre elas, da geometria da ponteira e de qualquer tipo de contaminação que houver sobre a superfície da amostra.

Ainda segundo ele, quando a ponteira se aproxima da amostra, é primeiramente atraída pela superfície, devido a uma ampla gama de forças atrativas existentes na região, como as forças de van der Waals. Esta atração aumenta até que, quando a ponteira aproxima-se muito da amostra, os átomos de ambas estão tão próximos que seus orbitais eletrônicos começam a se repelir. Esta repulsão eletrostática enfraquece a força atrativa à medida que a distância diminui. A força anula-se quando a distância entre os átomos é da ordem de alguns angstroms, da ordem da distância característica de uma união química. Quando as forças se tornam positivas, pode-se dizer que os átomos da ponteira e da amostra estão em contato e as forças repulsivas acabam por dominar.

Porém, SKOOG et al. (2002) advertem que o desempenho de um microscópio de força atômica é dependente das características físicas da ponta utilizada que, nos dias atuais, são

produzidas por corrosão de placas de silício, óxido de silício ou nitreto de silício e são pequenas e delicadas, possuindo menos de dez micrômetros de largura e cerca de um micrômetro de espessura. A figura 3.14 ilustra o funcionamento do equipamento.

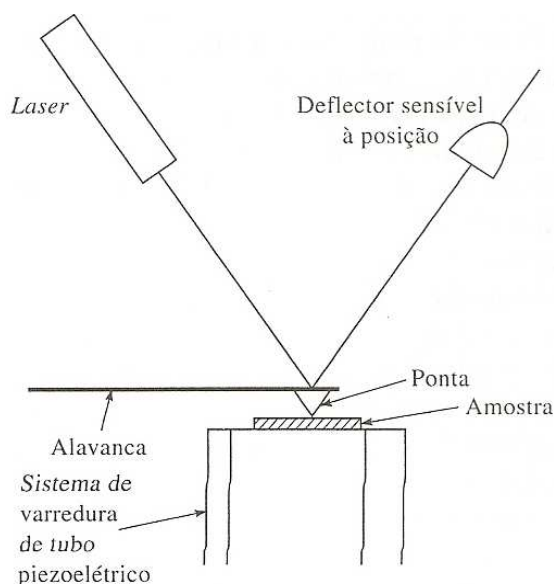


Figura 3.14 – Vista lateral de um detector óptico de deflexão.

Fonte: SKOOG et al. (2002).

O modo contato foi a primeira técnica utilizada para obtenção de imagem com MFA utilizando a detecção do tunelamento eletrônico (BINNIG et al, 1986). Nesse caso, as forças que interagem entre a agulha e a amostra – modo repulsivo – causam a deflexão quase estática, e essa deflexão é diretamente medida com o sistema de tunelamento eletrônico e/ou o sistema pela deflexão do feixe de laser.

Segundo HERRMANN JR et al. (1999), vários tipos de forças contribuem para a deflexão de uma haste em um MFA, conforme já comentado. A figura 3.15 ilustra de forma simplificada as forças envolvidas, de acordo com a distância que separa a agulha da amostra.

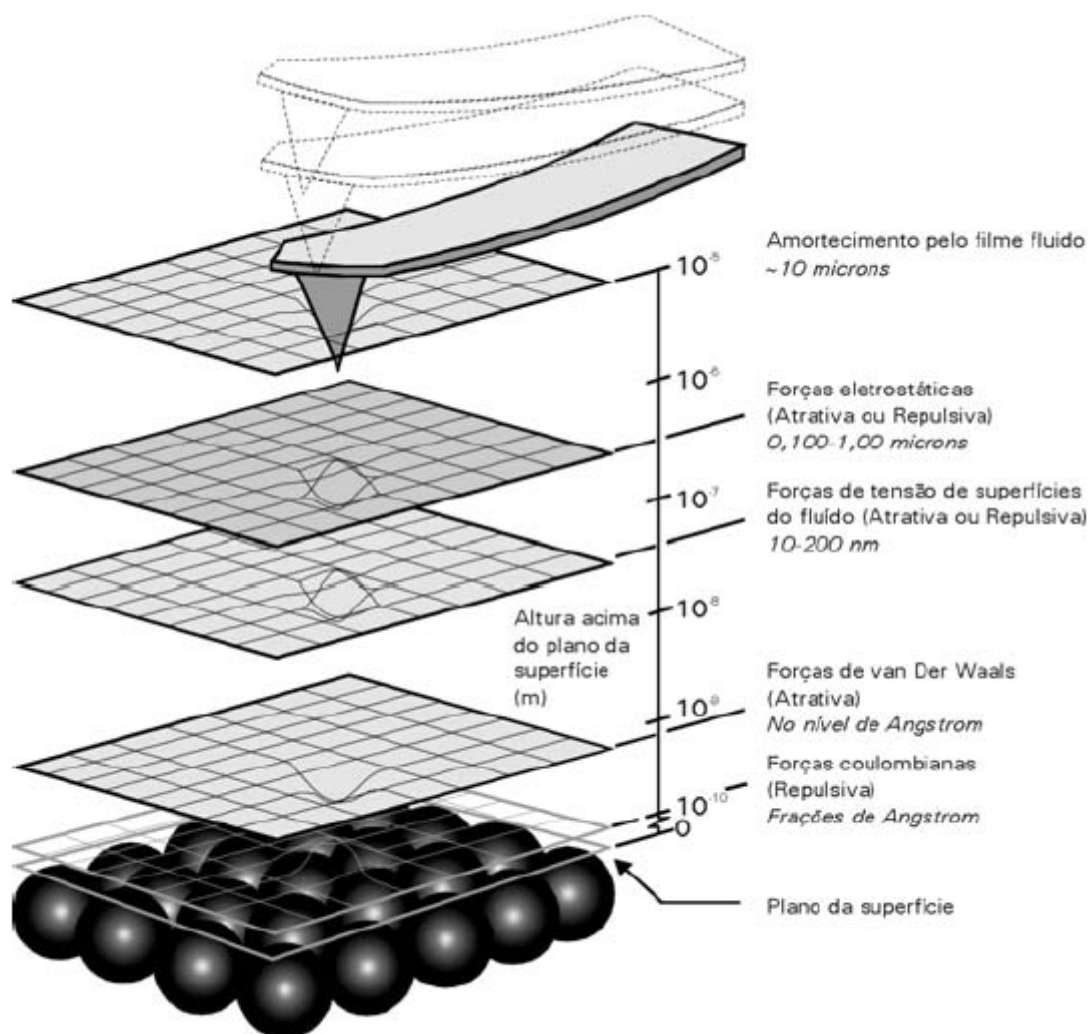


Figura 3.15 – Relação de forças que atuam entre a agulha e amostra, de acordo com as distâncias que as separam.

Fonte: HERRMANN JR. et al. (1999).

Segundo WEISENDANGER (1994) e FROMMER (1996), o MFA, no modo contato, possui uma faixa de medida que se estende de 10^{-6}N a 10^{-10}N e no modo não-contato pode chegar a medir forças da ordem de 10^{-13}N . O modo repulsivo propicia imagens de maior resolução, podendo obter uma imagem com uma resolução lateral de 0,2nm e uma resolução vertical menor que 0,01nm.

Além disso, o MFA atua em uma ampla faixa de magnificação, que ultrapassa a 10^6 , isto é, partindo-se de uma imagem atômica até o perfil de uma estrutura microscópica (ALBRECHT, 1989). Um dos pontos importantes da técnica de microscopia de força atômica é que ela pode gerar imagens em diferentes condições, como: amostra imersa em

líquidos (MARTI et al., 1987; WEISENHORN et al., 1990; THOMSON et al., 1996), a vácuo (MEYER & AMER, 1988; HOWALD et al., 1993), em baixas temperaturas (KIRK et al., 1988; ALBRECHT et al., 1992) e principalmente nas condições ambientais, inclusive pressão atmosférica.

A vantagem inerente de se trabalhar em diferentes condições é a de realizar estudos das propriedades de diversos materiais nas condições ideais para os mesmos.

A curva da força pela distância é uma forma de se analisar as interações (ORÉFICE et al., 2006). Na figura 3.16 pode-se observar essa relação, a qual permite avaliar o regime e o modo de trabalho do sistema.

Segundo FILHO & MATTOSO (2003), a imagem obtida na MFA é resultante da convolução da topografia real da amostra com a forma da agulha do “*cantilever*”. Esta é uma das principais fontes de artefatos de imagem nesta técnica, infelizmente.

Até o presente momento não há registro do uso do microscópio de força atômica (MFA) em pesquisas envolvendo a caracterização de blocos cerâmicos e argamassas utilizados na construção civil. Por este motivo e por acreditar na importância, no potencial investigativo e no ineditismo desta técnica, este projeto de pesquisa se propõe a utilizar esta técnica na caracterização de aspectos morfológicos micro e nanoestruturais das argamassas utilizadas na pesquisa.

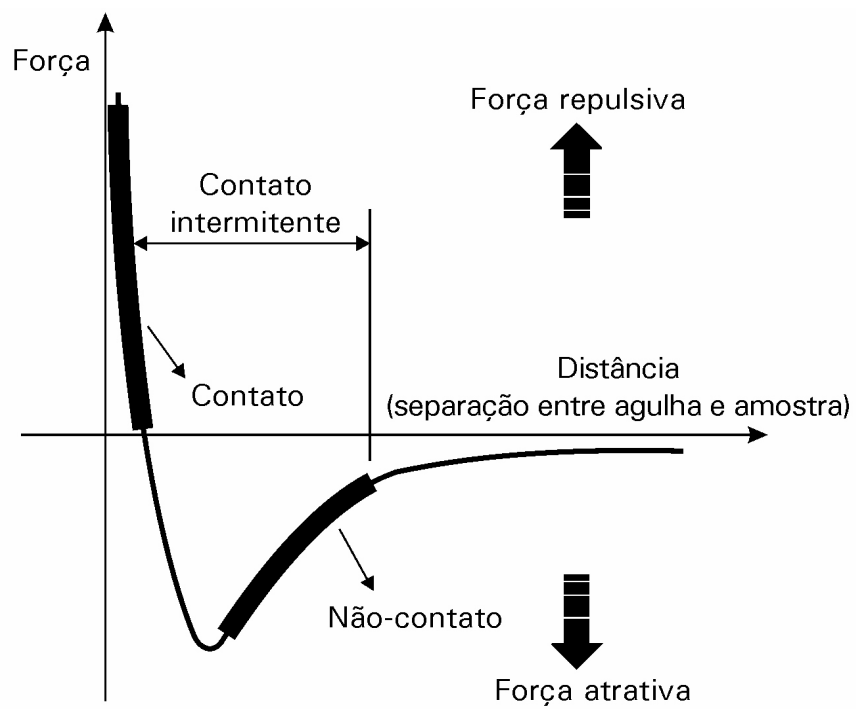


Figura 3.16 – Regimes de operação MFA.

Fonte: FILHO & MATTOSO (2003).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a caracterização micro, nanoestrutural e química de argamassas de cimento Portland e avaliação do sistema de aderência neste projeto de pesquisa foram desenvolvidos três traços de argamassa de cimento Portland e foi escolhido o bloco cerâmico convencional, devido às suas características mecânicas favoráveis, além de ser o bloco de uso mais difundido para alvenarias na construção civil brasileira.

Foram construídos quatro painéis de alvenaria e aplicados sobre três deles argamassa de chapisco com traço de (1:3) de cimento Portland e areia grossa lavada de rio e posteriormente aplicados em um painel argamassa de revestimento com traço (1:0:6) de cimento Portland e areia média a fina lavada de rio, em outro painel argamassa de revestimento com traço (1:1:4) de cimento, cal e areia média a fina e no terceiro painel argamassa de revestimento com traço (1:2:8) de cimento, cal e areia média a fina.

Além disso, no quarto painel de alvenaria foi aplicado sobre ele argamassa de chapisco rolado industrializado e posteriormente aplicada argamassa de revestimento com traço (1:2:8) de cimento Portland, cal e areia média a fina lavada de rio.

Em todos os painéis foram executados testes para avaliar a resistência de aderência à tração da argamassa aplicada como revestimento e a caracterização das composições químicas dos constituintes das argamassas e das micro e nanoestruturas das superfícies e interfaces das argamassas aplicadas.

Para facilitar a compreensão dos procedimentos adotados nesta pesquisa, foram elaborados alguns fluxogramas, conforme as Figuras 4.1 e 4.2.

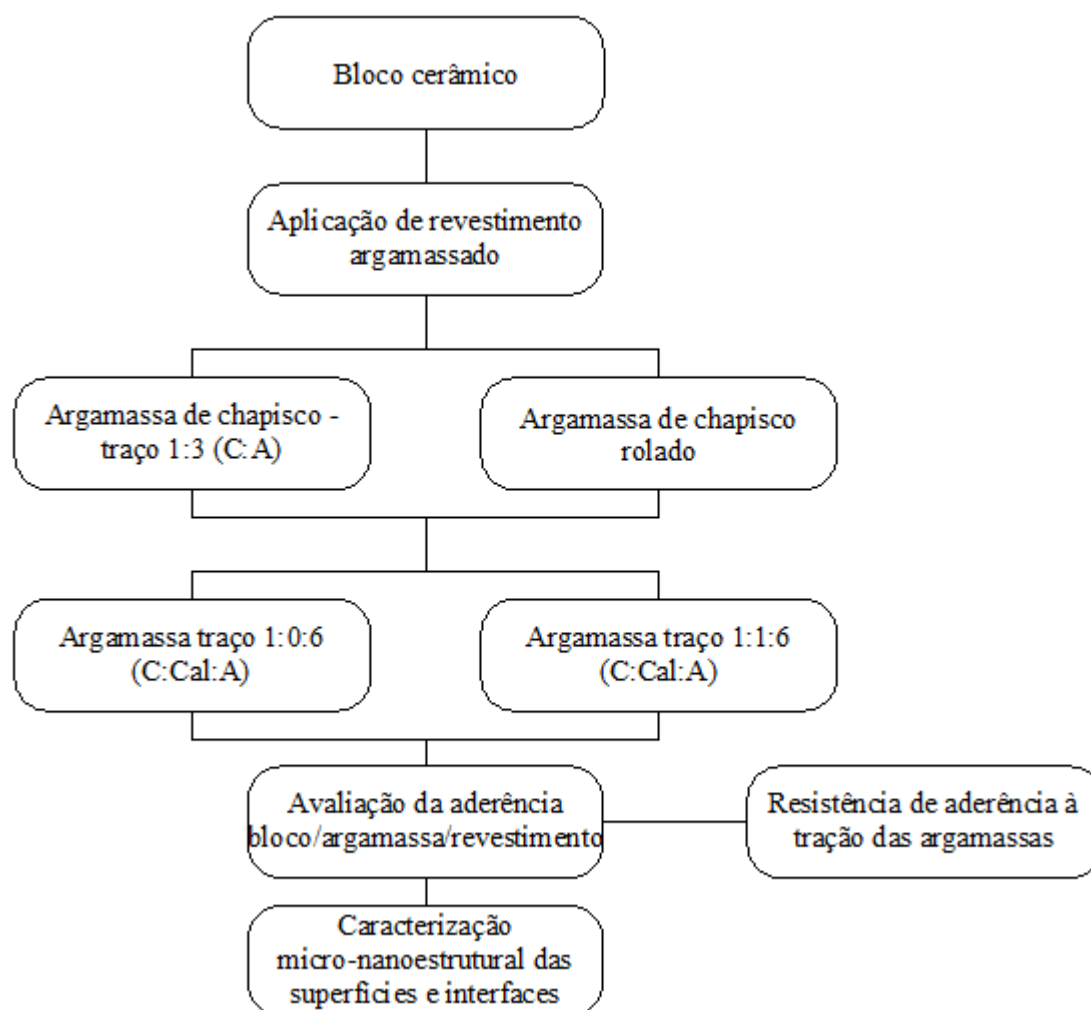


Figura 4.1 – Fluxograma simplificado do projeto de pesquisa.

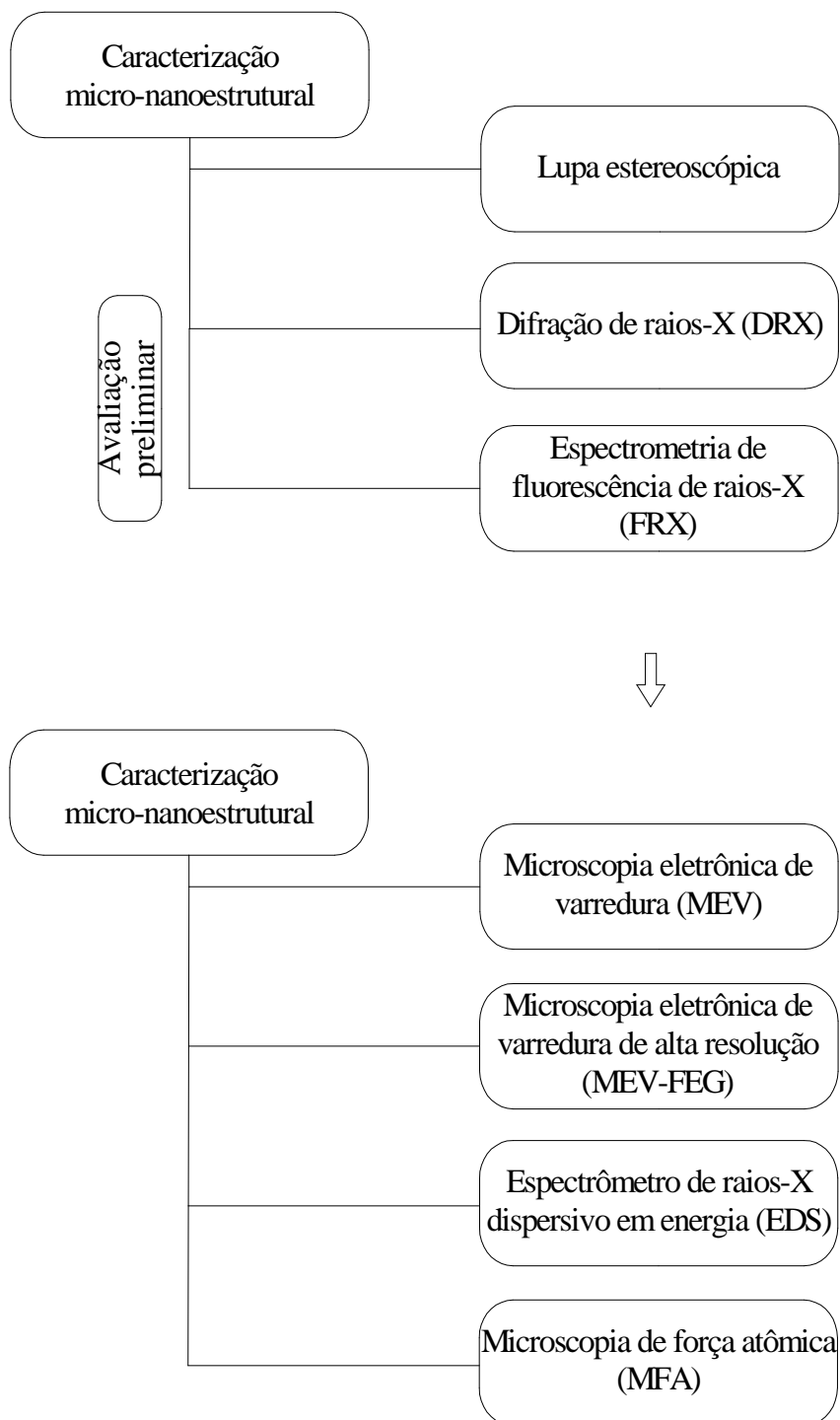


Figura 4.2 – Desdobramento do fluxograma do projeto de pesquisa.

4.1 Materiais

Como já foi comentado anteriormente, foi utilizado o bloco mais utilizado na construção civil: bloco cerâmico convencional nas medidas de 14x19x29cm (largura, altura e comprimento), conforme mostrado na Figura 4.3 abaixo.

O bloco cerâmico foi adquirido no mercado de fabricantes tradicionais para a construção civil.

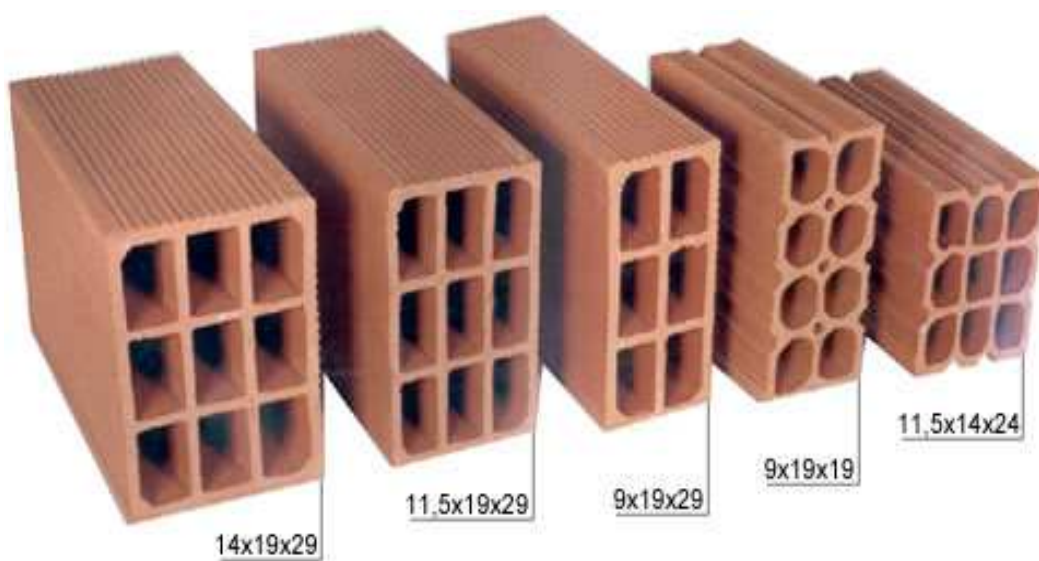


Figura 4.3 – Bloco cerâmico convencional (dimensões em cm).

Nas Figuras 4.4 e 4.5 são mostrados os painéis construídos para o desenvolvimento deste projeto de pesquisa, na Figura 4.4 o painel com argamassa de chapisco com traço de (1:3) de cimento Portland e areia grossa lavada de rio em cerca de 75% de sua extensão e nos 25% restantes com argamassa de chapisco rolado industrializado.



Figura 4.4 – Pannelo construído para a avaliação das argamassas já com argamassa de chapisco aplicada.

Na Figura 4.5 pode-se ver o pannelo com as subdivisões onde foram aplicadas as variações dos revestimentos argamassados, argamassa de revestimento com traço (1:0:6) de cimento Portland e areia média a fina lavada de rio, argamassa de revestimento com traço (1:1:4) de cimento, cal e areia média a fina e argamassa de revestimento com traço (1:2:8) de cimento, cal e areia média a fina aplicado sobre a argamassa de chapisco (1:3) e a argamassa de chapisco rolado industrializado.



Figura 4.5 – Pannelo subdividido em quatro partes.

Na Figura 4.6 observam-se os painéis já com as argamassas de revestimento aplicadas.



Figura 4.6 – Detalhe do painel subdividido e com argamassa de revestimento.

Na Figura 4.7 verifica-se a junta de dilatação entre os panos de argamassas e o detalhe da espessura de aproximadamente 2,5cm da argamassa de revestimento.



Figura 4.7 – Detalhe da espessura do revestimento argamassado, cerca de 2,5cm.

4.1.1 Retirada e preparação das amostras

A retirada das amostras dos painéis para as caracterizações química, micro e nanoestrutural, foi feita por meio de cortes com serra mármore, conforme Figura 4.8, a fim de se obter amostras de aproximadamente 12cmx12cm.



Figura 4.8 – Corte e retirada das amostras para as análises.

Na Figura 4.9 pode-se ver a amostra de 12cmx12cm sendo arrancada do painel com todas as camadas de argamassa e com o substrato aderido (bloco cerâmico).



Figura 4.9 – Retirada das amostras para as análises.

Na Figura 4.10 pode-se ver o detalhe do painel após a retirada da amostra.



Figura 4.10 – Detalhe da retirada da amostra para as análises.

Já na Figura 4.11 vê-se a amostra de aproximadamente 12cmx12cm que será fragmentada em amostras menores para as análises químicas, micro e nanoestruturais.



Figura 4.11 – Detalhe da amostra retirada para as análises.

Na Figura 4.12 observa-se o detalhe do substrato da amostra retirada com o bloco cerâmico aderido, detalhe muito importante para a caracterização das interfaces dos materiais.



Figura 4.12 – Detalhe do substrato da amostra retirada para as análises.

Já na Figura 4.13 pode-se ver a lateral da amostra retirada enfatizando a argamassa de revestimento, argamassa de chapisco e o bloco cerâmico, respectivamente de baixo para cima na figura abaixo.



Figura 4.13 – Corte lateral da amostra retirada para as análises químicas, micro e nanoestruturais.

4.2 Métodos

O projeto de pesquisa foi composto de três partes investigatórias distintas: na primeira parte foi avaliada a resistência de aderência à tração da argamassa aplicada como revestimento nos blocos cerâmicos, na segunda parte foi caracterizada as composições químicas dos constituintes das argamassas e finalmente, a terceira e última parte foi a caracterização micro e nanoestrutural das superfícies e interfaces das argamassas aplicadas sobre os blocos cerâmicos.

4.2.1 Avaliação da resistência de aderência à tração da argamassa

Entende-se por resistência de aderência de uma argamassa, a capacidade desta em absorver tensões normais e tangenciais à superfície de interface argamassa/base.

A determinação da resistência de aderência à tração foi realizada através do ensaio de arrancamento de placas metálicas de 50mm de diâmetro coladas com adesivo epóxi sobre a superfície da argamassa.

O equipamento utilizado para os ensaios de arrancamento foi o aparelho verificador Dyna “*pull-off tester*”, modelo Z-16 com manômetro digital integrado, ele determina o poder de aderência em diferentes superfícies. Suas principais aplicações são os testes de força de aderência de revestimentos e a resistência de tração do concreto. Um detalhe importante e muito útil é que os testes podem ser feitos em qualquer ponto da fachada, painel ou estrutura sem a necessidade de instalação de dispositivos de testes previamente à moldagem do concreto e da argamassa. Na Figura 4.14 pode-se ver o equipamento que foi utilizado neste projeto de pesquisa e foi gentilmente cedido por empréstimo pelo Departamento de Engenharia de Materiais de Construção da UFMG para as análises.



Figura 4.14 – Aparelho verificador Dyna “pull-off tester” para ensaio de resistência de aderência à tração.

Nas Figuras 4.15 e 4.16 é possível verificar os painéis sendo preparados para os ensaios de avaliação resistência de aderência à tração e na Figura 4.17 o detalhe do corte do revestimento perpendicularmente ao seu plano feito por meio de uma serra copo acoplada a uma furadeira para a delimitação do corpo de prova (CP), com diâmetro de 50mm. O maior cuidado a ser tomado neste procedimento é garantir o corte de toda a camada de revestimento, atingindo o substrato.



Figura 4.15 – Painel de argamassa preparado para os ensaios de resistência de aderência à tração.



Figura 4.16 – Pannel de argamassa preparado para os ensaios de resistência de aderência à tração.



Figura 4.17 – Detalhe do corte com serra copo preparado para o ensaio de resistência de aderência à tração.

Posteriormente ao corte é colado a superfície do corpo de prova (CP) uma placa cilíndrica de 50mm com adesivo epóxi e após a secagem completa, 24 horas, é feito o ensaio de resistência de aderência à tração.

Na Figura 4.18 é possível verificar o equipamento durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 1.



Figura 4.18 – Detalhe do equipamento DYNA Z16 durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 1 de argamassa.

Já nas Figuras 4.19 e 4.20 é possível verificar a placa cilíndrica aderida ao corpo de prova (CP) logo após a conclusão do ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3.

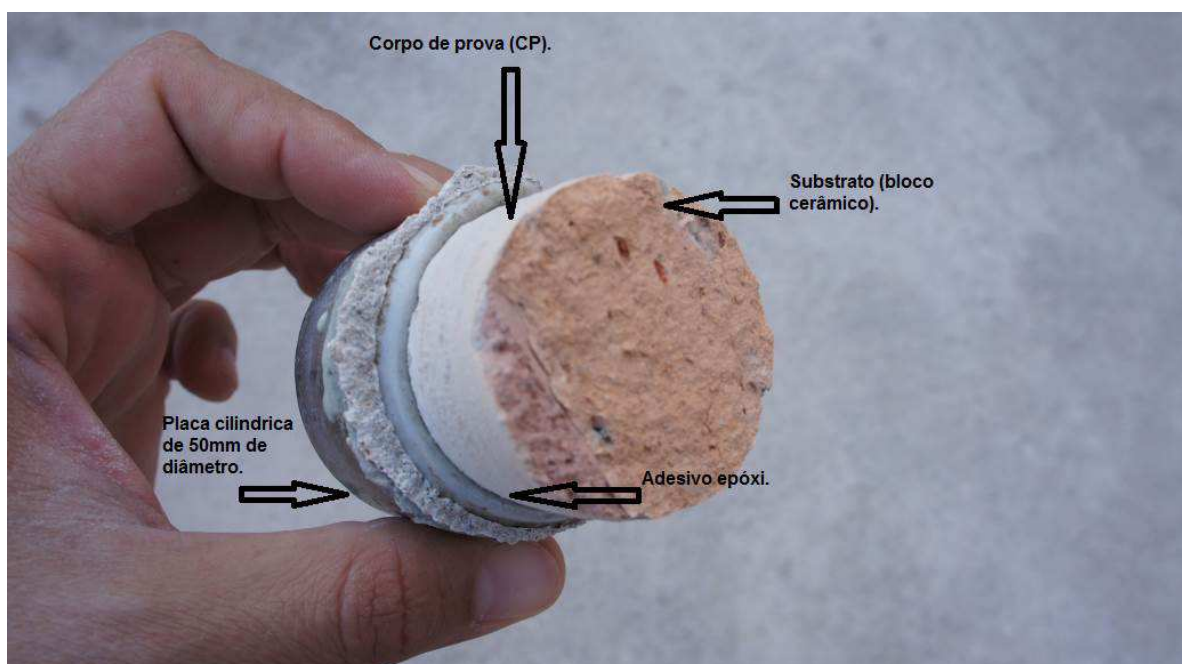


Figura 4.19 – Corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.



Figura 4.20 – Detalhe do corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.

Nas Figuras 4.21 e 4.22 é possível verificar mais detalhes do equipamento durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 e um corpo de prova (CP) após o ensaio.



Figura 4.21 – Detalhe do equipamento DYNA Z16 durante o ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa.



Figura 4.22 – Detalhe do corpo de prova arrancado no ensaio de resistência de aderência à tração no painel 3 de argamassa

Em cada painel foram executados seis ensaios de resistência de aderência à tração e avaliado a tensão de resistência de aderência à tração do painel de argamassa e a forma de ruptura dos corpos de prova, como pode ser visto nas Figuras 4.23 e 4.24.



Figura 4.23 – Detalhe dos seis arrancamentos do painel 3 de argamassa no ensaio de resistência de aderência à tração.



Figura 4.24 – Detalhe dos seis arrancamentos de um dos painéis de argamassa no ensaio de resistência de aderência à tração.

4.2.2 Lupa estereoscópica

A lupa estereoscópica foi uma importante ferramenta na primeira observação das amostras das argamassas, possibilitando uma primeira inferência sobre a superfície do material, sua porosidade superficial, pulverulência e possíveis contaminações. Esta primeira abordagem possibilita a tomada de decisão sobre os demais ensaios de caracterização que serão realizados. O instrumento usado foi o microscópio óptico estereoscópico (lupa), marca Leitz/Leica, modelo MZ6, com câmera digital Canon PowerShot S80.

4.2.3 Difração de raios-X (DRX)

Amostras das argamassas de revestimento aplicadas sobre o substrato (bloco cerâmico) foram analisadas para composição mineralógica semiquantitativa por difração de raios-X (DRX): difratômetro para amostras em pó PANALYTICAL (PHILIPS), sistema X'Pert-APD, controlador PW-3710/31, gerador PW-1830/40, goniômetro PW-3020/00, conforme pode ser visto na Figura 4.25.



Figura 4.25 – Difratorômetro Philips modelo PW3710 equipado com tubo de raios-X com cátodo de cobre.

O estudo do espectro de difração obtido através deste instrumento possibilita a estimação da quantidade relativa de cada fase constituinte.

Para a caracterização dos painéis de argamassas, foram utilizadas duas técnicas de preparação de amostras para DRX, ambas pelo método do pó, que consiste em moer as amostras em gral e peneirar até que o tamanho das partículas esteja de 40 a 20 μ m. A primeira técnica consiste em utilizar a amostra natural das argamassas, ou seja, foram coletadas amostras dos painéis e preparadas para a análise por DRX. Já na segunda técnica, as amostras foram enriquecidas em material cimentício, ou seja, foram moídas lentamente em gral a fim de separar os grãos de areia da amostra, seguindo pelo peneiramento com peneira de 200 mesh (abertura de 0,075mm). Esta técnica foi uma tentativa de diminuir a influência da areia (quartzo) nos espectros.

Resumindo as amostras foram enriquecidas no material cimentício: via cominuição controlada, otimizando a fragmentação do material cimentício, isto é, preservando o agregado. A seguir, realizado peneiramento e fazendo-se análise de DRX no material fino, ou seja, no passante na peneira. Assim, foram analisadas oito amostras de argamassas de revestimento, entre originais e as processadas desta maneira e o bloco cerâmico.

4.2.4 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX)

As mesmas amostras originais de argamassa foram analisadas pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X. Esta técnica instrumental permite uma análise qualitativa e quantitativa da composição química de amostras, e consiste na exposição de amostras sólidas e líquidas a um feixe de raios-X primários para excitação e posterior detecção da radiação fluorescente do material da amostra. Esta técnica permite obter ótimos resultados para análises de amostras sólidas.

O emprego desta técnica permite a obtenção da composição química do material, determinando elementos químicos majoritários e mesmo no nível de traços.

A preparação das amostras foi pelo método do pó, que consiste em moer as amostras em gral e prensar pequenas quantidades de amostras pulverizadas juntamente com ácido bórico obtendo-se pastilhas.

4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) convencional e espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS)

As amostras das argamassas foram recobertas com uma fina película condutora de ouro ou carbono e acondicionadas em um suporte de latão com fita condutora de grafita e submetidos a uma tensão de aceleração do feixe de elétrons de 15kV; esta tensão proporciona a obtenção de uma excelente qualidade na imagem e uma boa microanálise do material.

Quando materiais apresentam baixa condutividade térmica e elétrica, é necessário revesti-los com uma fina película condutora, a fim de se evitar a geração de cargas eletrostáticas danosas à qualidade da imagem, fenômenos de descarga, e permitir a dissipação do calor produzido pelo bombardeamento eletrônico.

Neste tipo de análise, elementos abaixo de 1% em peso não podem ser detectados pelo equipamento. São captadas imagens de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados; no primeiro caso, as imagens de elétrons secundários (IES) têm a finalidade de obter boa resolução de imagem com elevado potencial de aumento. Com estas imagens pode-se

perceber a diferença de tonalidades em escala cinza na amostra, indicando diferentes massas específicas dos constituintes, além de dados sobre a topografia. Já as imagens obtidas com elétrons retroespalhados (IER) têm o contraste mais acentuado, pois, além dos mesmos fatores das imagens de elétrons secundários, as IERs também mostram o contraste de composição química.

O MEV convencional (de filamento) utilizado nas análises possui microanalisador EDS acoplado, permitindo a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de micrometros. As informações, qualitativas e quantitativas, sobre os elementos presentes, são obtidas pela captação dos raios-X característicos resultantes da interação do feixe primário com a amostra.

Foi utilizado o microscópio tipo MEV, visto na Figura 4.26, do Centro de Microscopia da UFMG, listado a seguir:

a) microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 6360LV com detector de elétrons secundários para alto vácuo, detector de elétrons retroespalhados para alto e baixo vácuo, detector de EDS (espectrômetro de raios-X por dispersão de energia) marca Thermo Noran modelo Quest, programa EDS SpectraPlus e detector de EBSD (difração de elétrons retroespalhados).

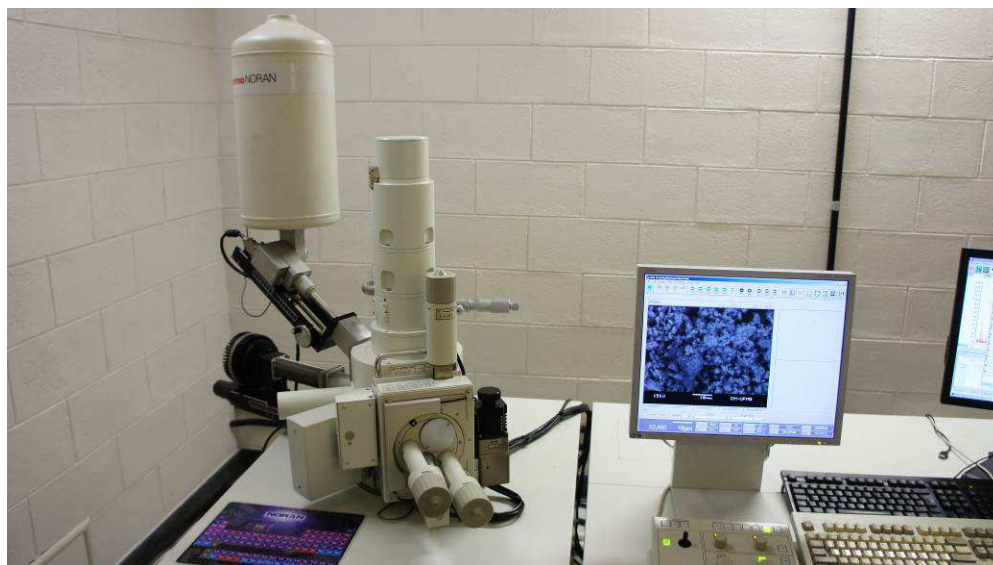


Figura 4.26 – Microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 6360LV.

O detalhamento da preparação das amostras para as análises em microscópio eletrônico de varredura é apresentado no item 4.4.7.

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura de alta resolução foi utilizada principalmente para esclarecimento dos detalhes nanométricos do material cimentício das argamassas que possuem cimento Portland na sua composição. Ênfase especial foi dada à fase CSH do cimento hidratado, devido à sua trama extremamente fina, na escala nanométrica, e à sua estrutura predominantemente amorfa.

Foram utilizados os microscópios tipo MEV-FEG, vistos nas Figuras 4.27 a 4.31, do Centro de Microscopia da UFMG, listados a seguir:

- a) Microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão por emissão de campo (FEG), marca FEI, modelo Quanta 200 FEG, ano de fabricação 2006, com resolução de 1,6nm a 30 kV em alto vácuo; com EDS marca EDAX, modelo New XL30, software Genesis.

- b) Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB com feixe de íons e elétrons com canhão por emissão de efeito de campo (FEG), marca FEI, modelo Dual-FIB Quanta 3D, ano de fabricação 2008, com resolução (feixe de elétrons) de 0,8nm a 30kV em alto vácuo; com EDS marca BRUKER, modelo Nano X Flash Detector 5010, software Esprit.

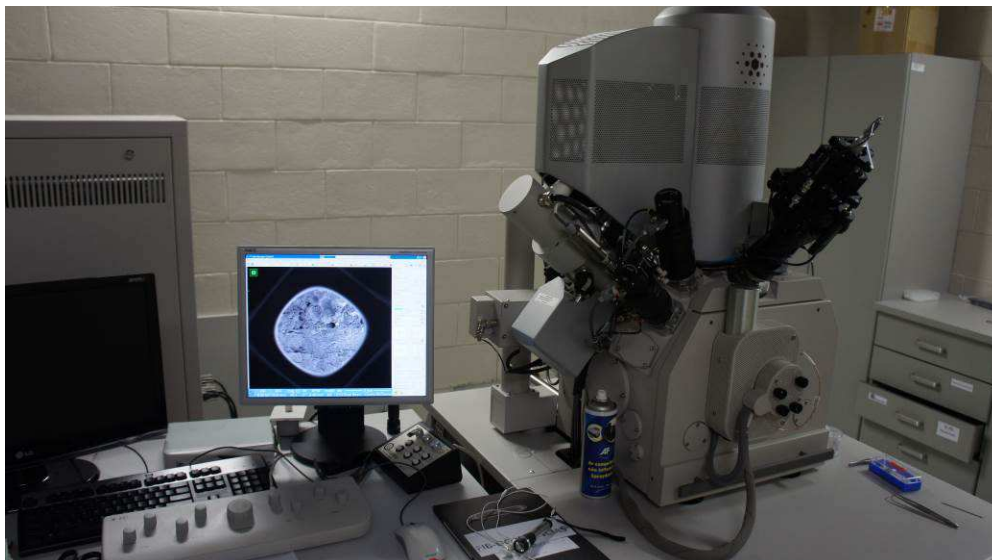


Figura 4.27 – Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB-Quanta FEG 3D FEI.

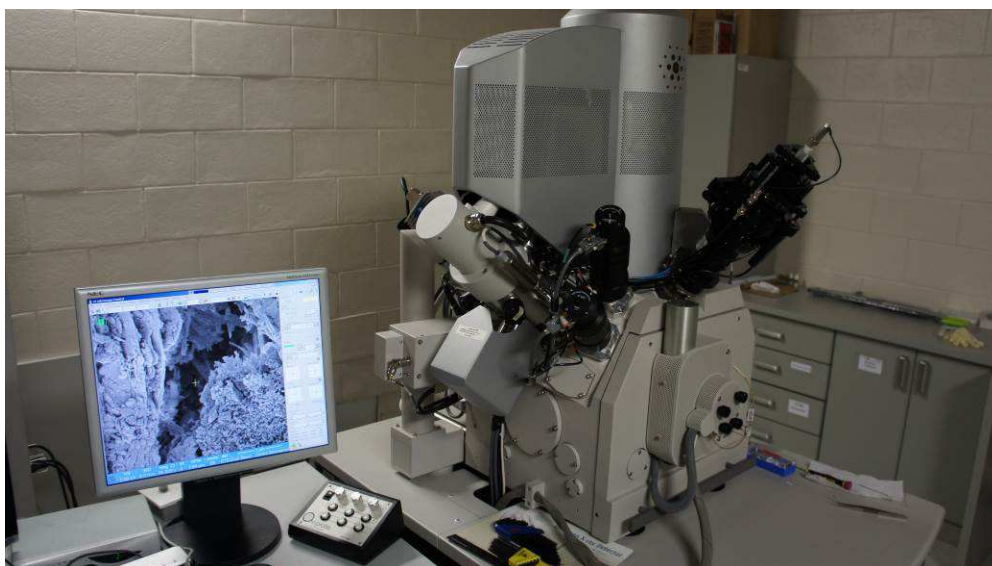


Figura 4.28 – Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB-Quanta FEG 3D FEI.

Na Figura 4.29, pode ser vista a tela de operações do MEV-FEG Dual-FIB 3D, onde o equipamento pode ser operado com grande precisão.



Figura 4.29 – Detalhe da tela do (MEV-FEG Dual-FIB 3D).

Na Figura 4.30, pode ser visto o porta-amostras do MEV-FEG Dual-FIB 3D, onde as amostras de argamassas, com cerca de 2 a 3 centímetros, são posicionadas para serem analisadas.

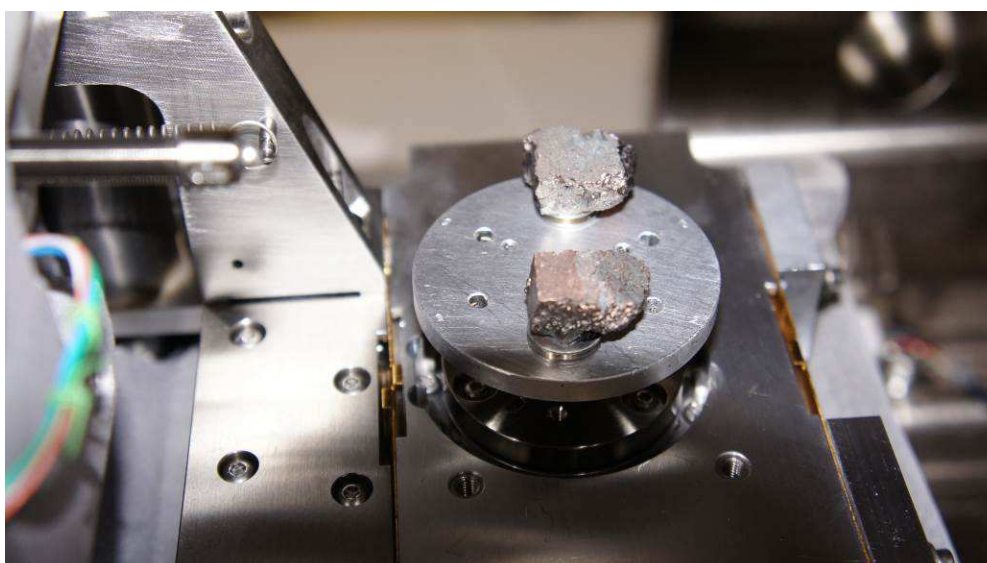


Figura 4.30 – Porta amostras do (MEV-FEG Dual-FIB 3D).

Já na Figura 4.31, pode ser visto o microscópio eletrônico de varredura FEG-Quanta 200 FEI do Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

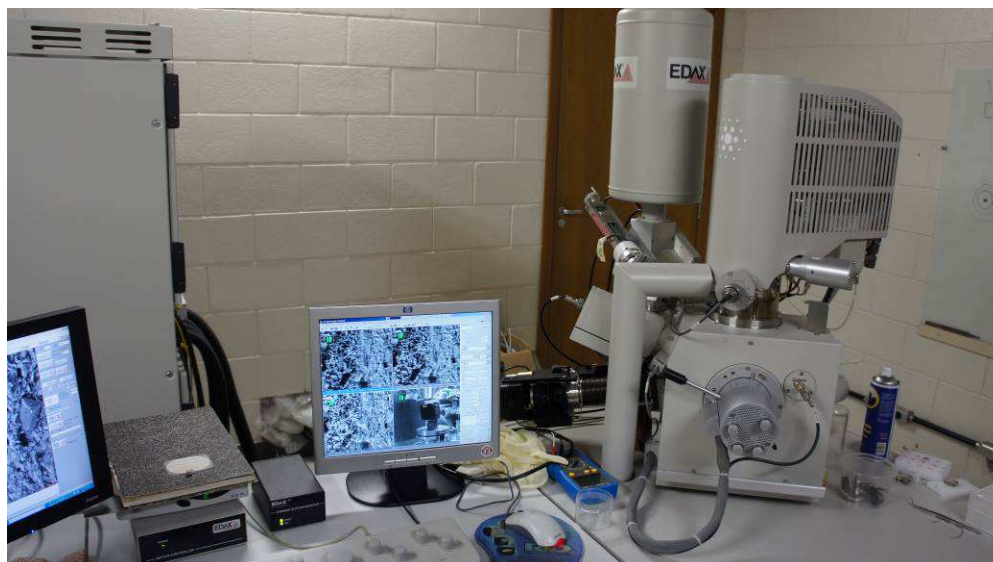


Figura 4.31 – Microscópio eletrônico de varredura FEG-Quanta 200 FEI.

4.2.7 Preparação das amostras para a microscopia eletrônica de varredura convencional (MEV) e de alta resolução (MEV-FEG) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)

Conforme já mencionado anteriormente as amostras de argamassas de cimento Portland apresentam baixa condutividade térmica e elétrica, sendo necessário revesti-las com uma fina película condutora, a fim de se evitar a geração de cargas eletrostáticas danosas à qualidade da imagem, fenômenos de descarga, e permitir a dissipação do calor produzido pelo bombardeamento eletrônico.

Após a retirada das amostras de 12cmx12cm elas foram fragmentadas e reduzidas a amostras de aproximadamente 2 a 3 centímetros, visto na Figura 4.32. Optou-se pela fratura ao invés do corte a disco para não interferir nas superfícies das amostras.

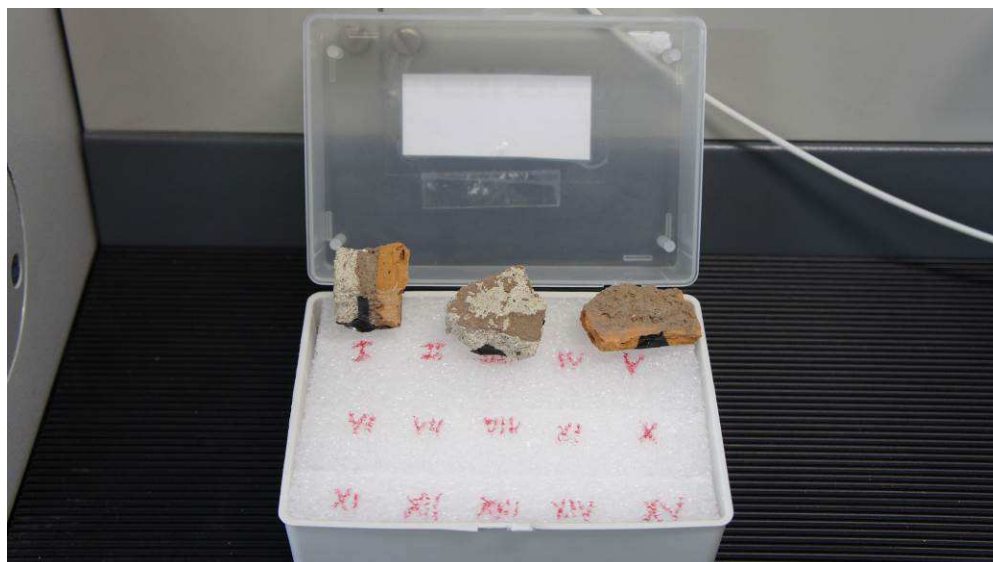


Figura 4.32 – Amostras de argamassas de cimento Portland de cerca de 2 a 3cm.

Depois de fragmentadas as amostras então foram preparadas para as análises no microscópio eletrônico de varredura denominado a partir daqui como (MEV convencional), microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão por efeito de campo (FEG), marca FEI, modelo Quanta 200 FEG, denominado a partir daqui como (MEV-FEG Quanta) e no microscópio dual de feixe de íons e elétrons com canhão por emissão de efeito de campo (FEG), marca FEI, modelo Dual-FIB Quanta 3D, denominado a partir daqui como (MEV-FEG Dual-FIB 3D).

A utilização dos três microscópios se deve às análises complementares que cada equipamento consegue fazer, ou seja, cada um deles possui uma característica particular que garante uma análise de excelente qualidade. Assim, quando se fazem as análises nos três microscópios, a caracterização passa a ser minuciosa e de excelente qualidade, pois podem-se explorar as melhores qualidades de cada equipamento.

Para revestir as amostras com finas camadas condutoras foi utilizada a técnica de metalização por deposição utilizando a Metalizadora Bal-Tec, modelo MD20, do Centro de Microscopia da UFMG, vista nas Figuras 4.33 e 4.34, que pode metalizar amostras com ouro que segundo (BRANDÃO, 2010) é ideal para obtenção de imagens de excelente qualidade, mas não é a ideal quando a ênfase é na microanálise: metais com número atômico e densidade elevados, como ouro, tendem a bloquear/atenuar as raias de emissão da amostra; isto acontece por duas razões:

- a) Estes elementos têm várias raias de emissão intensas;
- b) Devido à sua alta massa específica e seu elevado número atômico, eles bloqueiam parcial e totalmente as raias de menor energia e/ou menos intensas provenientes da amostra.

A metalizadora também pode recobrir amostras com carbono que, segundo (BRANDÃO, 2010), é efetuada por atomização em arco voltaico e é ideal para a microanálise, pois o carbono tem número atômico muito baixo e não tende a atenuar significativamente as raias de emissão da amostra, porém não é a ideal quando a ênfase é na qualidade da imagem.



Figura 4.33 – Metalizadora Bal-Tec, modelo MD20.



Figura 4.34 – Amostras em processo de recobrimento/metalização.

A partir daqui foram utilizadas três técnicas de preparação de amostras, duas convencionais que consistem na deposição de camadas de 10 nanômetros de ouro sobre as amostras a fim de torna-las condutoras, conforme pode ser visto na Figura 4.35 e descrito acima, e a segunda na deposição de camadas de 5 nanômetros de carbono com a mesma finalidade, conforme pode ser visto na Figura 4.36.



Figura 4.35 – Amostras recobertas/metalizadas com uma camada de 10nm de ouro.



Figura 4.36 – Amostras recobertas/metalizadas com duas camadas de 5nm de carbono.

Na Figura 4.37 pode ser observada a fita condutora colocada na lateral e na parte de baixo das amostras de argamassa e sua fixação no suporte.



Figura 4.37 – Detalhe da fita condutora nas amostras montadas no suporte.

Detalhe das amostras com recobrimento de 10nm de ouro e a fita condutora nas laterais, Figura 4.38.



Figura 4.38 – Detalhe do recobrimento com ouro.

Já na Figura 4.39 veem-se amostras recobertas com 10nm de ouro e com as laterais e a parte de baixo pintadas com grafite a fim de torna-las condutoras.



Figura 4.39 – Detalhe do recobrimento com ouro e da lateral pintada de carbono sem fita condutora.

A terceira técnica consiste em não utilizar nenhum tipo de recobrimento, conforme pode ser visto nas Figuras 4.40 a 4.42 e analisar as amostras em alto e baixo vácuo nos microscópios. O único cuidado essencial é deixar as amostras por pelo menos uma semana no dessecador, a fim de retirar o máximo da umidade presente nas amostras, ou fazer alto vácuo no microscópio eletrônico de varredura. Em relação a este último procedimento vale uma ressalva que alguns microscópios são muito sensíveis e não permitem esta técnica laboratorial, como o (MEV-FEG Dual-FIB 3D). Neste trabalho, este procedimento foi executado no (MEV JEOL JSM 6360LV) pois se trata de um equipamento mais robusto.

Esta técnica é pouco utilizada pela dificuldade de se trabalhar com amostras grandes, da ordem de dois a três centímetros, em equipamentos extremamente sensíveis a umidade, presente nas amostras, e por não produzir imagens de qualidade excelente. A técnica foi utilizada a fim de se obter análises químicas microscópicas (microanálise) por meio de espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS) confiáveis, uma vez que o ouro mascara (blinda) elementos químicos presentes e abundantes nas amostras de argamassa de cimento Portland, como o enxofre e o próprio carbono. Já o carbono tornaria ambíguos resultados em amostras contendo este elemento. Assim, as três técnicas de preparação são essenciais para uma pesquisa confiável e de qualidade, pois são complementares na busca dos resultados. A técnica de não recobrir as amostras foi utilizada de forma inédita neste trabalho na caracterização de argamassas.

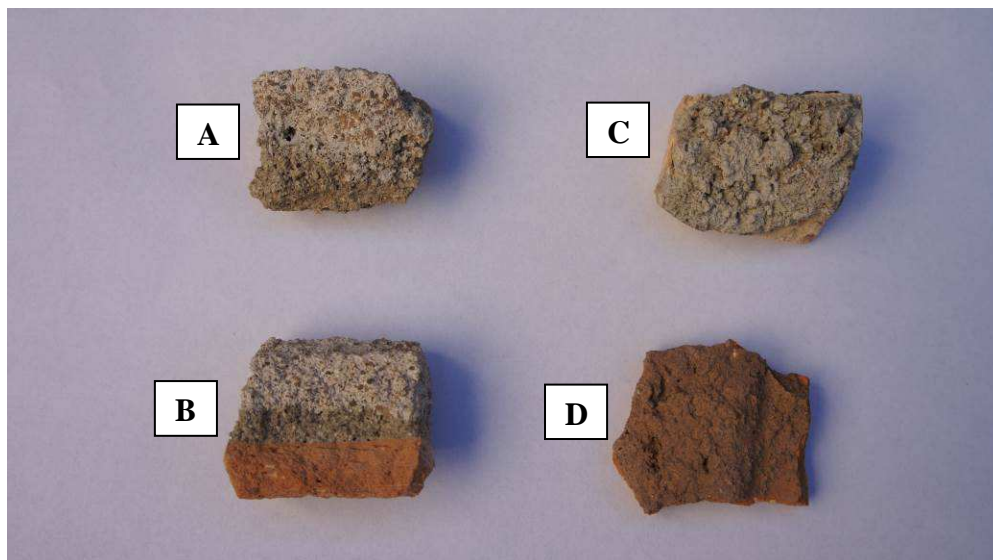


Figura 4.40 – Amostras sem revestimento: A) Superfície argamassa de revestimento, B) Interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco/argamassa de revestimento, C) Superfície argamassa de chapisco, D) Superfície argamassa de chapisco rolado.

Nas Figuras 4.41 e 4.42 observam-se amostras de argamassas sem revestimento prontas para serem colocadas no dessecador e em alto vácuo para a retirada da umidade.



Figura 4.41 – Amostras de argamassa sem revestimento para microscopia e microanálise.



Figura 4.42 – Amostras de argamassa sem recobrimento e destacadas para microscopia e microanálise.

4.2.8 Microscopia de força atômica (MFA)

Uma das principais vantagens da técnica de microscopia de força atômica é poder se trabalhar em diferentes condições e de realizar estudos das propriedades de diversos materiais nas condições ideais para os mesmos, ou seja, amostras tanto em condições de vácuo e principalmente em pressão atmosférica.

Pelo fato de fornecer dados morfológicos 3-D, a técnica possibilita analisar a micromorfologia, a microtopografia e a área da superfície geométrica (VAZ et al., 1998). Esses fatores ajudam a conhecer as características físicas e as reatividades químicas dos minerais, dessa forma podendo controlá-las através de procedimentos físico-químicos específicos.

Assim, amostras de argamassas de cimento Portland, foram analisadas pela técnica de caracterização de microscopia de força atômica (MFA) de forma inédita.

Foi utilizado o microscópio de força atômica do Centro de Microscopia da UFMG, visto nas Figuras 4.43 a 4.46, listado a seguir:

a) Microscópio de força atômica MFP-3D-SA ASYLUM RESEARCH AFM – modos contato, não-contato e semicontato (intermitente) em ar; scan (x e y) de até 90 μ m. Usou-se isolamento de vibrações e ruídos externos e a técnica de nanoindentação.



Figura 4.43 – Microscópio de força atômica (MFA).

Na Figura 4.44 vê-se a câmara de isolamento de vibrações e ruído aberta e o microscópio de força atômica (MFA) dentro da câmara.



Figura 4.44 – Microscópio de força atômica (MFA), detalhe da câmara aberta.

Notar detalhe do microscópio de força atômica (MFA) e da amostra posicionada no centro, do módulo analisador, Figura 4.45.

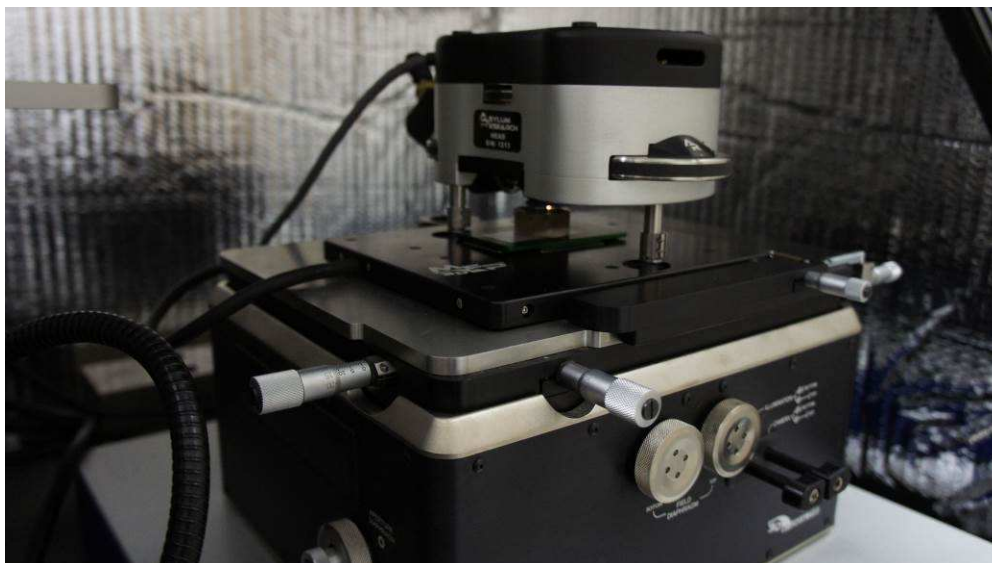


Figura 4.45 – Microscópio de força atômica (MFA), módulos principais.

Já na Figura 4.46 observa-se, em mais detalhe, a amostra posicionada no centro sob a ponteira analisadora do microscópio.



Figura 4.46 – Microscópio de força atômica (MFA), detalhe da amostra.

4.2.9 Preparação das amostras para microscopia de força atômica (MFA)

Depois de fragmentadas, as amostras então foram preparadas para as análises no microscópio de força atômica (MFA). Como não se tinham registros na literatura especializada da utilização desta técnica de caracterização para amostras de argamassas de cimento Portland, a preparação seguiu os procedimentos básicos de amostras cerâmicas, ou seja, as amostras de argamassa foram embutidas sob vácuo em resina sintética do tipo epóxi e posteriormente polidas conforme as Figuras 4.47 e 4.48. Esta técnica de preparação mostrou ser correta e eficaz, pelos bons resultados encontrados.

Foram preparadas duas amostras, conforme a Figura 4.47: a primeira sendo um corte lateral que possibilita a investigação das interfaces bloco cerâmico/argamassa de chapisco e argamassa de chapisco/argamassa de revestimento; a segunda é a superfície de topo da argamassa de cimento Portland, após arrancamento.

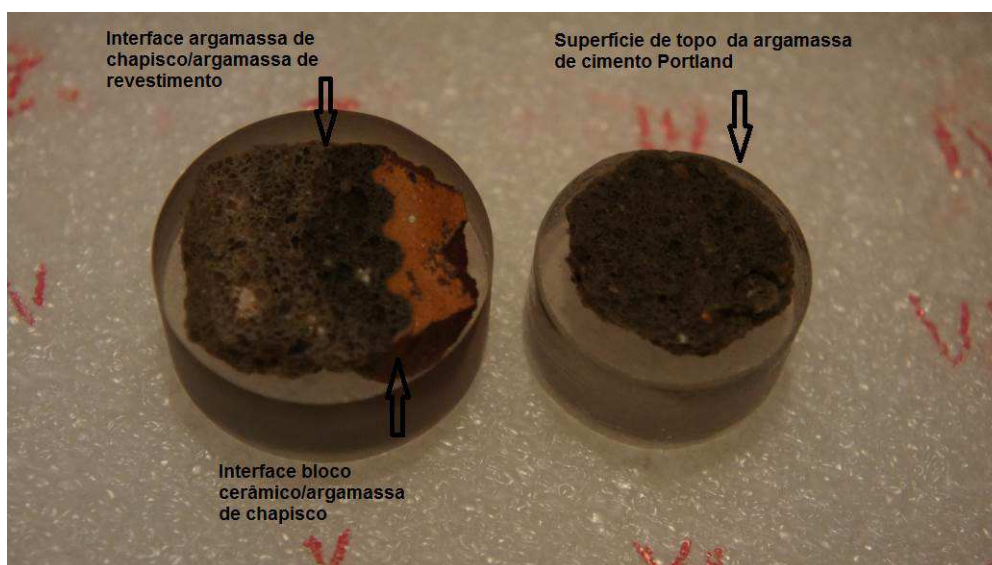


Figura 4.47 – Amostra embutida em resina sintética (epóxi) para microscopia de força atômica.

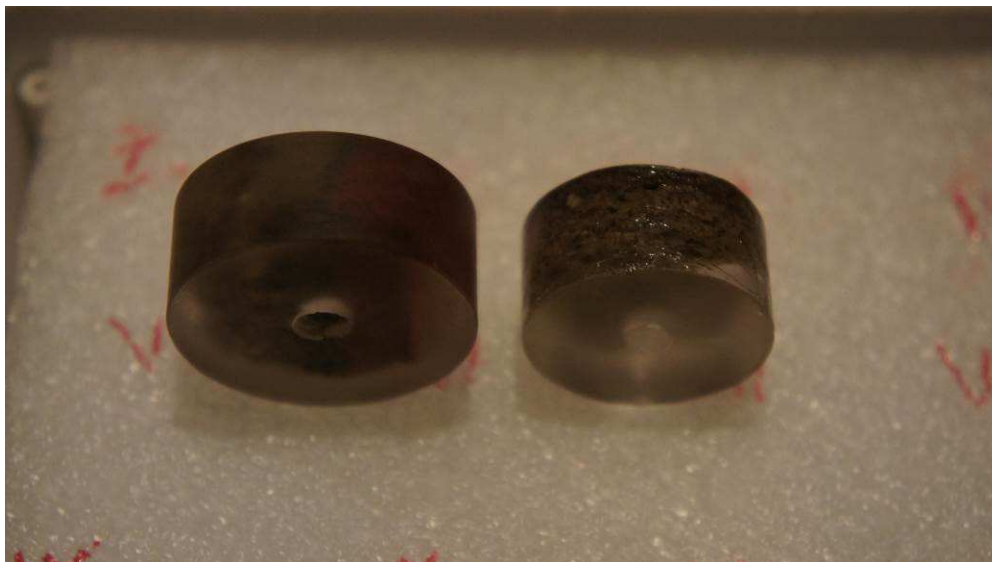


Figura 4.48 – Detalhe da amostra embutida em resina sintética (epóxi) para microscopia de força atômica.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Avaliação da resistência de aderência à tração da argamassa

Conforme já mencionado, foram construídos quatro painéis de alvenaria e aplicados sobre três deles argamassa de chapisco com traço de (1:3) de cimento Portland e areia lavada de rio e posteriormente aplicados no (painel 1): argamassa de revestimento com traço (1:1:4) de cimento Portland, cal e areia, no (painel 2): argamassa de revestimento com traço (1:2:8) de cimento, cal e areia, no (painel 3): argamassa de revestimento com traço (1:0:6) de cimento e areia lavada de rio e finalmente no (painel 4): argamassa de chapisco rolado industrializado e posteriormente aplicada argamassa de revestimento com traço (1:2:8) de cimento, cal e areia lavada de rio.

Para a avaliação da resistência de aderência à tração nos painéis de argamassa foram realizados seis ensaios em cada painel e os valores da tensão de ruptura e a forma da ruptura de cada corpo de prova (CP) podem ser vistos nas Tabelas 5.1 e 5.2.

Tabela 5.1 – Resistência de aderência à tração dos painéis com argamassa de revestimento

Resistência de aderência à tração com idade de 28 dias (MPa)						
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
Painel 1 (1:1:4)	0,42	0,44	0,41	0,40	0,41	0,42
Painel 2 (1:2:8)	0,40	0,38	0,39	0,38	0,36	0,39
Painel 3 (1:0:6)	0,48	0,47	0,52	0,58	0,58	0,48
Painel 4 (1:2:8)*	0,34	0,35	0,33	0,33	0,32	0,34

*Obs: Painel com chapisco rolado.

Os resultados apresentados (Tabela 5.1) confirmam as expectativas de maior resistência de aderência para a argamassa que possui o maior percentual de cimento em relação aos demais componentes, cal e agregados miúdos, além disso quando a cal está presente na argamassa de revestimento os resultados indicam maior resistência de aderência para a

argamassa que possui o maior percentual de cimento em relação aos agregados miúdos. Também percebe-se que, apesar dos resultados de resistência de aderência ligeiramente menores para o (painel 4), que continha a argamassa de chapisco rolado, ele atende aos requisitos definidos pela norma ABNT NBR 13749/1996 que é de 0,30MPa para rebocos externos e 0,20MPa para rebocos internos.

Tabela 5.2 – Tipo de ruptura no ensaio de resistência de aderência à tração dos painéis com argamassa de revestimento

Tipo de ruptura						
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 4	Ponto 5	Ponto 6
Painel 1 (1:1:4)	Interface bloco/arga massa	Interface bloco/arga massa	Interface argamassas	Argamassa	Argamassa	Bloco
Painel 2 (1:2:8)	Argamassa	Argamassa	Argamassa	Interface argamassas	Argamassa	Interface bloco/arga massa
Painel 3 (1:0:6)	Bloco	Argamassa	Interface argamassas	Interface argamassas	Bloco	Bloco
Painel 4 (1:2:8)*	Argamassa	Argamassa	Interface bloco/arga massa	Argamassa	Interface argamassas	Argamassa

*Obs: Painel com chapisco rolado.

Após o rompimento das amostras analisou-se as superfícies de rompimento, afim de identificar o tipo de falha ocorrido. Classificando as falhas em três tipos: falha de substrato quando o rompimento ocorre no interior do bloco cerâmico (Bloco), falha de aderência: quando a falha ocorre na interface entre a argamassa e o bloco cerâmico (Interface), e falha de coesão da argamassa quando o rompimento ocorre no interior da argamassa (Argamassa).

Analisando os tipos de ruptura apresentados na (Tabela 5.2), verifica-se que a argamassa que possui o maior percentual de cimento em relação aos demais componentes, cal e agregados miúdos, além de possuir uma maior resistência de aderência, a forma predominante de sua ruptura é falha no substrato (bloco cerâmico) indicando que o sistema de aderência suportou satisfatoriamente a tensão aplicada sem ruptura.

Pode-se observar que os maiores resultados de resistência de aderência são obtidos quando o rompimento ocorre no interior do bloco cerâmico, ou seja, a resistência da argamassa e da zona de transição (interface) superam a resistência do bloco cerâmico, seguido do rompimento na interface, onde a resistência da argamassa e do bloco cerâmico superam a resistência de aderência entre ambos. Os menores valores de resistência de aderência ocorrem quando a falha predominante é de coesão da argamassa, sinalizando que sua resistência é inferior à resistência do bloco cerâmico e até mesmo inferior à resistência de aderência obtida na interface.

5.2 Lupa estereoscópica

Ao observar-se as amostras de argamassa na lupa estereoscópica foi possível uma primeira inferência das superfícies e interfaces das amostras, porosidade, vazios e pulverulência, o que possibilitou a tomada de decisão acerca da preparação das amostras para as análises microestruturais.

Na Figura 5.1 vê-se uma imagem macroscópica de uma amostra de argamassa de chapisco que foi destacada do bloco cerâmico. No centro mais escuro, percebe-se que a argamassa de chapisco possui uma coloração mais escura devido ao traço (1:3) cimento e areia.



Figura 5.1 – Imagem macroscópica de amostra de argamassa de chapisco destacada do bloco cerâmico. Escala em milímetros.

Já na Figura 5.2 pode-se notar uma imagem de topo da argamassa de chapisco aderida no bloco cerâmico. É evidente a grande porosidade e descontinuidade desta argamassa muito em função do uso de areia grossa, que não afeta o sistema, pois sua função é servir de ponte de aderência entre o bloco cerâmico e a argamassa de revestimento.



Figura 5.2 – Imagem macroscópica de superfície da argamassa de chapisco aderida sobre o bloco cerâmico. Escala em milímetros.

A Figura 5.3 mostra macroscopicamente a interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco e a porosidade provocada pela granulometria da areia. Esta observação é útil na definição das técnicas de preparação das amostras para as análises micro e nanoscópicas.

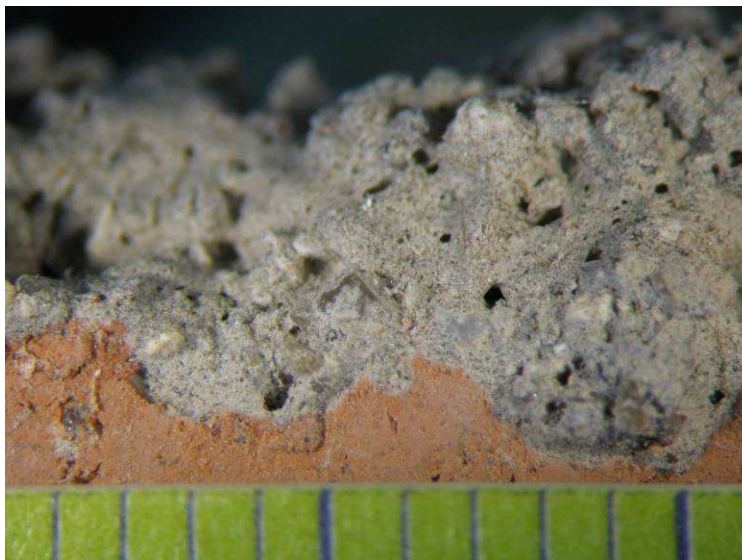


Figura 5.3 – Imagem macroscópica da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco da amostra de argamassa. Escala em milímetros.

Os três elementos do sistema em estudo e suas interfaces bloco cerâmico/argamassa de chapisco/argamassa de revestimento são mostrados na Figura 5.4. Além disso, como a argamassa de revestimento possui em seu traço areia média a fina e a argamassa de chapisco possui areia grossa, a diferença macroscópica de porosidade e compactidade é evidente.

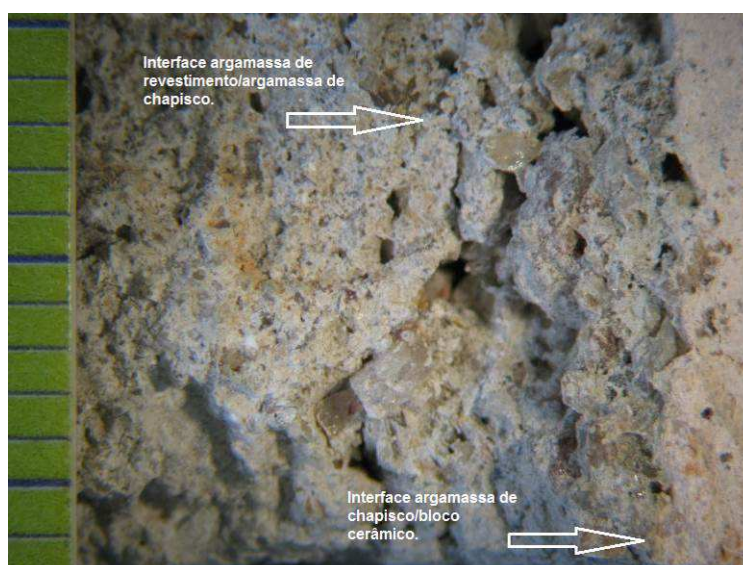


Figura 5.4 – Imagem macroscópica da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco/argamassa de revestimento da amostra. Escala em milímetros.

5.3 Difração de raios-X (DRX)

A caracterização por difração de raios-X (DRX) foi feita em oito amostras de argamassas de revestimento e uma amostra do bloco cerâmico.

O traço das argamassas de revestimento corresponde (cimento:cal:areia média a fina), ou seja, painel 1: (1:1:4), painel 2: (1:2:8), painel 3: (1:0:6) e painel 4: (1:2:8) com chapisco rolado.

A difração de raios-X (DRX) da argamassa do painel 4 (1:2:8), com chapisco rolado pelo método convencional, apresentou grande quantidade de quartzo, calcita em concentração média sendo a fase proveniente dos aglomerantes. Foram identificadas baixas concentrações de microclina e traços de albita, caulinita provenientes dos agregados e traços de portlandita proveniente dos aglomerantes, conforme a Figura 5.5.

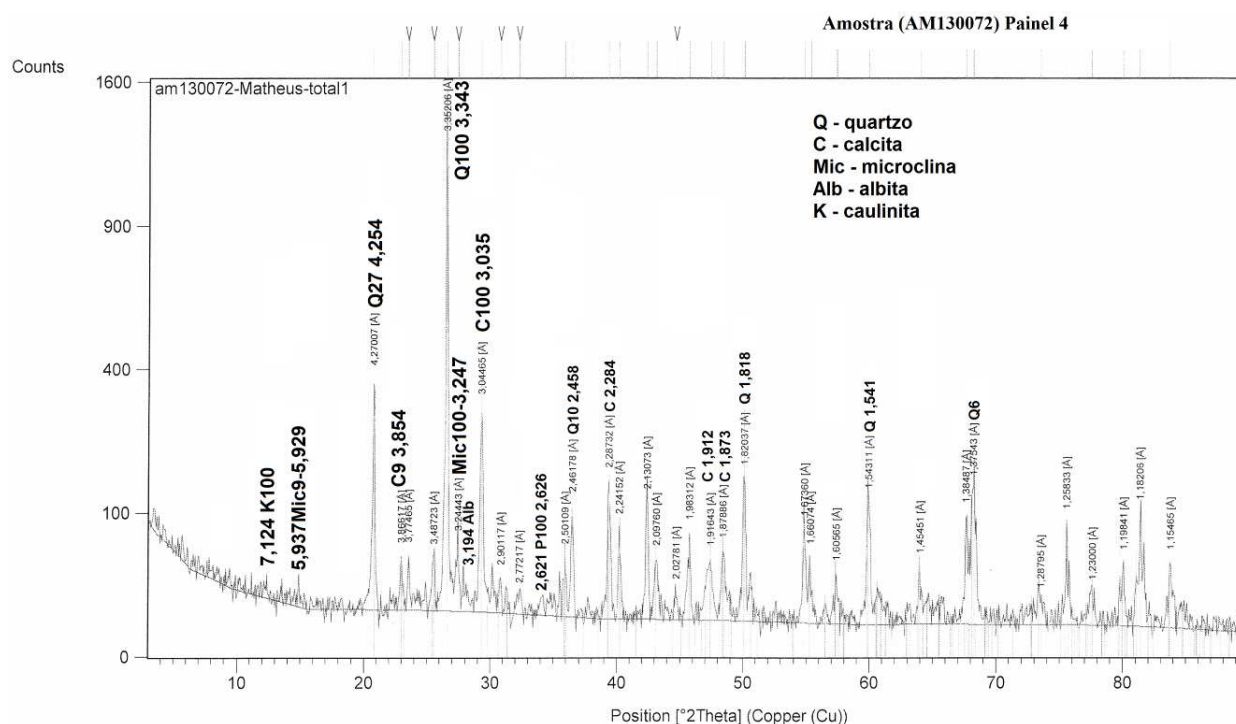


Figura 5.5 – Difração de raios-X da amostra de argamassa (AM130072) Painel 4.

A DRX da argamassa do painel 3 (1:0:6) pelo método convencional também apresentou grande quantidade de quartzo, calcita em concentração média sendo a fase proveniente dos aglomerantes. Foram identificadas baixas concentrações (traços) de microclina e traços de albita e caulinita provenientes dos agregados. Já a DRX da argamassa do painel 3 (1:0:6)

pelo método de enriquecimento apresentou calcita em grandes concentrações e hatrurita (C_3S), portlandita e etringita em baixa concentração, o que comprova a eficácia do método de enriquecimento da amostra, pois fases antes não detectadas pela grande concentração de quartzo, com a sua parcial retirada (quartzo identificado em baixa concentração), podem ser detectadas na DRX. A hatrurita (C_3S), identificada em baixa concentração, é fase anidra, provavelmente é proveniente de falhas na hidratação do aglomerante. Cabe ressaltar que as raias de C_3S poderiam se sobrepor às raias de portlandita, mas neste caso o enriquecimento da amostra possibilitou a identificação das duas fases de forma distinta.

A amostra do painel 1 (1:1:4) também foi enriquecida para a DRX e a fase calcita foi detectada em grande concentração, o quartzo dos agregados em baixa concentração, comprovando a eficácia da técnica de enriquecimento, e a portlandita e a caulinita na forma de traço.

Para o painel 2 (1:2:8) foram preparadas duas amostras pelo método convencional e ambas deram os mesmos resultados, como era de se esperar, com a fase calcita proveniente dos aglomerantes em grande quantidade, quartzo em concentração média e hatrurita (C_3S), portlandita e caulinita em baixas concentrações. Já as duas amostras preparadas pelo método de enriquecimento apresentaram a fase calcita em grandes concentrações, quartzo, hatrurita (C_3S), portlandita e etringita em baixas concentrações e caulinita na forma de traço, (Figura 5.6). Neste caso, nota-se com o enriquecimento da amostra a diminuição da fase quartzo (esperado) e a detecção da etringita em baixas concentrações, comprovando a eficácia da técnica de enriquecimento na detecção de fase provenientes dos aglomerantes.

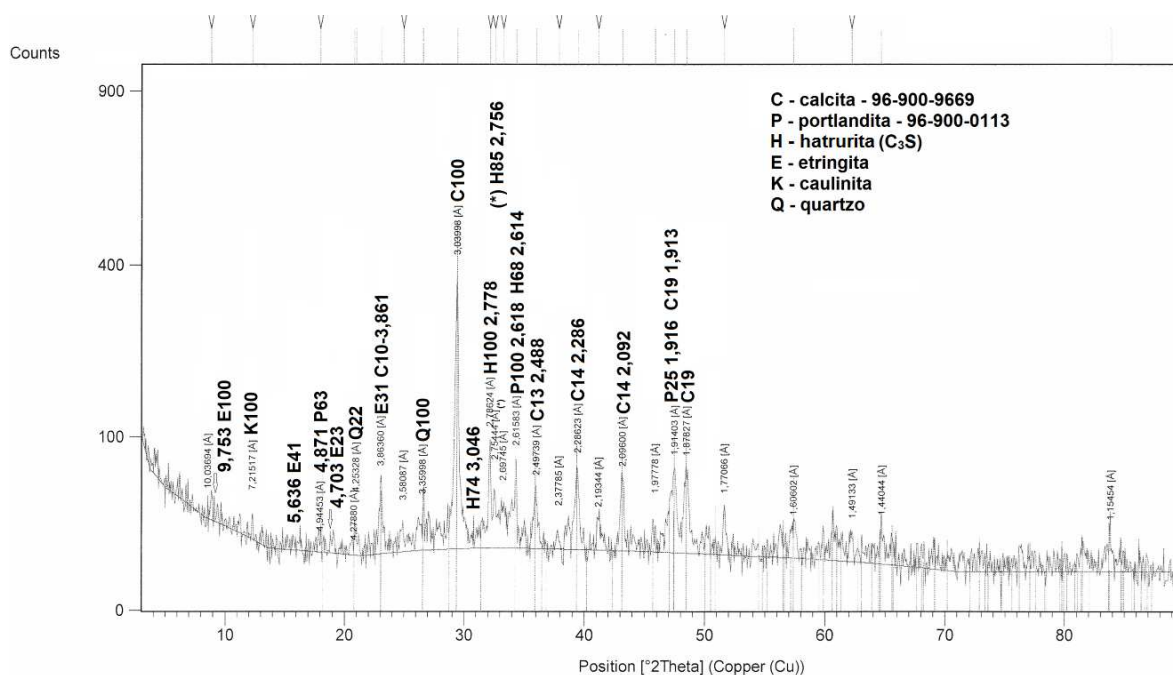


Figura 5.6 – Difração de raios-X da amostra de argamassa enriquecida (AM130108) Paine 3.

Para a amostra do bloco cerâmico analisada por DRX para fins de comparação, comprovou a fase quartzo em grandes quantidades, material amorfo em quantidades médias significativas, devido ao processo de queima em baixa temperatura dos blocos cerâmicos, e ortoclásio, microclina, cristobalita e hematita em baixas concentrações.

Abaixo segue o resumo dos difratogramas das amostras analisadas:

- **Amostra (AM130072) Paine 4, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) quartzo (abundante);
 - b) calcita (médio);
 - c) microclina (baixo);
 - d) albita (traço);
 - e) caulinita (traço);
 - f) portlandita (traço).

- **Amostra (AM130073) Paine 3, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) quartzo (abundante);
 - b) calcita (médio);
 - c) microclina (baixo-traço);

- d) albita (traço);
 - e) caulinita (traço).
- **Amostra enriquecida (AM130108) Painel 3, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) calcita (abundante);
 - b) quartzo (baixo);
 - c) hatrurita [C₃S] (baixo);
 - d) portlandita (baixo);
 - e) etringita (baixo-traço);
 - f) caulinita (traço).
- **Amostra enriquecida (AM130109) Painel 1, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) calcita (abundante);
 - b) quartzo (baixo);
 - c) portlandita (traço);
 - d) caulinita (traço).
- **Amostra (AM131298 e AM131287) Painel 2, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) calcita (abundante);
 - b) quartzo (médio);
 - c) hatrurita [C₃S] (baixo);
 - d) portlandita (baixo);
 - e) caulinita (baixo-traço).
- **Amostra enriquecida (AM131299 e AM131288) Painel 2, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) calcita (abundante);
 - b) quartzo (baixo);
 - c) hatrurita [C₃S] (baixo-traço);
 - d) portlandita (baixo-traço);
 - e) etringita (baixo-traço);
 - f) caulinita (traço).

- **Amostra bloco cerâmico, DRX** – minerais (fases) presentes:
 - a) quartzo (abundante);
 - b) amorfo (médio);
 - c) ortoclásio (baixo);
 - d) microclina (baixo);
 - e) cristobalita (baixo);
 - f) hematita (baixo).

5.4 Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX)

Os resultados das análises químicas quantitativas por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) em duas amostras representativas das argamassas analisadas são mostrados na tabela 5.3. A amostra, Argamassa (1:0:6), representa o painel em que foi aplicada argamassa de chapisco e argamassa de revestimento no traço (1:0:6) de cimento e areia e a amostra, Argamassa (1:2:8), corresponde ao painel em que foi aplicada argamassa de chapisco e argamassa de revestimento no traço (1:2:8) de cimento, cal e areia. A escolha das duas amostras deve-se à característica dos painéis, sua representatividade para a construção civil e pelo fato de apresentarem maiores diferenças químicas e microestruturais entre os quatro painéis analisados. Apesar das argamassas serem de traços bem distintos, os resultados de FRX não evidenciam diferenças significativas, apenas o elemento (óxido) alumina (Al_2O_3) apresentou pequena diferença nas análises.

O elemento mais predominante nas análises sílica (Si) é proveniente do agregado miúdo utilizado em grande quantidade no traço das argamassas. O segundo elemento mais abundante encontrado nas amostras analisadas é o Ca; este elemento está presente na composição dos principais produtos de hidratação dos aglomerantes utilizados nas argamassas objeto deste estudo (etringita, portlandita, CSH e também da calcita).

A presença dos elementos Ca, Al e S confirma a maior participação dos produtos de hidratação do cimento, principalmente a etringita, nas amostras analisadas.

Tabela 5.3 – Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) das amostras de argamassas de cimento Portland

Amostra	Ensaio (% massa)											
	Fluorescência de raios-X (FRX)											
	PPC	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MnO	CaO	MgO	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃
Argamassa (1:0:6)	7,3	4,8	69,2	0,2	0,9	0,2	14,7	0,6	0,1	0,6	1,3	0,3
Argamassa (1:2:8)	9,3	3,1	69,9	0,1	0,8	0,2	14,6	0,5	0,1	0,2	1,0	0,2

Obs: perda por calcinação (PPC).

Já na Tabela 5.4 estão os resultados das análises por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) de uma amostra do bloco cerâmico.

Nota-se como é importante ao se analisar argamassas, a separação das amostras de argamassa e do bloco cerâmico para as análises químicas globais. Nota-se nas Tabelas 5.3 e 5.4 como os compostos presentes nas argamassas e no bloco cerâmico poderiam ser facilmente mascarados e sobrepostos se fossem analisadas amostras contendo ambos mesclados (bloco cerâmico/argamassa), ou seja, os resultados mais confiáveis e consistentes partem de análises químicas em separado, como as deste trabalho.

Tabela 5.4 – Espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) de amostra do bloco cerâmico

Amostra	Ensaio (% massa)											
	Fluorescência de raios-X (FRX)											
	PPC	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MnO	CaO	MgO	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃
Bloco cerâmico	1,8	21,9	62,6	0,6	9,1	0,1	0,9	0,4	0,1	0,4	2,1	0,0

Obs: Perda por calcinação (PPC).

Para uma melhor compreensão, a Tabela 5.5 traz os minerais, fórmulas e seus respectivos sistemas cristalinos mais abordados neste texto.

Tabela 5.5 – Fórmulas e sistemas cristalinos dos minerais (fases)

Fórmulas e sistemas cristalinos dos minerais (fases)		
Minerais	Fórmula	Sistema cristalino
Quartzo	SiO ₂	trigonal
Cristobalita	SiO ₂	tetragonal
Calcita	CaCO ₃	trigonal
Portlandita	Ca(OH) ₂	trigonal
Etringita	Ca ₆ Al ₂ (SO ₄) ₃ (OH) ₁₂ .26(H ₂ O)	hexagonal
Hatrurita	[C ₃ S] Ca ₃ SiO ₅	trigonal
Caulinita	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	monoclínico
Hematita	Fe ₂ O ₃	trigonal
Ortoclásio	KAlSi ₃ O ₈	monoclínico
Microclina	KAlSi ₃ O ₈	triclínico
Albita	NaAlSi ₃ O ₈	triclínico

5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)

Apresentam-se as fotomicrografias e as microanálises das amostras de argamassa utilizando respectivamente o microscópio eletrônico de varredura – JEOL JSM 6360LV e o espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS) acoplado ao MEV. Em todas as fotomicrografias utilizou-se imagens de elétrons secundários para uma melhor resolução e maior potencial de aumento; as fotomicrografias em que as imagens foram obtidas por elétrons retroespalhados têm esta informação na legenda da figura.

Na fotomicrografia da Figura 5.7 vê-se a secção polida de uma amostra de argamassa de revestimento, sem recobrimento condutor. As marcações das áreas 1, 2, 3 e 4 indicam os pontos exatos onde a microanálise EDS foi feita na amostra de superfície. Como esta é uma secção polida da amostra, a fotomicrografia tem aparência bidimensional, pois a resina ocupa todos os poros e reentrâncias da argamassa.

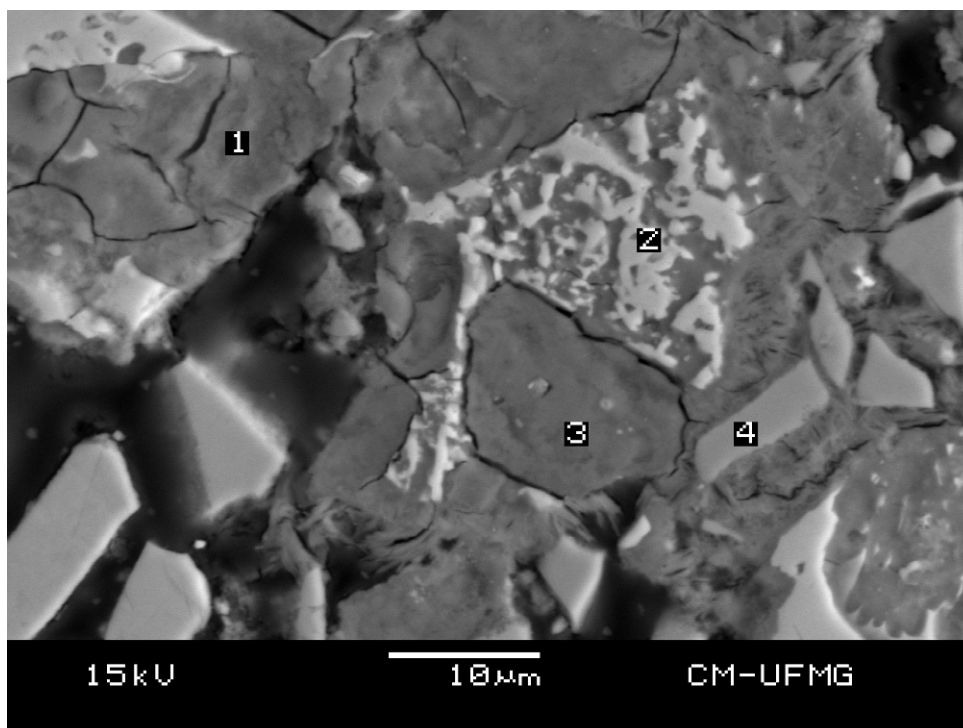


Figura 5.7 – Fotomicrografia de superfície de argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).

Tabela 5.6 – Microanálises EDS, áreas 1, 2, 3 e 4 da Figura 5.7

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Ti	Fe
Área 1	22,5	17,6	0,6	1,9	19,3	1,4	1,7	35,2	0,0	0,0
Área 2	15,1	10,3	0,7	9,0	6,9	0,9	0,9	37,4	1,6	17,2
Área 3	22,2	16,8	0,9	2,7	20,3	0,0	2,5	32,3	0,0	2,2
Área 4	20,2	12,7	2,5	5,9	18,2	0,0	1,9	35,8	0,0	0,0

A partir dos resultados de microanálise apresentados na Tabela 5.6, verifica-se nas áreas 1 e 3 elementos com teores elevados: Ca, Si, C e O, indicando a presença de calcita, CSH e mesmo portlandita. Na área 2 ocorrem elementos com teores elevados: Ca, Fe, C, O, Al e Si, indicando a presença de escória de alto-forno. Além disso em virtude dos teores elevados de Ca e C, o feixe de elétrons do instrumento incidiu em calcita ou mesmo na resina do embutimento. Na área 4 estão presentes elementos com teores elevados: Ca, C, Si, O, Al e em menor quantidade Mg, indicando a presença de escória de alto-forno sem ferro, além disso em virtude dos teores elevados de Ca e C, o feixe de elétrons detectou alguma calcita ou mesmo a resina do embutimento.

A Figura 5.8 é outra fotomicrografia da mesma amostra. Na Tabela 5.7 a microanálise EDS da área 1 confirma a presença de escória de alto-forno presente no cimento utilizado na argamassa.

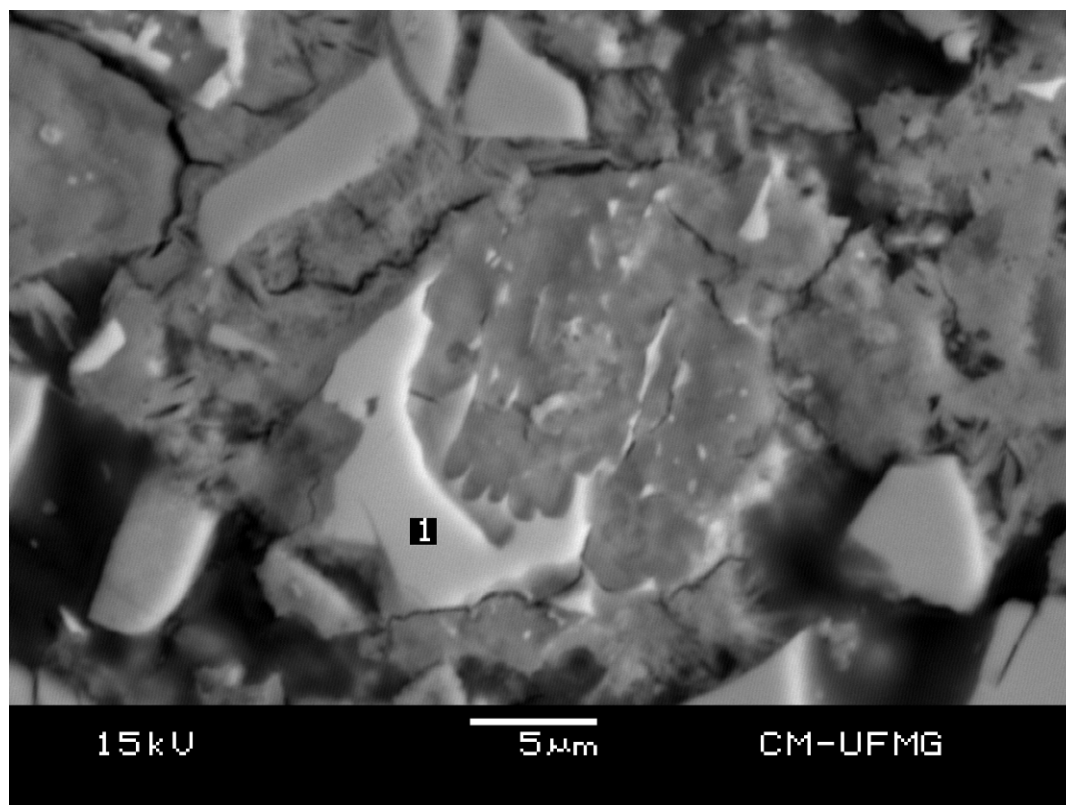


Figura 5.8 – Fotomicrografia de superfície argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).

Tabela 5.7 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.8

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	Mn	S	Ca	Ti	Fe
Área 1	17,1	10,6	1,0	9,9	6,8	1,2	1,0	37,3	1,5	13,8

A interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco é vista nas fotomicrografias das Figuras 5.9 e 5.10. Na fotomicrografia da Figura 5.9, as partículas angulosas mais claras são de escória de alto-forno e as partículas maiores arredondadas são o agregado miúdo (quartzo) presente na argamassa.

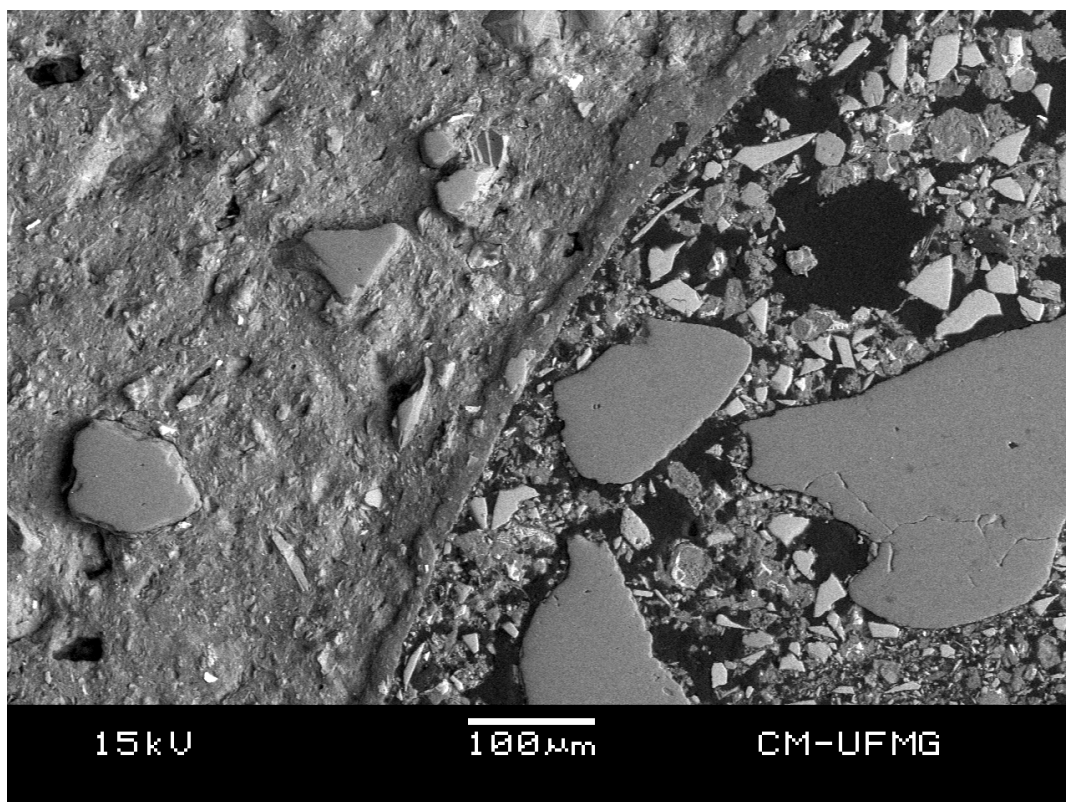


Figura 5.9 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).

A Figura 5.10 é uma fotomicrografia ampliada da interface que mostra em detalhe as partículas de escória de alto-forno e parte do material cimentício é visível também, à direita. No lado esquerdo, observa-se a microestrutura do bloco cerâmico.

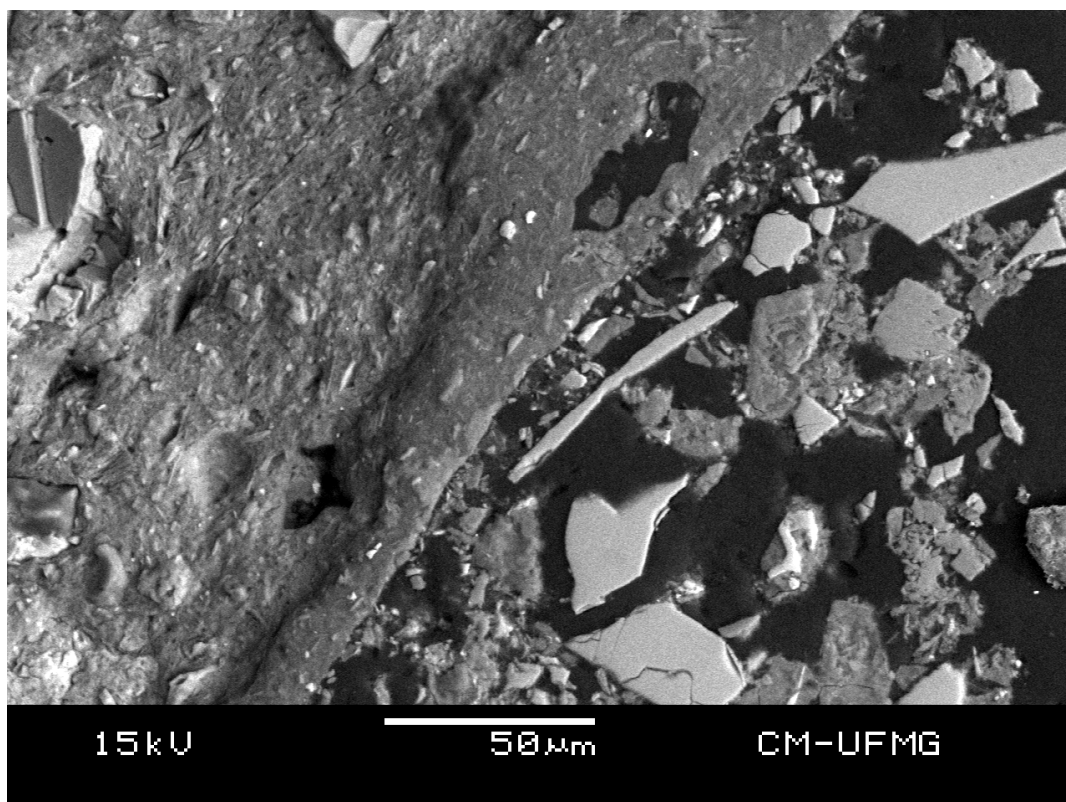


Figura 5.10 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).

A Figura 5.11 mostra outra região da interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco e as microanálises das áreas indicadas estão na Tabela 5.8. Os elementos majoritários C, Si, Al, O, Fe, Ca, K, S e P estão na área 1, confirmando ser o bloco cerâmico com contaminação de carbono proveniente da resina do embutimento. Na área 2 há a presença de elementos com teores elevados C, Ca, Si, O, Al, Fe, K, S e P; neste caso, trata-se de uma reentrância do bloco cerâmico com argamassa depositada e contaminação de carbono da resina. Finalmente na área 3, os elementos principais C, Ca, Si e O indicam a presença de argamassa com predominância de CSH; o carbono pode ser da resina e/ou calcita.

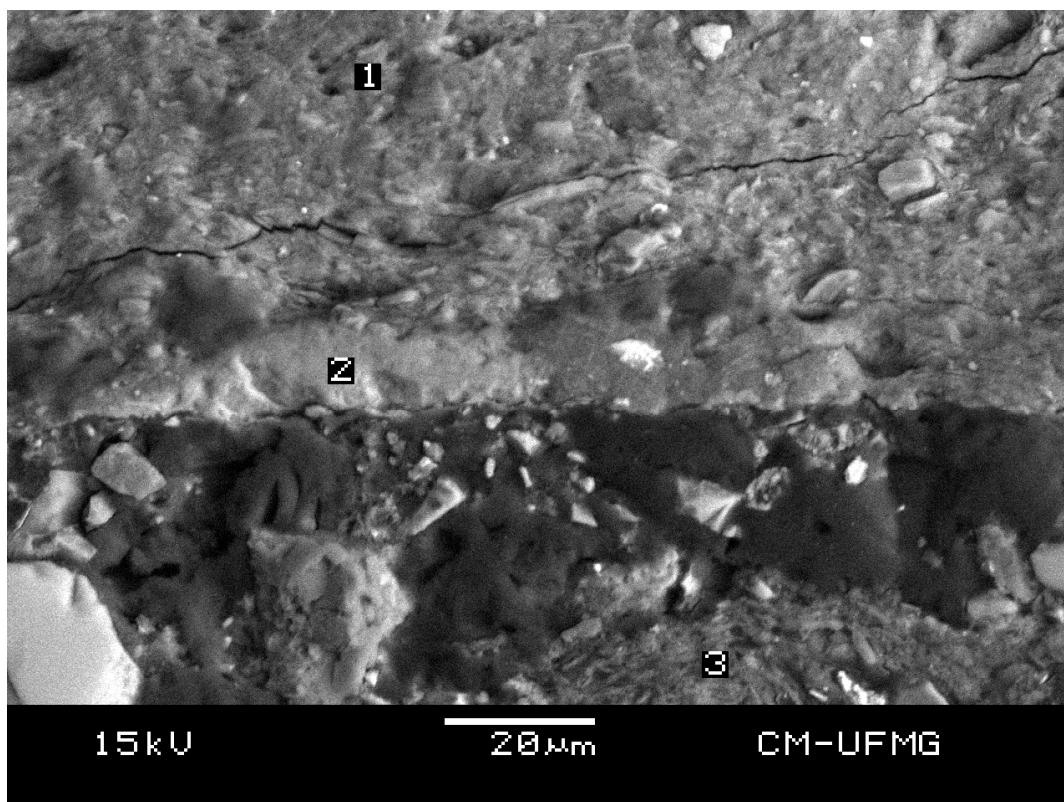


Figura 5.11 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (secção polida, sem recobrimento condutor).

Tabela 5.8 – Microanálises EDS, áreas 1, 2 e 3 da Figura 5.11

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	32,0	14,3	0,0	16,0	20,2	1,6	1,7	5,0	1,9	7,4
Área 2	27,5	15,4	0,5	14,0	17,6	1,3	1,2	16,7	1,9	4,0
Área 3	34,5	14,0	0,4	2,2	17,9	1,2	1,5	26,5	0,0	1,9

Ainda na mesma amostra numa região próxima à interface da argamassa de chapisco com a argamassa de revestimento na Figura 5.12, há partículas maciças angulosas mais claras e partículas cinzentas maciças com microveios também mais claros; ambas correspondem a escória de alto-forno proveniente do cimento utilizado na argamassa. A fase cinza porosa abundante, analisada na área 1 (Tabela 5.9) corresponde predominantemente à portlandita, com alguma calcita e pouca quantidade de CSH.

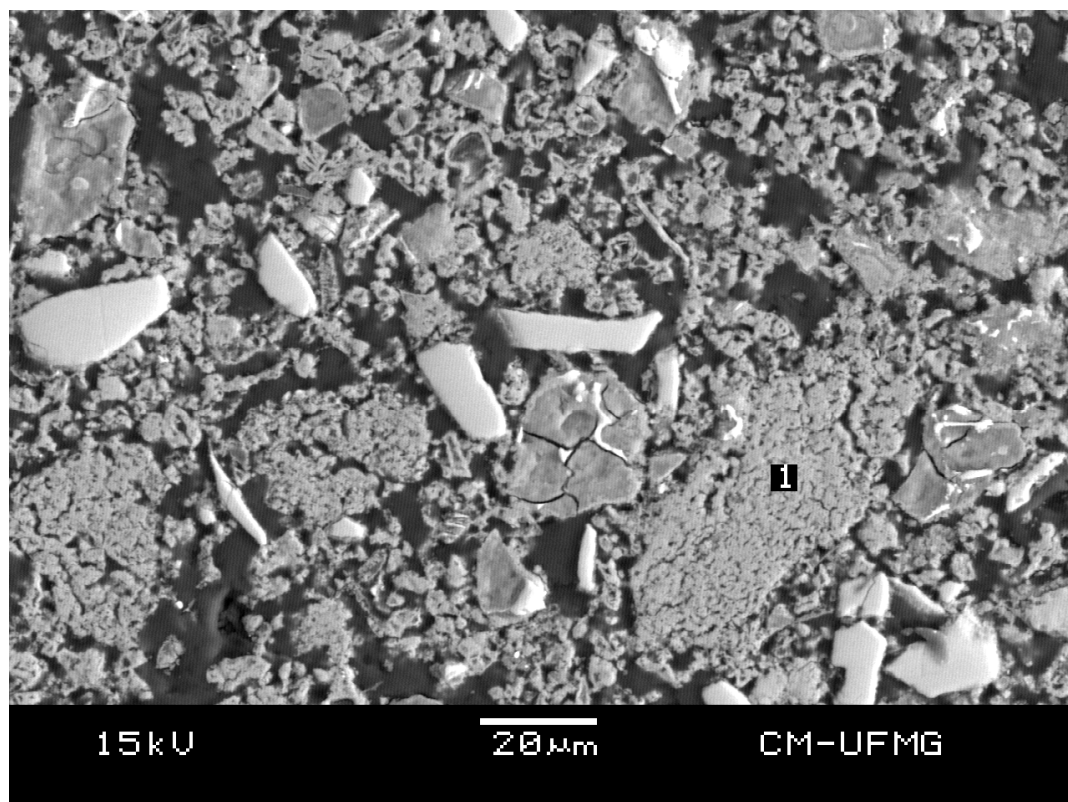


Figura 5.12 – Fotomicrografia da argamassa, próximo da interface de chapisco/argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).

Tabela 5.9 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.12

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Cl
Área 1	26,3	15,4	0,4	1,4	6,7	0,0	1,0	47,4	0,7	0,7

A mesma microestrutura porosa e fina de portlandita dominante é vista em detalhe (aumento maior) na Figura 5.13, com microanálise da área 1 na Tabela 5.10, em região próxima à da foto anterior. A presença de calcita minoritária é possível também.

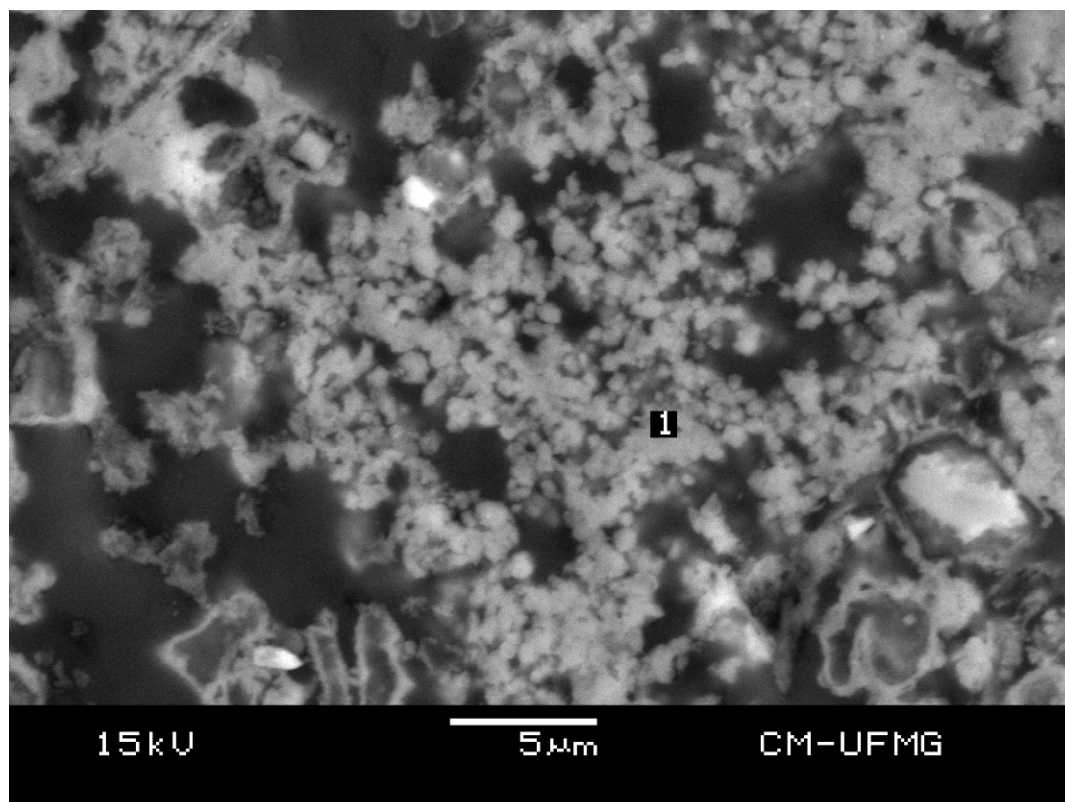


Figura 5.13 – Fotomicrografia da argamassa, próximo da interface de chapisco/argamassa de revestimento (secção polida, sem recobrimento condutor).

Tabela 5.10 – Microanálise EDS, área 1 da Figura 5.13

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	28,5	14,7	0,7	1,1	11,2	0,0	0,9	43,0	0,0	0,0

A partir da Figura 5.14, mostram-se as microestruturas de amostras preparadas da maneira mais simples: as amostras foram apenas fragmentadas e colocadas no dessecador por uma semana e depois expostas ao alto vácuo para a retirada da umidade. As superfícies fraturadas foram observadas diretamente no MEV, sem nenhum tratamento e sem recobrimento de película condutora.

A fotomicrografia da Figura 5.14 mostra a interface exata bloco cerâmico/argamassa de chapisco confirmada pela microanálise EDS da Tabela 5.11 que indica na área 1 os elementos com teores elevados: Si, Al, O, Fe, C e K, S e P, característicos do bloco cerâmico e na área 2 os elementos principais Ca, O, Si, C, Al, Fe, C, K e S, com uma composição média típica de argamassa.

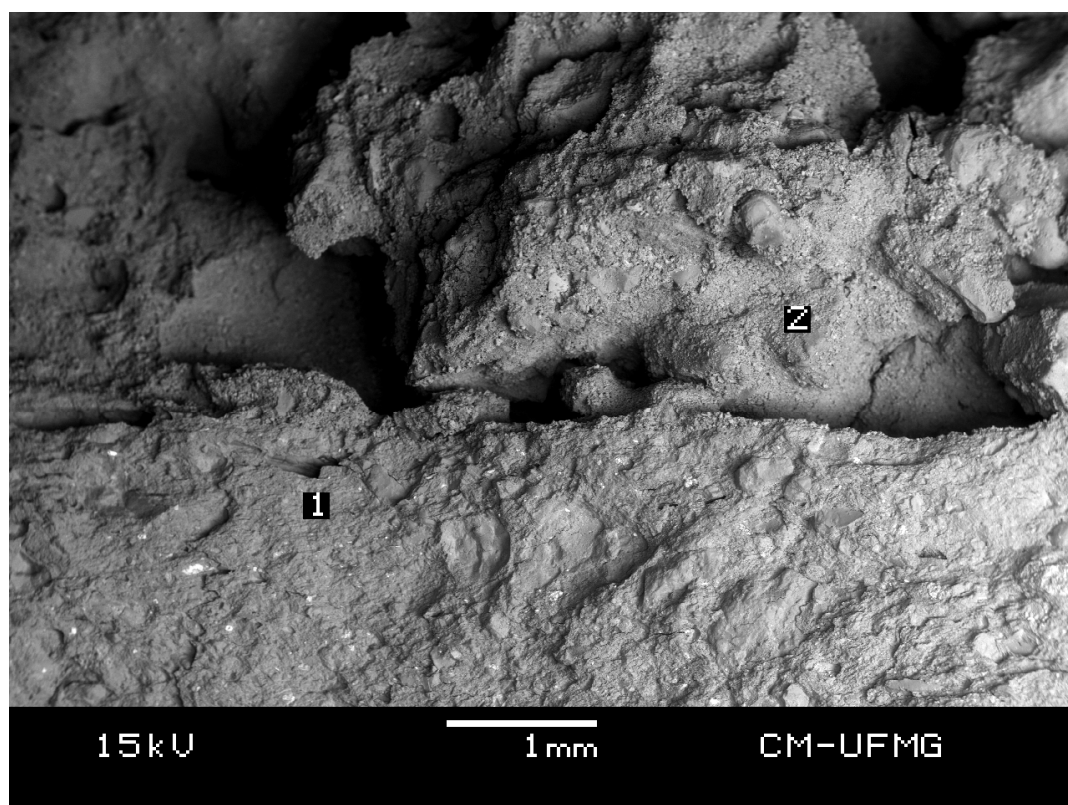


Figura 5.14 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Tabela 5.11 – Microanálises EDS, áreas 1 e 2 da Figura 5.14

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	7,6	23,0	0,0	22,6	32,8	0,0	0,0	1,6	2,3	8,3
Área 2	13,9	21,2	0,7	4,9	16,3	0,0	1,3	37,6	1,4	2,7

A fotomicrografia da Figura 5.15, obtida com elétrons retroespalhados, mostra o contato da argamassa com o bloco cerâmico; os fragmentos angulosos são de escória de alto-forno, envolvidos por material cimentício. Na parte superior, aflora parte de uma partícula de areia.

Já na Figura 5.16 podem-se ver muitas agulhas curtas, com morfologia característica de etringita e as microanálises EDS na Tabela 5.12 mostram composição compatível com as fases principais da argamassa; a presença de S e Al é consistente com a fase etringita.

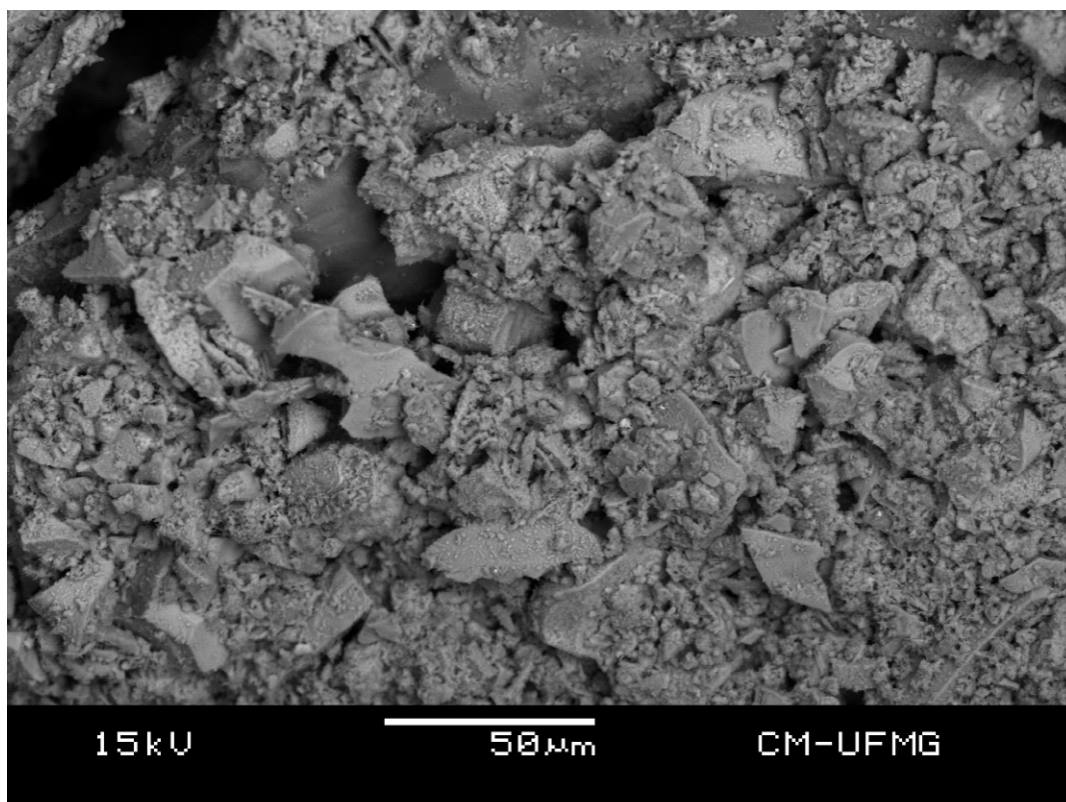


Figura 5.15 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento) (imagem de elétrons retroespalhados).

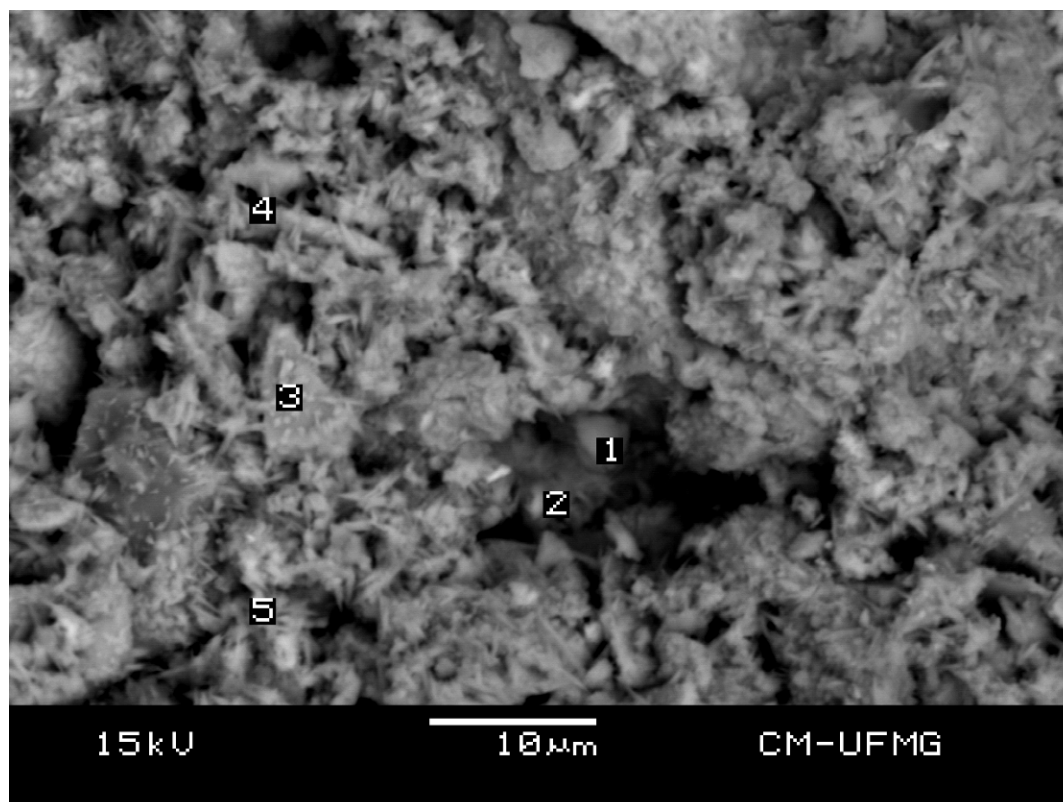


Figura 5.16 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Tabela 5.12 – Microanálises EDS, áreas 1, 2, 3, 4 e 5 da Figura 5.16

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	14,3	21,3	0,5	7,5	15,0	0,0	1,2	36,6	0,8	2,9
Área 2	12,9	22,1	0,6	7,4	15,0	0,0	1,5	35,5	1,1	3,9
Área 3	13,9	22,9	0,5	7,0	14,1	0,0	1,4	35,9	1,3	3,1
Área 4	14,0	21,9	0,6	7,2	14,5	0,0	1,4	35,8	1,1	3,0
Área 5	12,0	21,9	0,7	7,2	16,5	0,0	1,4	35,8	1,1	2,9

Nas Figuras 5.17 e 5.18, em região próxima da interface do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco nota-se a presença de microagulhas de etringita (morfologia típica desta fase). As microanálises EDS das Tabelas 5.13 e 5.14 confirmam a composição média de argamassa, com ênfase nos elementos Al e S, específicos da etringita.

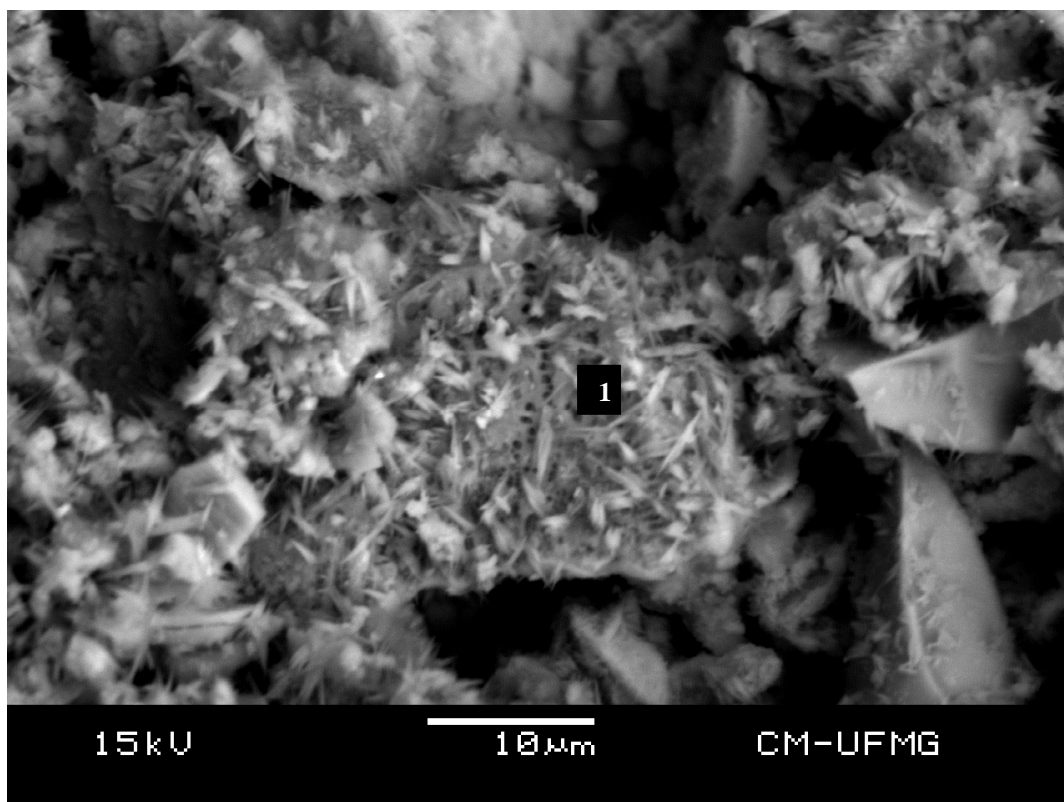


Figura 5.17 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Tabela 5.13 – Microanálise EDS, da Figura 5.17

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Mn
Área 1	17,2	26,9	2,0	5,8	15,0	0,0	2,0	28,4	0,9	1,3

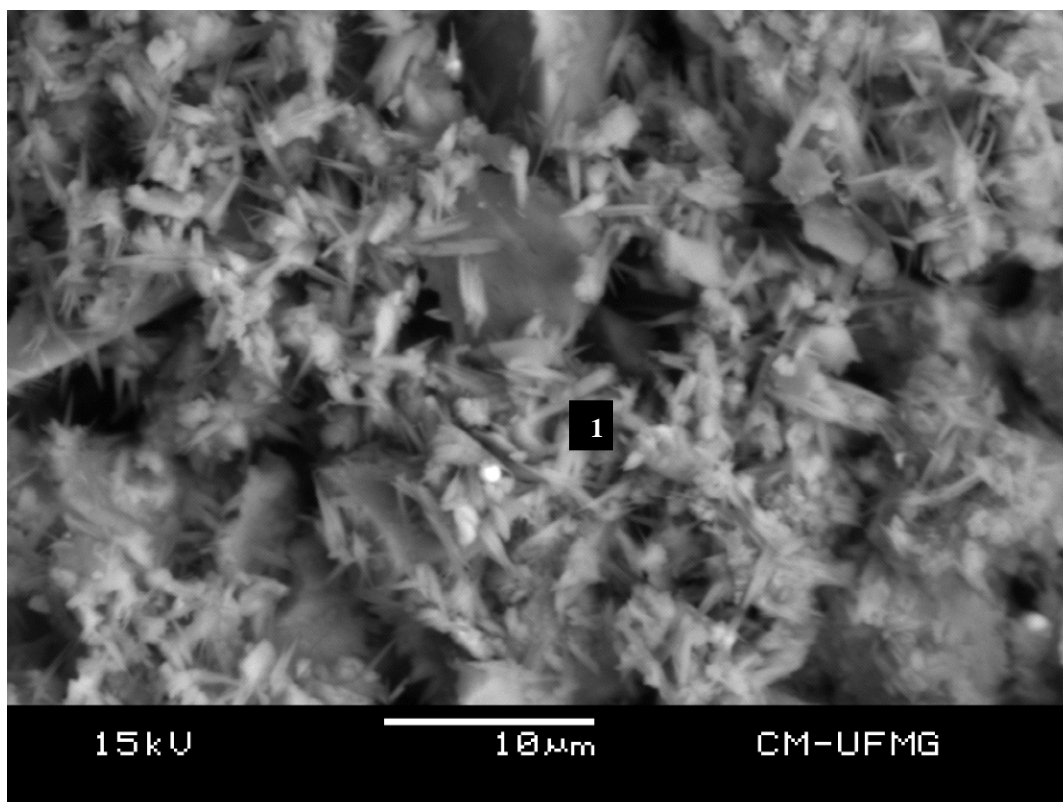


Figura 5.18 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Tabela 5.14 – Microanálise EDS, da Figura 5.18

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	14,7	28,0	1,2	7,3	12,5	0,0	2,0	28,0	1,4	5,0

A Figura 5.19 mostra morfologia sugestiva de calcita, na parte central da fotomicrografia.

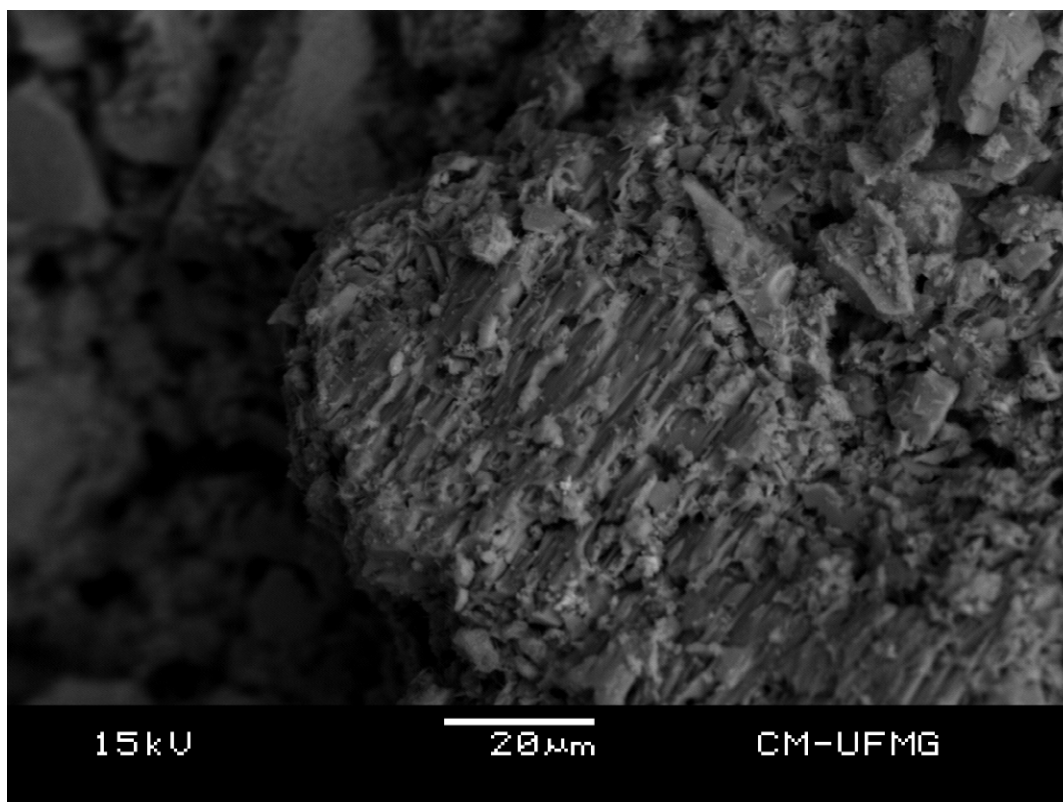


Figura 5.19 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Já nas Figuras 5.20 e 5.21, as fotomicrografias mostram vários romboedros típicos da calcita, o que é confirmado pela microanálise EDS da Tabela 5.15 onde apenas os elementos Ca, O e C são majoritários; note-se como o teor de C é mais alto do que nas microanálises anteriores, o que enfatiza ainda mais a calcita. Observam-se também microagulhas de etringita. A micrografia 5.21 é uma ampliação de uma região da foto 5.20.

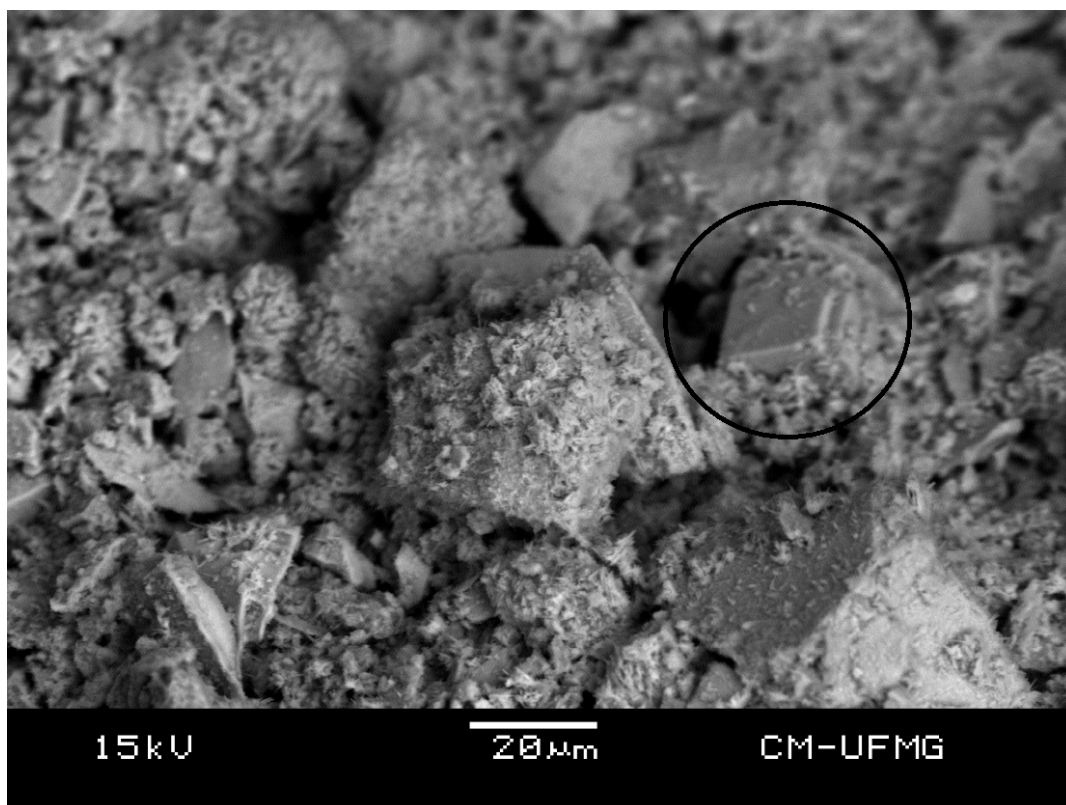


Figura 5.20 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

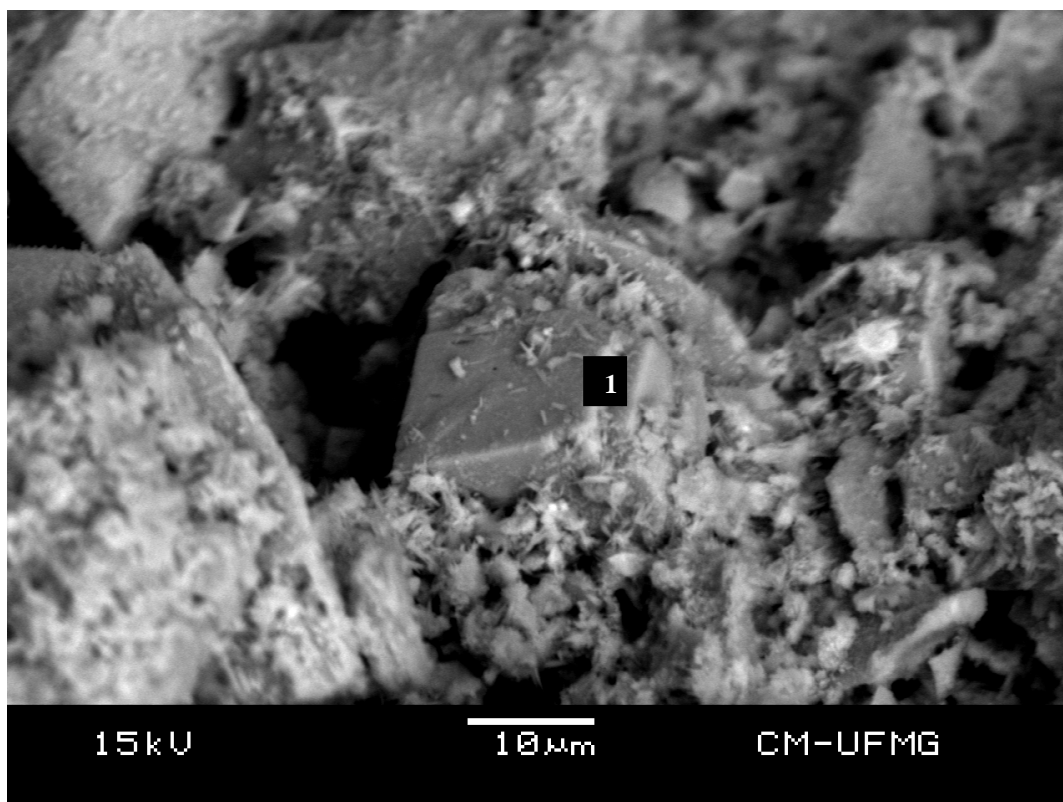


Figura 5.21 – Fotomicrografia próxima da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (fratura sem recobrimento).

Tabela 5.15 – Microanálise EDS, da Figura 5.21

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	21,9	32,4	0,4	1,2	2,8	0,0	2,8	40,3	0,0	0,5

5.6 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e espectrometria de raios-X dispersiva em energia (EDS)

Nesta etapa foram utilizados dois microscópios eletrônicos de varredura de alta resolução (MEV-FEG) conforme mencionado anteriormente.

5.6.1 Microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB

Mostram-se as fotomicrografias e as microanálises das amostras de argamassa utilizando o microscópio eletrônico de varredura FEG com sistema de nanofabricação FIB e o espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS) acoplado ao MEV. Em todas as fotomicrografias utilizou-se imagens de elétrons secundários para uma melhor resolução e maior potencial de aumento; as fotomicrografias que as imagens foram obtidas por elétrons retroespalhados têm isto indicado na legenda da figura.

Na Figura 5.22 observa-se uma área de amostra de argamassa de revestimento recoberta com ouro, próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco. As marcações das áreas 1, 2 e 3 indicam os pontos onde as microanálises EDS foram feitas. Na Figura 5.23 as microanálises EDS mostram que as áreas 1 e 3 apresentam teores elevados de Ca, Si, Al e S que indicam composição média da argamassa. Já na área 2 as raias altas de S e Ca indicam se tratar de sulfato de cálcio hidratado (bassanita); no entanto, as morfologias são inconclusivas.

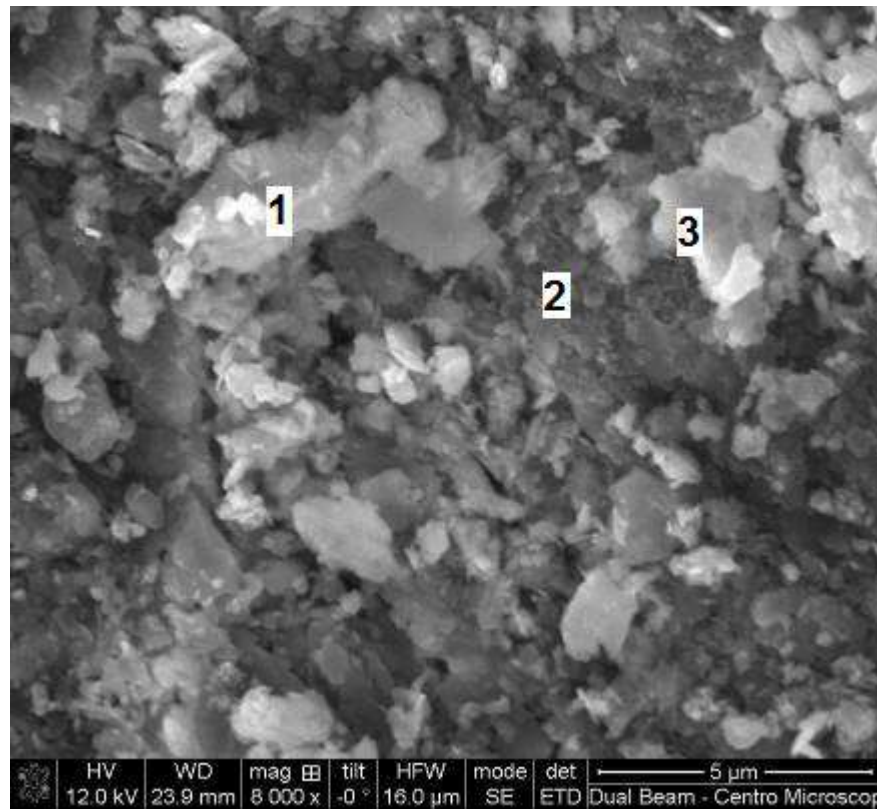


Figura 5.22 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de ouro)

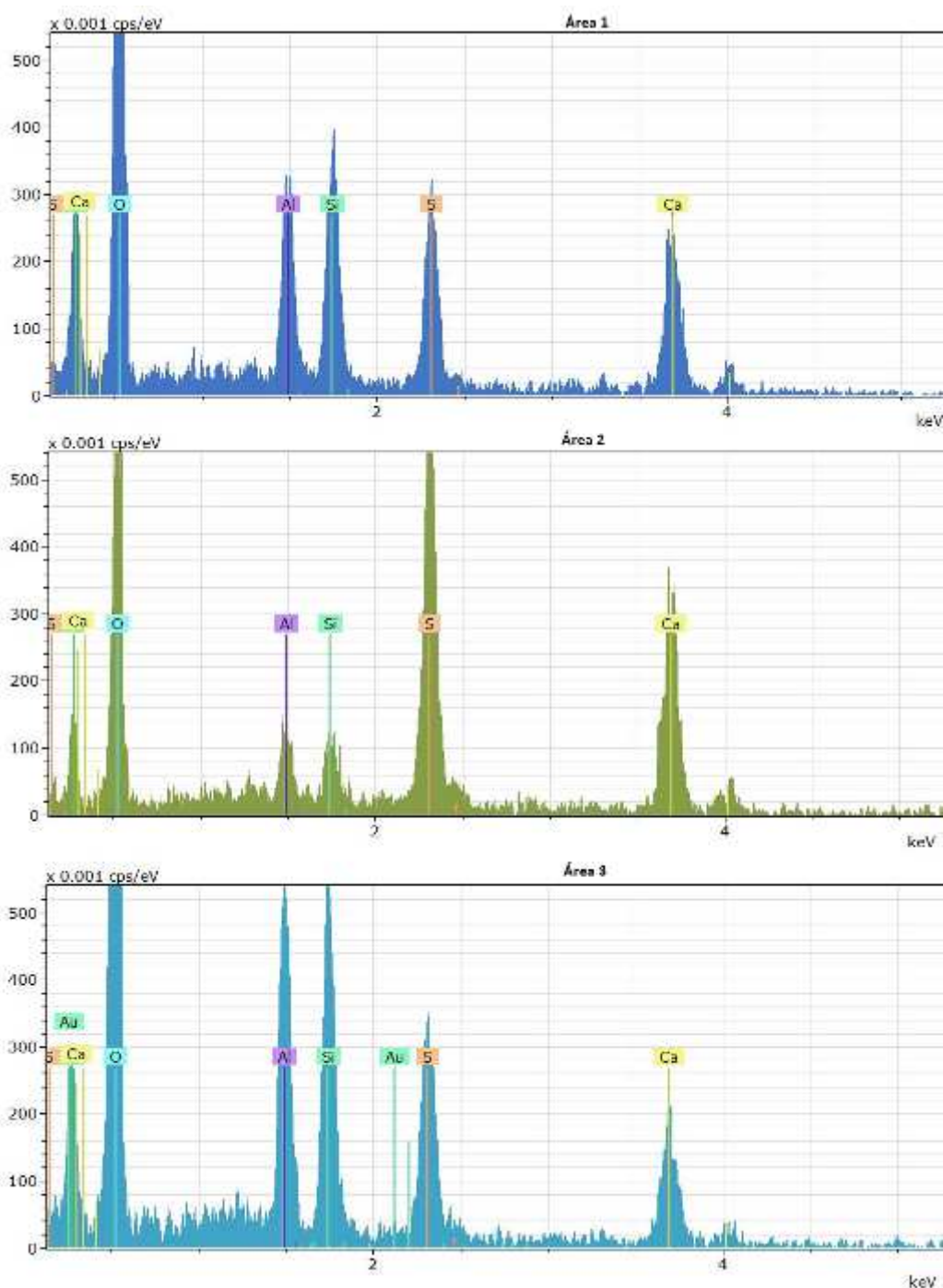


Figura 5.23 – Microanálises EDS da figura 5.22.

A Figura 5.24 apresenta a amostra de argamassa de revestimento recoberta com ouro. Nas áreas 1 e 2 as microanálises EDS, mostradas na Figura 5.25, indicam que a área 1 pode ser portlandita (calcita) e notam-se várias placas de portlandita em outros pontos. Já o ponto 2 corresponde certamente a etringita; como o volume atingido pelo feixe de elétrons é muito maior que o cristal, boa parte da análise provém de microrregiões vizinhas, o que distorce a

análise; além disso, o pico do S acha-se coberto pelo Au. Há várias outras fitas de etringita conforme pode ser visto na fotomicrografia.

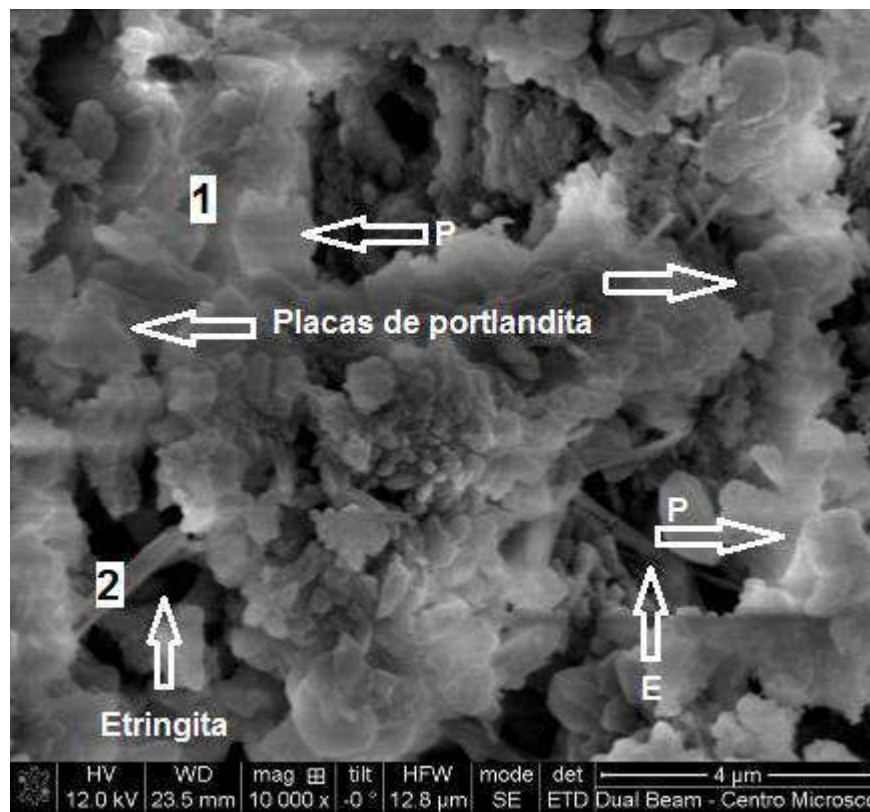


Figura 5.24 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de ouro). As setas brancas indicam placas de portlandita e as setas vermelhas fitas de etringita.

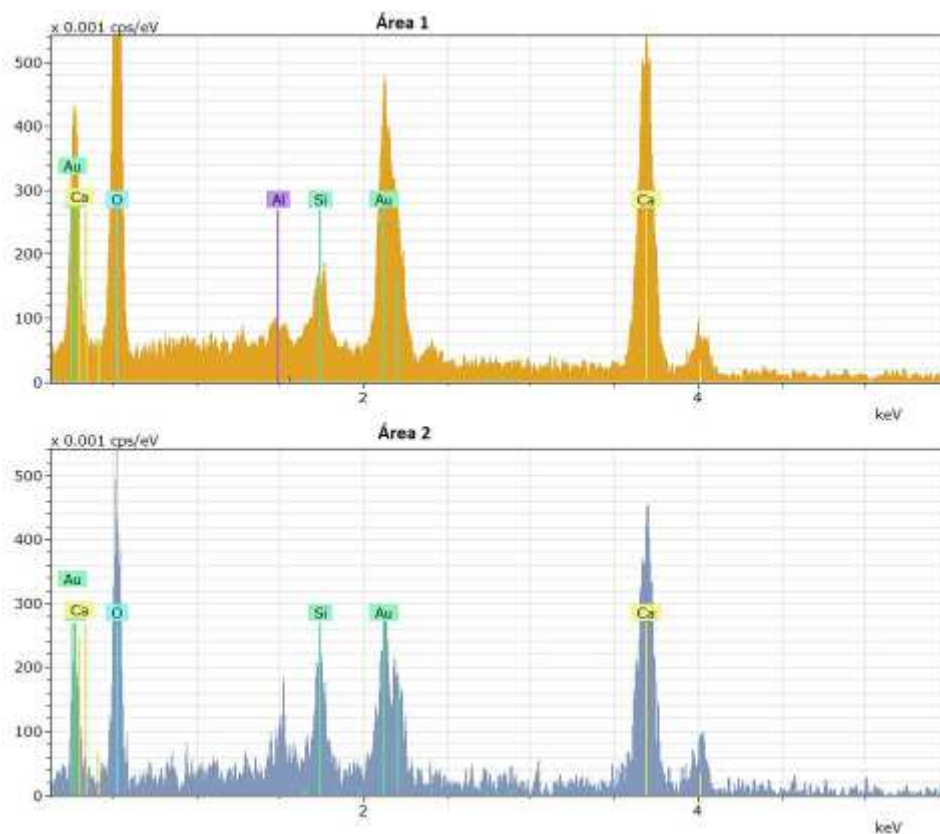


Figura 5.25 – Microanálises EDS da figura 5.24.

A fotomicrografia da Figura 5.26 corresponde a uma amostra de argamassa de revestimento com cal no seu traço e recoberta com carbono; as microanálises EDS são mostradas na Figura 5.27. A área 1 apresenta raias altas de O, Si, Al e Ca, além de Mg em baixa concentração, que sugerem se tratar de CSH, mas a morfologia é inconclusiva. Na área 2 a microanálise EDS mostra raias elevadas de O, Si e Ca e Al em baixa concentração, também indicando se tratar de CSH; aqui a morfologia é consistente com CSH. Já na área 3 a microanálise EDS apresenta raias elevadas apenas de O e Ca que indica se tratar de portlandita (calcita); a morfologia é compatível com a $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

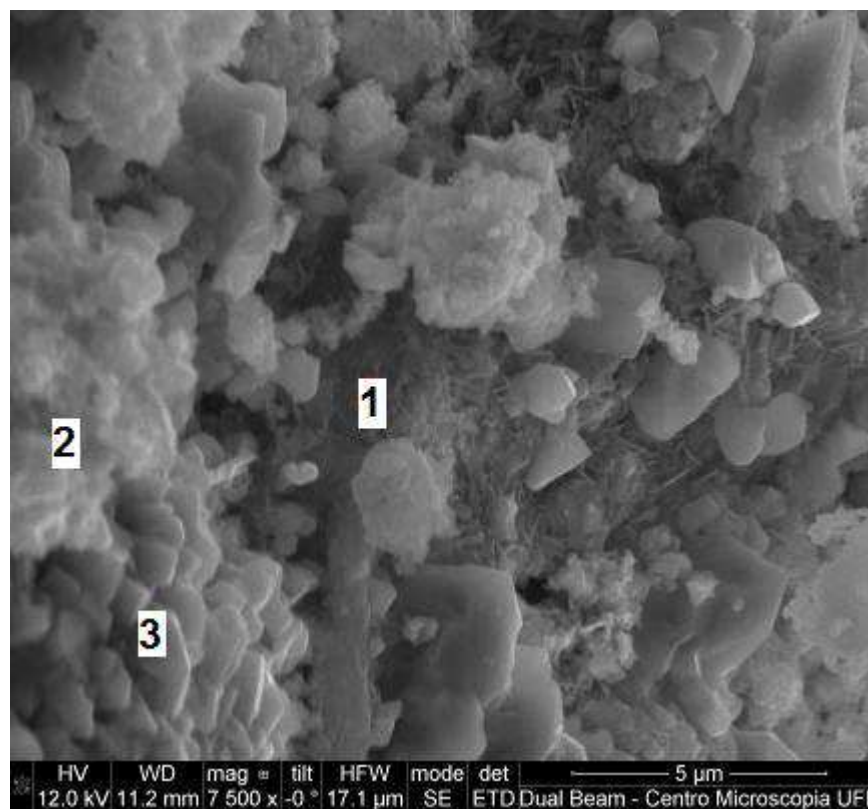


Figura 5.26 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa revestimento com cal (recoberta de carbono).

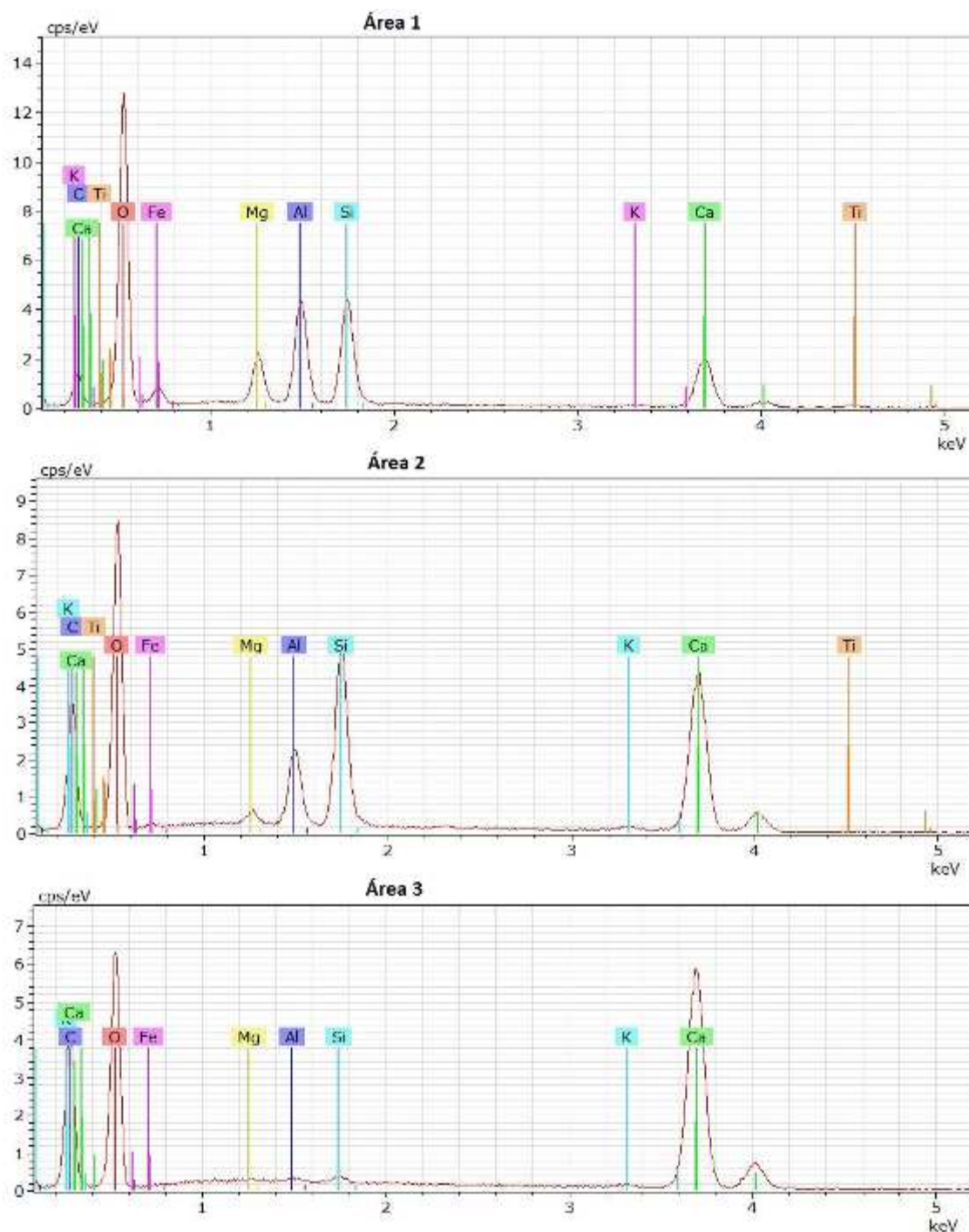


Figura 5.27 – Microanálise EDS da figura 5.26.

A fotomicrografia da Figura 5.28 ilustra uma amostra de argamassa de revestimento com cal no seu traço, sem nenhum tipo de recobrimento. Analisando as microanálises EDS da Tabela 5.16 verifica-se que na área 1, pela morfologia de prisma (fita), trata-se de etringita, apesar do teor de S ser muito baixo; provavelmente o feixe de elétrons excitou área vizinha, diluindo o sinal do S. Já na área 2, a morfologia de placa e a microanálise EDS indicam tratar-se de portlandita, parcialmente transformada para calcita.

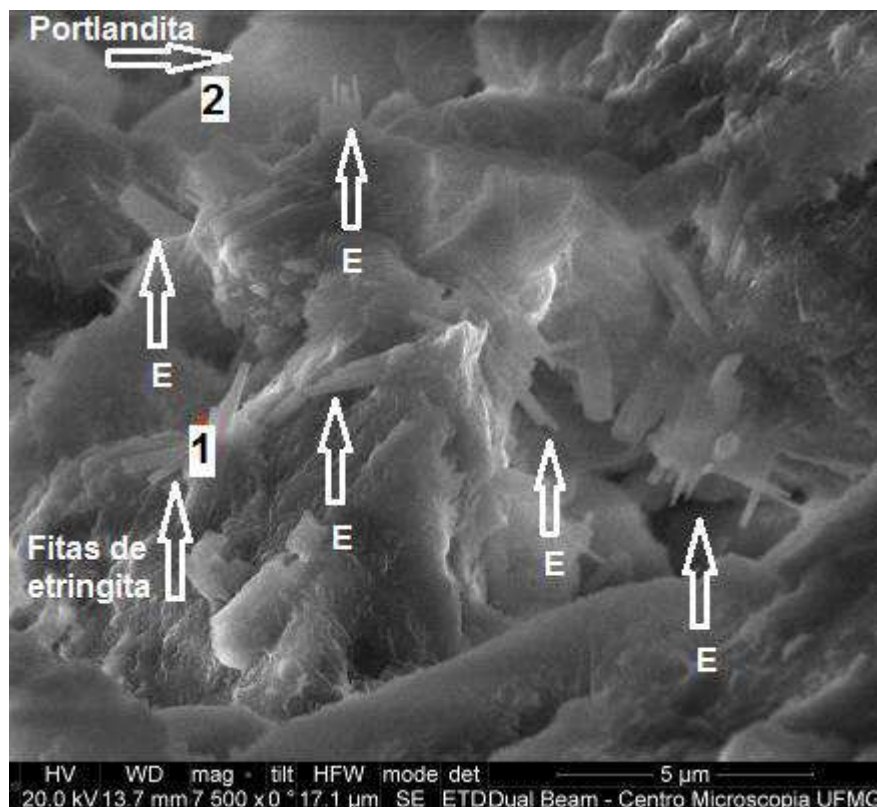


Figura 5.28 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal (sem recobrimento). As setas brancas indicam placas de portlandita e setas vermelhas fitas de etringita.

Tabela 5.16 – Microanálises EDS, da Figura 5.28

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	9,6	46,5	0,4	1,4	5,2	0,0	0,7	35,6	0,0	0,7
Área 2	7,0	54,4	0,7	4,4	5,9	0,0	0,5	26,4	0,0	0,8

Na fotomicrografia da Figura 5.29 vê-se uma amostra de argamassa de revestimento com cal no seu traço, sem nenhum tipo de recobrimento. Analisando a microanálise EDS da Tabela 5.17 de uma região próxima à interface da argamassa de chapisco/argamassa de revestimento verifica-se morfologia e composição química indicativas de portlandita e/ou calcita na área 1. As áreas 2 e 3 mostram agulhas de etringita recobrindo portlandita (calcita); contudo, os teores de S estão muito baixos, indicando diluição deste elemento no volume de excitação induzido pelo feixe de elétrons.

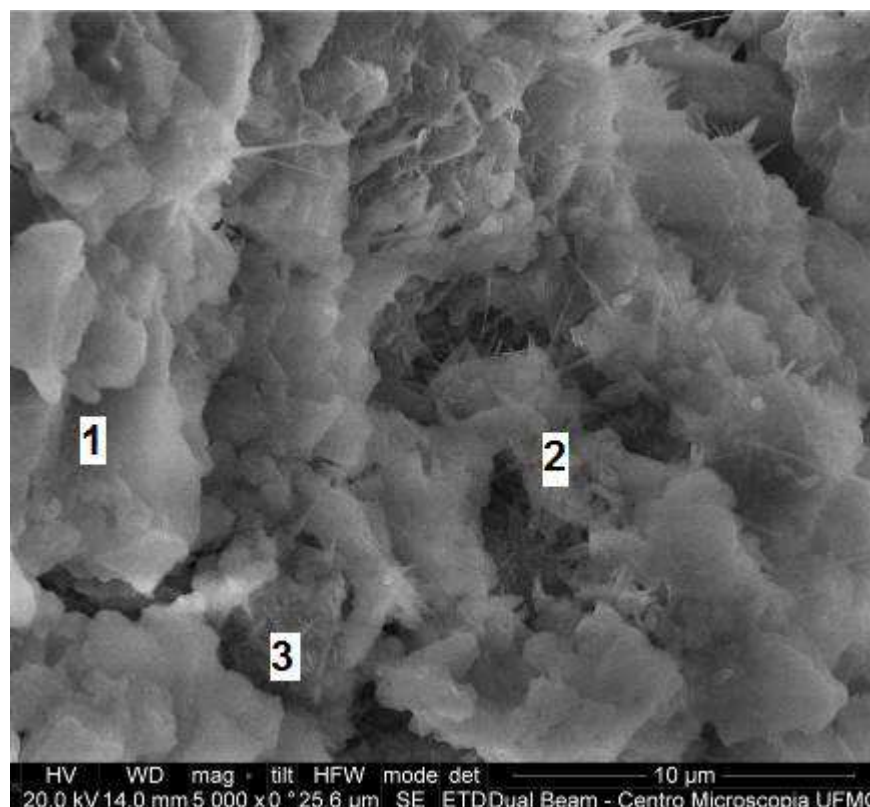


Figura 5.29 – Fotomicrografia da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal (sem recobrimento).

Tabela 5.17 – Microanálises EDS, da Figura 5.29

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	13,5	56,5	0,3	0,5	1,3	0,0	0,0	27,9	0,0	0,0
Área 2	14,1	57,1	0,8	2,3	3,5	0,0	0,3	21,8	0,0	0,2
Área 3	9,7	52,9	0,6	2,6	3,8	0,0	0,4	26,4	0,3	3,5

Numa região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco sem recobrimento condutor (Figura 5.30 e microanálises da Tabela 5.18), os aspectos seguintes são notórios: área 1: etringita sobre calcita (concentrações altas de O, Ca e C; baixa de S); área 2: resíduo do bloco cerâmico (concentrações altas de O, Si e Al; baixas de Fe e K), área 3: calcita (concentrações altas de O, Ca e C) mais a morfologia sugestiva; área 4: etringita sobre calcita (portlandita) com a presença de CSH (concentrações altas de O, Ca, Si, Al, C e média de S).

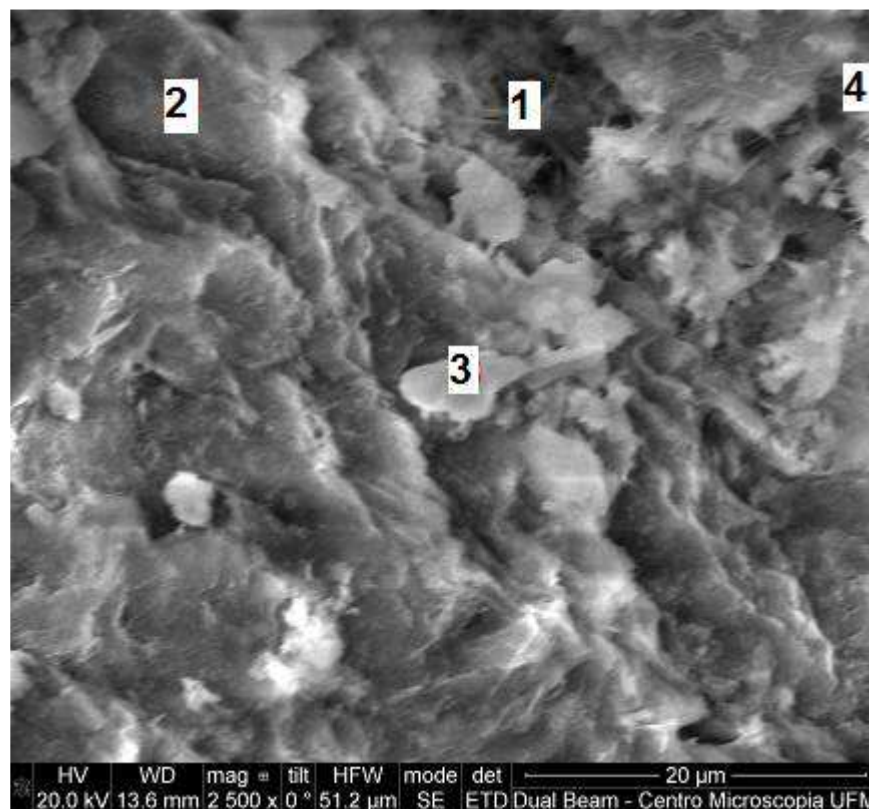


Figura 5.30 – Fotomicrografia da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (sem recobrimento).

Tabela 5.18 – Microanálises EDS, da Figura 5.30

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	12,1	57,2	0,4	1,7	2,6	0,0	1,3	24,1	0,0	0,7
Área 2	0,0	42,8	0,5	23,7	18,8	0,0	2,5	6,0	1,1	4,8
Área 3	13,1	57,3	0,0	3,0	2,7	0,0	0,4	23,1	0,0	0,5
Área 4	6,4	43,8	0,0	5,6	6,9	0,0	2,5	32,9	0,0	1,9

A superfície de uma amostra de argamassa de revestimento sem nenhum tipo de recobrimento é estudada nas fotomicrografias das Figuras 5.31 e 5.32. Pela análise da morfologia, conclui-se pela predominância de calcita, com a clivagem típica, principalmente na Figura 5.32; em outras áreas, há ocorrência subordinada de portlandita.

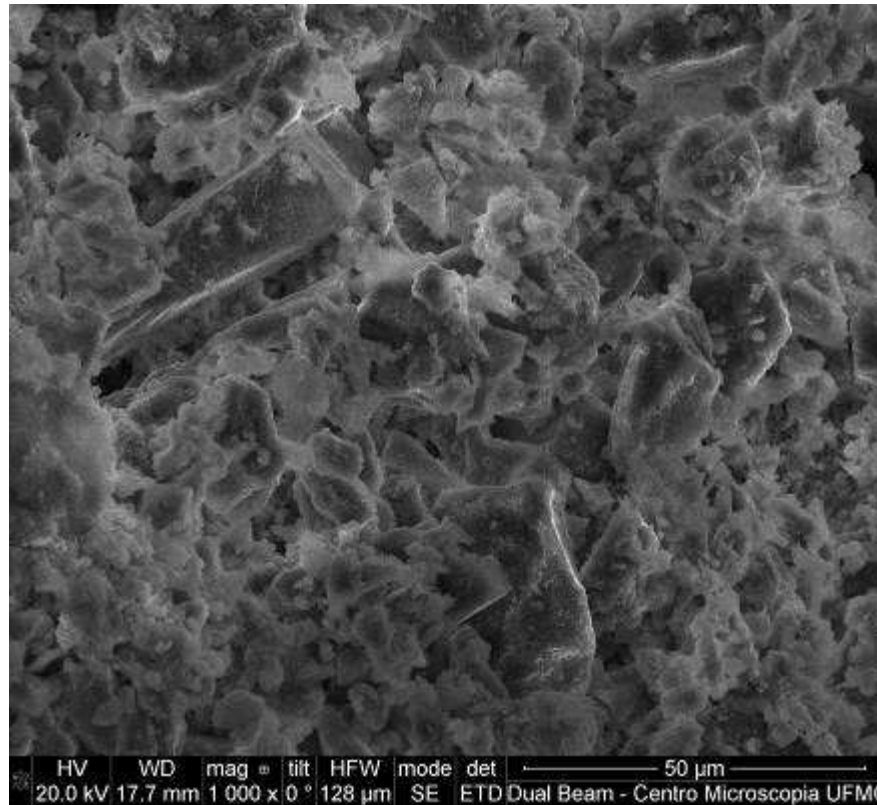


Figura 5.31 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).

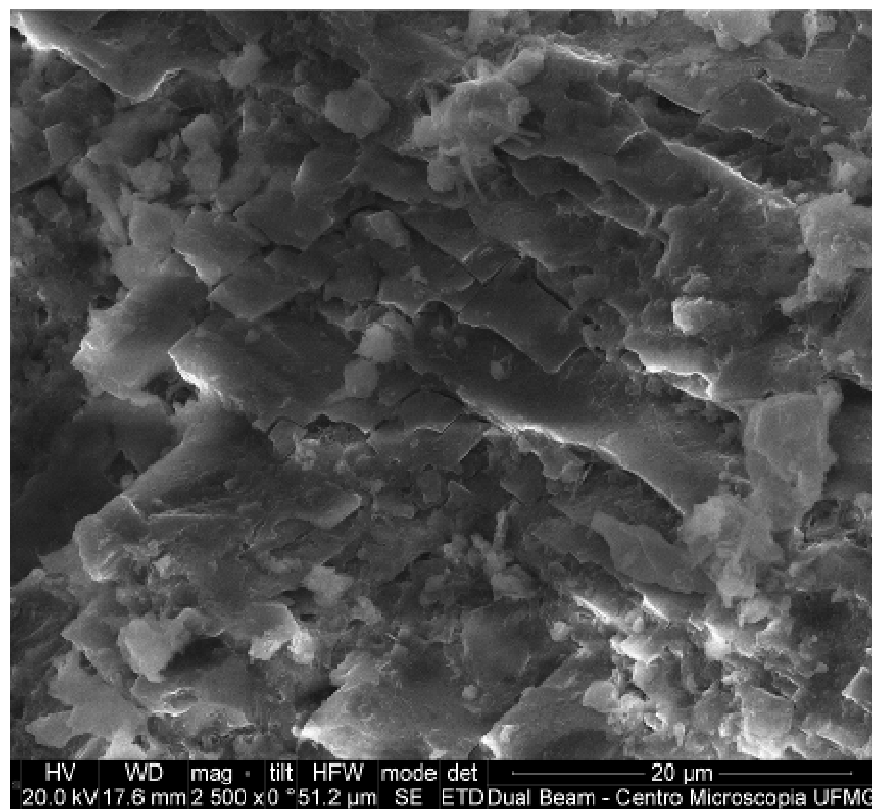


Figura 5.32 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).

A mesma amostra é focada na Figura 5.33, há presença de uma borda de cristal de calcita na área 1, o que é reforçado pela microanálise (Tabela 5.19). Na área 2, a morfologia é típica de etringita; já na microanálise EDS, o feixe de elétrons atingiu outras áreas, devido ao tamanho muito pequeno do cristal de etringita, distorcendo o resultado da análise química. Já na área 3, vê-se trecho da superfície do bloco cerâmico, com recobrimento fino de material cimentício.

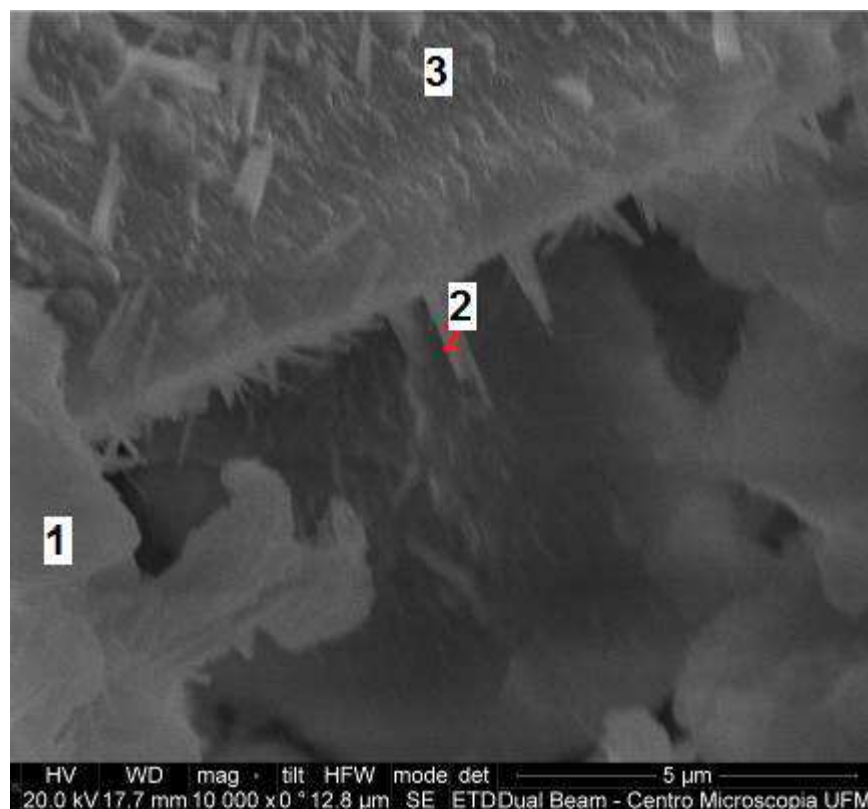


Figura 5.33 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (sem recobrimento).

Tabela 5.19 – Microanálises EDS, da Figura 5.33

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	12,9	59,3	0,5	1,5	3,1	0,0	0,0	22,6	0,0	0,0
Área 2	4,7	51,1	1,4	3,3	8,4	0,0	0,4	28,8	1,5	0,5
Área 3	5,8	52,4	0,5	3,9	8,8	0,0	0,7	24,8	0,0	0,5

Na Figura 5.34, a presença é de portlandita, altamente evidenciada pela morfologia como pela microanálise (área 1, Tabela 5.20).

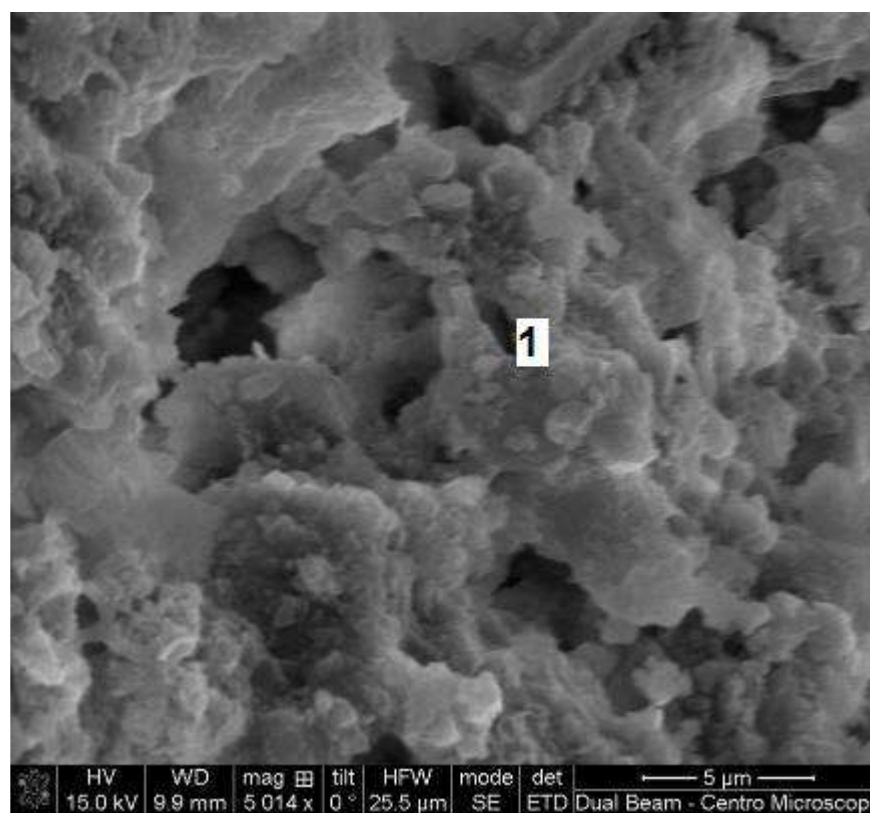


Figura 5.34 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de ouro).

Tabela 5.20 – Microanálise EDS, da Figura 5.34

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	7,8	45,3	0,5	1,1	3,5	0,0	0,0	40,7	0,6	0,6

A superfície de amostra de argamassa de revestimento com recobrimento de ouro é mostrada na Figura 5.35, com microanálises EDS na Tabela 5.21. Na área 1 há a presença de material cimentício sobre o bloco cerâmico; fenômeno semelhante ocorre na área 2, onde a morfologia é característica de etringita e portlandita (calcita), mas a microanálise EDS indica que o feixe de elétrons atingiu a superfície do bloco cerâmico, situada abaixo.

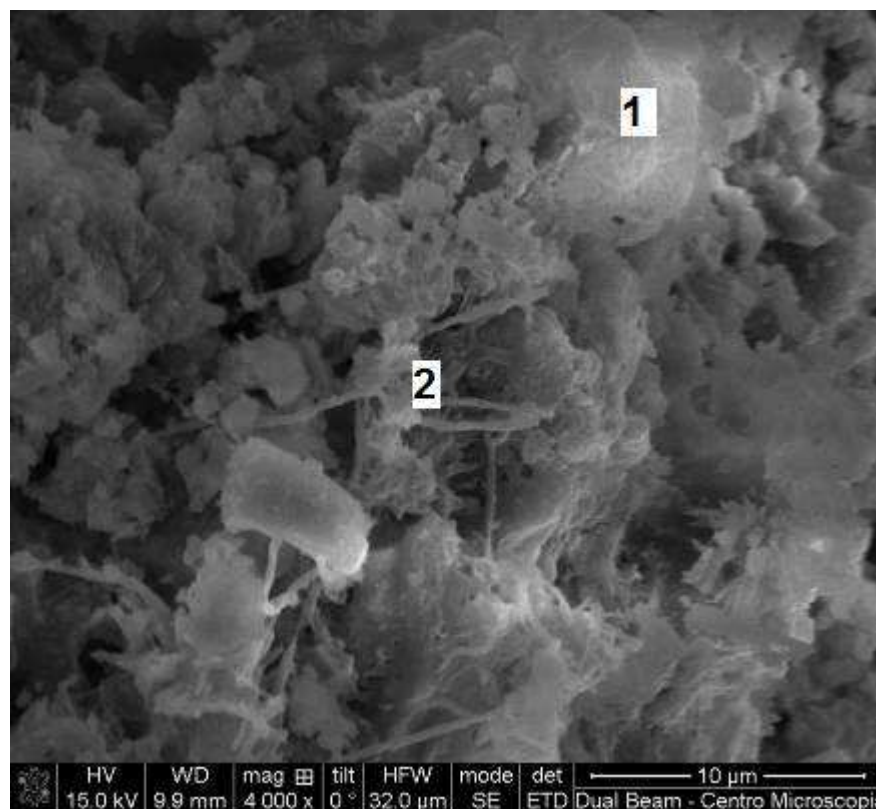


Figura 5.35 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de ouro).

Tabela 5.21 – Microanálises EDS, da Figura 5.35

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	4,8	41,5	2,5	5,7	24,5	0,3	0,0	17,8	0,8	2,0
Área 2	5,6	45,4	1,6	6,0	22,4	3,3	0,7	13,2	0,9	1,0

Na fotomicrografia da Figura 5.36 observa-se uma amostra da argamassa de revestimento com recobrimento de ouro, analisada exatamente na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco. Pela a microanálise EDS da Tabela 5.22, conclui-se que o bloco cerâmico aflora na região superior (área 1), devido ao teor muito elevado de Si. Na área 2, há dominância de CSH, com pequena presença de etringita.

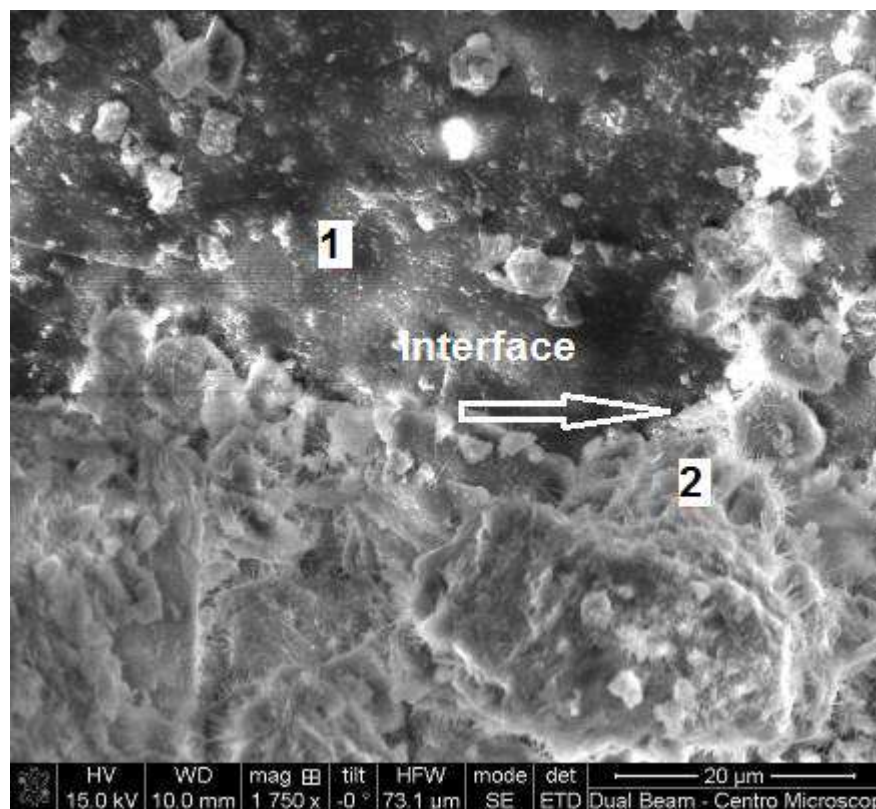


Figura 5.36 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Tabela 5.22 – Microanálises EDS, da Figura 5.36

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	4,7	30,8	0,3	0,3	61,3	0,0	0,0	1,9	0,3	0,5
Área 2	2,9	46,1	3,3	4,9	12,5	0,1	0,8	28,3	0,0	1,1

Nas fotomicrografias das Figuras 5.37 a 5.43 foram feitos aumentos de 50, 400, 1.000, 2.500, 5.000 e 10.000 vezes na interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco.

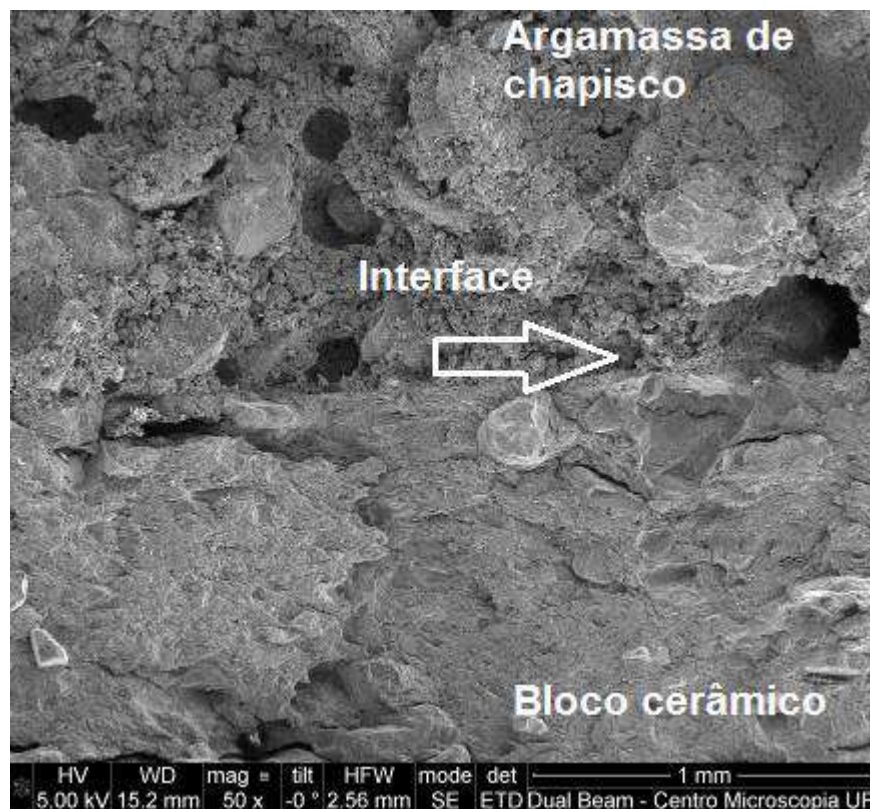


Figura 5.37 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Na Figura 5.38 verificam-se aspectos da porosidade da argamassa na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, isto se deve ao método de aplicação da argamassa e à granulometria grossa do agregado miúdo (areia).

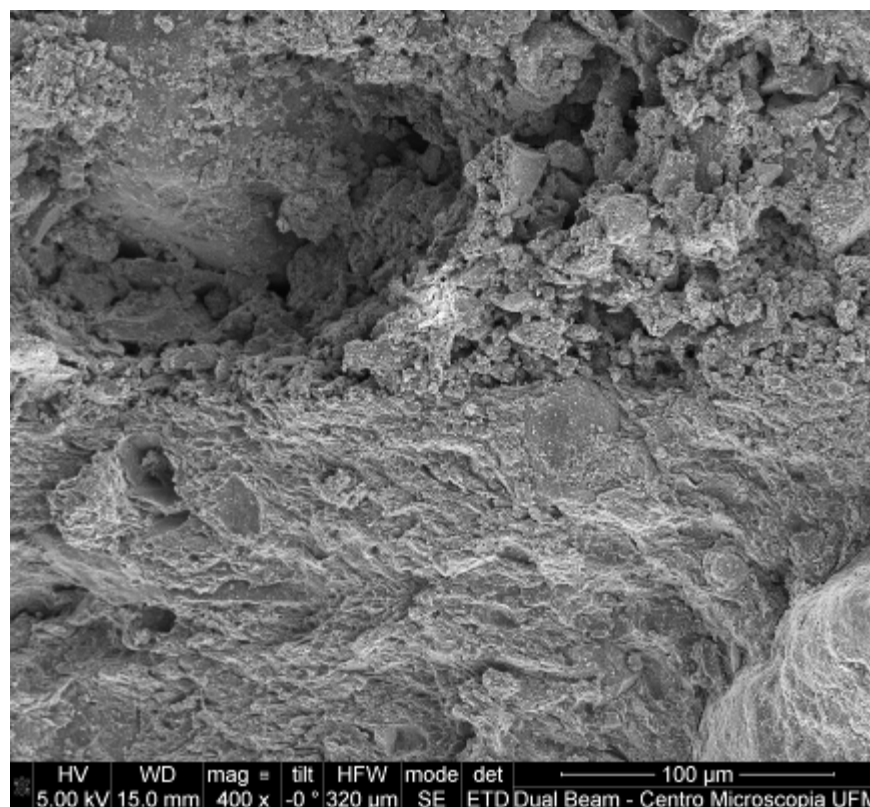


Figura 5.38 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

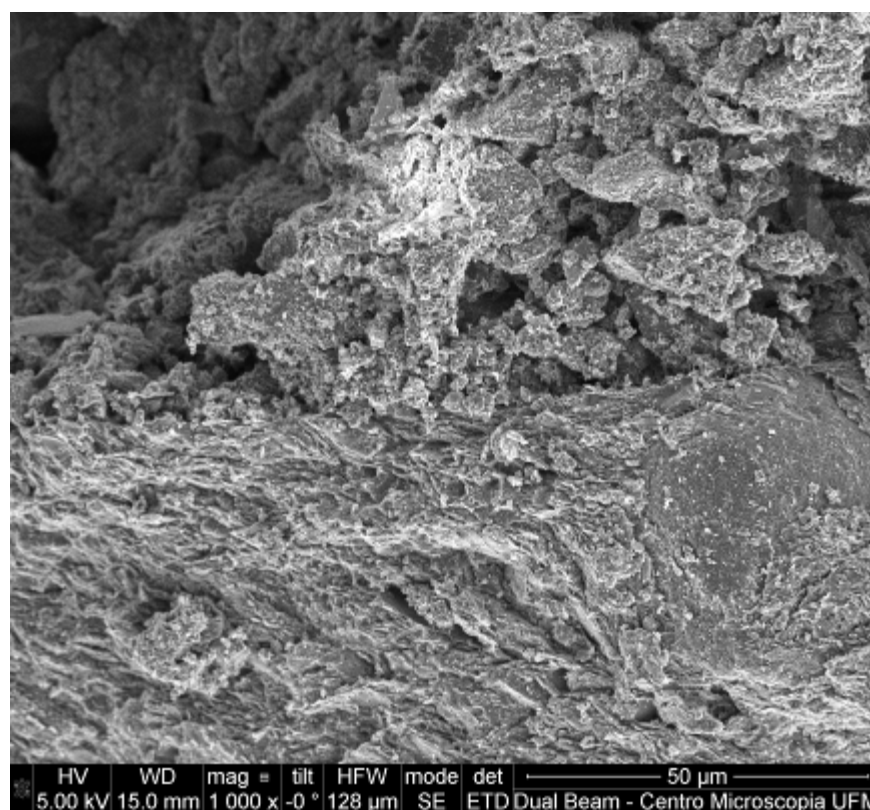


Figura 5.39 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

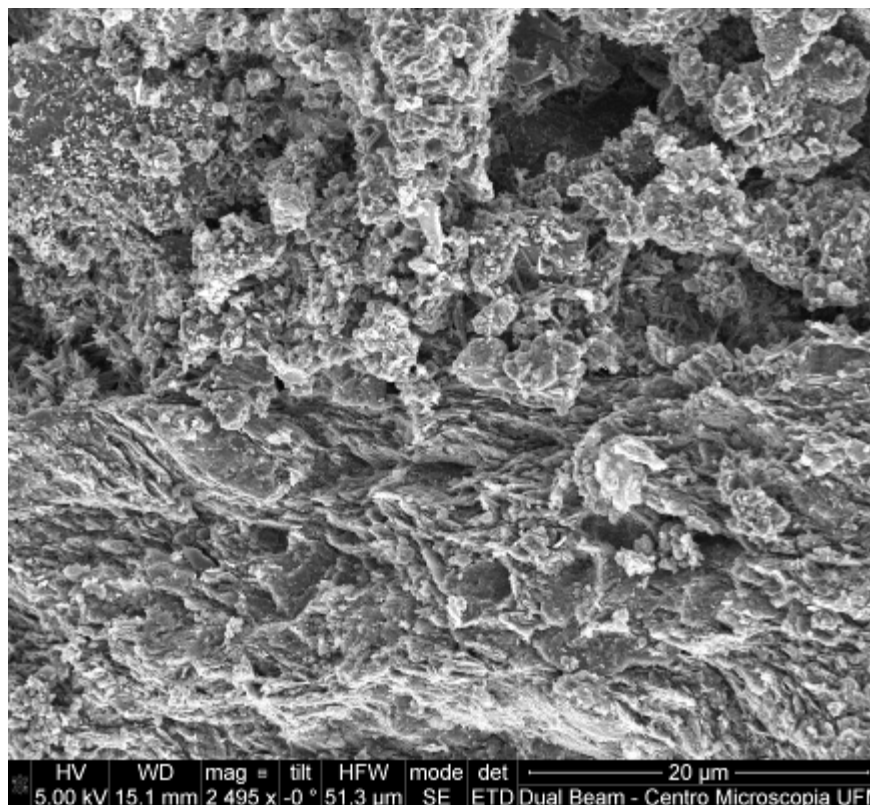


Figura 5.40 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

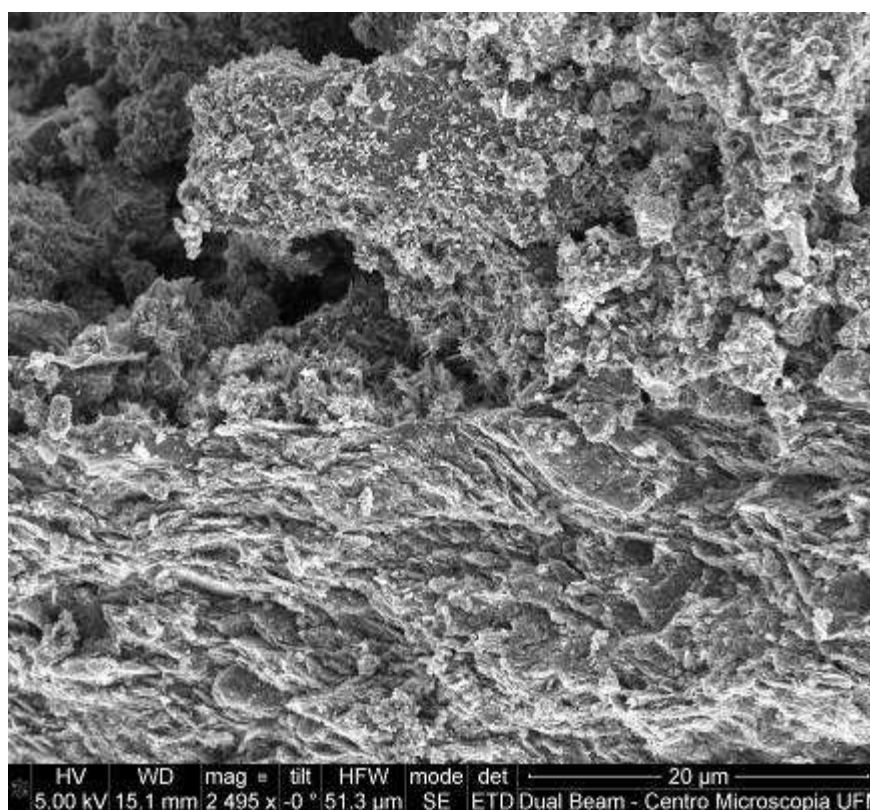


Figura 5.41 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

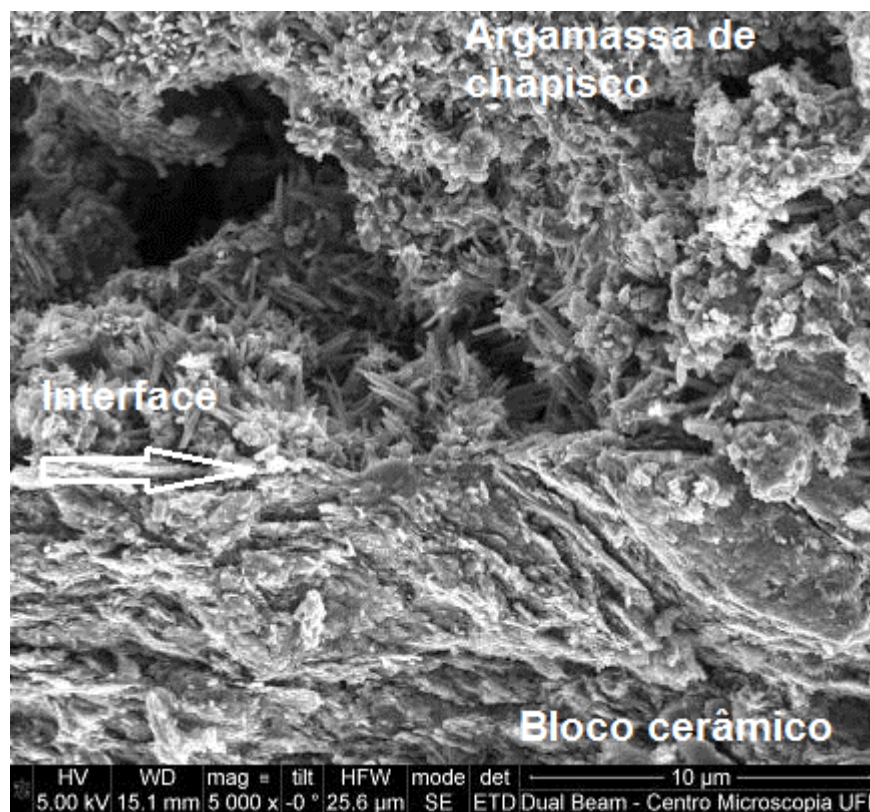


Figura 5.42 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Nas fotomicrografias das Figuras 5.42 e 5.43 observa-se em detalhe a presença de etringita na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco. A penetração das microagulhas de etringita nos poros do bloco cerâmico é a maior responsável pela resistência de aderência a tração nas argamassas de revestimento, como é sabido.

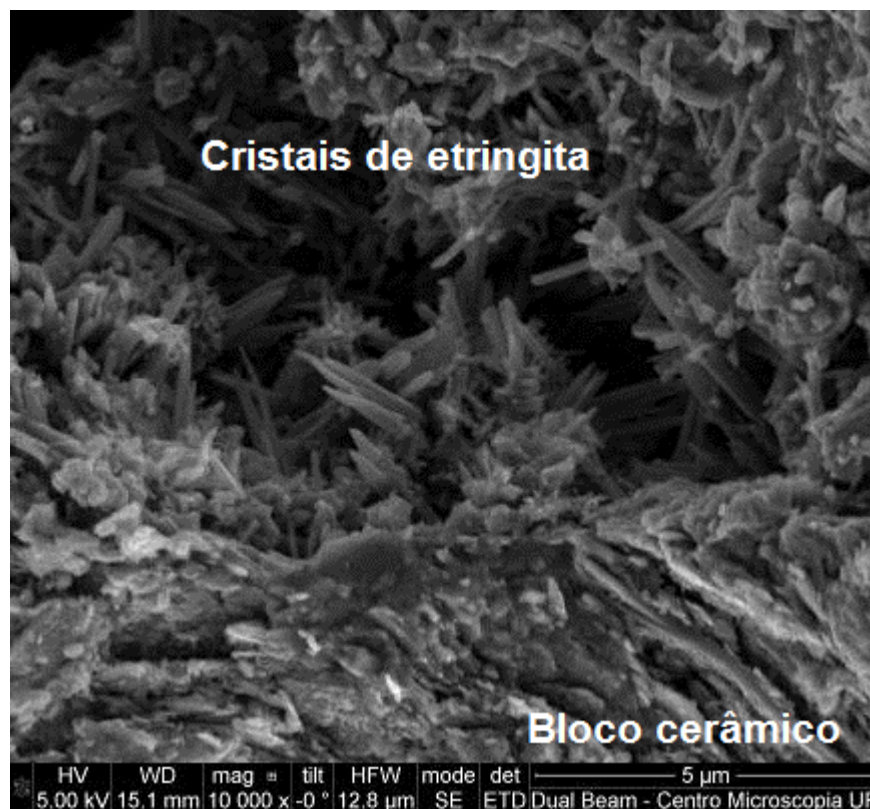


Figura 5.43 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Nas fotomicrografias mostradas nas Figuras 5.44 a 5.48 foram feitos aumentos de 50, 400, 1.000 e 5.000 vezes também na interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco.

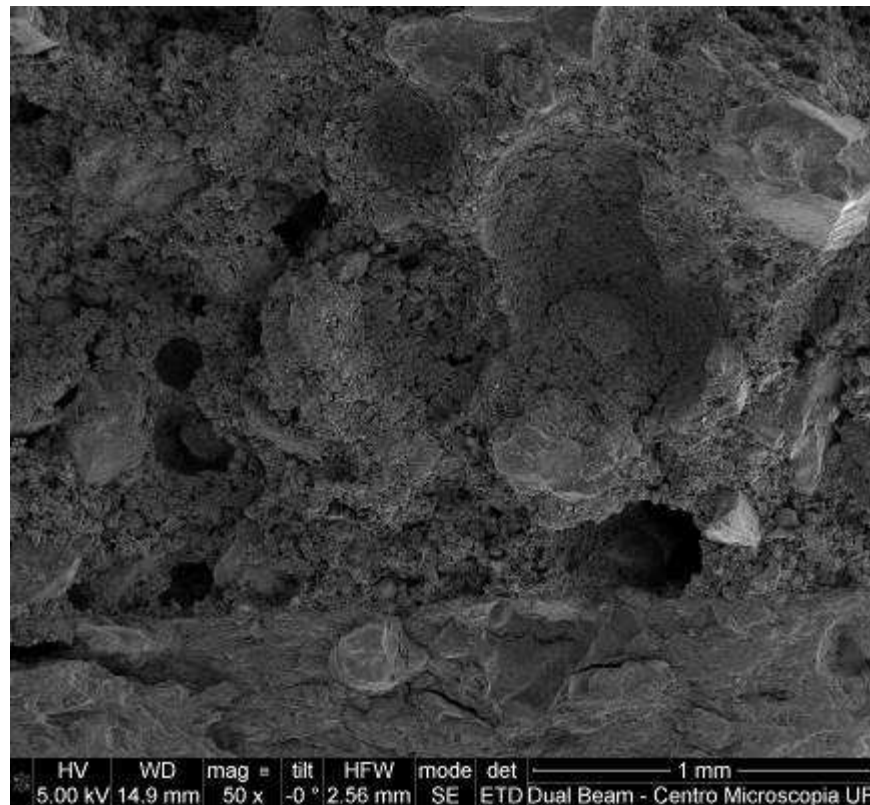


Figura 5.44 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

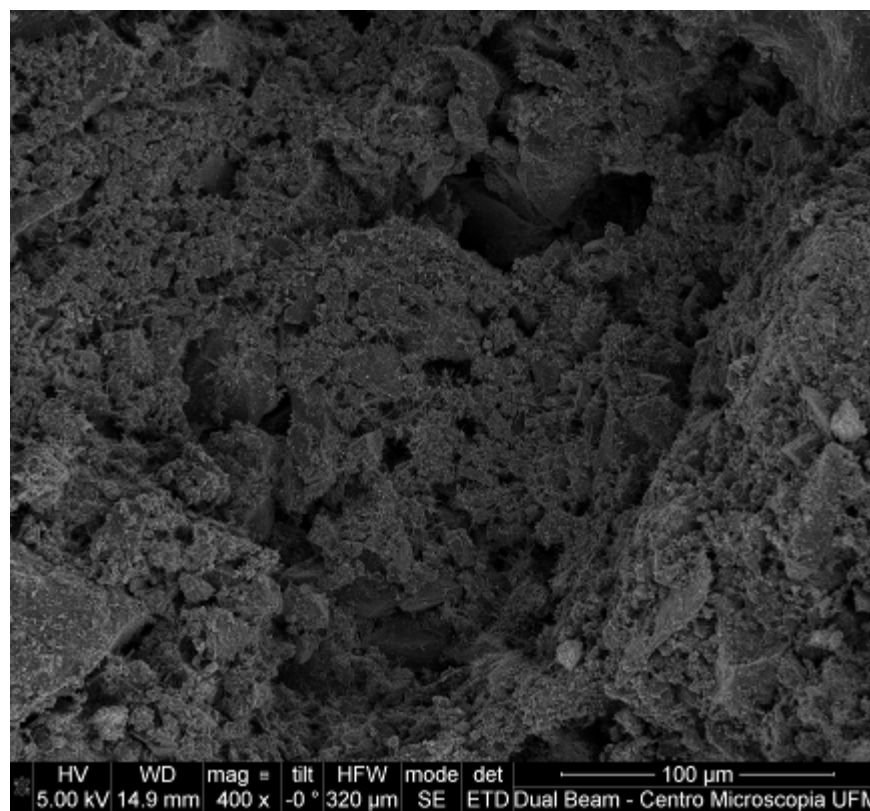


Figura 5.45 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Na fotomicrografia da Figura 5.45 verifica-se a porosidade para argamassa. Neste caso é de se esperar que nestes poros seja abundante a presença da etringita, pois ela tem espaço livre para o crescimento dos cristais. Na fotomicrografia da Figura 5.46 já se nota (aumento de 1000x) a presença dos cristais aciculares na superfície da argamassa e nos poros.

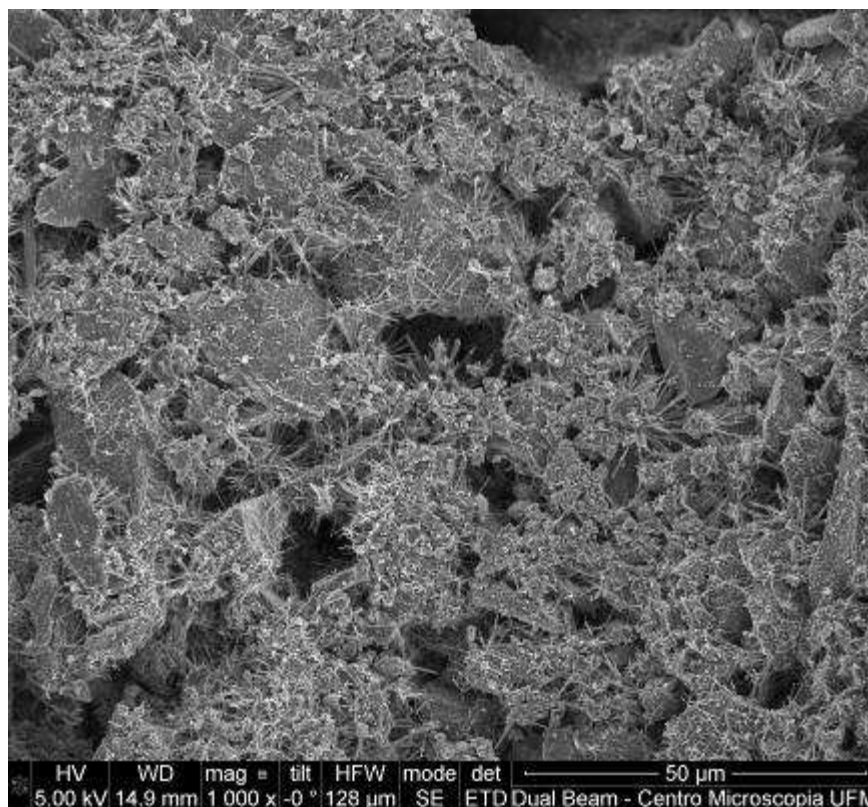


Figura 5.46 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Na fotomicrografia da Figura 5.47 é notável a morfologia dos prismas hexagonais aciculares perfeitos (euédricos) da etringita, preenchendo os poros da argamassa.

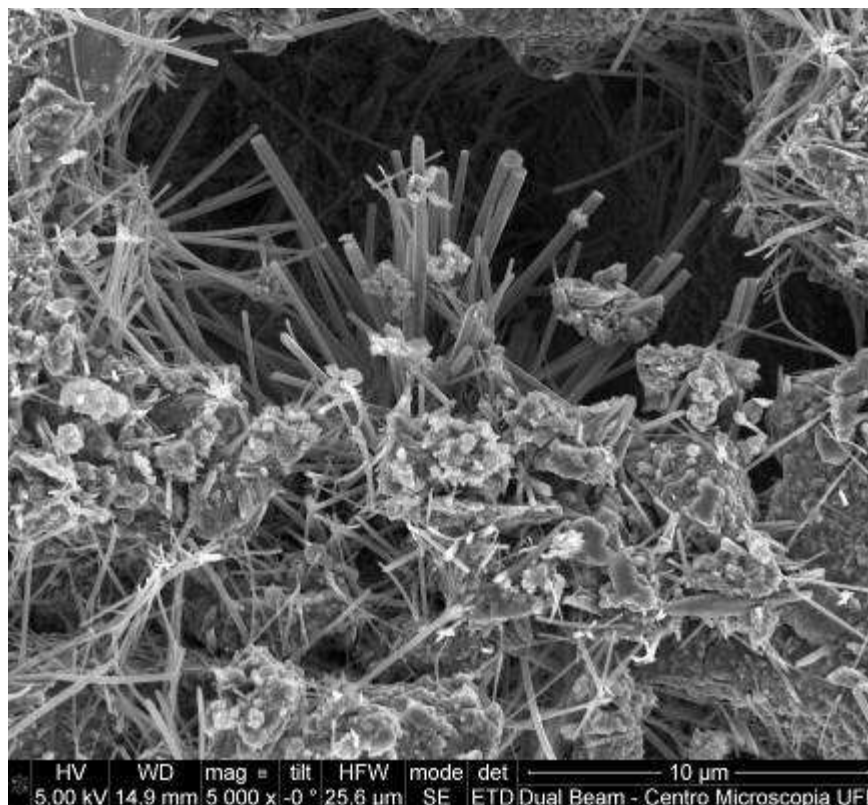


Figura 5.47 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Já na fotomicrografia da Figura 5.48 vê-se a etringita intertravando partículas de agregado miúdo (areia fina) com a presença de lamelas de portlandita (calcita) e grãos de CSH.

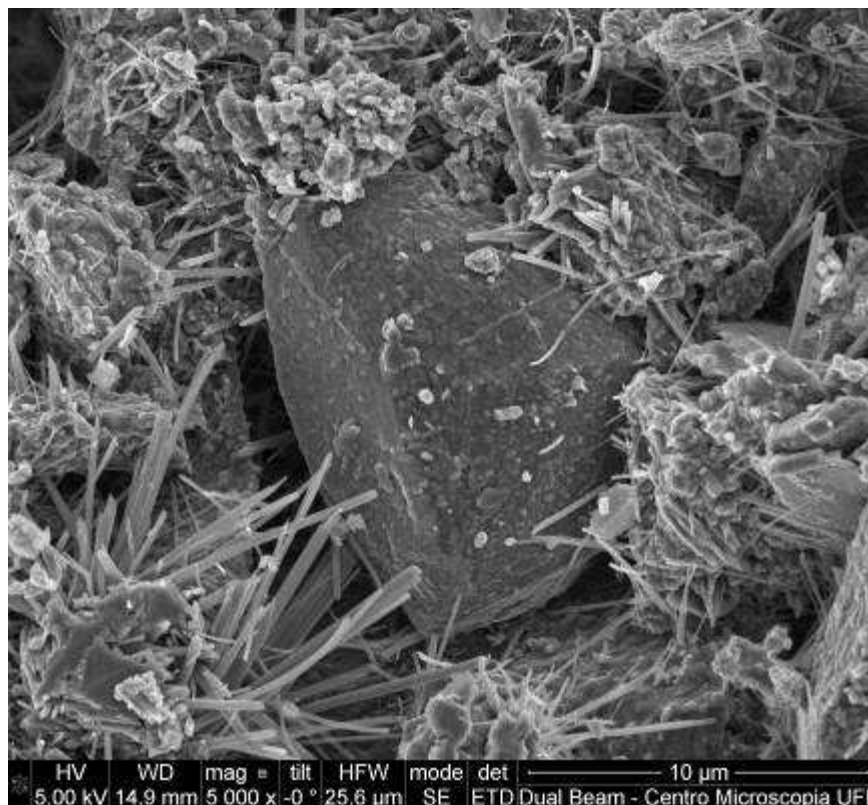


Figura 5.48 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Continuando a pesquisa da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, nas fotomicrografias das Figuras 5.49 a 5.53 foram feitos aumentos de 50, 400, 1.000, 5.000 e 10.000 vezes também na interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco.

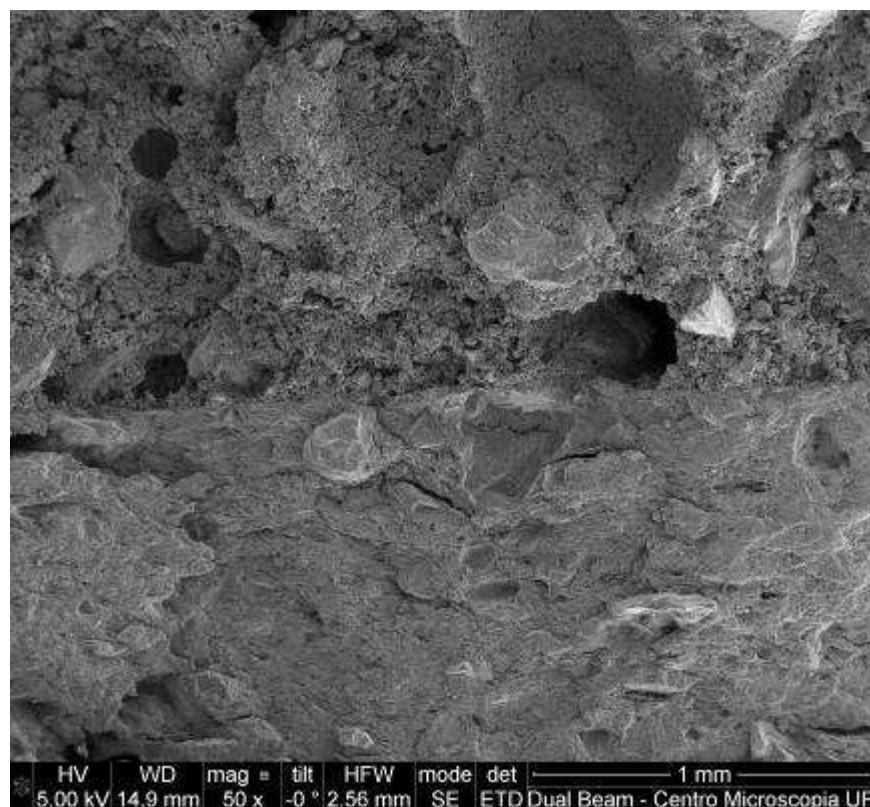


Figura 5.49 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

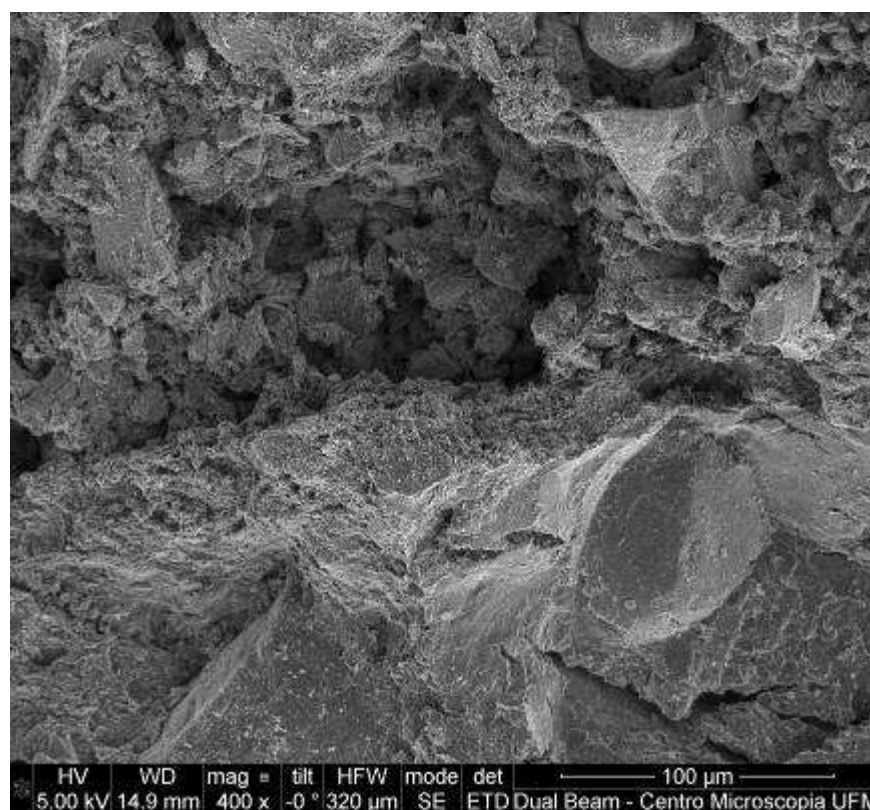


Figura 5.50 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

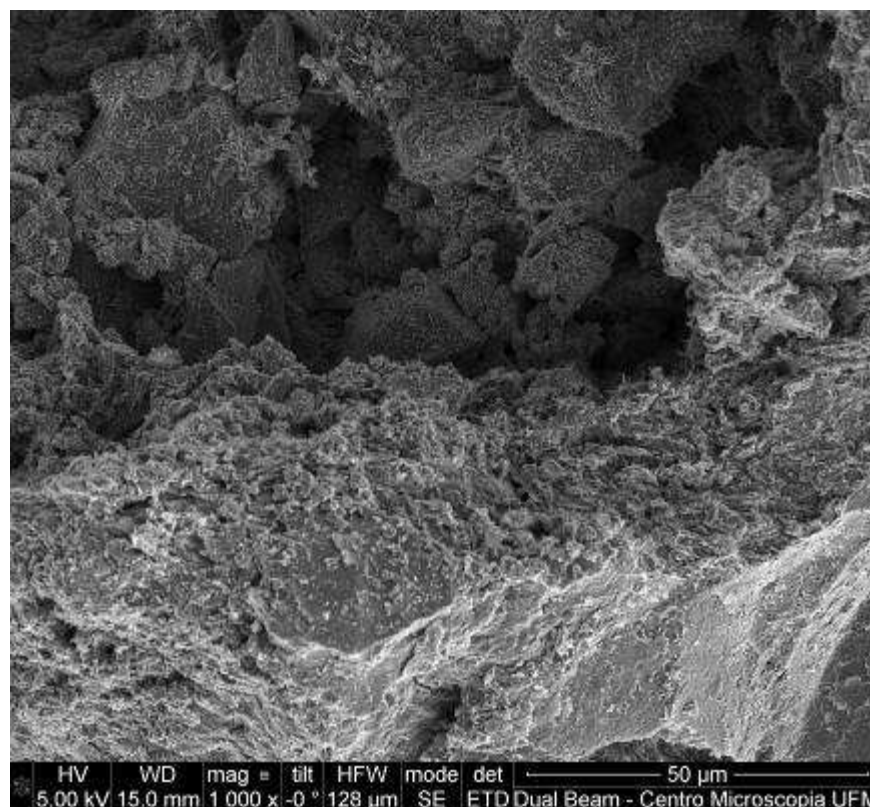


Figura 5.51 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

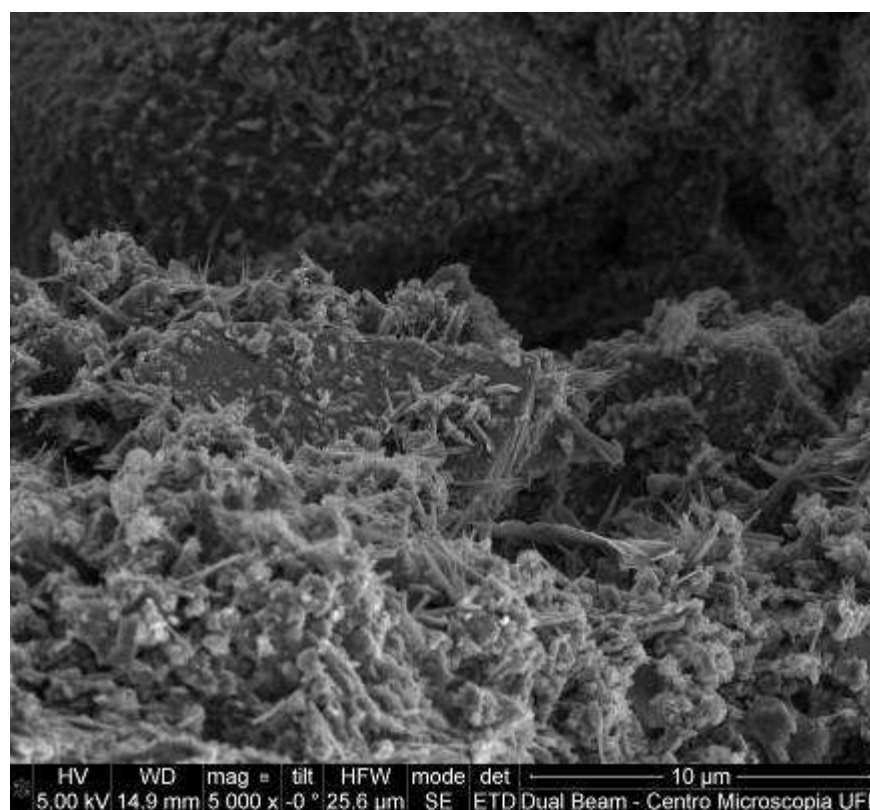


Figura 5.52 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Na fotomicrografia com aumento de 10.000x na interface exata do bloco cerâmico/argamassa de chapisco, mostrada na Figura 5.53, notam-se as principais fases e feições microestruturais presentes nas argamassas de cimento Portland e que são responsáveis pela resistência de aderência à tração: etringita, portlandita, em lamelas euédricas e plaquetas menores, e CSH, em agregados nanométricos anédricos, na interface.

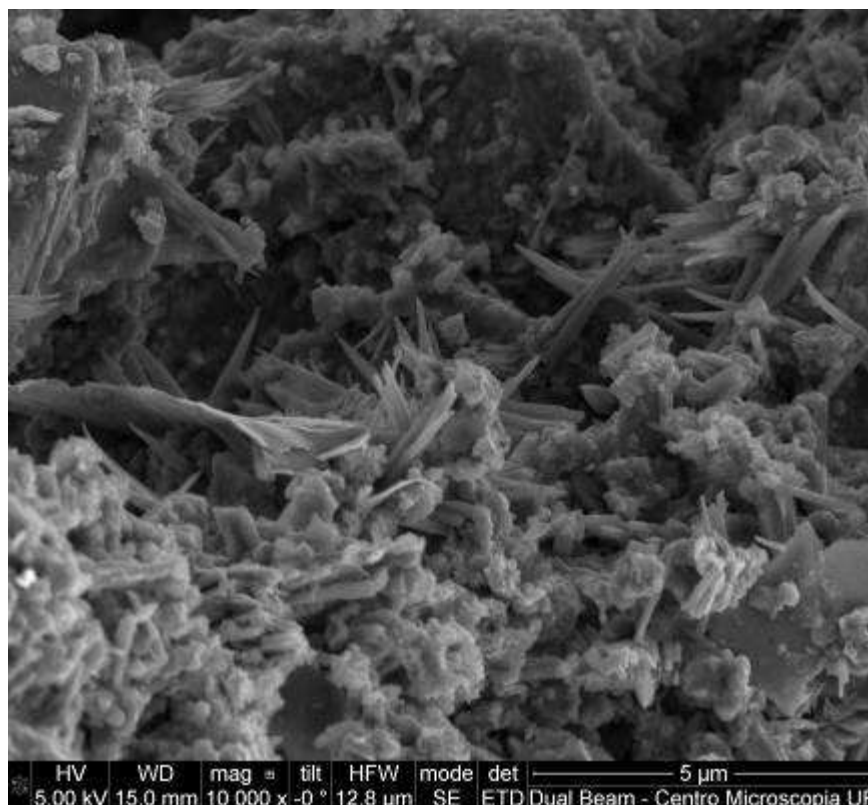


Figura 5.53 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

Seguiu-se com a pesquisa microestrutural da superfície da argamassa de revestimento: nas fotomicrografias mostradas nas Figuras 5.49 a 5.53 foram feitos aumentos de 50, 400, 1.000 e 5.000 vezes. Nas fotomicrografias com aumento de 400 e 1.000x (Figuras 5.55 e 5.56) vê-se uma contaminação de microfibras vegetais (cerca de 50μm) imersa no meio da argamassa de revestimento.

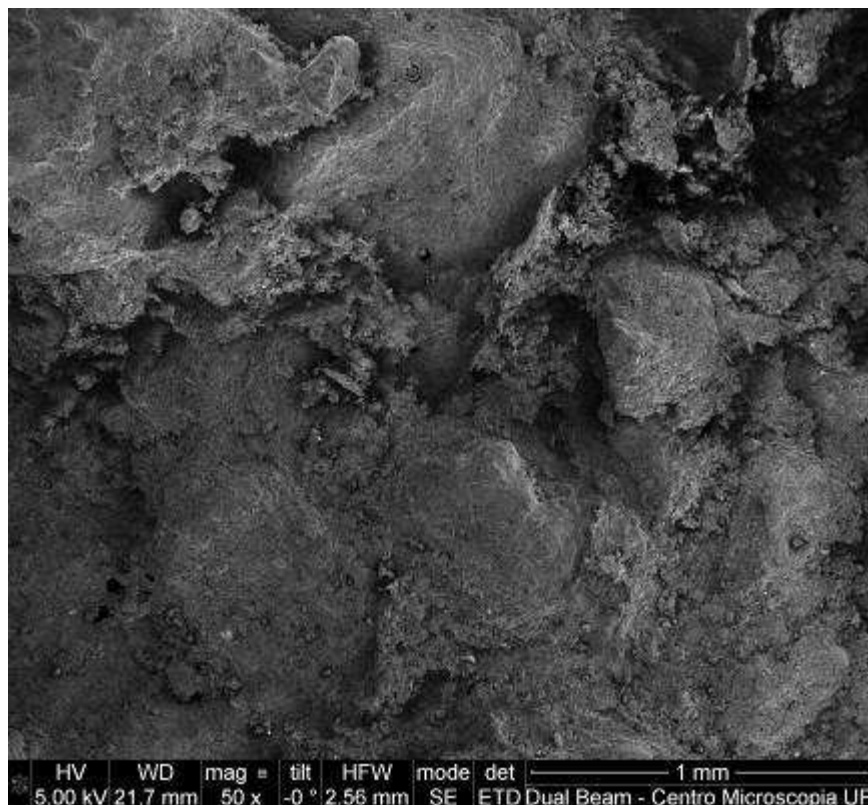


Figura 5.54 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

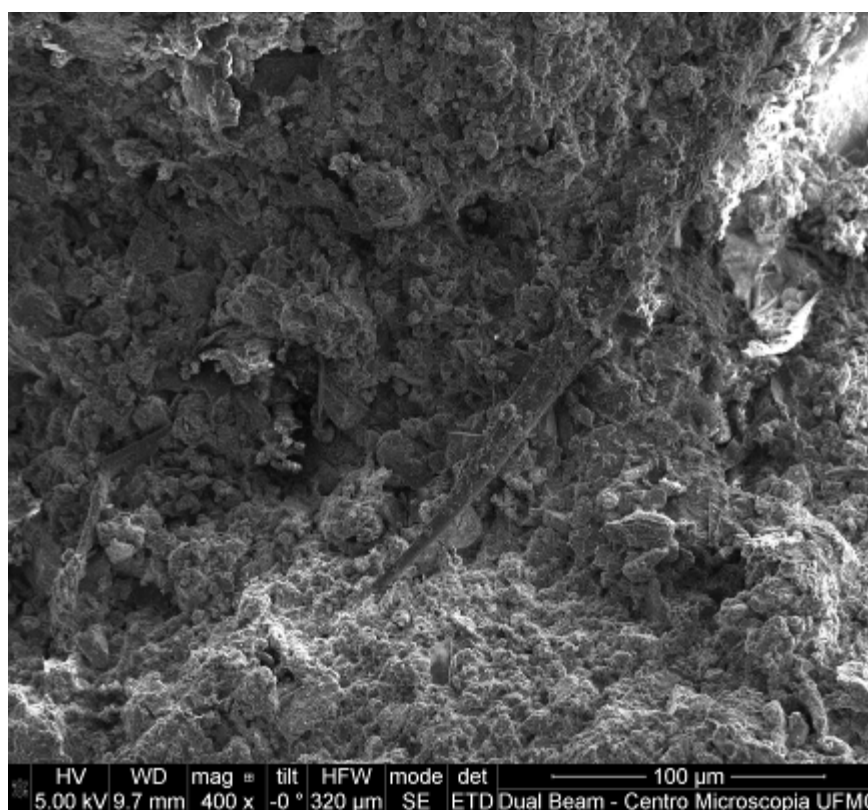


Figura 5.55 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

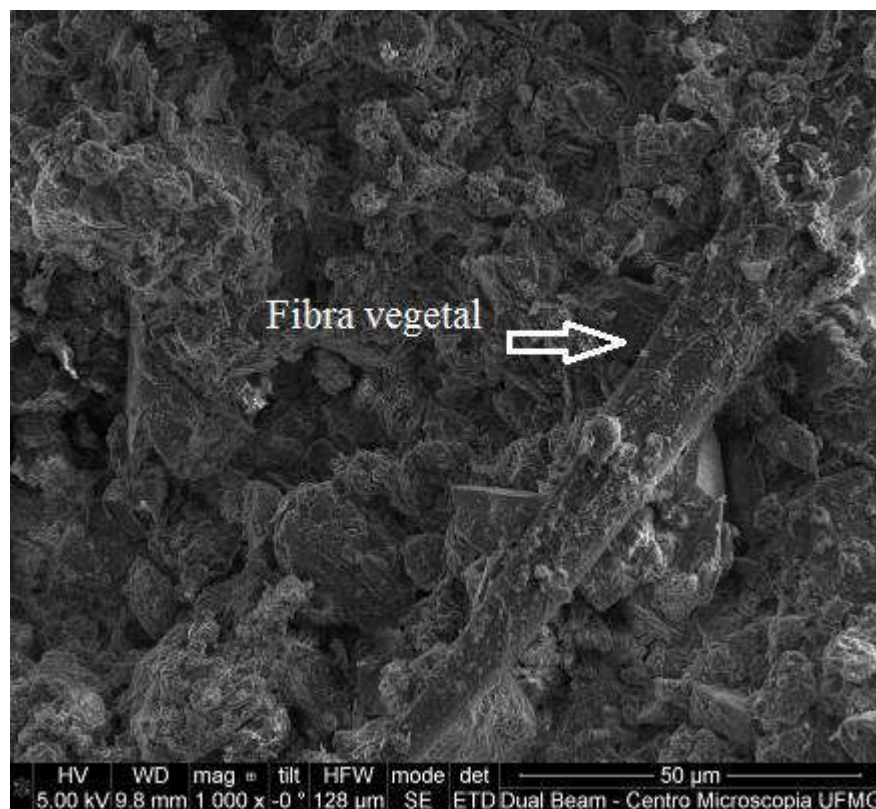


Figura 5.56 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Na fotomicrografia da Figura 5.57 pode-se ver a morfologia típica de CSH.

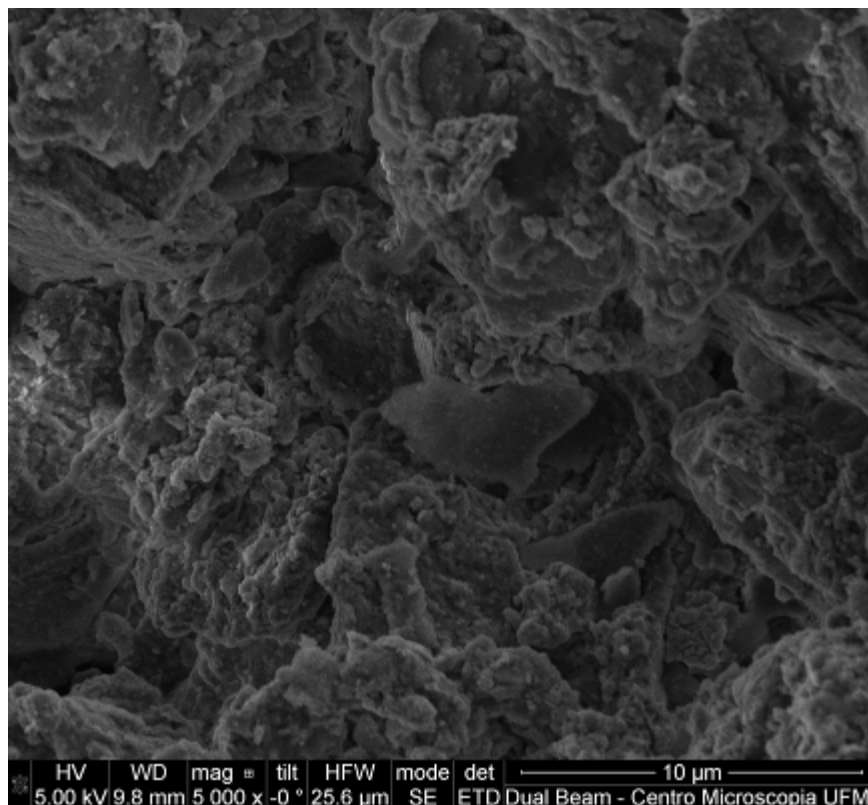


Figura 5.57 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Um cristal de calcita original, isto é, uma partícula de filler presente na argamassa, está retratado na micrografia da Figura 5.58. O mesmo cristal de calcita aparece na foto 5.59, no contexto da microestrutura, com aumento menor.

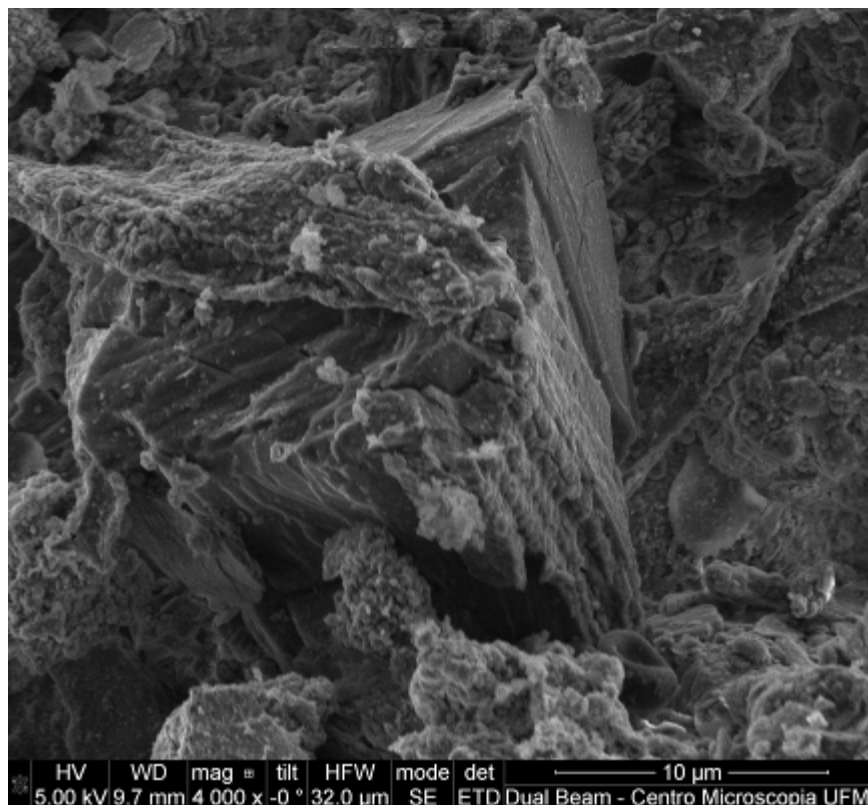


Figura 5.58 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Na fotomicrografia da Figura 5.60 observa-se uma partícula com morfologia atípica das argamassas: um “livro” de caulinita, como parte da argila adicionada na fabricação do cimento.

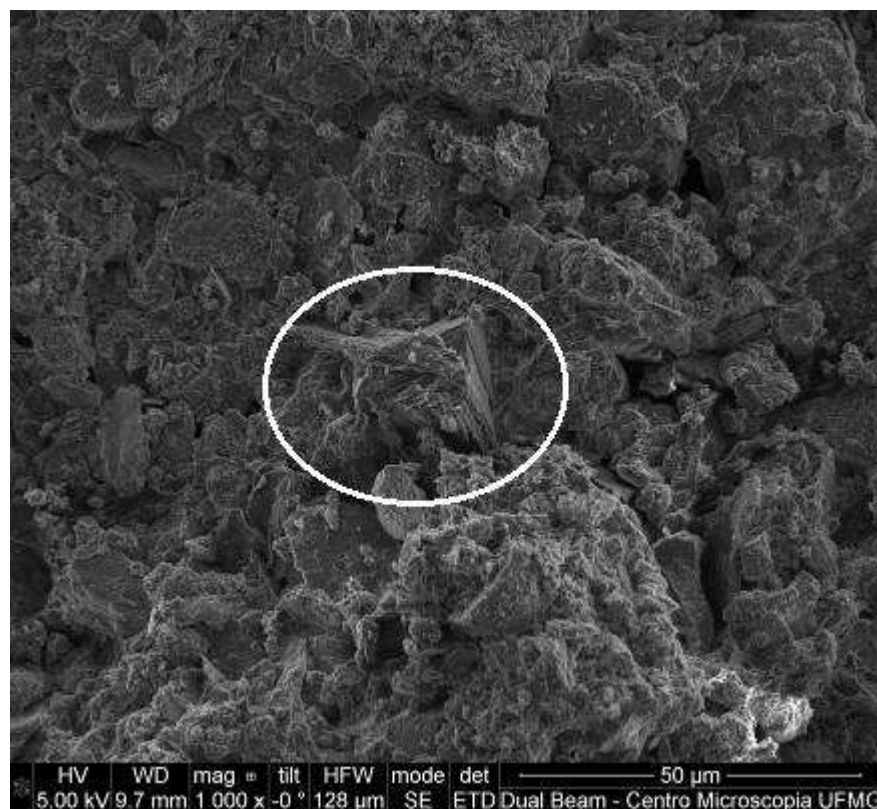


Figura 5.59 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

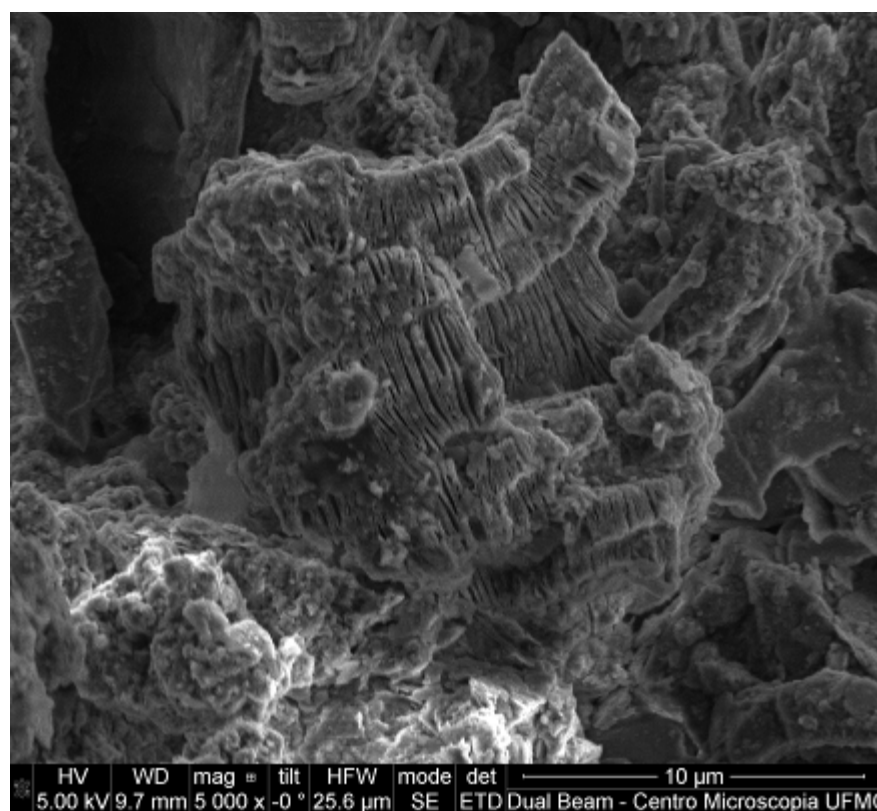


Figura 5.60 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Ainda analisando a superfície da argamassa de revestimento com cal no traço, nas fotomicrografias mostradas nas Figuras 5.61 a 5.64 foram feitos aumentos de 50, 400, 1.000 e 5.000 vezes.

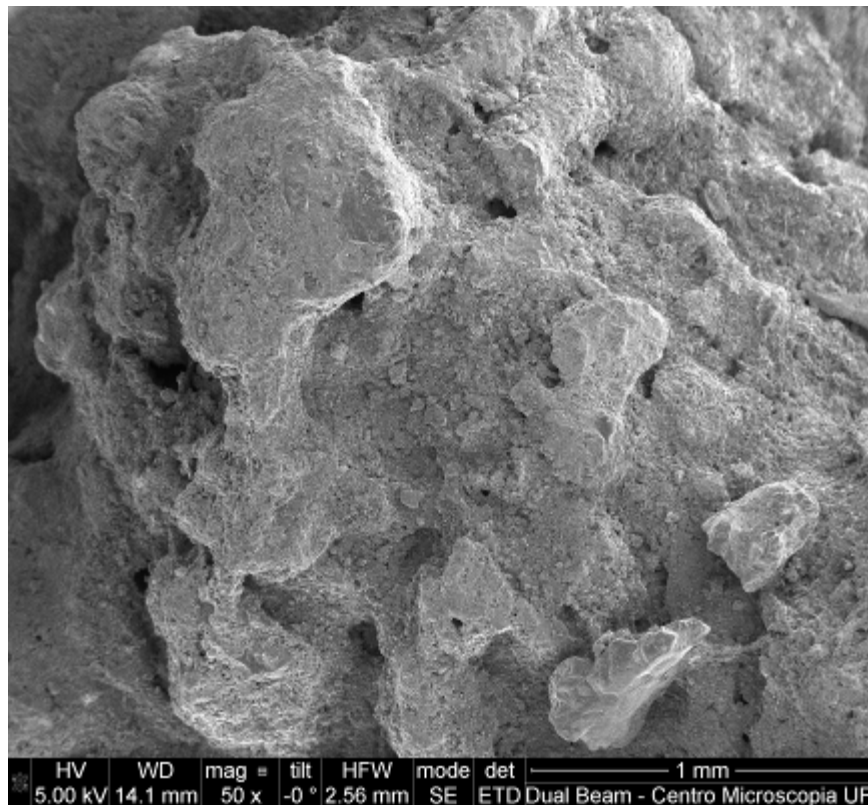


Figura 5.61 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

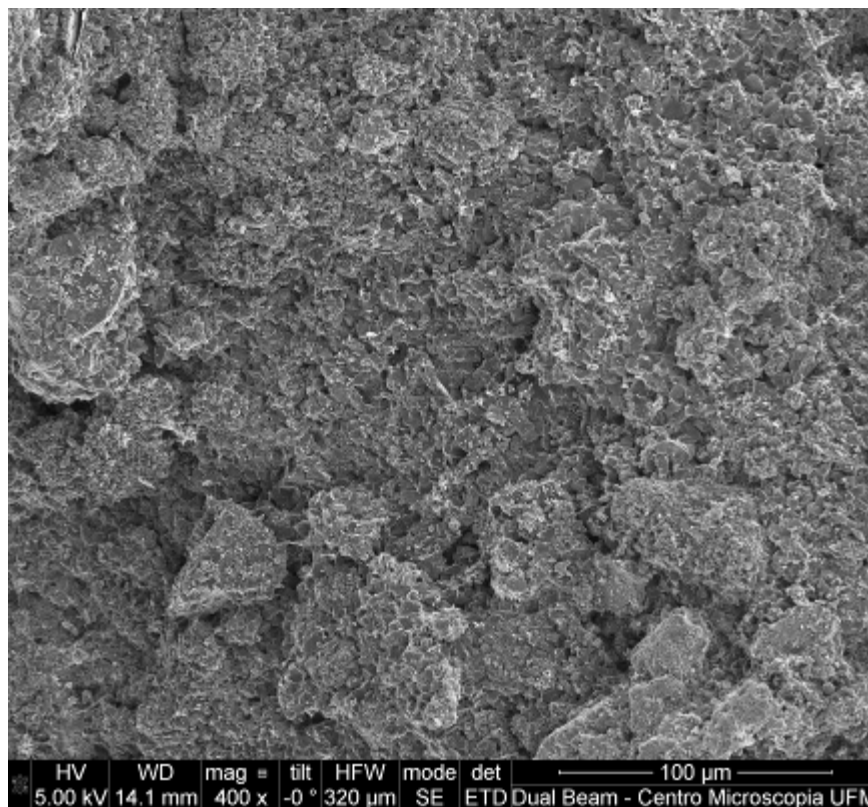


Figura 5.62 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

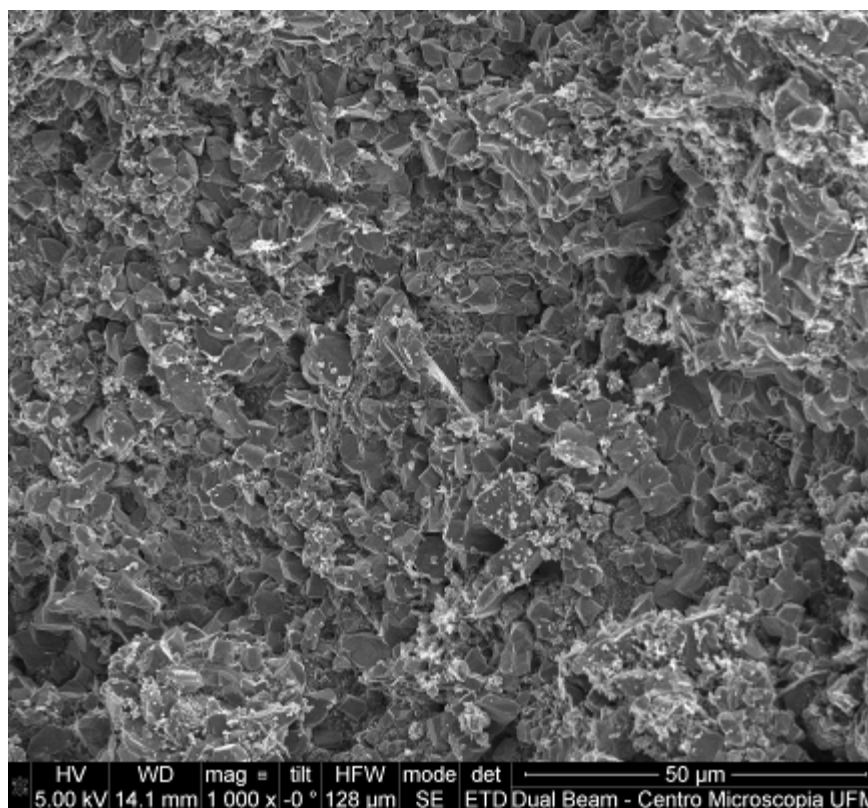


Figura 5.63 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Nas fotomicrografias com aumento de 1.000 e 5.000x (Figuras 5.63 e 5.64) observam-se cristais euédricos de calcita, principalmente na foto 5.64. Provavelmente, trata-se de calcita original, adicionada como filler.

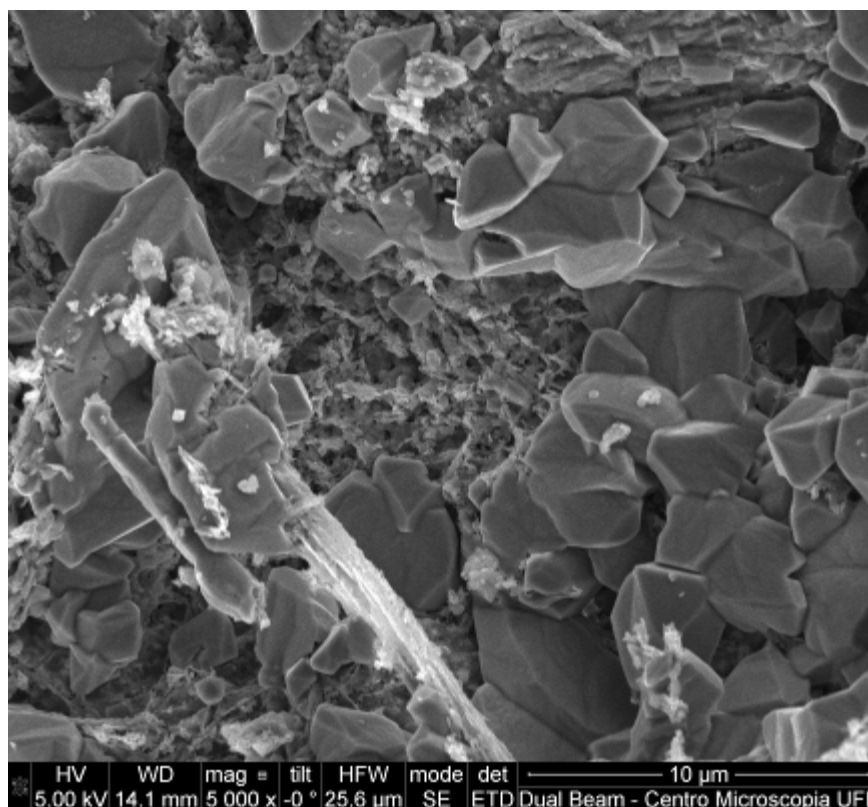


Figura 5.64 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Analisando outra região de superfície da argamassa de revestimento com cal no traço, foram usados aumentos de 50, 400, 1.000, 2500 e 5.000 vezes nas fotomicrografias mostradas nas Figuras 5.65 a 5.71. As fotos 5.65 a 5.67, com aumentos menores ilustram aspectos gerais da microestrutura, principalmente a porosidade e a distribuição agregado miúdo/aglomerante.

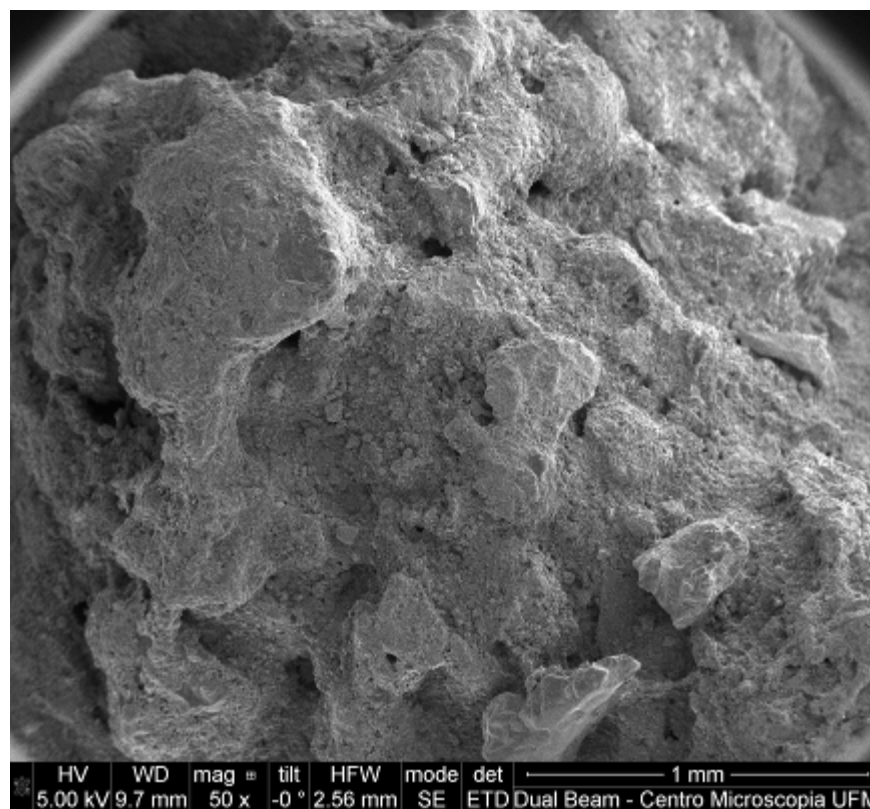


Figura 5.65 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

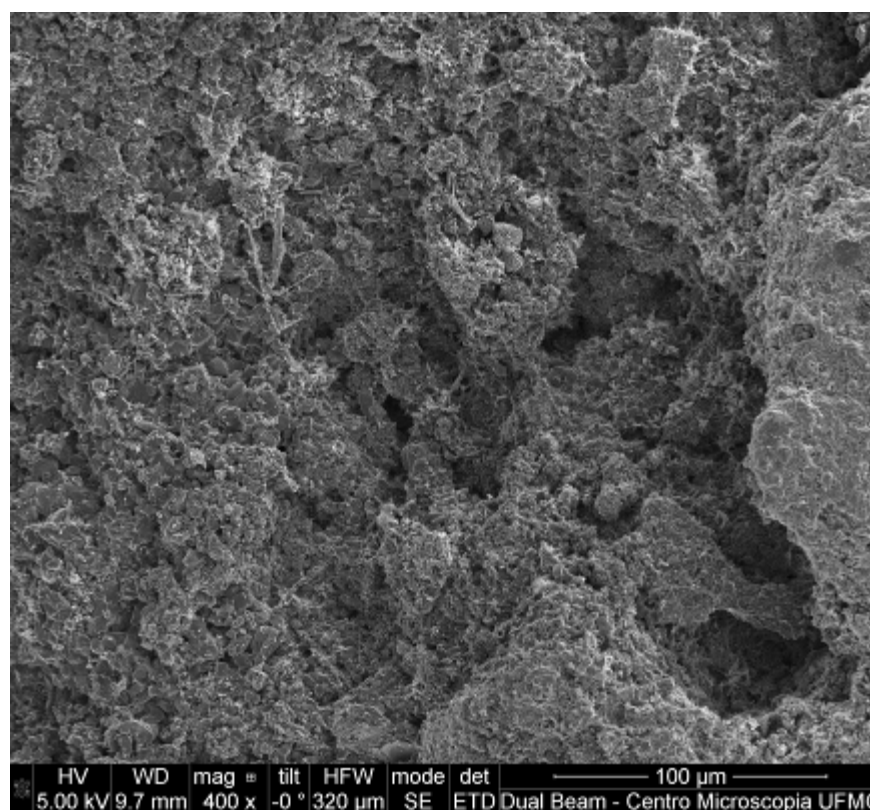


Figura 5.66 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

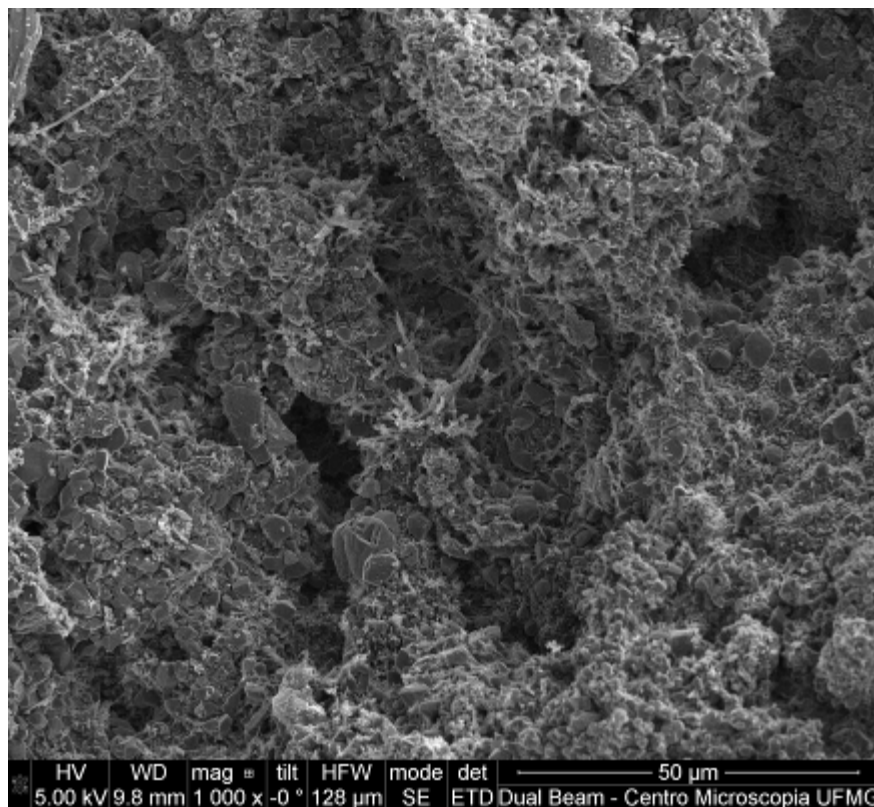


Figura 5.67 – Fotomicrografia de superfície, argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

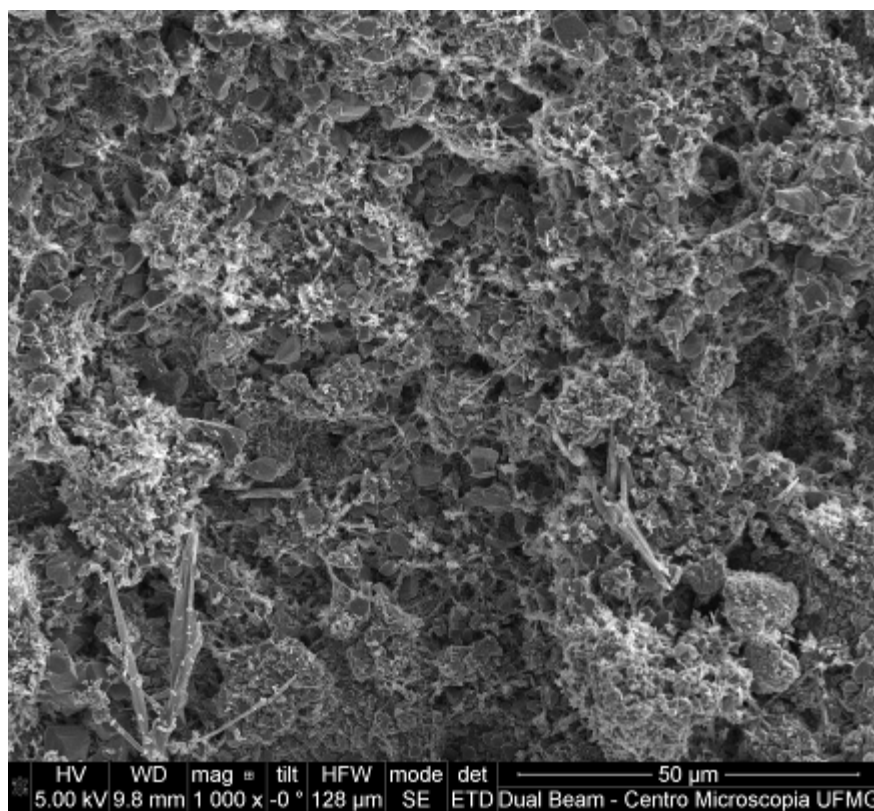


Figura 5.68 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Nas fotomicrografias das Figuras 5.69 a 5.71 veem-se as fases importantes: etringita, portlandita e calcita, todos com morfologia típica. As mesmas fases, com poucas variações da trama microestrutural, estão visíveis nas fotos 5.70 e 5.71.

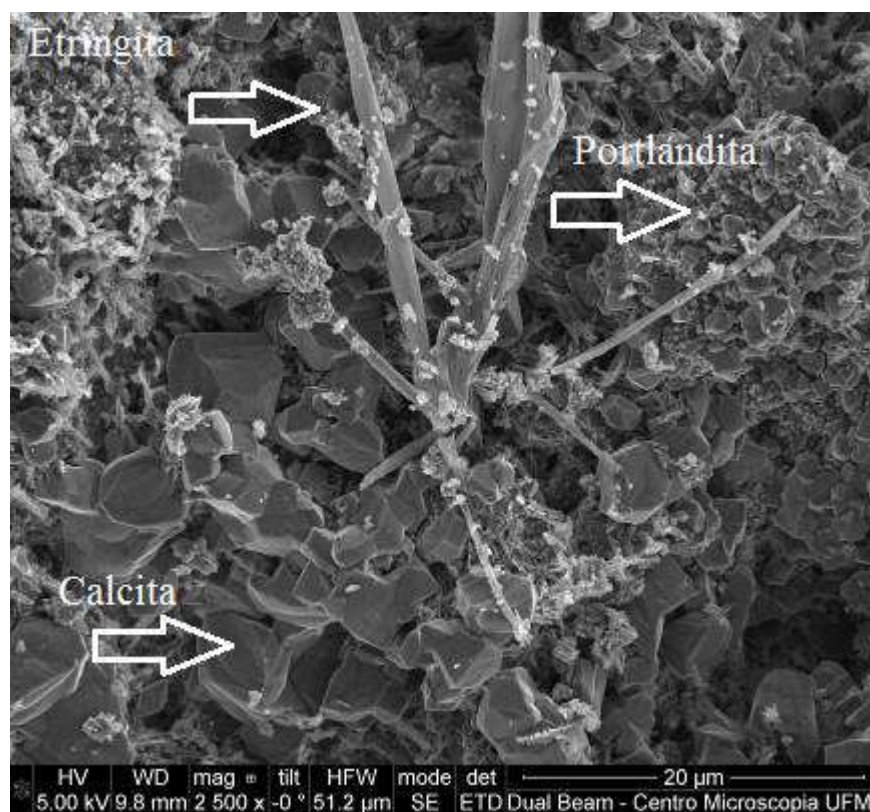


Figura 5.69 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

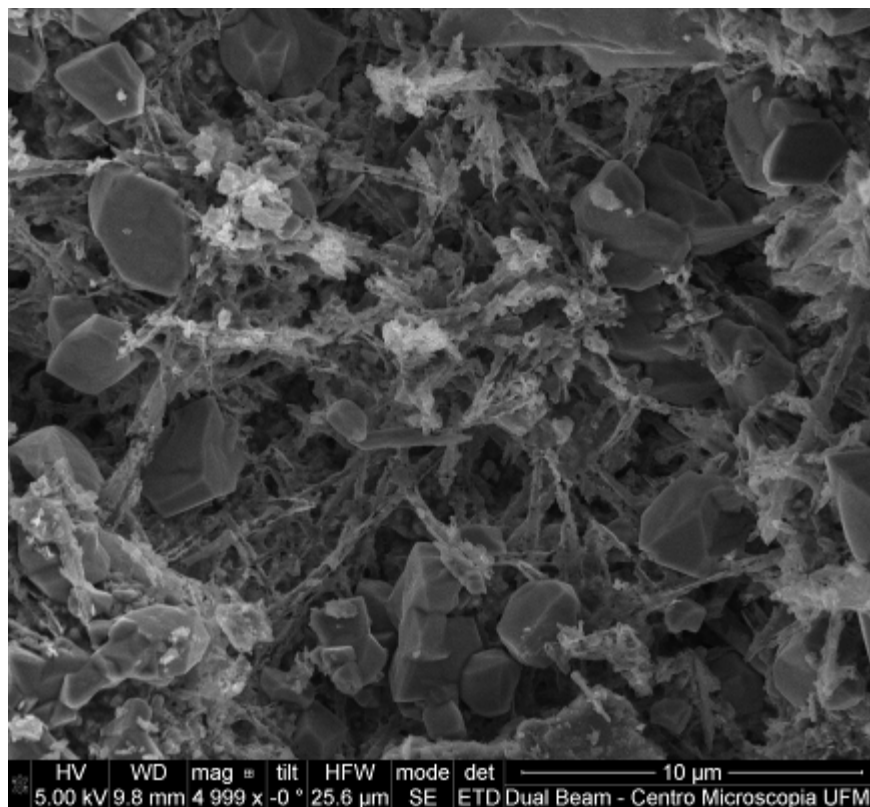


Figura 5.70 – Fotomicrografia da superfície da argamassa revestimento (recobrimento de carbono).

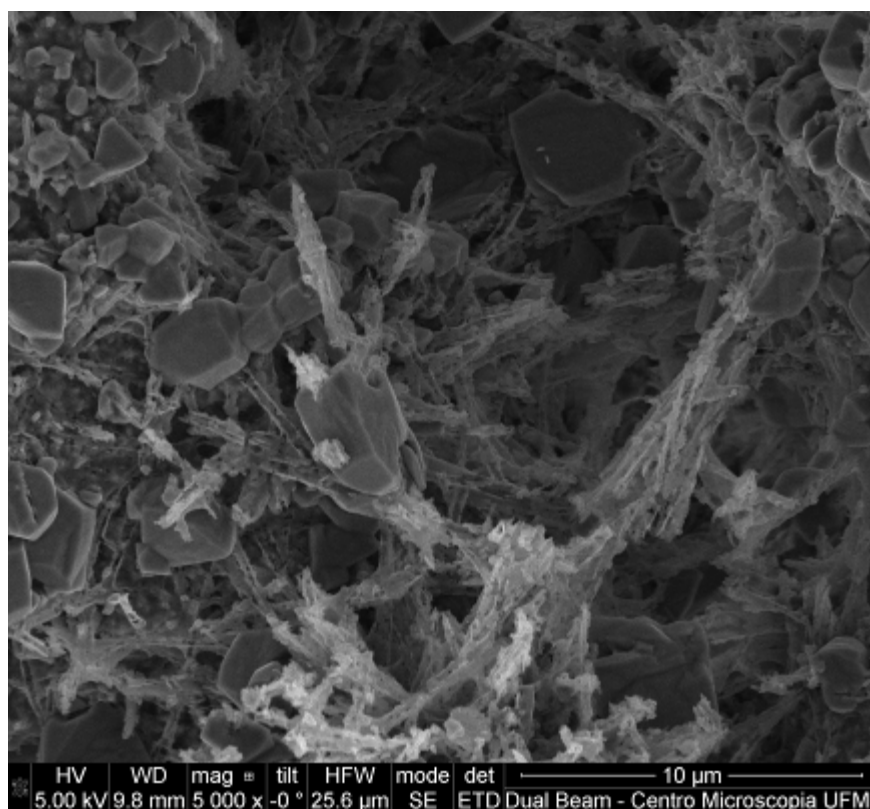


Figura 5.71 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento de carbono).

Analisando outra região da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, foram usados aumentos de 500, 5.000 e 32.500 vezes nas fotomicrografias das Figuras 5.72 a 5.75. A interface exata do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco (está à direita) aparece na Figura 5.72. Etringita aparece em contato quase e mesmo direto com o bloco cerâmico (Foto 5.73). Nas fotomicrografias das Figuras 5.74 e 5.75, notam-se tramas nanométricas de CSH, portlandita e etringita.

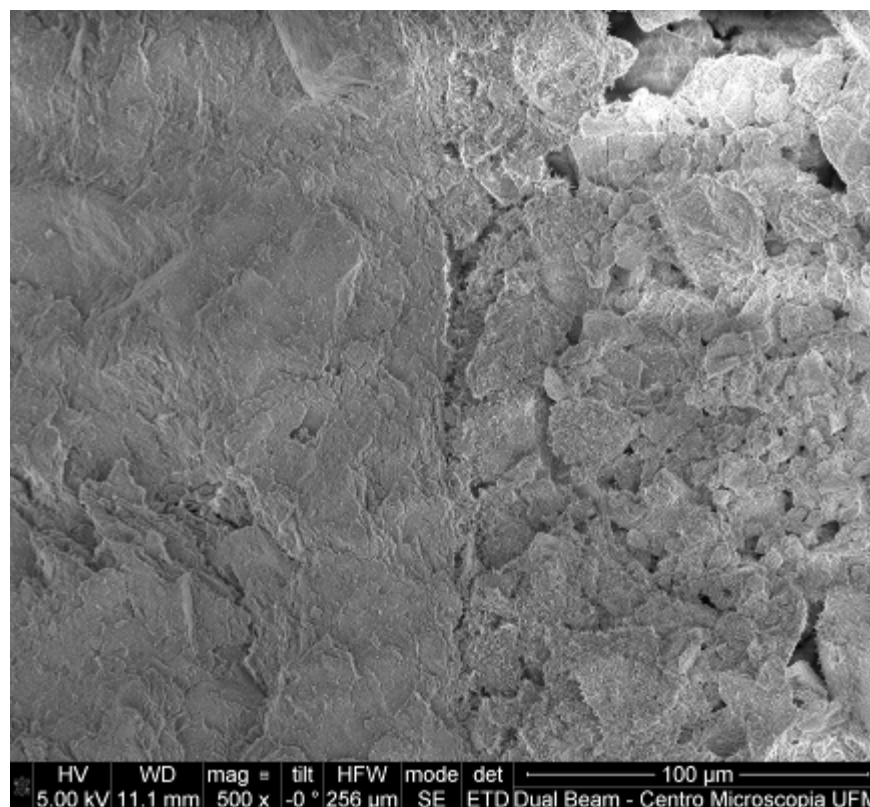


Figura 5.72 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

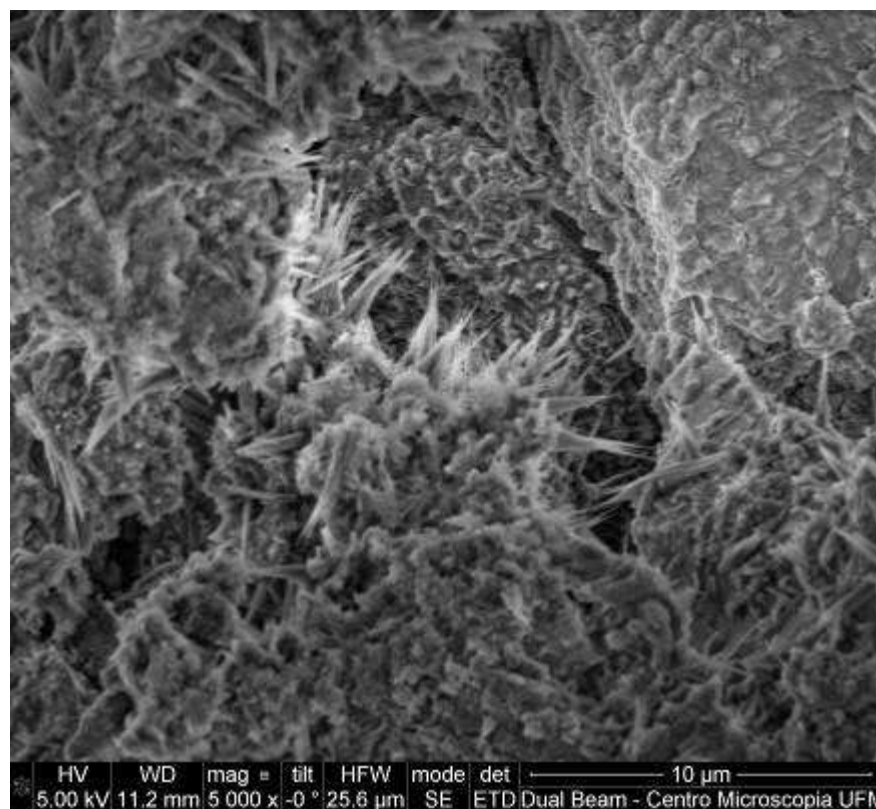


Figura 5.73 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

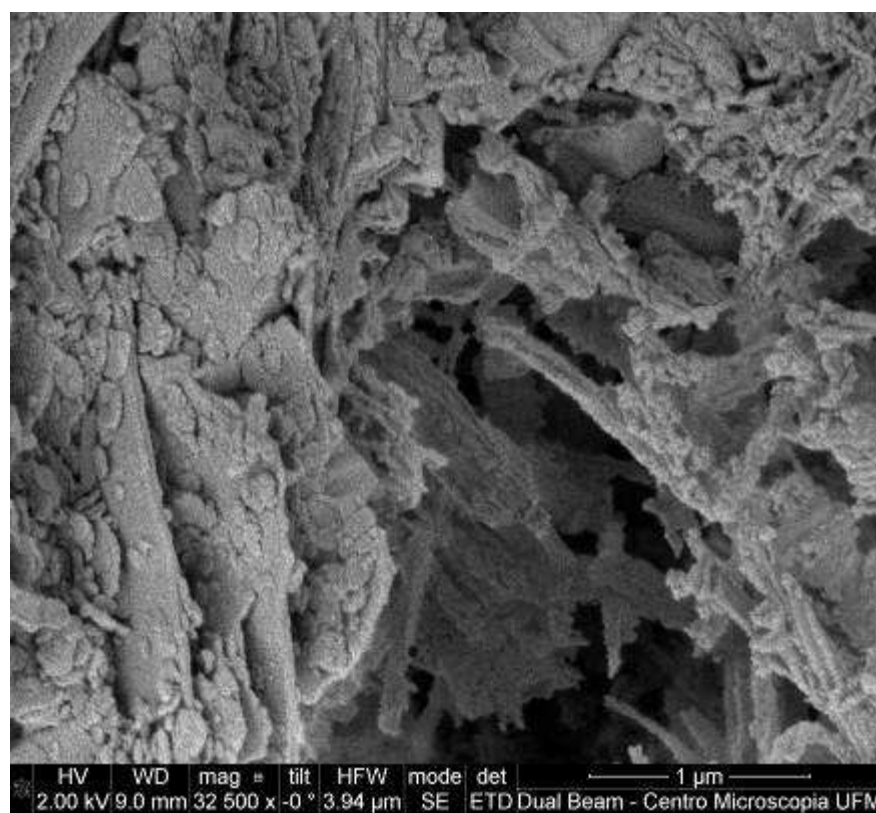


Figura 5.74 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

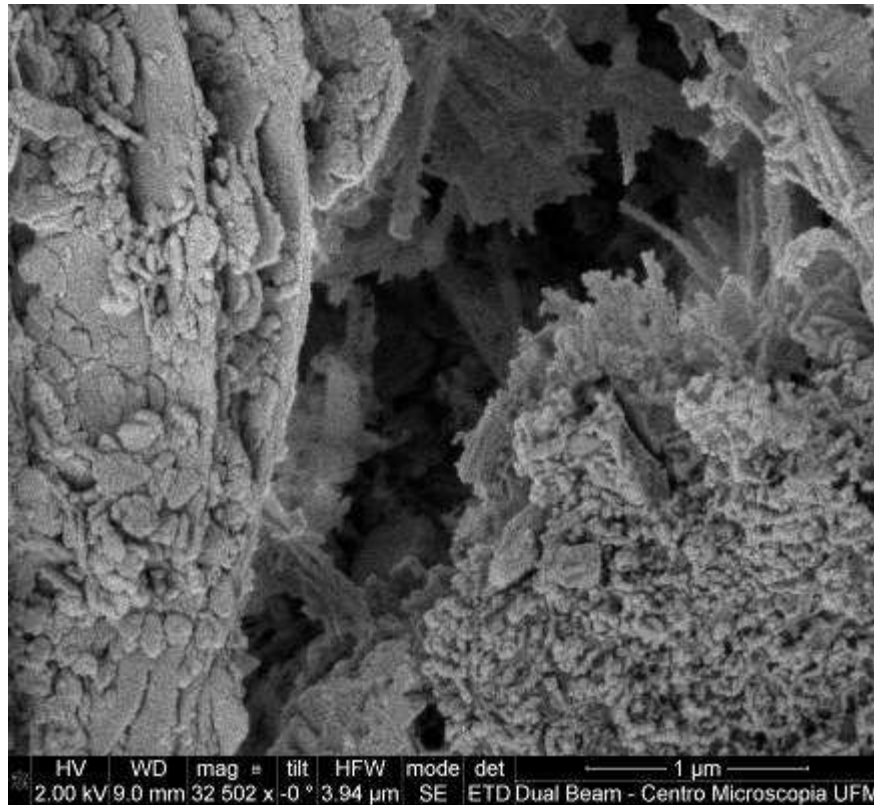


Figura 5.75 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Outros aspectos microestruturais da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, seguem nas fotomicrografias das Figuras 5.78 a 5.79, com aumentos de 750, 2.500, 5.000 e 12.500 vezes. A própria interface aparece na foto 5.76, com a argamassa à direita; já se observam pequenas agulhas de etringita no contato e próximo a este. Esses aspectos estão acentuados na foto 5.77.

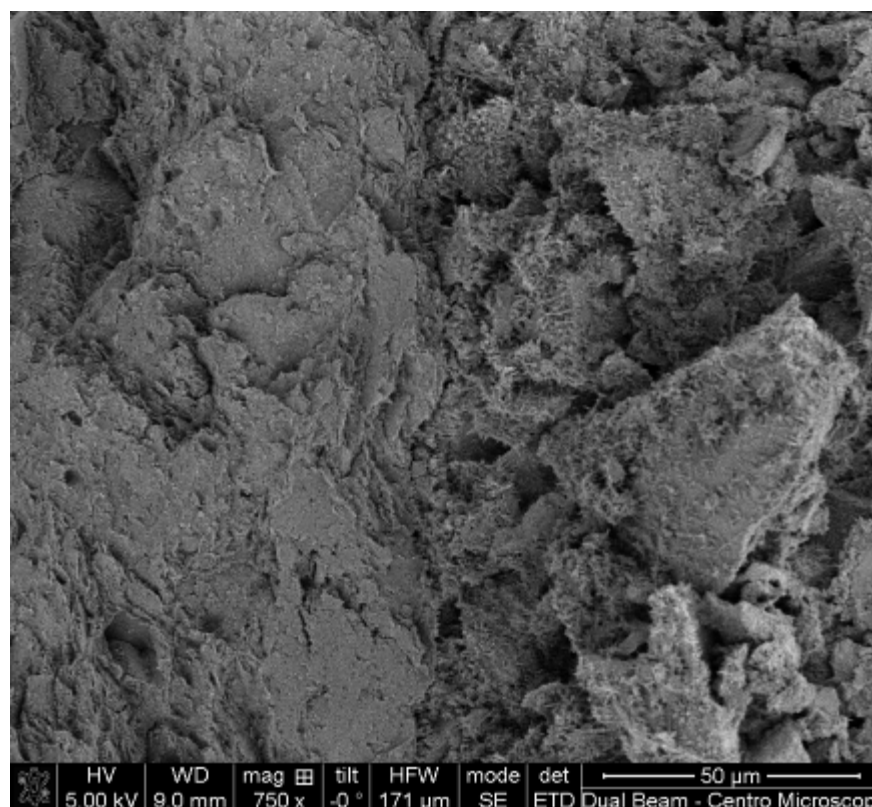


Figura 5.76 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

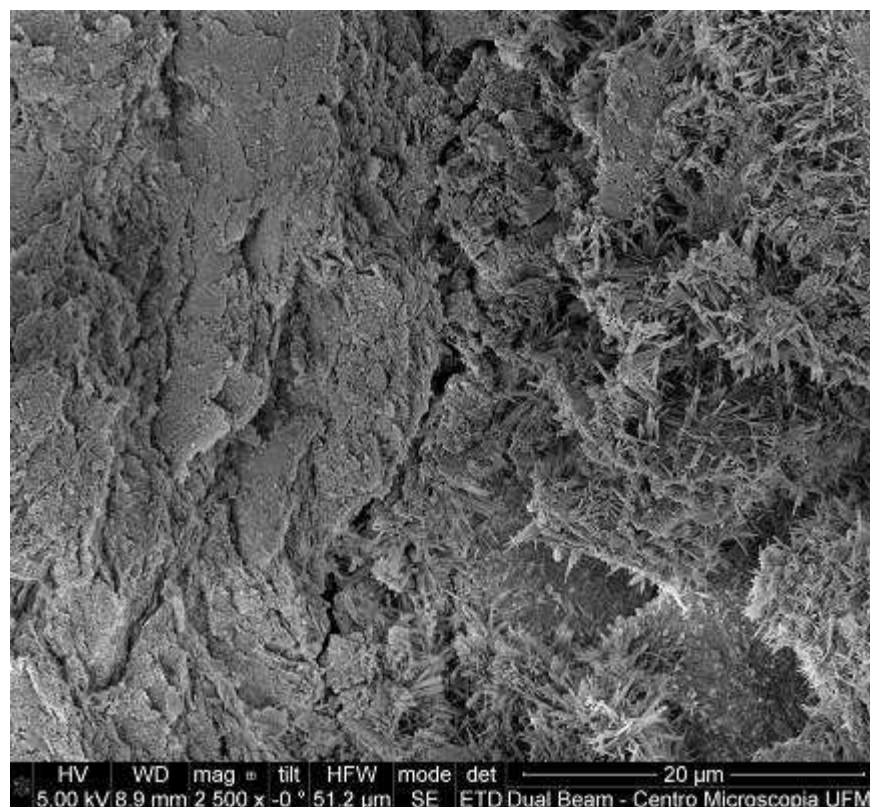


Figura 5.77 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

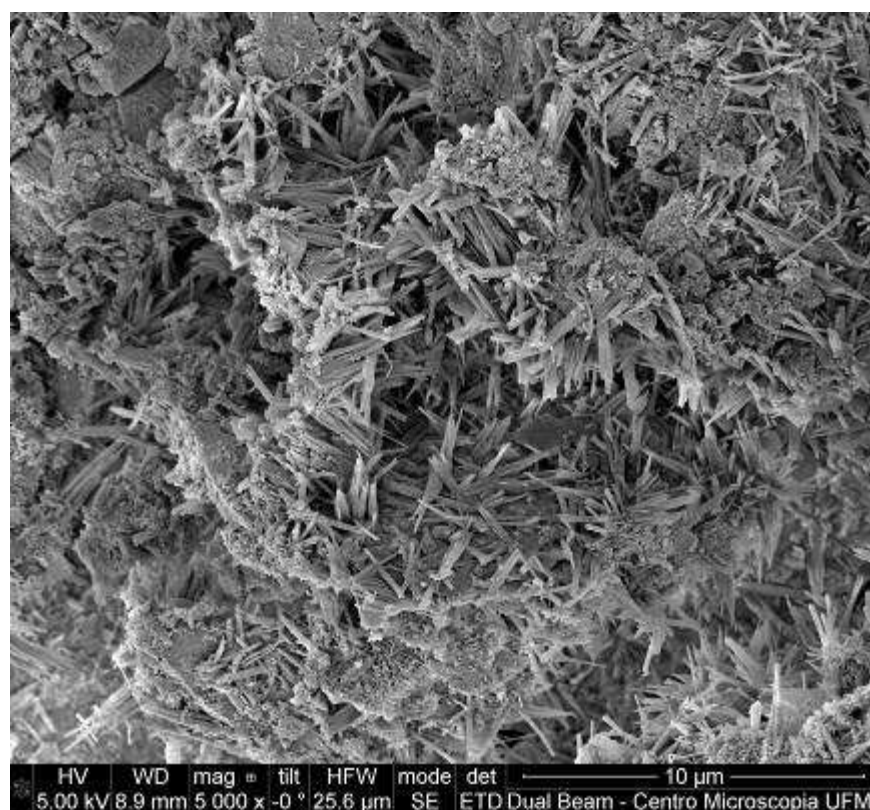


Figura 5.78 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

A foto 5.78 mostra enxames de etringita na interface, com suas microagulhas orientadas em todas as direções, numa notável ilustração do agulhamento. Na fotomicrografia 5.79 veem-se detalhes nanométricos muito interessantes da etringita, como os prismas de secção hexagonal, sendo alguns parcialmente ocos. Notar as placas de portlandita e os aglomerados nanométricos de CSH.

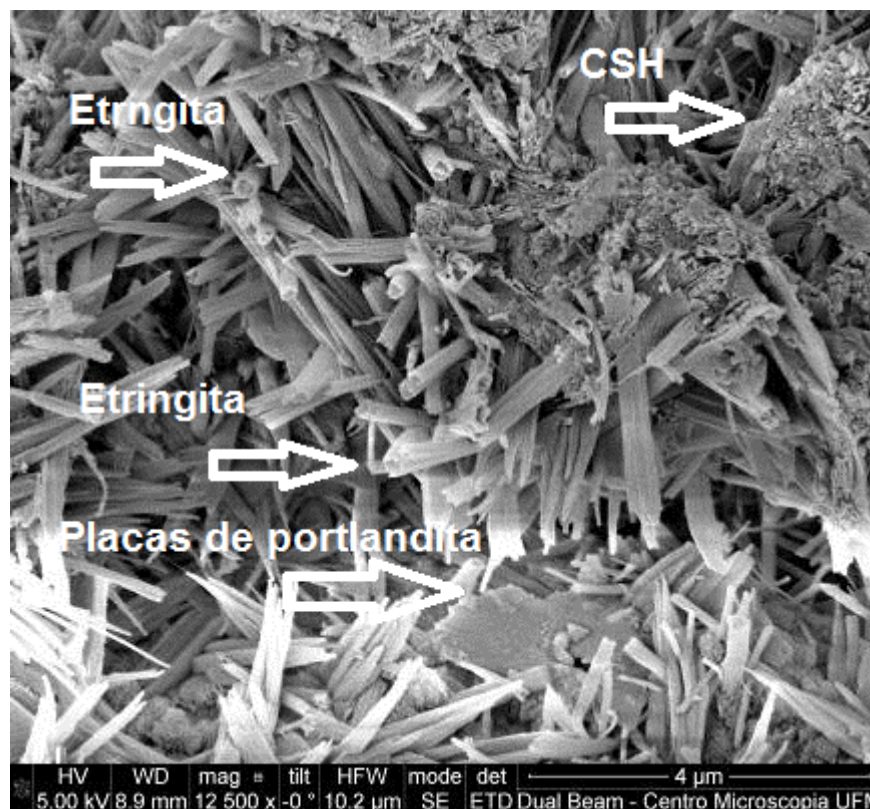


Figura 5.79 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Na fotomicrografia da Figura 5.80, também há presença abundante de etringita, confirmada pela sua morfologia. A microanálise EDS da área 1 (Tabela 5.23) não detectou o enxofre (S) presente na etringita; isto se deve ao recobrimento com ouro (Au), pois raios do ouro encobrem a raia do enxofre (S).

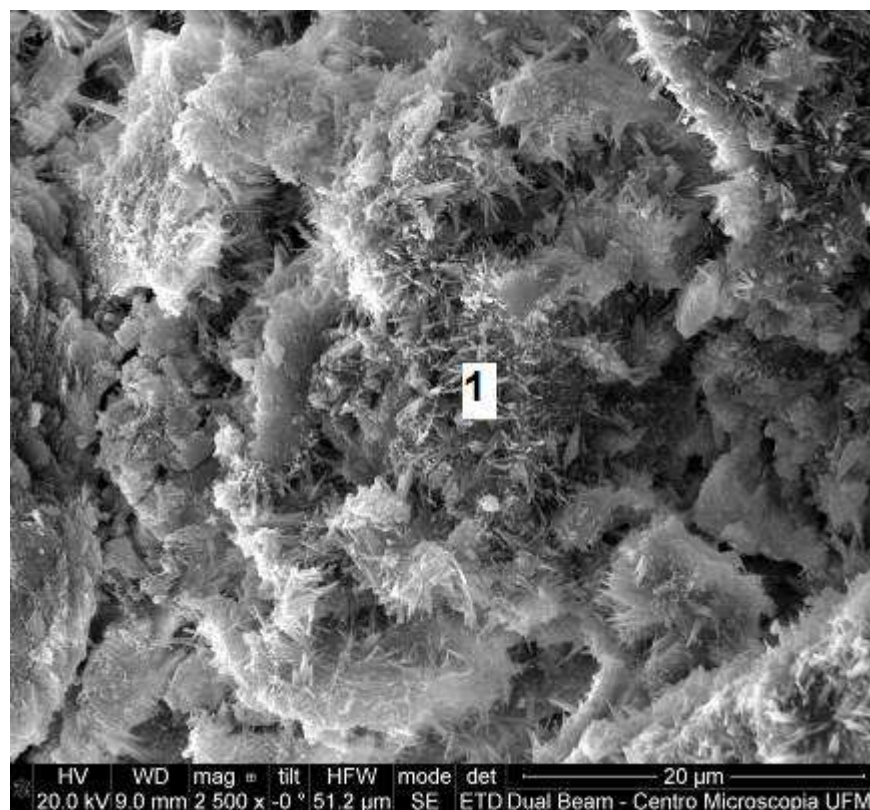


Figura 5.80 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Tabela 5.23 – Microanálise EDS, da Figura 5.80

Microanálise EDS (%) massa										
	C	O	Mg	Al	Si	P	S	Ca	K	Fe
Área 1	2,4	23,0	0,6	5,1	15,7	0,0	0,0	50,3	0,0	3,0

A Figura 5.81 traz notáveis aspectos micro e nanoestruturais da etringita e CSH, morfologias típicas e ainda alguma portlandita.

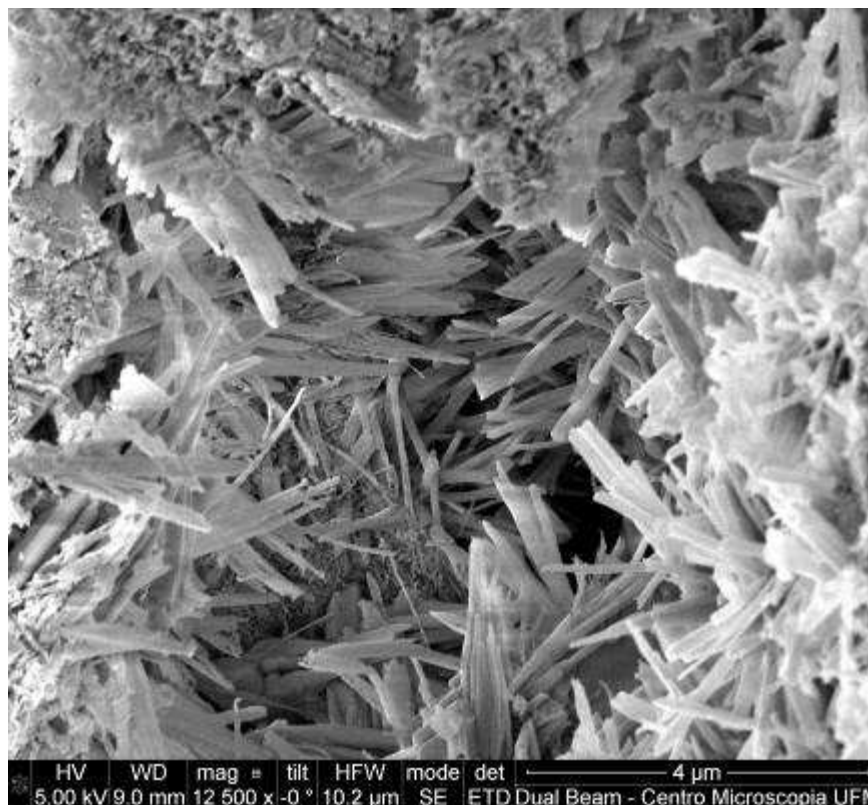


Figura 5.81 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Prosseguindo a análise microestrutural da interface do bloco cerâmico com a argamassa de chapisco obtiveram-se as fotomicrografias das Figuras 5.82 a 5.85 com aumentos da ordem de 5.000, 12.500, 40.000 e 50.000 vezes. A presença da etringita é marcante na foto 5.82, no contato como bloco; partes deste são visíveis no canto superior esquerdo da foto. Detalhes das áreas ricas em etringita são visíveis em 5.83, onde a morfologia desta fase é mais de fitas euédricas. Há locais em que a calcita ocorre misturada com a etringita; isto é notável na foto 5.84 (que é um detalhe da foto 5.83), onde há cristais romboédricos de calcita, inclusive alguns maclados (centro da foto); placas corroídas de portlandita também são vistas. Vários desses cristais são submicrométricos e mesmo nanométricos. Aspectos microestruturais semelhantes estão visíveis na foto 5.84, mas aqui há mais abundância de placas de portlandita e aglomerados nanométricos de CSH. Nas fotomicrografias com aumento de 40.000 e 50.000x (Figuras 5.84 e 5.85) pode-se notar rugosidade nas superfícies dos cristais de portlandita e calcita.

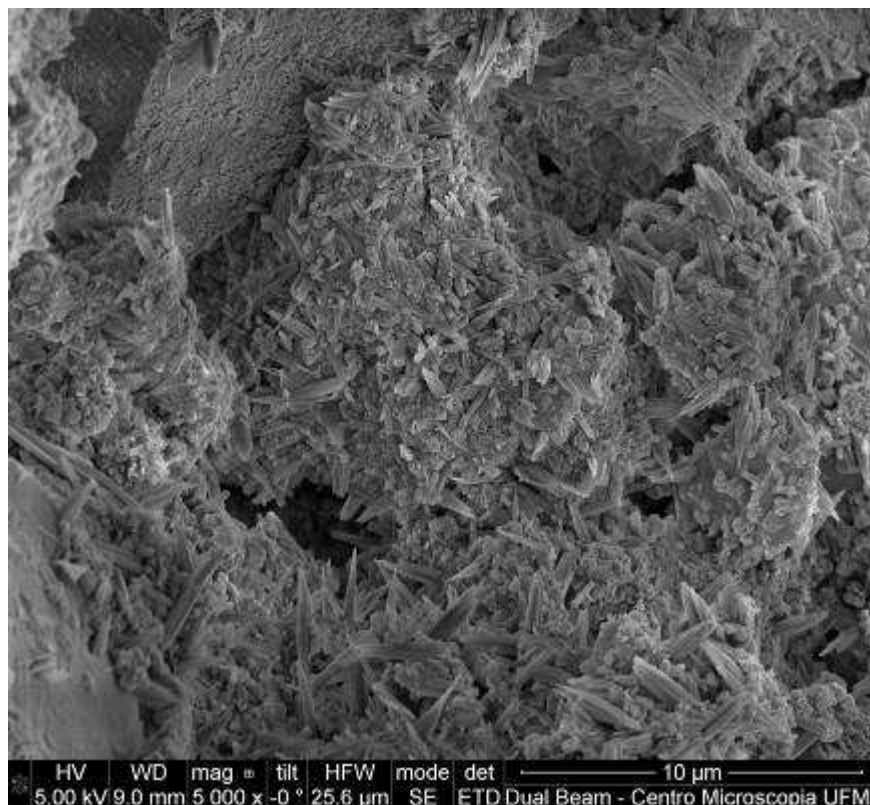


Figura 5.82 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

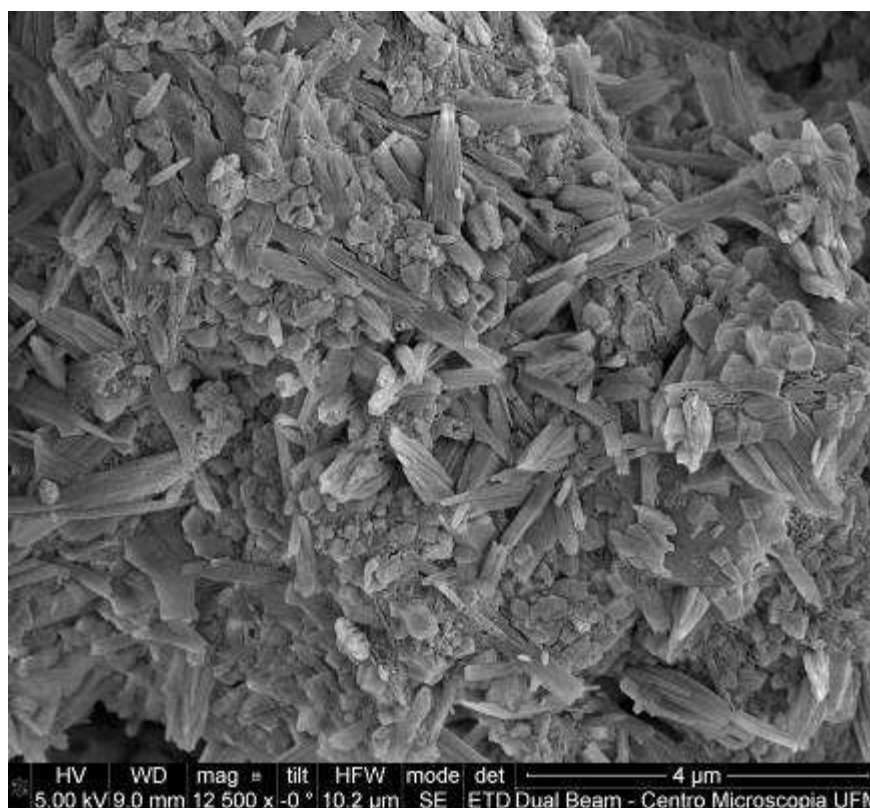


Figura 5.83 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

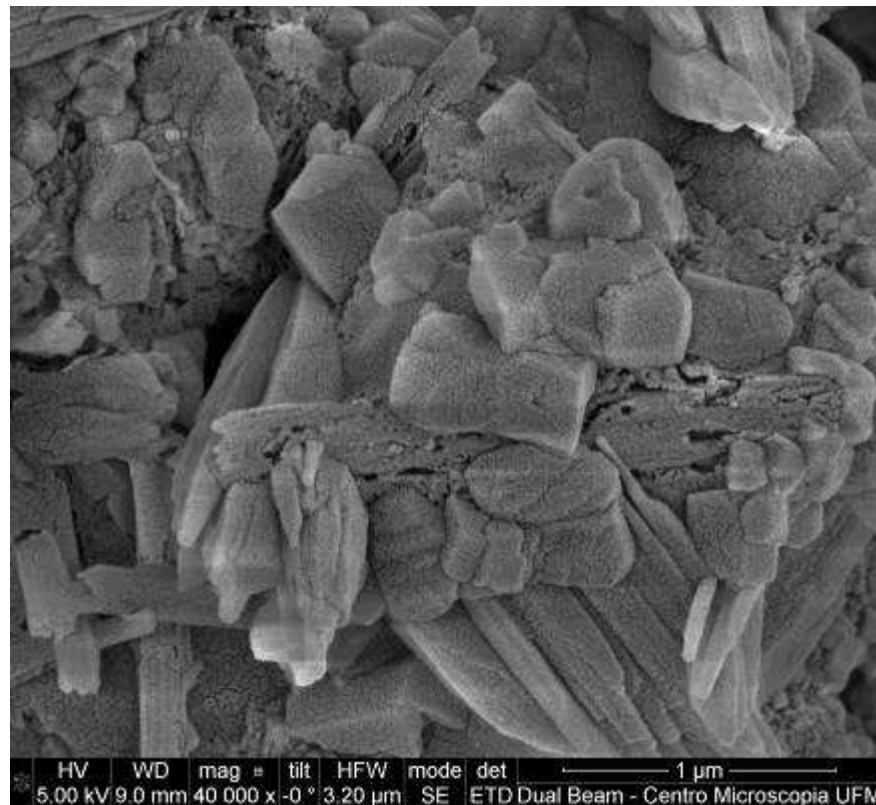


Figura 5.84 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).



Figura 5.85 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

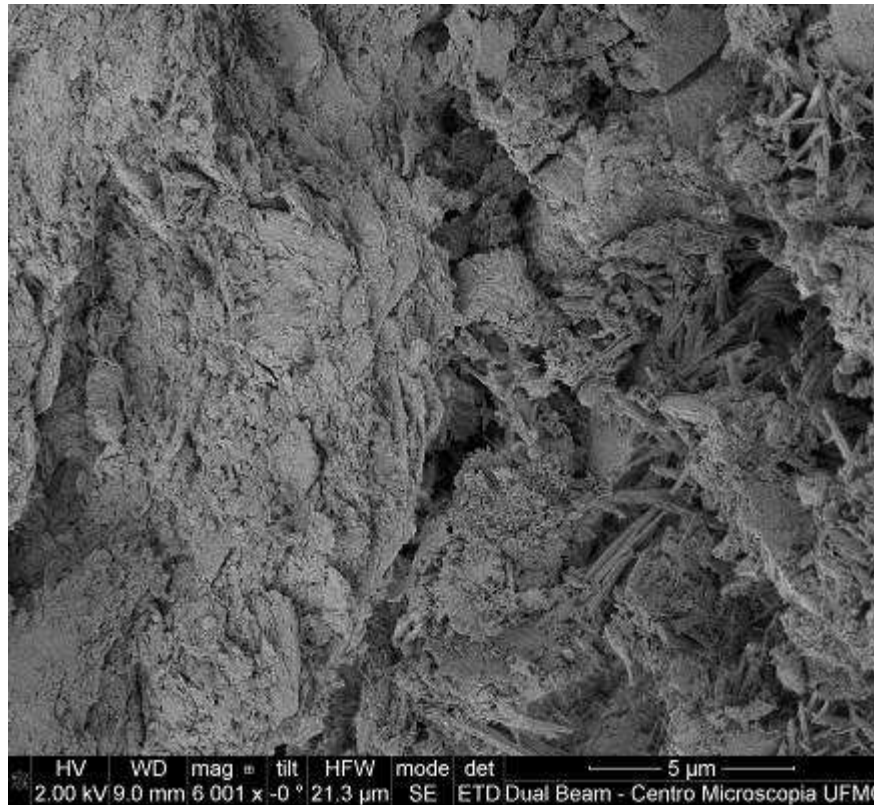


Figura 5.86 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

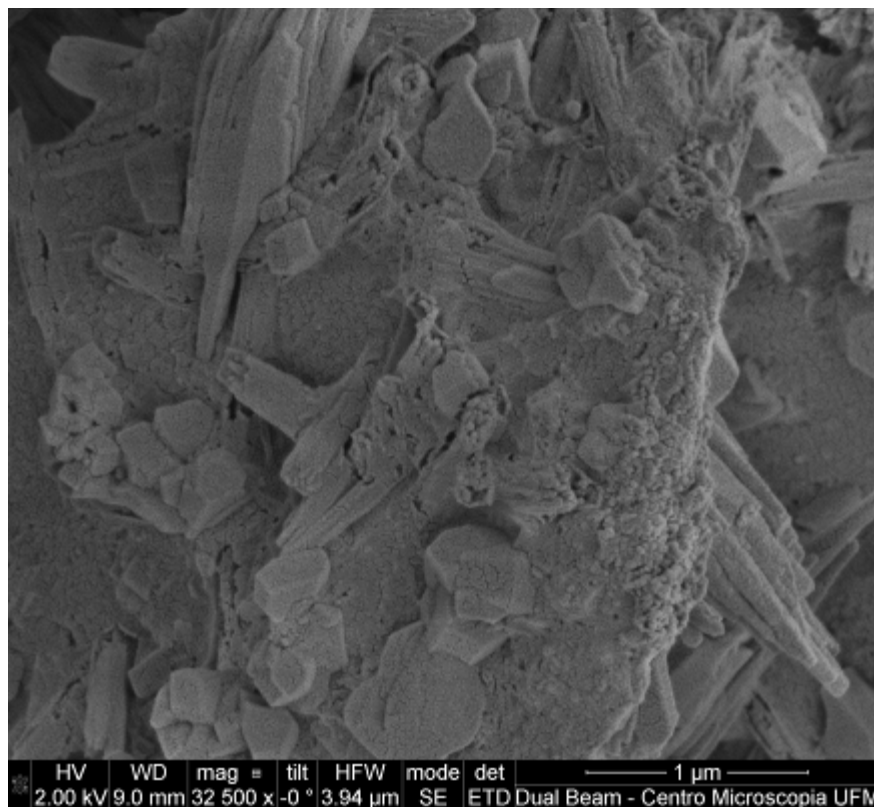


Figura 5.87 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

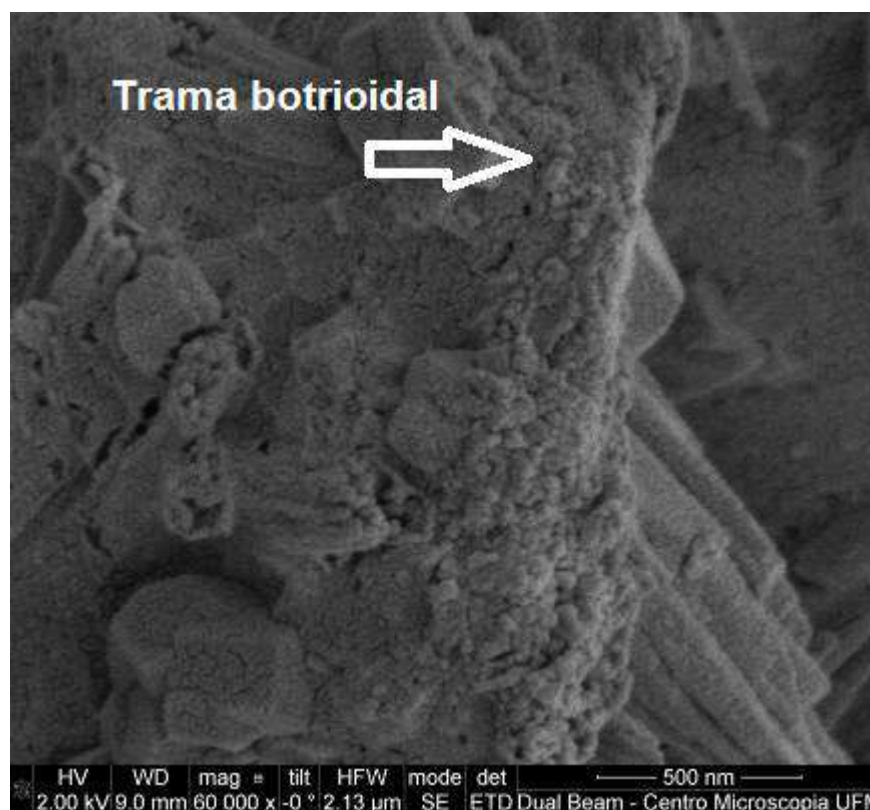


Figura 5.88 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

A Figura 5.88 mostra detalhes com resolução média da interface, observando-se muita etringita acicular.

Nas fotomicrografias das Figuras 5.87 e 5.88 notam-se que todas as fases da argamassa estão presentes: etringita, portlandita, calcita e CSH. Em função dos aumentos muito elevados (até 60.000 X) e da ótima resolução do MEV-FEG, o CSH mostra detalhes pouco discerníveis em outras observações, como de trama coliforme/botrioidal e composição de nódulos esféricos coalescidos, o que é típico de fases amorfas como esta. Na parte central direita da foto 5.88 há uma ocorrência típica.

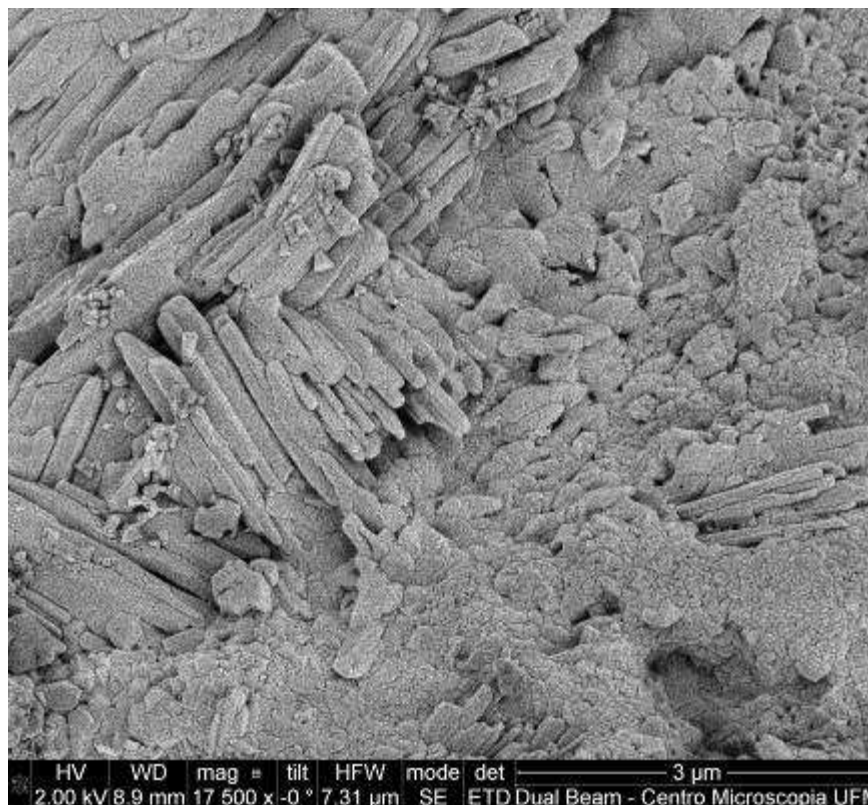


Figura 5.89 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Na fotomicrografia da Figura 5.89 pode-se ver etringita, com orientação em chevron pouco comum (área esquerda superior da foto). CSH ocorre em grande concentração e há pequena quantidade de portlandita.

Nas Figuras 5.90 a 5.92 vê-se uma sequência de fotomicrografias de superfície da argamassa de chapisco todas com etringita, CSH e portlandita. Nota-se a excelente qualidade e definição das imagens principalmente do CSH nas fotomicrografias citadas.

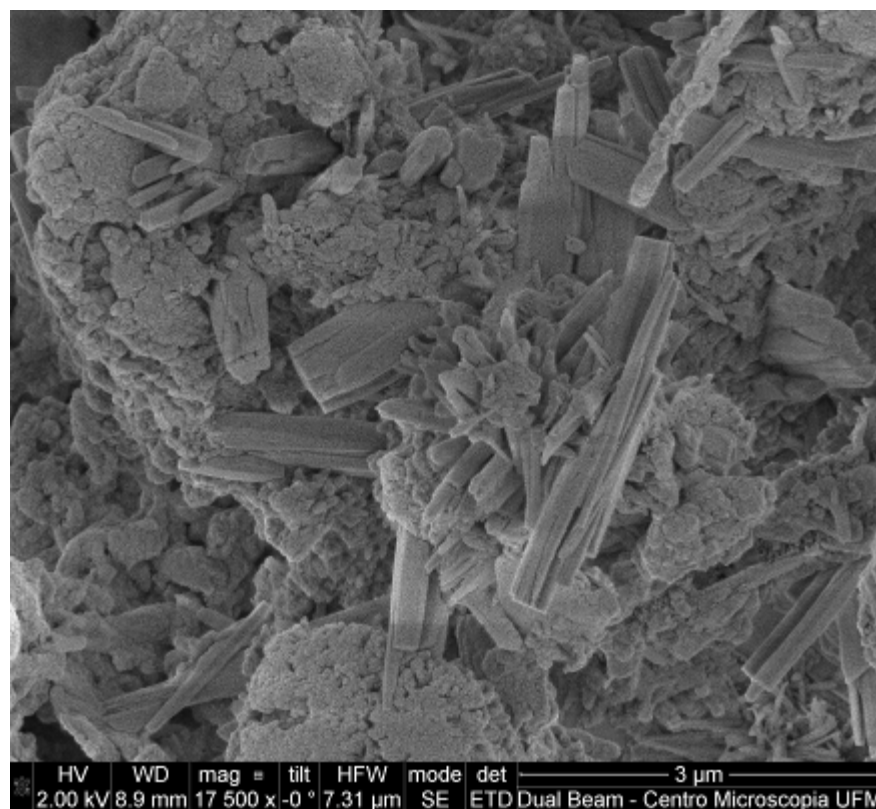


Figura 5.90 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

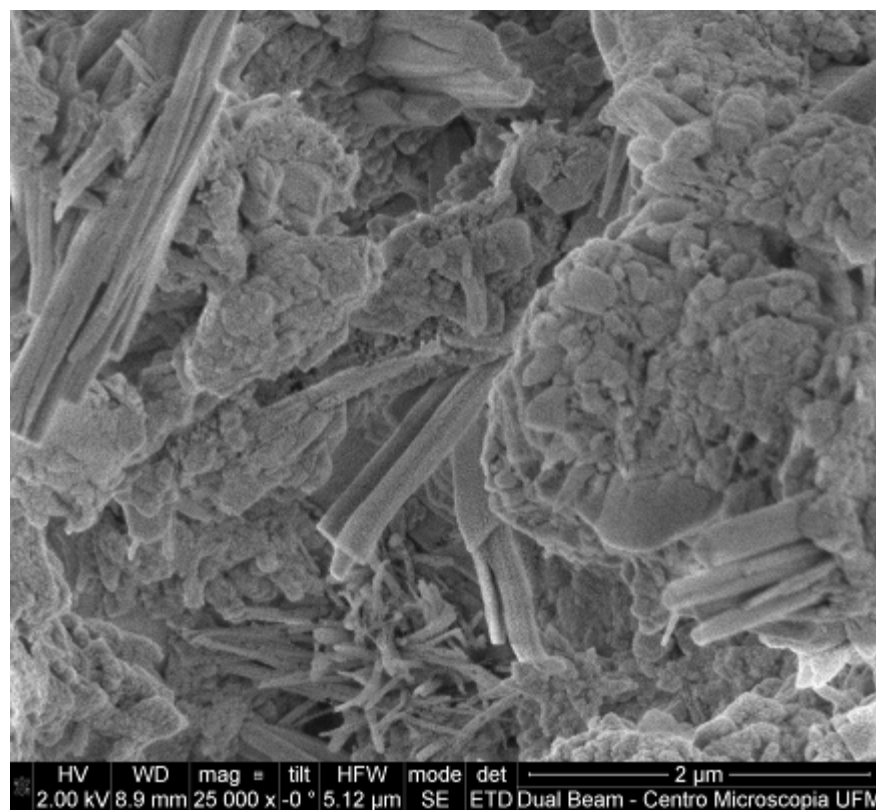


Figura 5.91 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

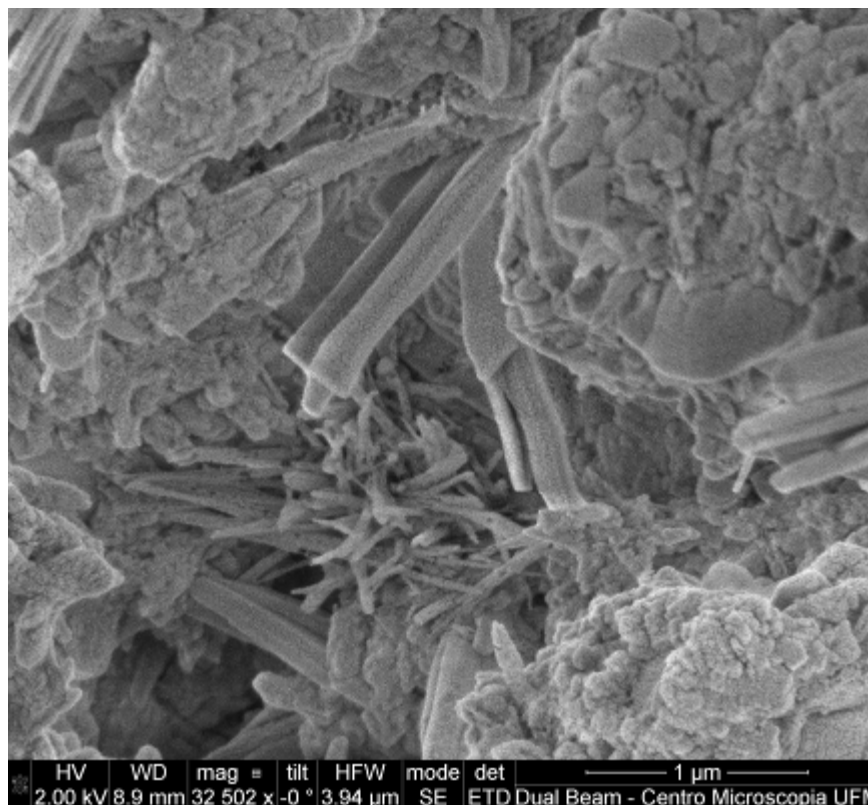


Figura 5.92 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Já nas fotomicrografias das Figuras 5.93 e 5.94 (esta sendo um detalhe da foto 5.93), observa-se com muita clareza e precisão, com aumentos de 17.500x e 32.500x, etringita e CSH. Os grãos informes de CSH mostram sua trama colóide e que são compostos de nódulos esféricos coalescidos, sendo estes nódulos essencialmente nanométricos. É também interessante como as agulhas de etringita afloram (ou penetram) e conectam os grãos de CSH. Estas fotomicrografias enfatizam as notáveis definição e qualidade da microscopia eletrônica de varredura de alta resolução na caracterização morfológica de materiais cimentícios (argamassa de cimento Portland).



Figura 5.93 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).



Figura 5.94 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Uma variação dos aspectos das fotos anteriores é visível nas fotomicrografias 5.95 e 5.96: cristais de etringita aflorando na matriz de CSH com pouca presença de portlandita.

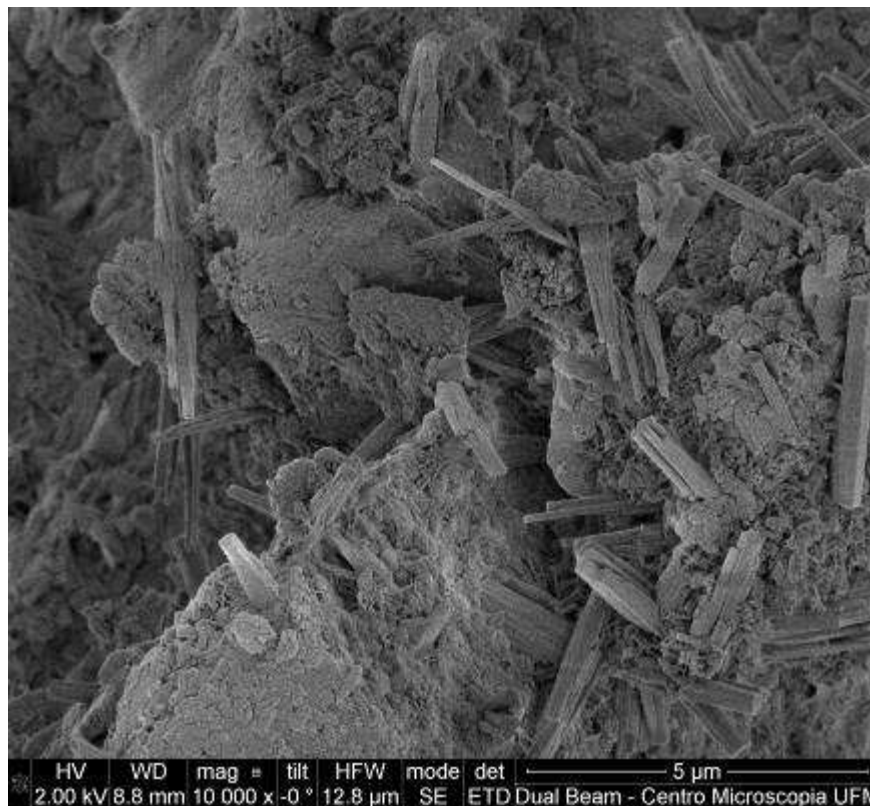


Figura 5.95 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Nas Figuras 5.96 e 5.97, vê-se em detalhe um cristal prismático perfeitamente euédrico de etringita. Em sua volta, há outros prismas de etringita, menos perfeitos, em matriz de CSH com pouca presença de portlandita.



Figura 5.96 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

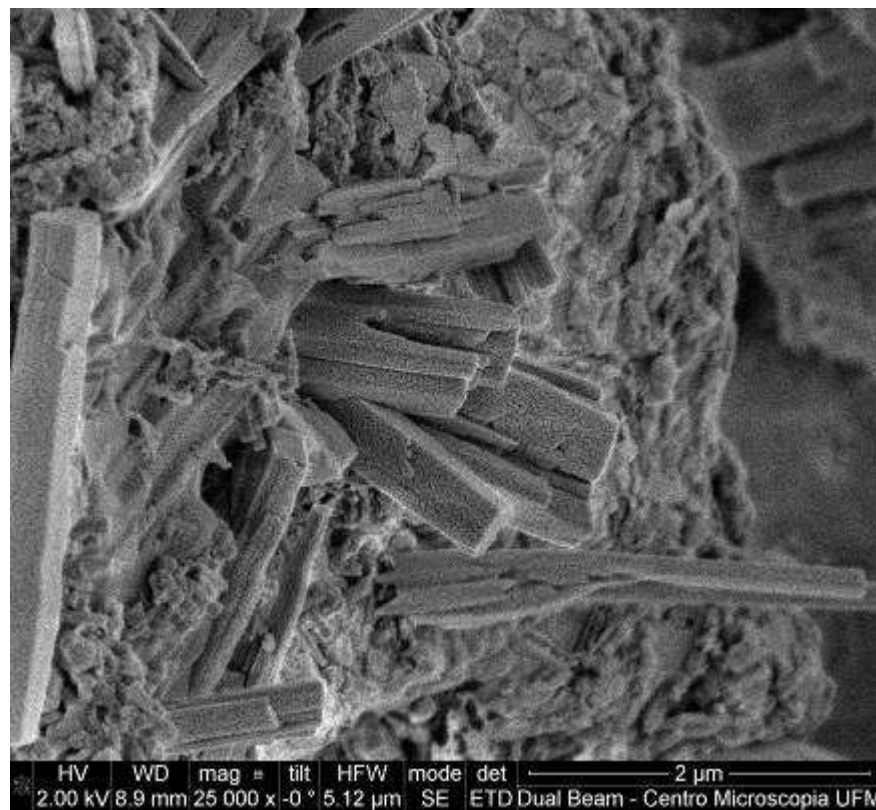


Figura 5.97 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Alterando novamente para a análise da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, observam-se, com aumentos crescentes, nas Figuras 5.98 a 5.99, aspectos microestruturais marcantes. Agulhas euédricas de etringita afloram de grãos complexos de CSH em intercrescimentos notáveis. Um cristal romboédrico de calcita está superposto a agulhas de etringita na foto 5.101.

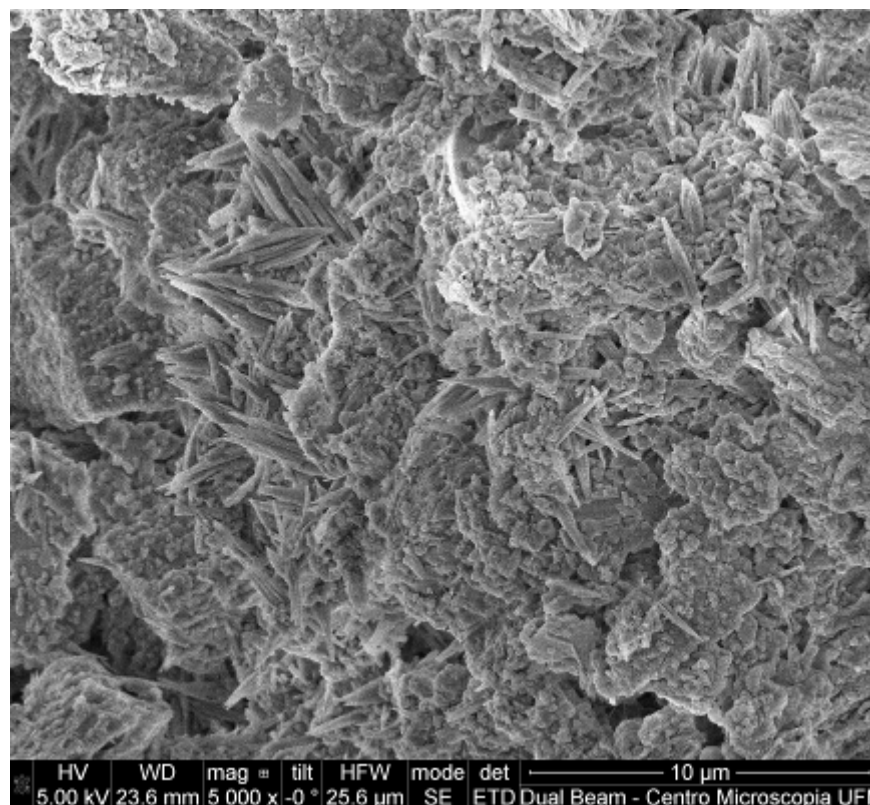


Figura 5.98 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

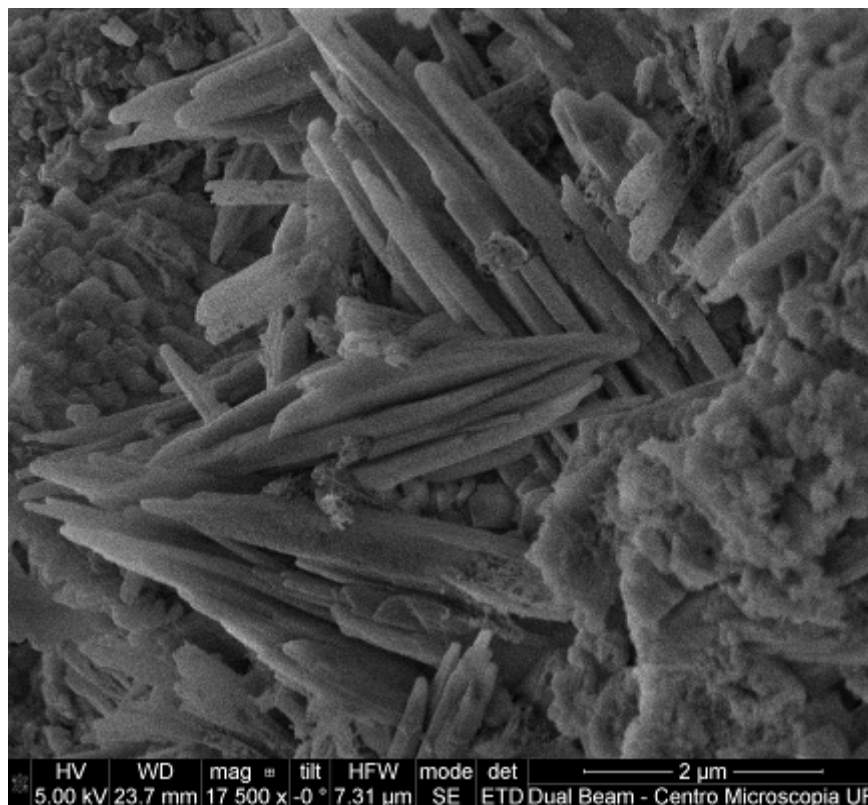


Figura 5.99 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

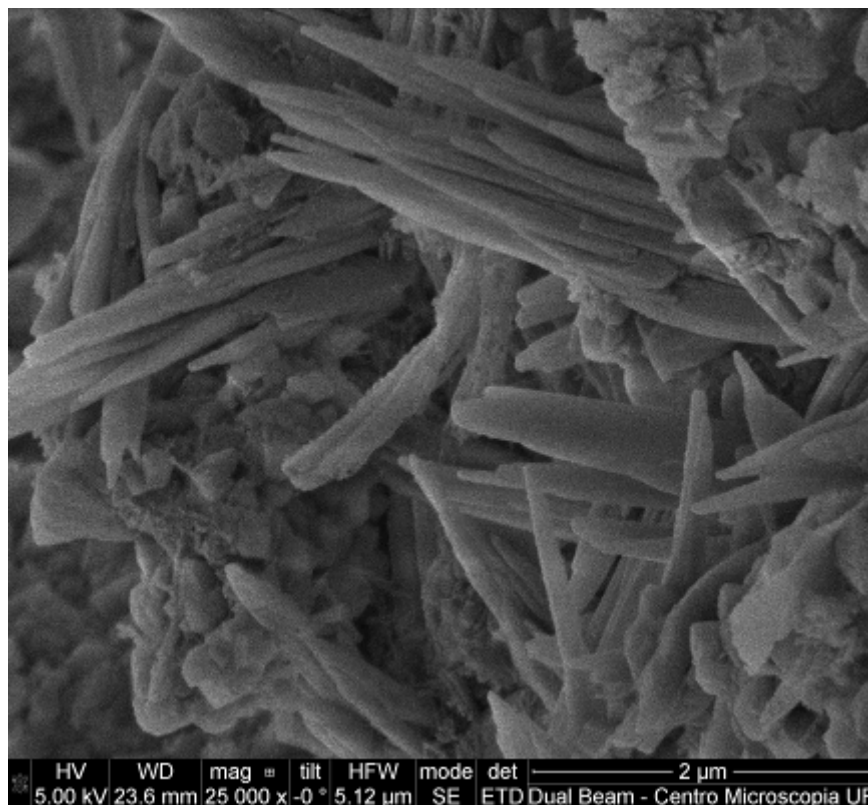


Figura 5.100 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Novamente nas fotomicrografias (Figuras 5.100 e 5.101) a presença de etringita, calcita e CSH.

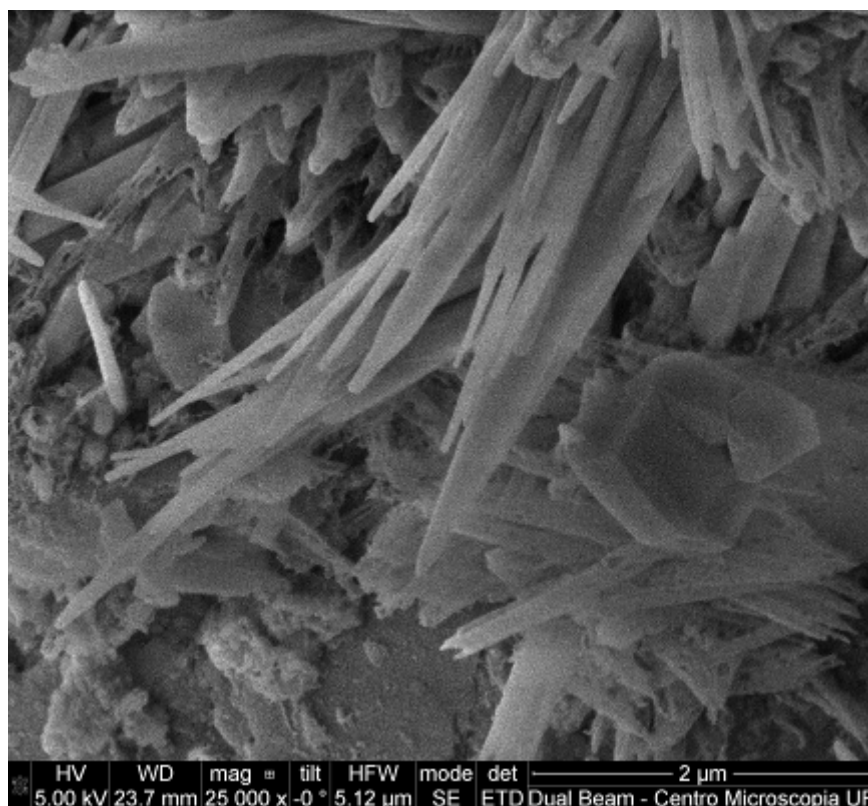


Figura 5.101 – Fotomicrografia interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Ainda na interface, observa-se nas fotomicrografias (Figuras 5.102 a 5.108) a interação nítida entre o bloco cerâmico, a matriz aglomerante e partícula do agregado (areia) formando o sistema de revestimento argamassado com elevada aderência à tração. A foto 5.102 mostra perfeitamente uma fina camada de material cimentício, composta de calcita e pouco CSH, conectando o bloco cerâmico a uma partícula de areia. Uma visão de contexto (com aumento menor) está mostrada na foto 5.103. Em sequência, a foto 5.104, com aumento menor ainda, dá uma visão global do conjunto bloco/matriz cimentícia/partícula do agregado miúdo.

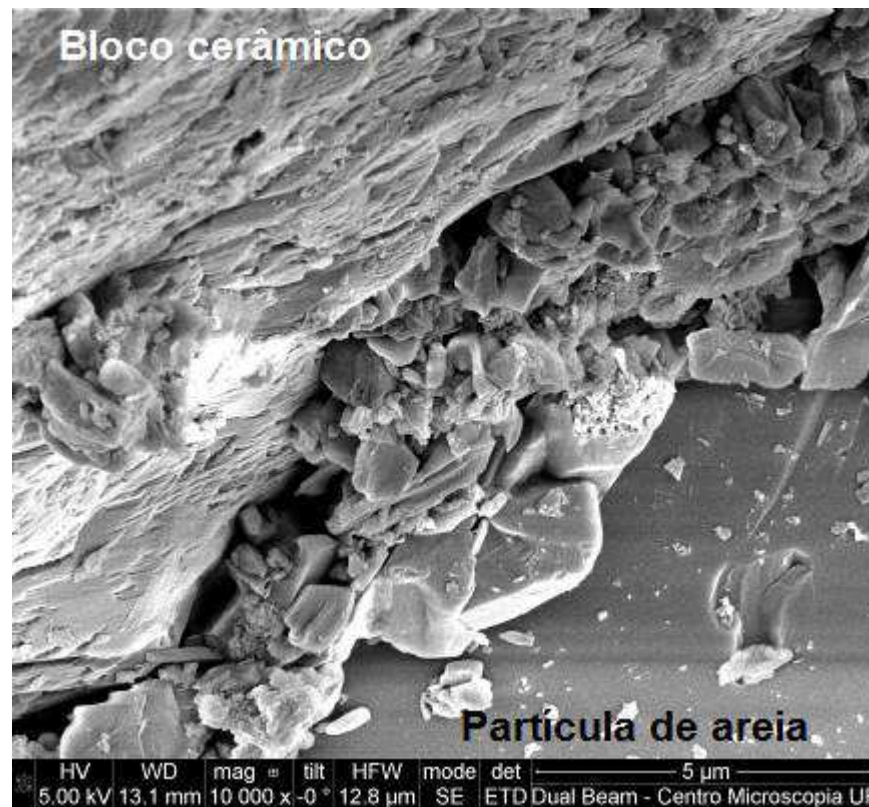


Figura 5.102 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Com o objetivo de ilustrar ainda mais a microestrutura do contato da matriz cimentícia com partículas quartzosas do agregado, mostram-se as micrografias 5.105 a 5.108. Em todas estas fotos, a composição da aglomerante foi de cristaltos de calcita e pouco CSH.

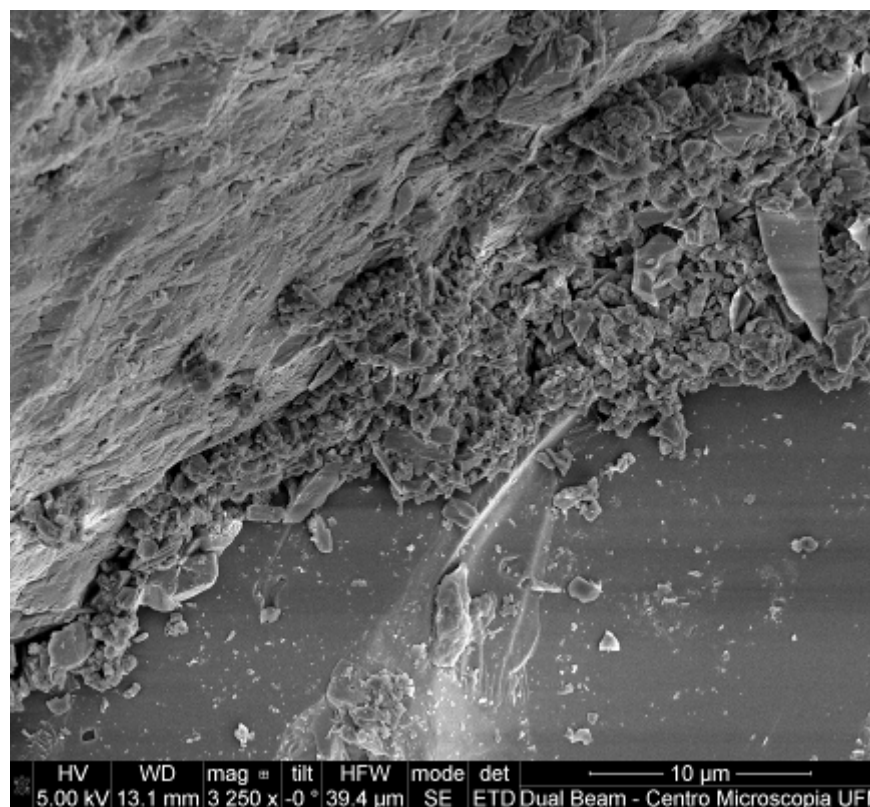


Figura 5.103 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

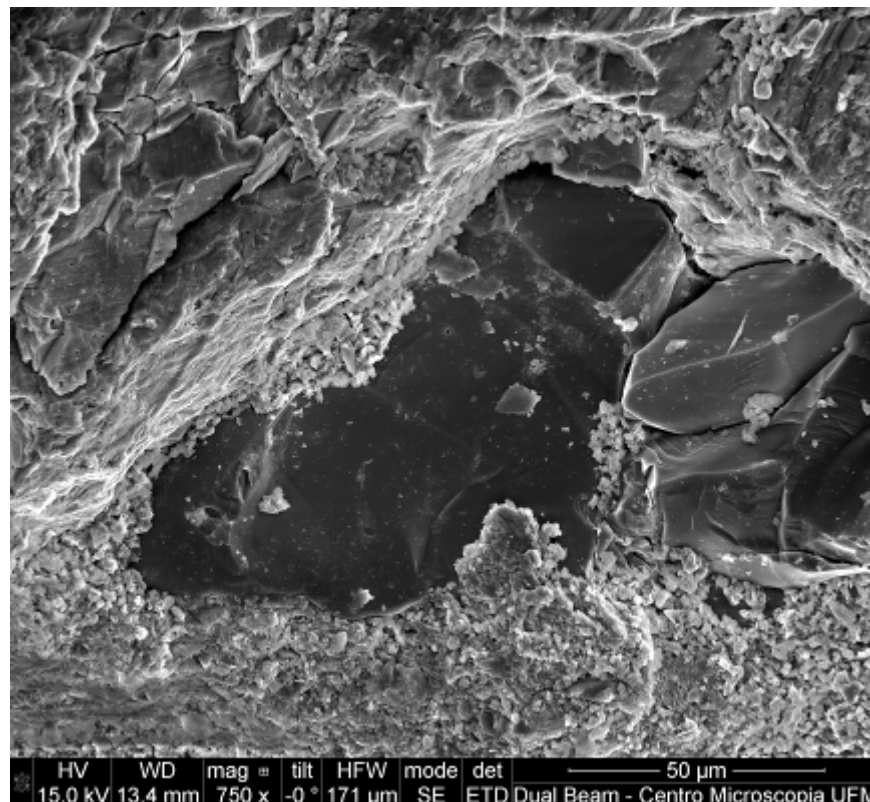


Figura 5.104 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

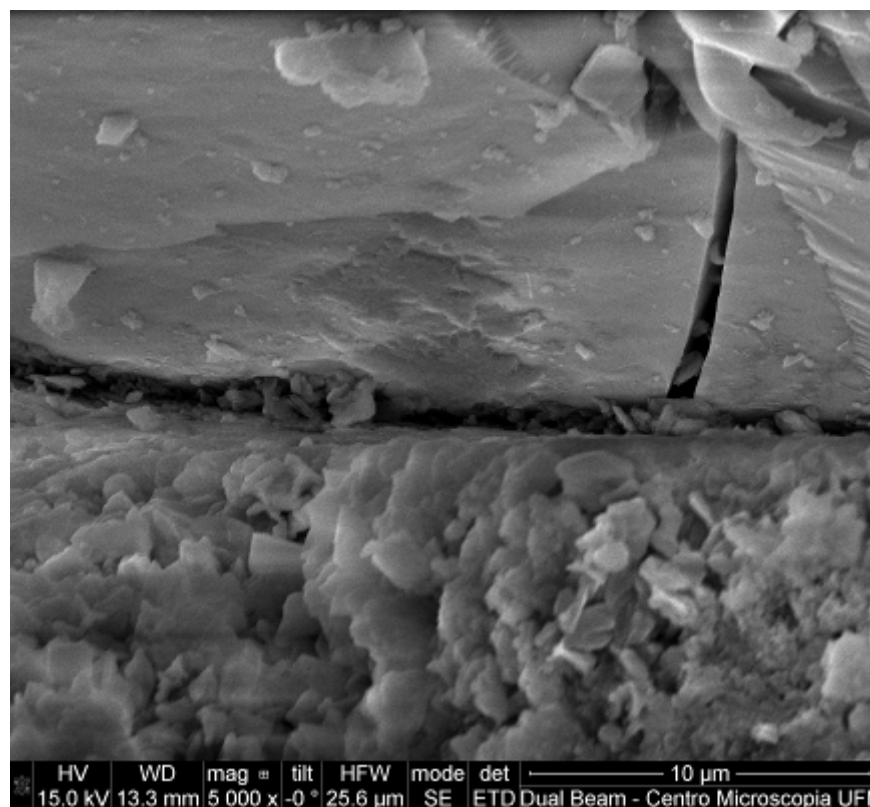


Figura 5.105 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

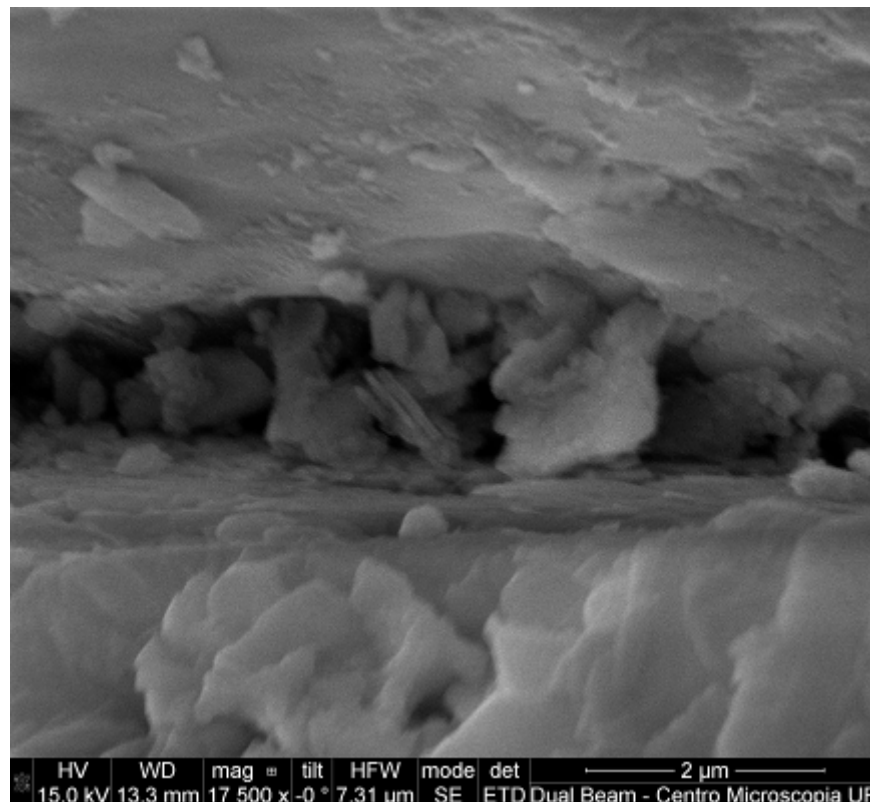


Figura 5.106 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

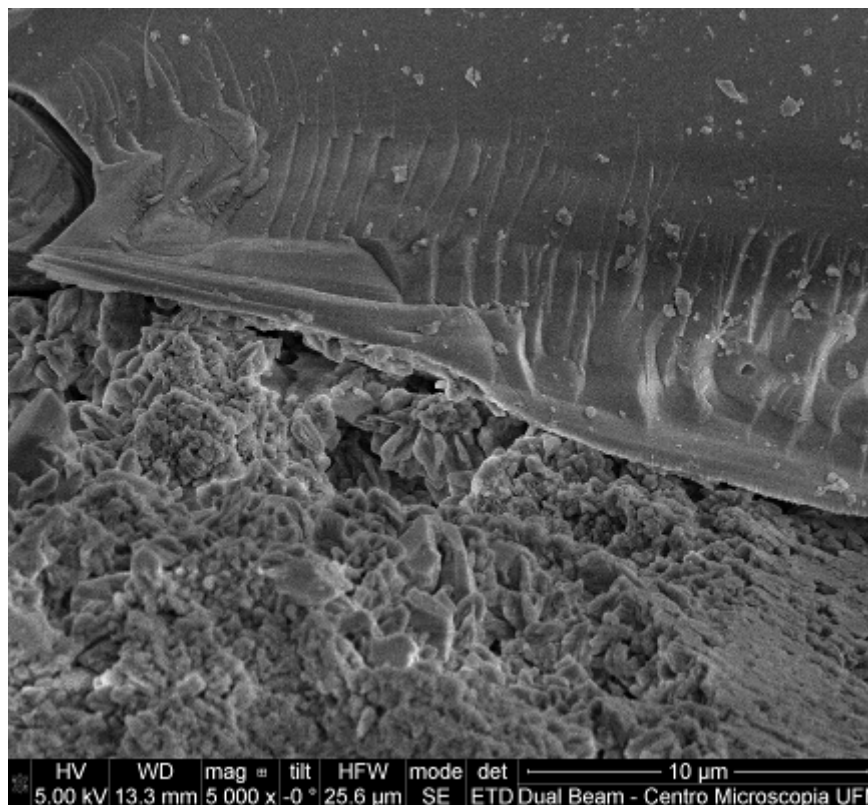


Figura 5.107 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

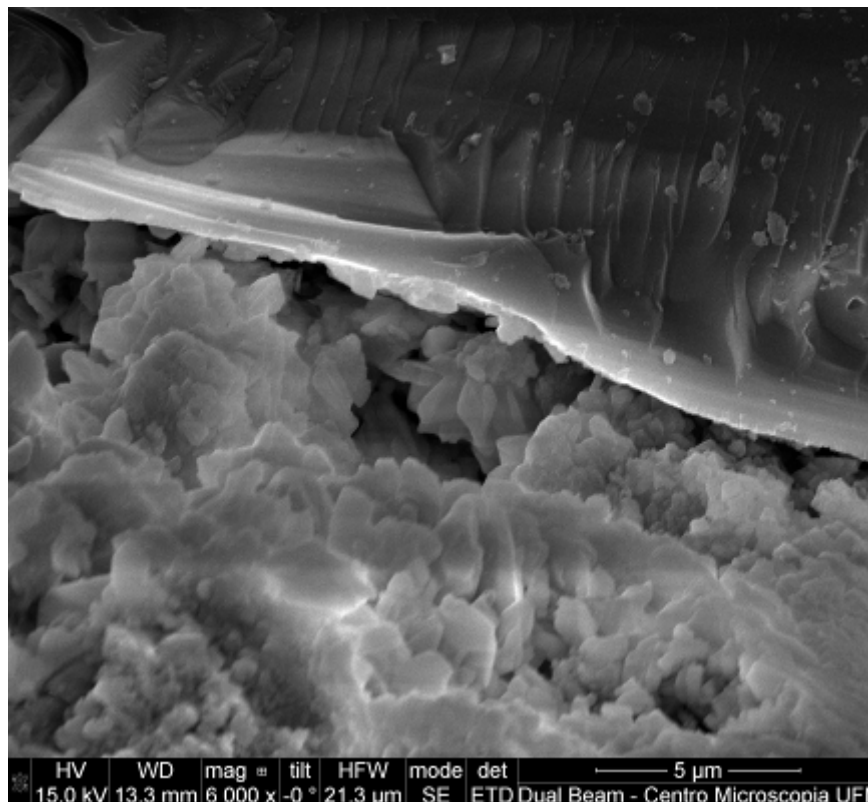


Figura 5.108 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento com ouro).

Alterando a caracterização para a análise da superfície das amostras de argamassa de revestimento com a adição de cal no traço, as Figuras 5.109 e 5.110 indicam a presença maciça de calcita.

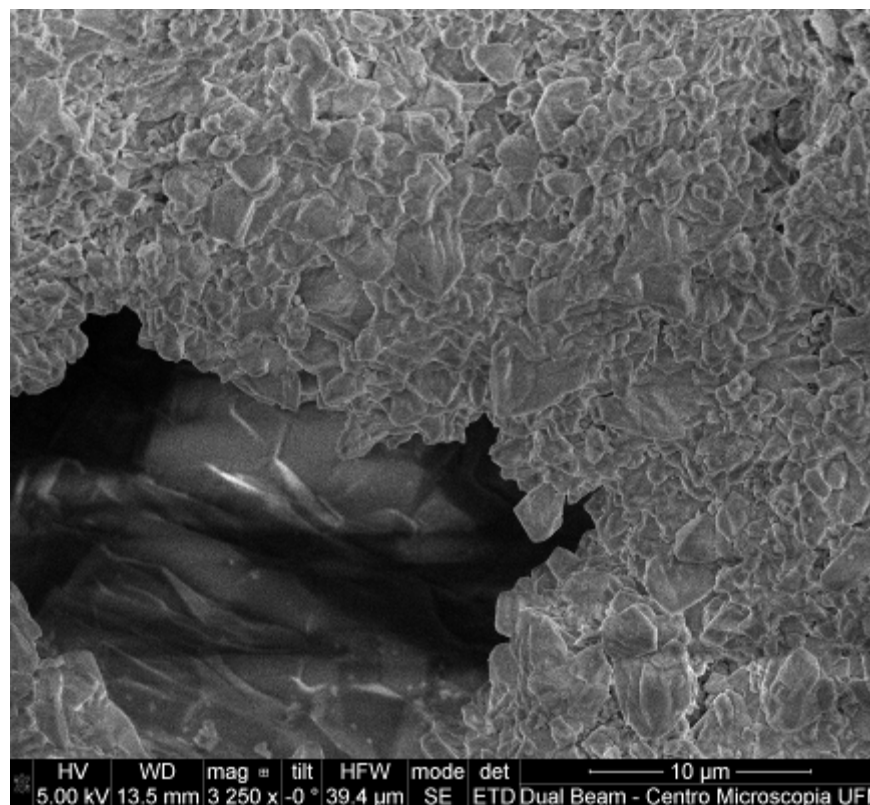


Figura 5.109 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

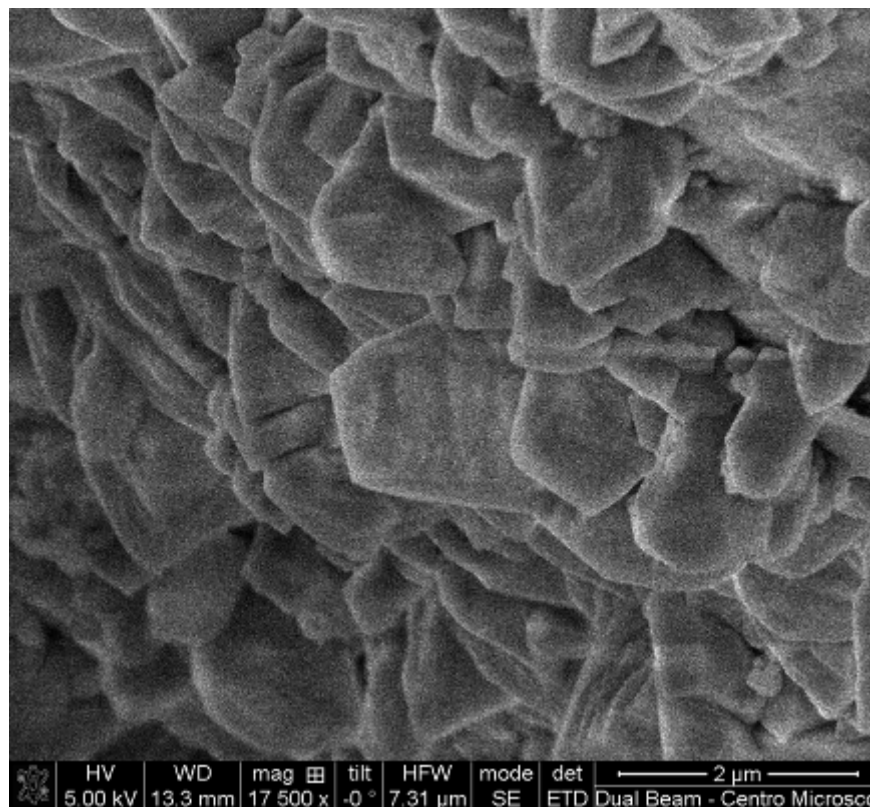


Figura 5.110 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

Finalizando a caracterização com o microscópio (MEV-FEG Dual-FIB 3D), a fotomicrografia 5.111 mostra cristais maiores de calcita envolvidos por regiões de trama muito fina de CSH. A Figura 5.112 ilustra um detalhe com CSH (áreas centrais da foto) e cristais de calcita nas margens.

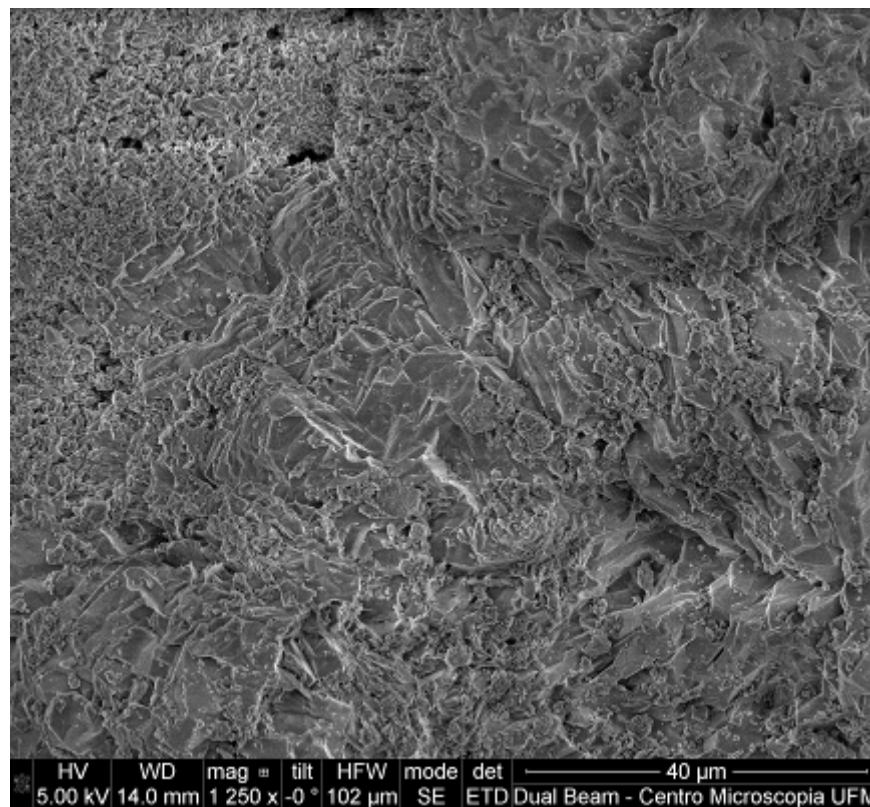


Figura 5.111 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

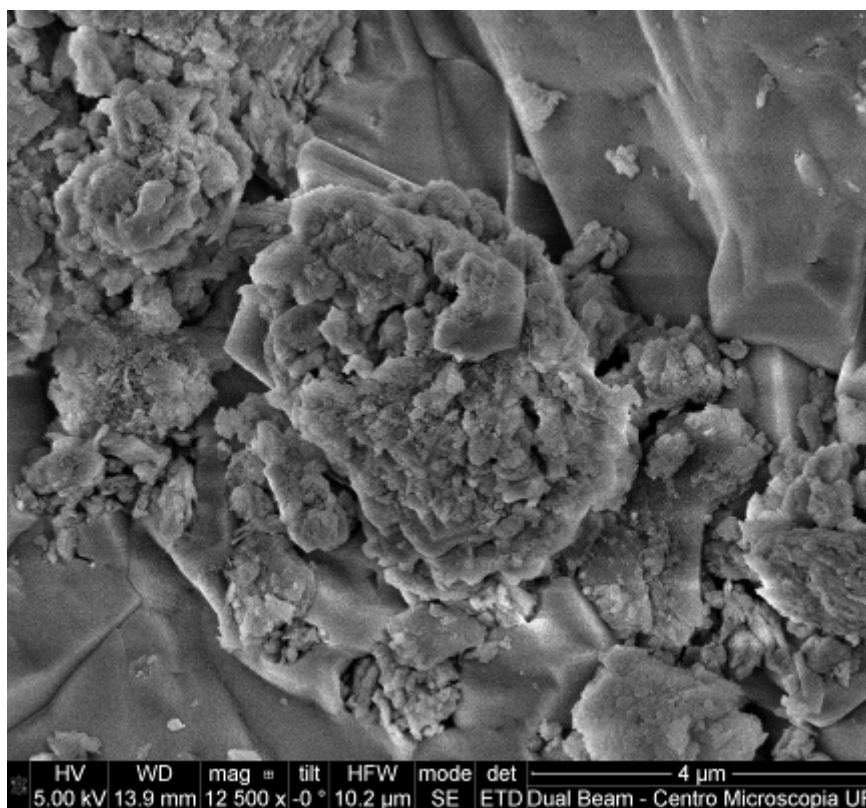


Figura 5.112 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

5.6.2 Microscópio eletrônico de varredura FEG Quanta 200 FEI

Descrevem-se a seguir as fotomicrografias e as microanálises das amostras de argamassa utilizando respectivamente o microscópio eletrônico de varredura FEG Quanta 200 FEI e o espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS) acoplado ao MEV. Em todas as fotomicrografias foram obtidas de imagens de elétrons secundários para uma melhor resolução e maior potencial de aumento; quando as fotomicrografias em que as imagens foram de elétrons retroespalhados, isto foi indicado na legenda da figura.

Nas fotomicrografias das Figuras 5.113 a 5.118 observa-se uma sucessão de aumentos na matriz da argamassa; nas Figuras 5.113 a 5.115 é mostrado em detalhe o contato entre uma partícula de areia e cimento hidratado (CSH, calcita/portlandita e etringita, esta em pequenas agulhas).

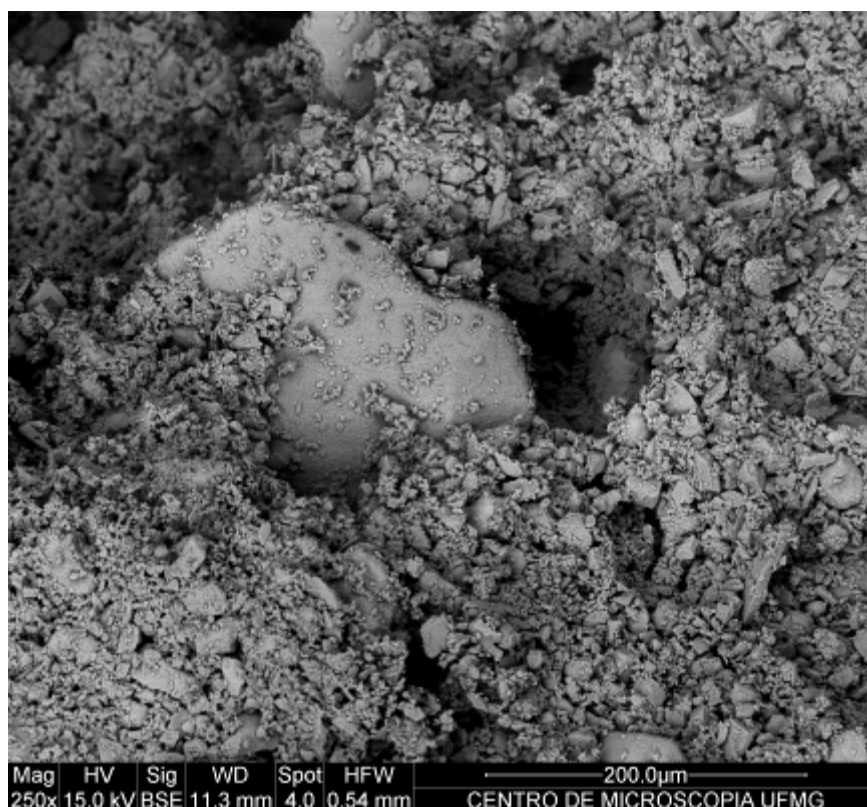


Figura 5.113 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).

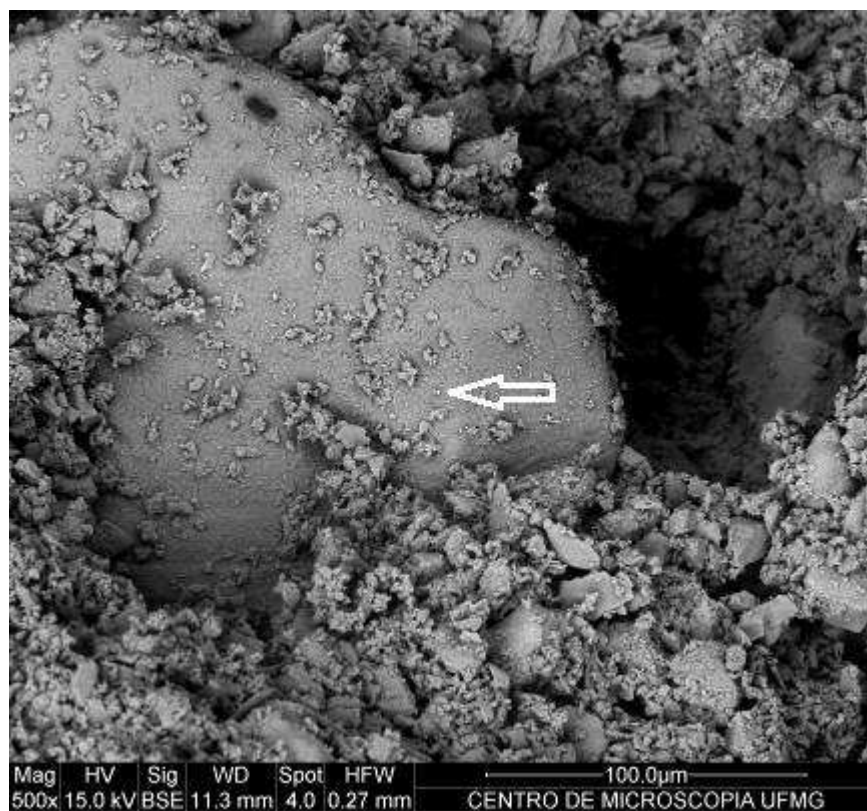


Figura 5.114 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).



Figura 5.115 – Fotomicrografia da superfície de argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).

Cristalitos das fases componentes do cimento hidratado cobrem esparsamente a superfície da partícula de areia (foto 5.115).

Na Figuras 5.116 e 5.117, observam-se, com aumentos de 5.000x e 10.000x: etringita, CSH e lamelas pequenas de portlandita na superfície da partícula de areia.

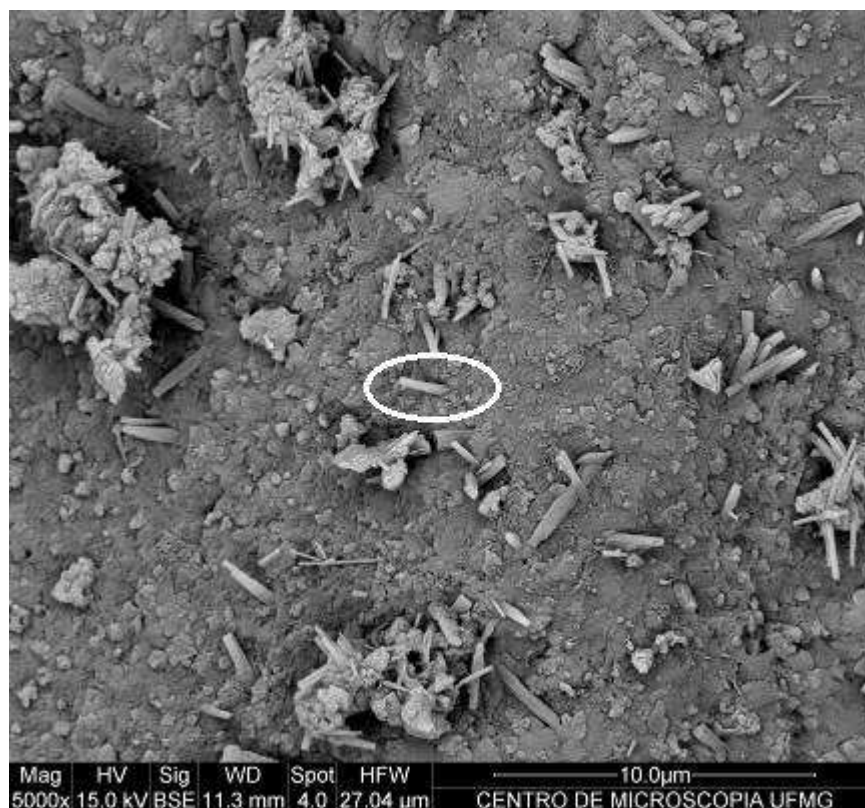


Figura 5.116 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).

Com um aumento de 50.000x pode-se ver, na fotomicrografia da Figura 5.118, um prisma de etringita plantado em matriz de grânulos nanométricos de CSH com alguma portlandita (calcita).



Figura 5.117 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).



Figura 5.118 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).

Na Figura 5.119 a fotomicrografia com aumento de 20.000x mostra longos cristais de etringita, CSH (pouca concentração), lamelas de portlandita e alguma calcita, na superfície da argamassa.

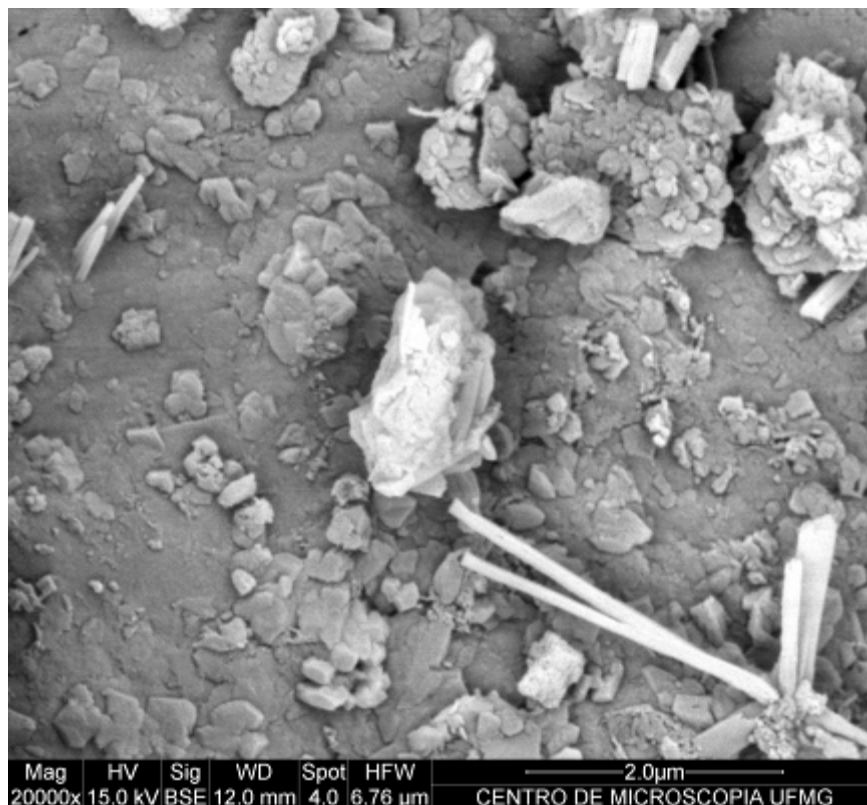


Figura 5.119 – Fotomicrografia da superfície da argamassa de revestimento (recobrimento com ouro).

As fotomicrografias 5.120 a 5.123 têm aumentos de 500, 1.000, 20.000 e 100.000x na superfície da argamassa de revestimento com cal no traço, evidenciando claramente a presença de portlandita com calcita minoritária. Nas fotos 5.122 e 5.123, todos os cristalitos são nanométricos; esta última foto mostra lamelas extremamente pequenas de portlandita.

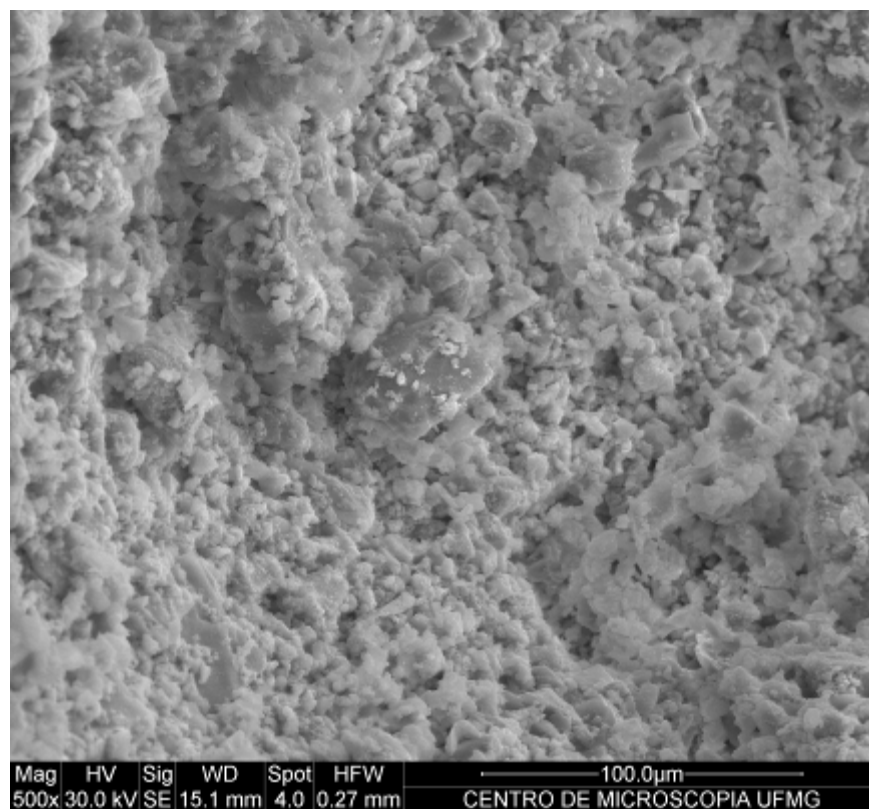


Figura 5.120 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

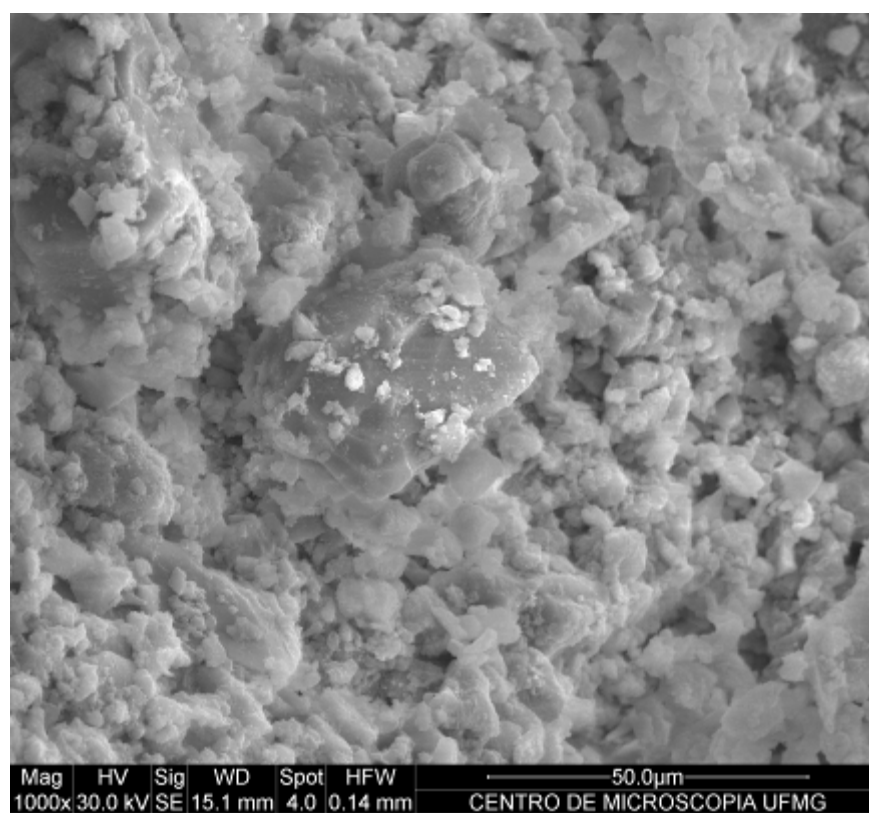


Figura 5.121 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

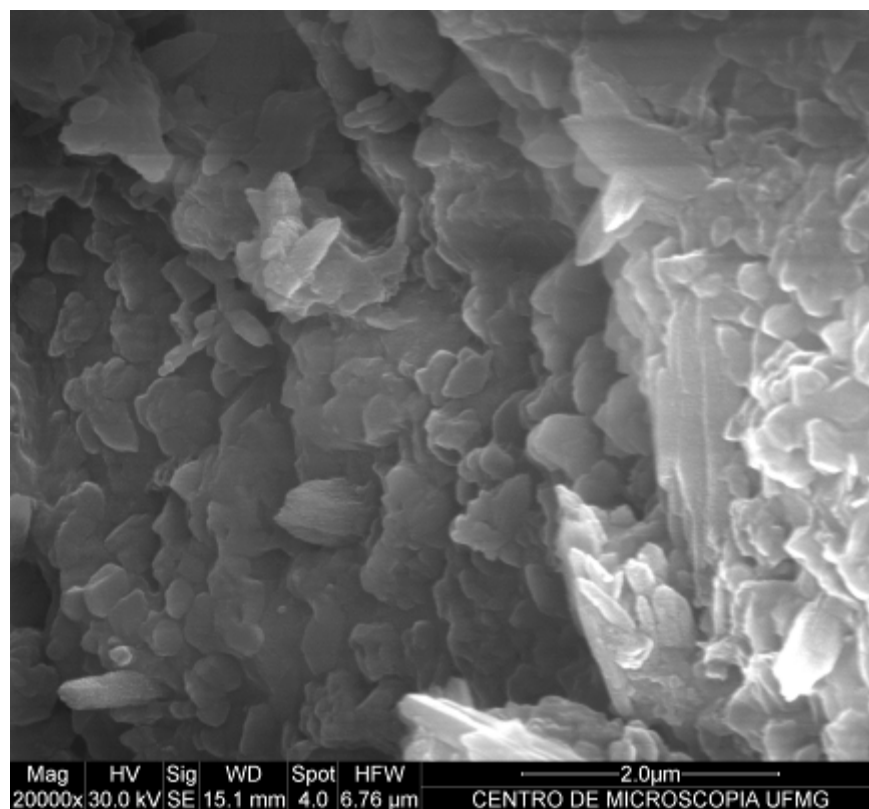


Figura 5.122 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

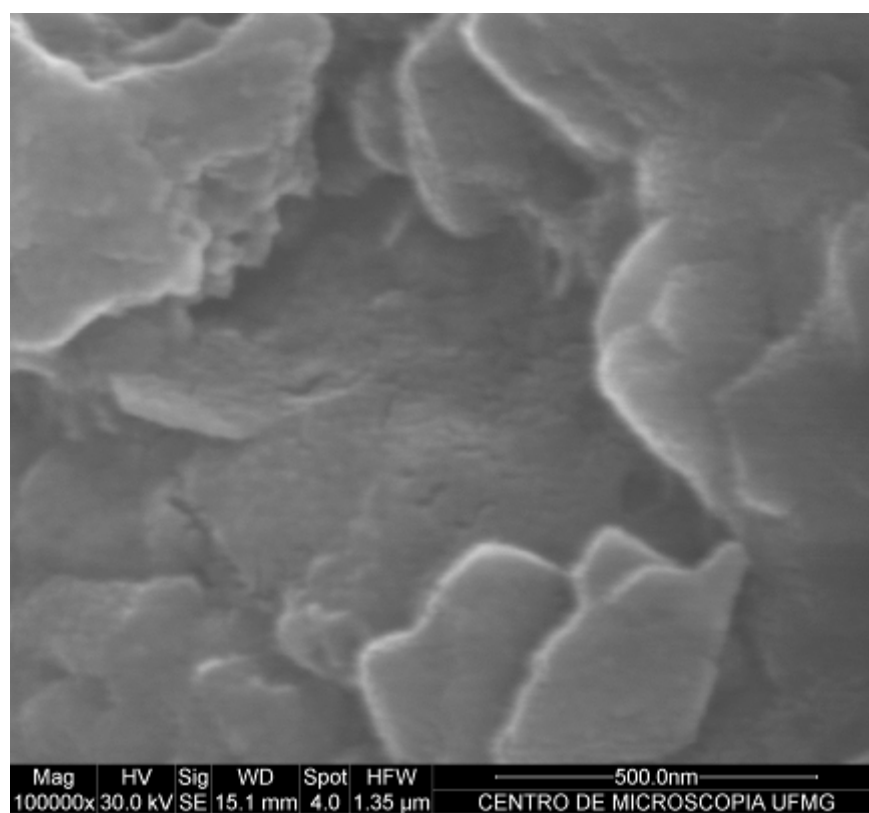


Figura 5.123 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

A série de fotomicrografias de 5.124 a 5.128, com aumentos de 5.000, 10.000, 25.000, 50.000 e 100.000x, ilustra a morfologia de portlandita, provavelmente transformada majoritariamente em calcita. Nas fotos 5.127 e 5.128, todos os cristalitos são nanométricos; esta última foto mostra lamelas extremamente pequenas de portlandita (calcita).

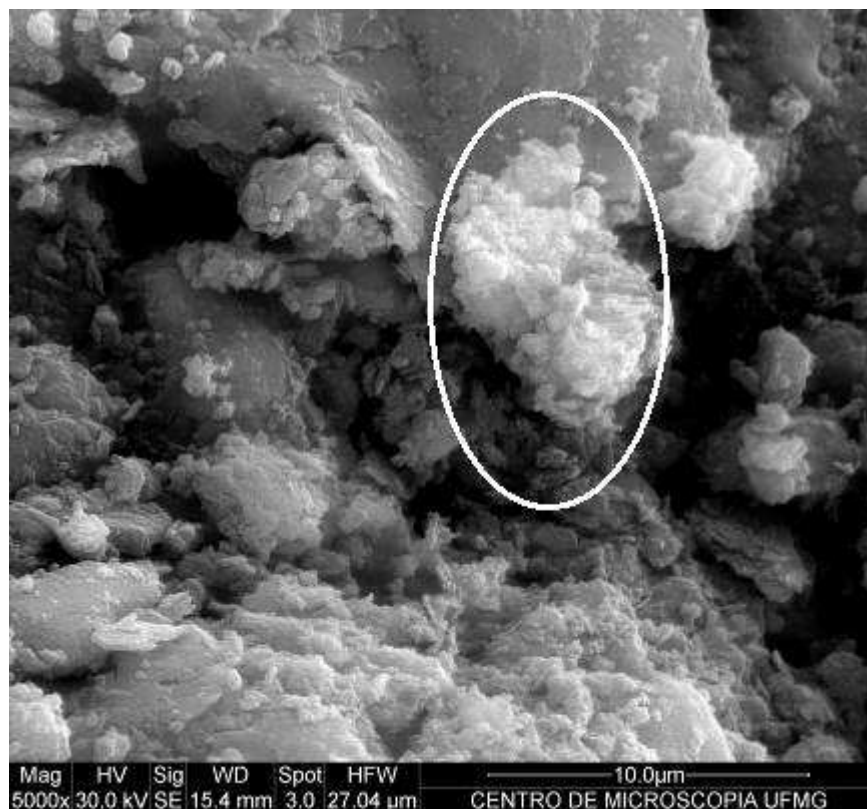


Figura 5.124 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

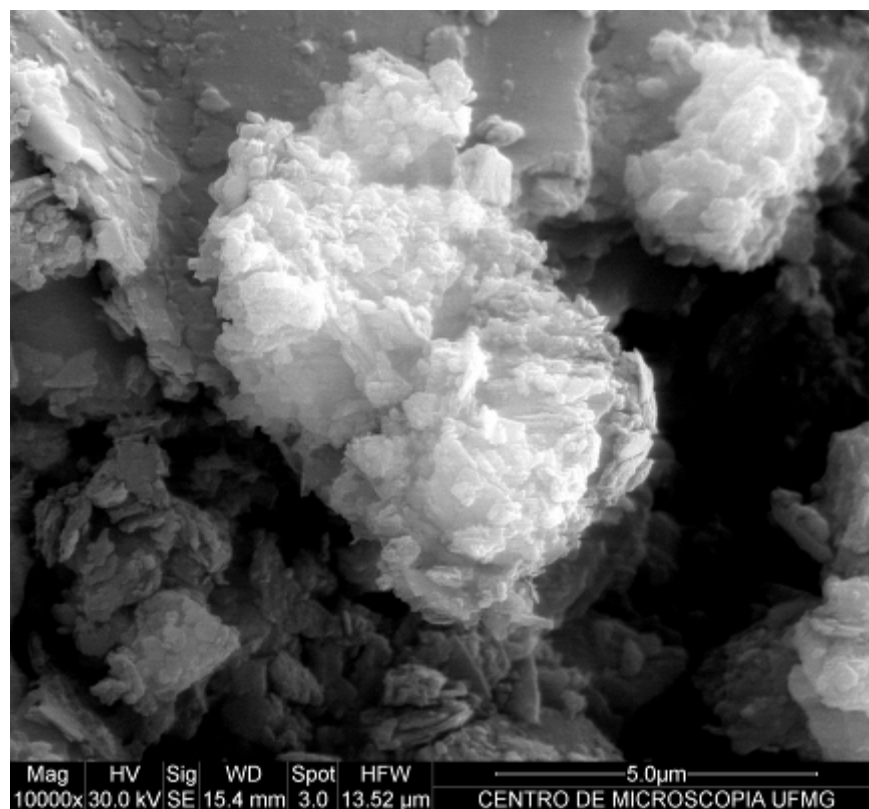


Figura 5.125 – Fotomicrografia de superfície, argamassa com cal (recobrimento com ouro).

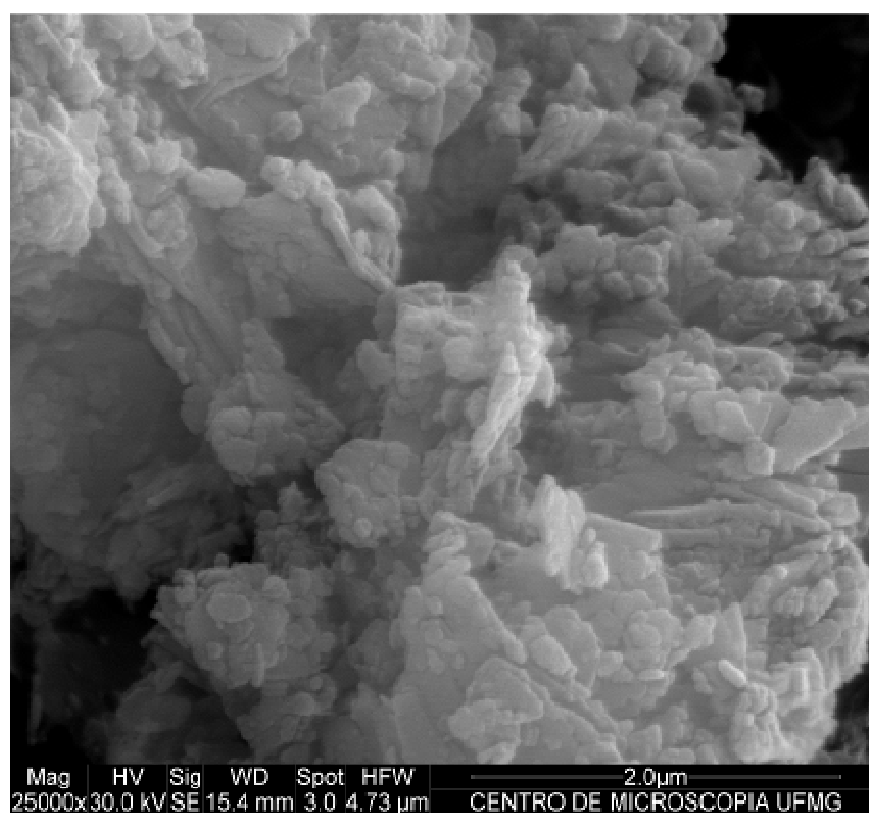


Figura 5.126 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

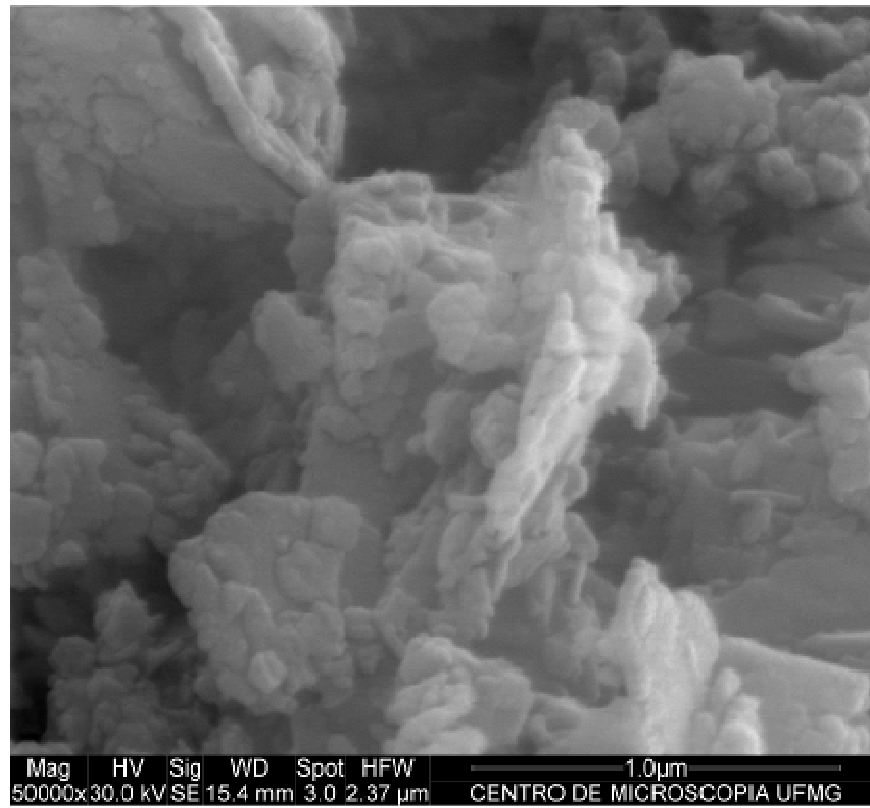


Figura 5.127 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

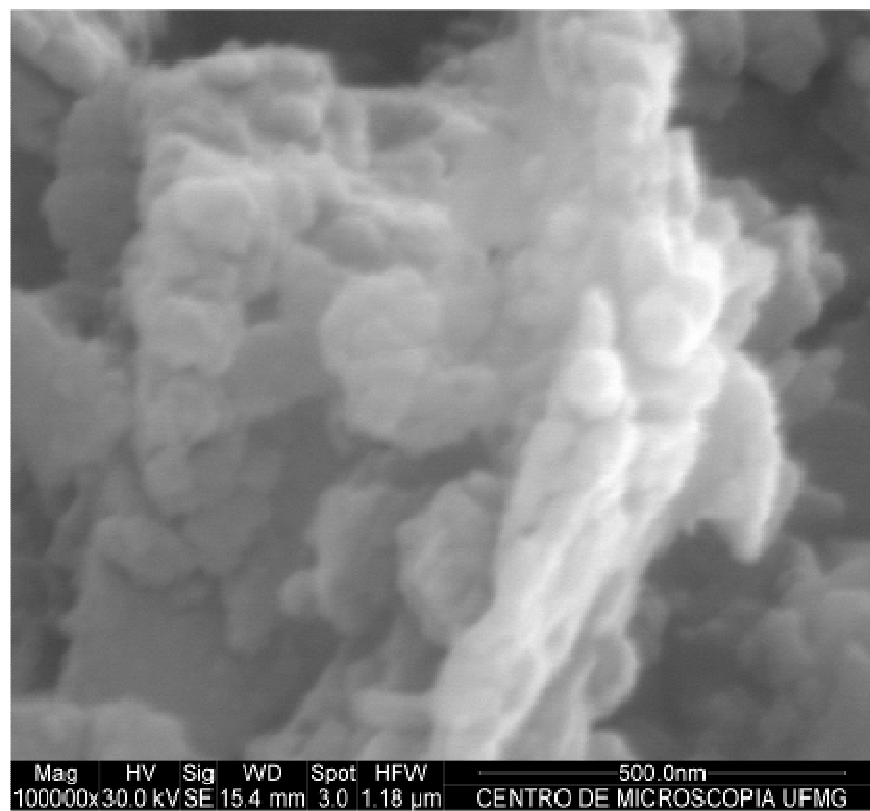


Figura 5.128 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

Já na micrografia 5.129 veem-se lamelas nanométricas de portlandita. No entanto, o cristal euédrico da área 1 (microanálise EDS 5.130) é calcita; a raia do carbono foi severamente atenuada pela película de ouro.

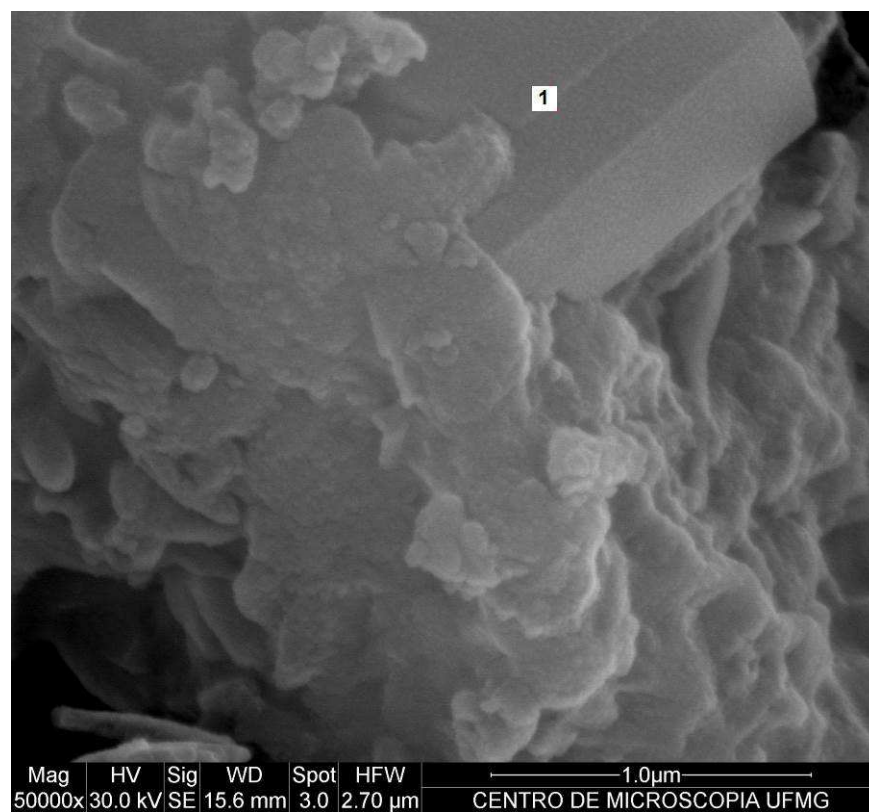


Figura 5.129 – Fotomicrografia da superfície da argamassa com cal (recobrimento com ouro).

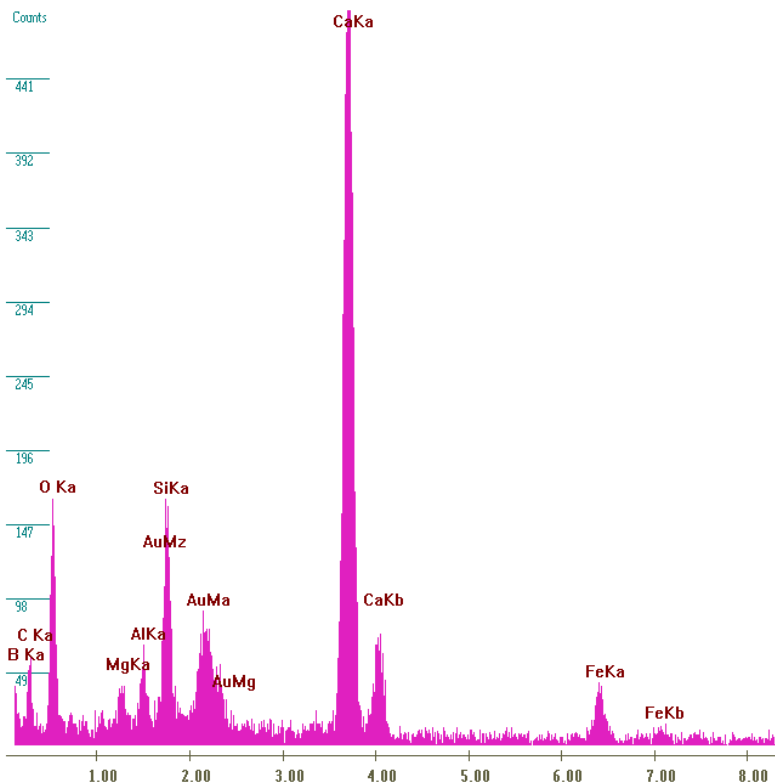


Figura 5.130 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.129.

A fotomicrografia 5.131 mostra área rica em cristaltos de calcita, provavelmente com alguma portlandita; a microanálise EDS (Figura 5.132) é consistente com esta interpretação.

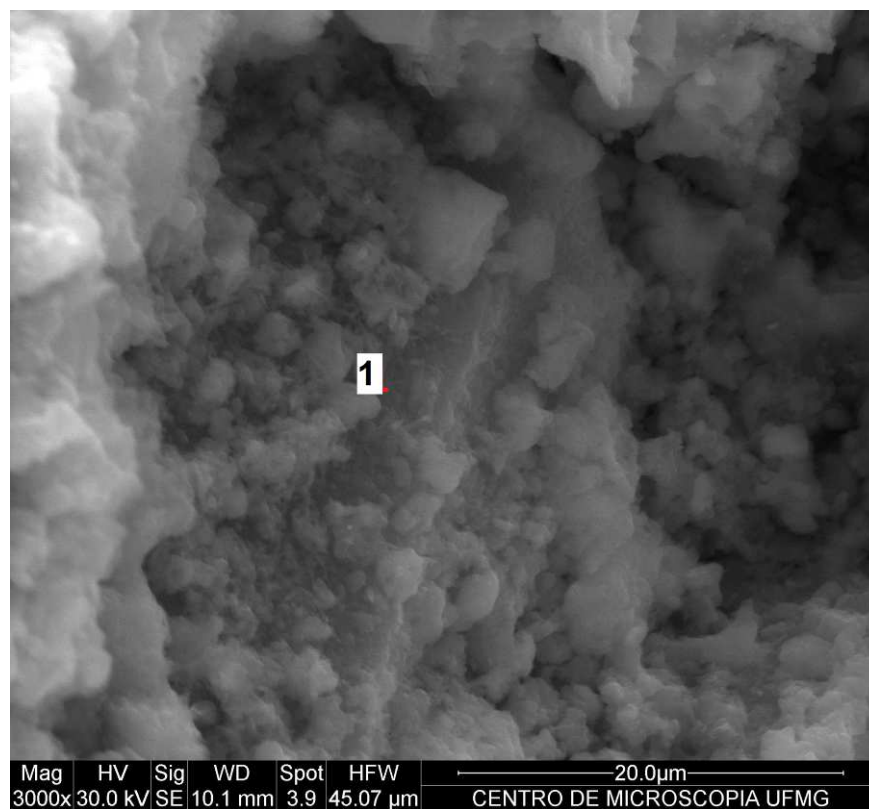


Figura 5.131 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

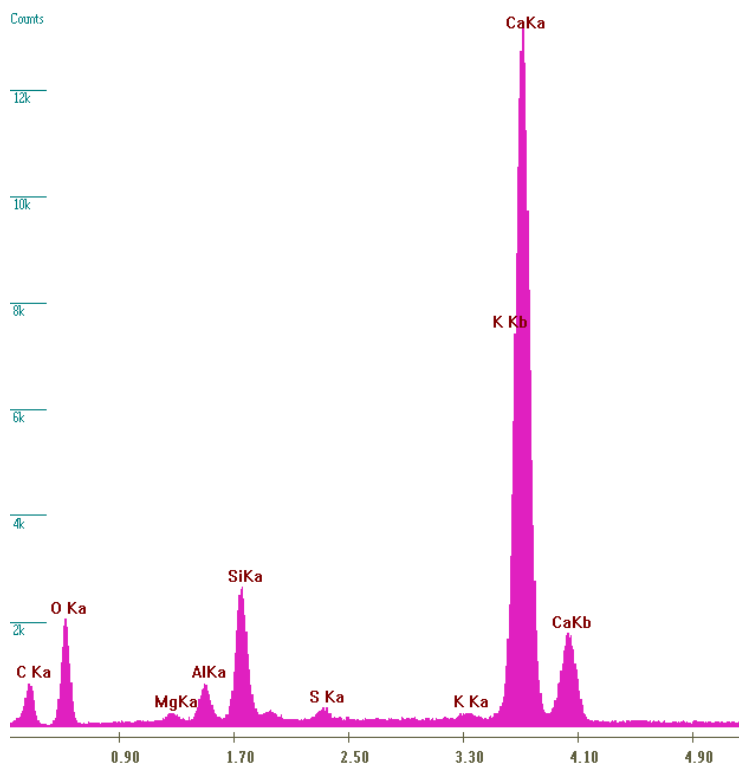


Figura 5.132 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.131.

Na Figura 5.133, o cristal lamelar é provavelmente portlandita, o que é consistente com a microanálise EDS mostrada na Figura 5.134, com raia elevada somente de cálcio.

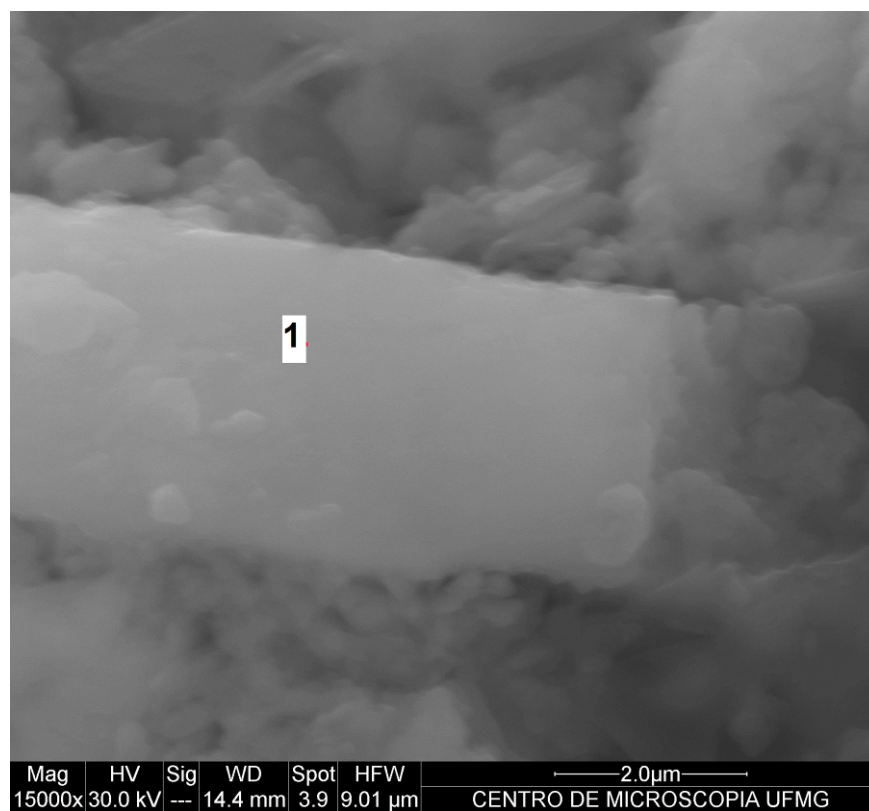


Figura 5.133 – Fotomicrografia da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco (recobrimento de carbono).

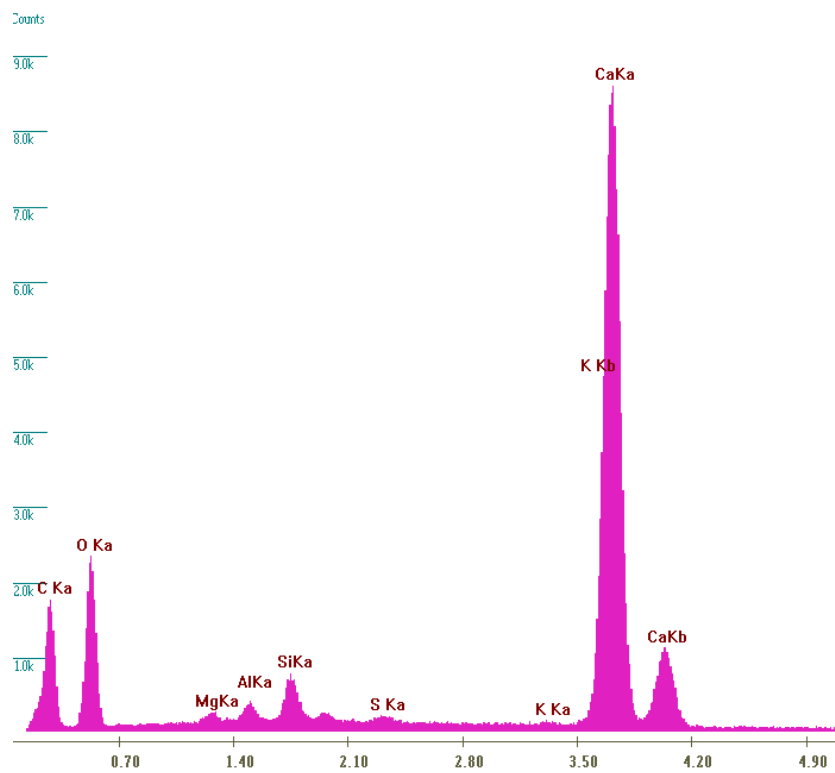


Figura 5.134 – Microanálise EDS do ponto 1 da figura 5.133.

5.7 Microscopia de força atômica (MFA)

Mostram-se a seguir as micrografias do perfil topográfico e as micrografias 3D do perfil topográfico das amostras de argamassa utilizando o microscópio de força atômica (MFA).

Nas micrografias das Figuras 5.135 e 5.136 de uma amostra de argamassa analisada na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, nota-se a morfologia de CSH em ambas imagens. Nódulos coloformes nanométricos de CSH mostram-se coalescidos, bastante nitidamente na micrografia 5.135; já na imagem 5.136 estes aspectos ainda podem ser reconhecidos, mas menos nitidamente.

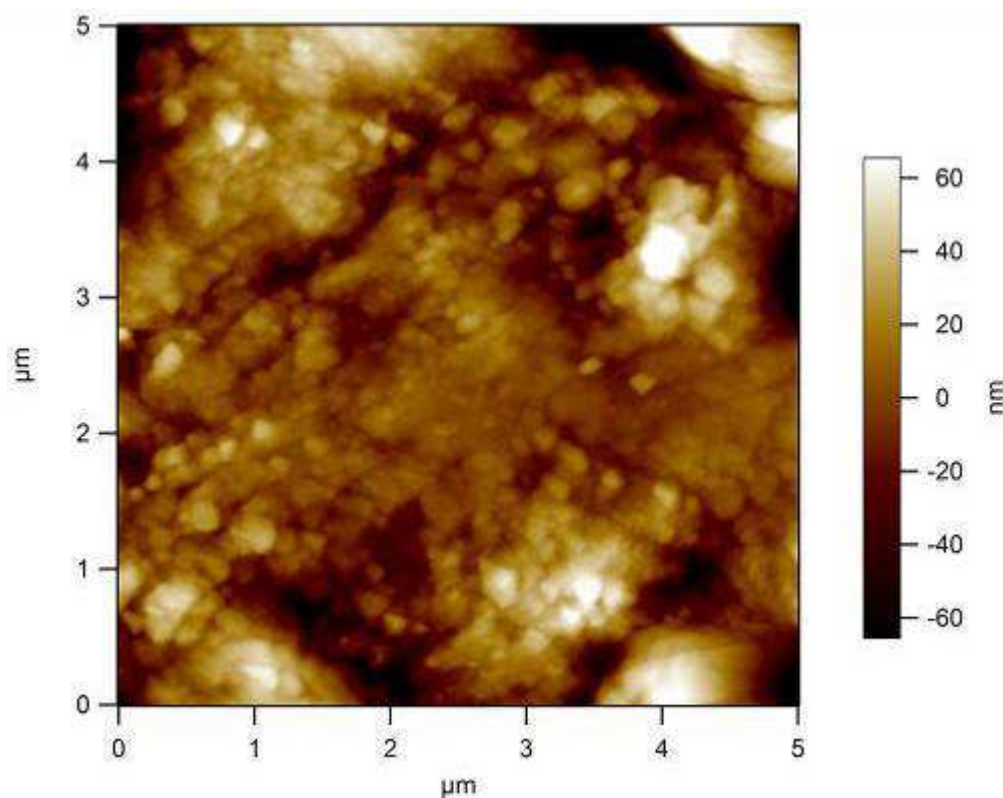


Figura 5.135 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.

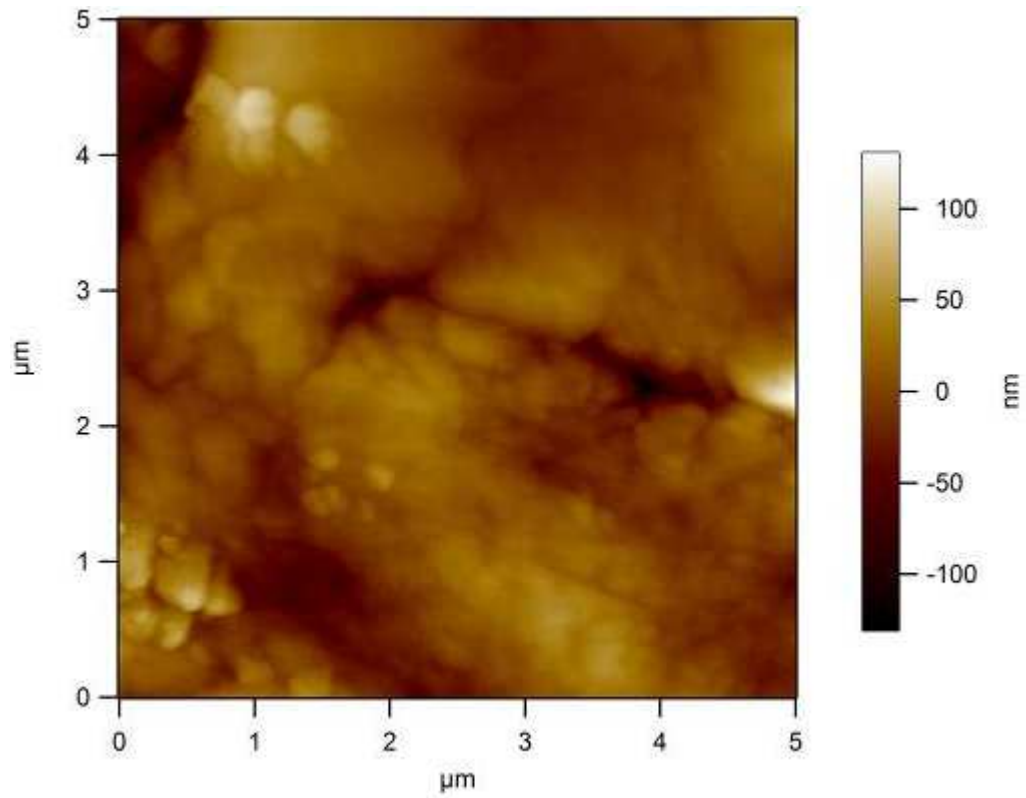


Figura 5.136 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.

Na micrografia da Figura 5.137 observa-se um grupo de cristais pontiagudos e nanométricos de etringita aflorando de um poro na interface bloco cerâmico/argamassa de revestimento.

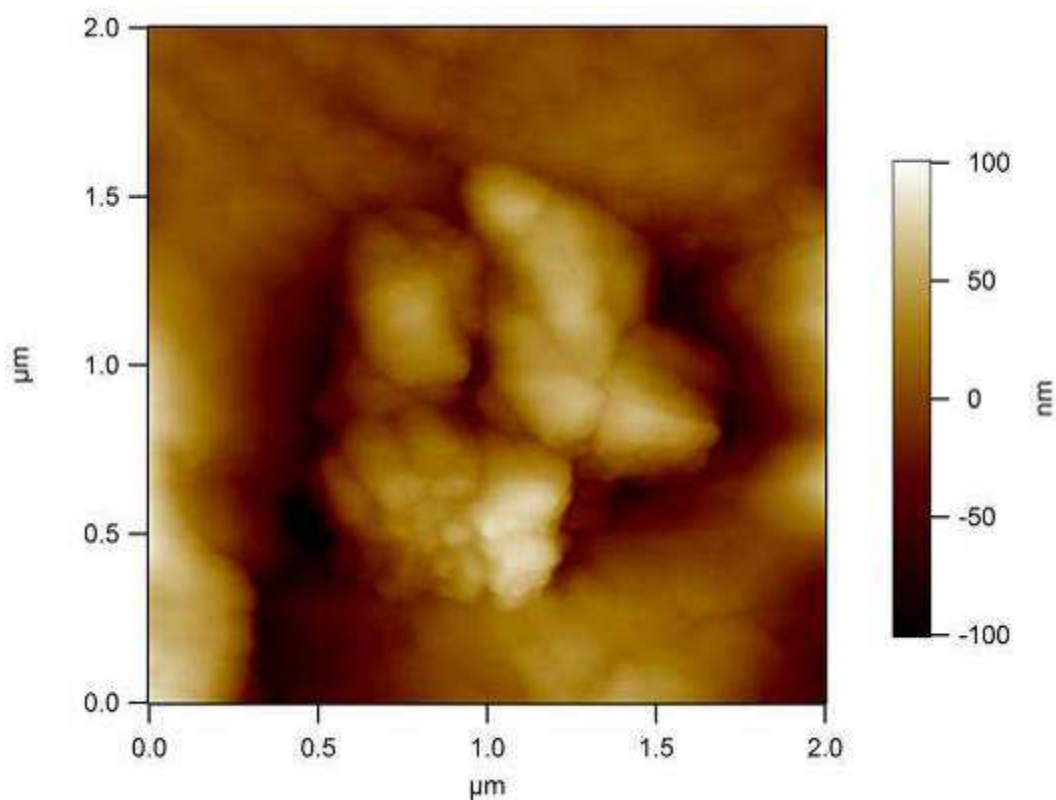


Figura 5.137 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.

Já na micrografia da Figura 5.138 nota-se portlandita e/ou calcita na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco; os aspectos morfológicos estão mais nítidos na micrografia 3D da Figura 5.139.

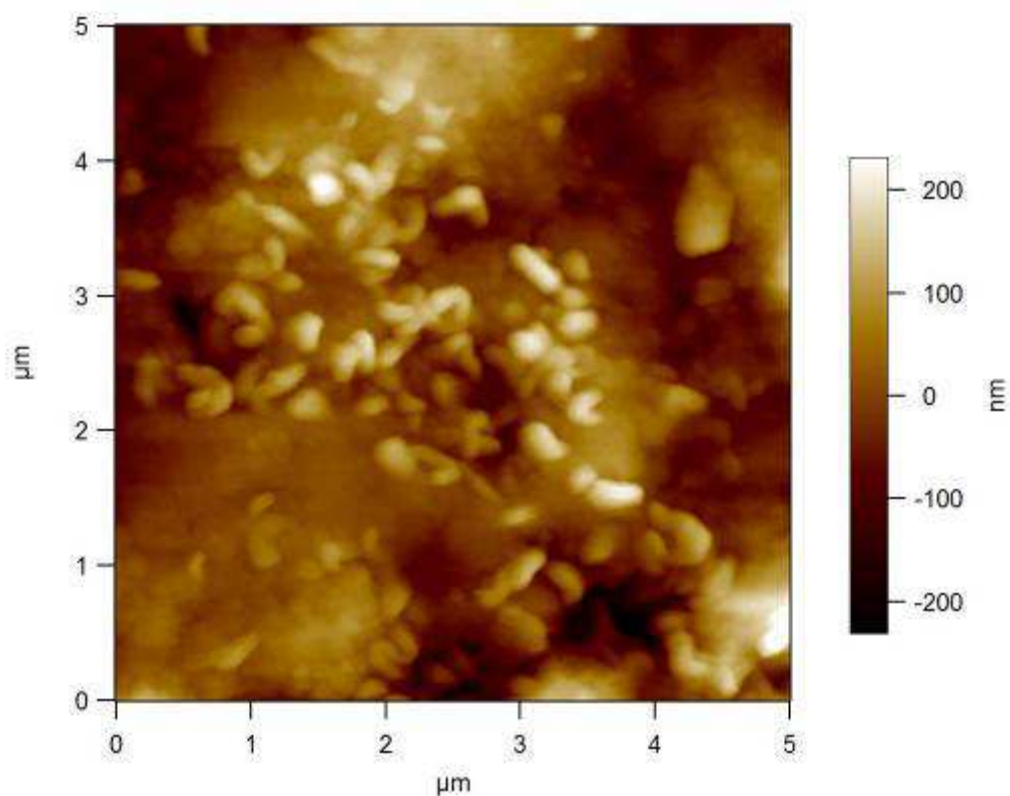


Figura 5.138 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.

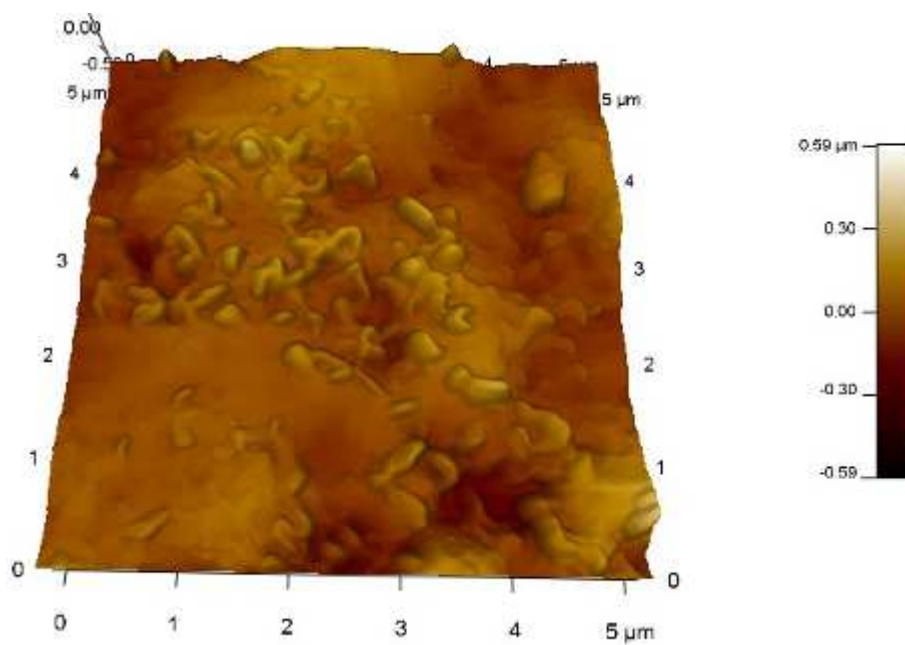


Figura 5.139 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, Figura 5.138.

Seguindo a caracterização da interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, as Figuras 5.140 e 5.141, mostram a micrografia do perfil topográfico e a micrografia 3D evidencia a presença de grupos de cristais orientados de etringita, com dimensões na faixa nanométrica baixa; a morfologia da etringita está bem mais evidente na micrografia 3D.

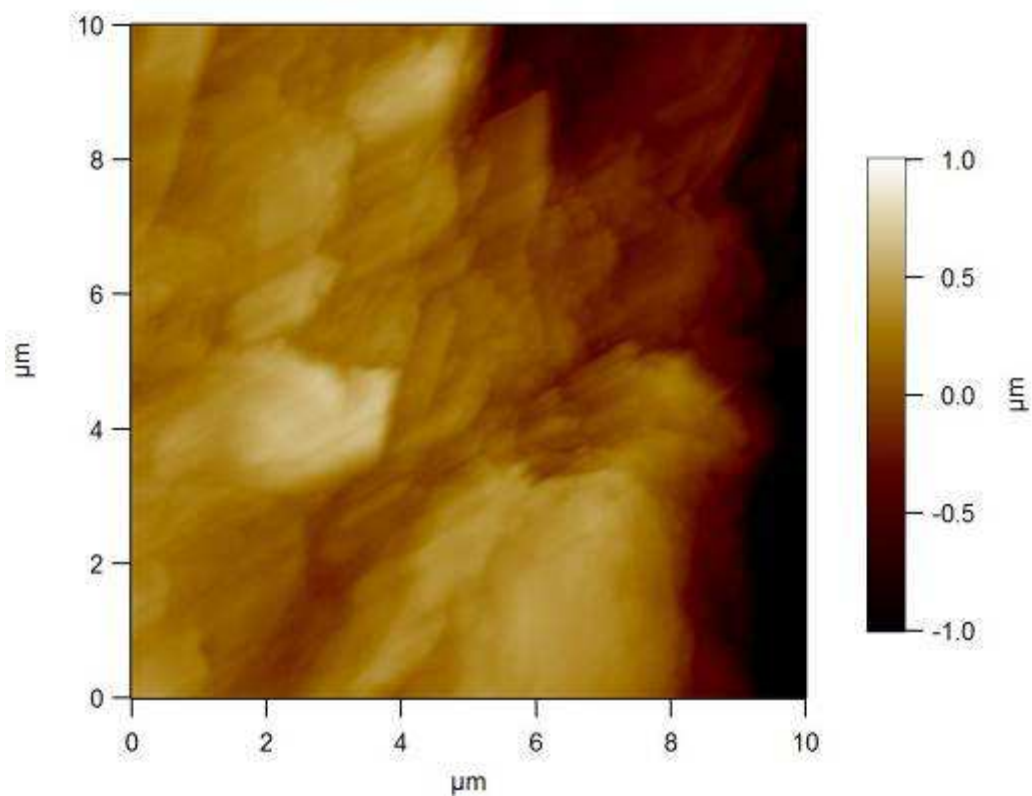


Figura 5.140 – Micrografia do perfil topográfico do tijolo em uma região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco.

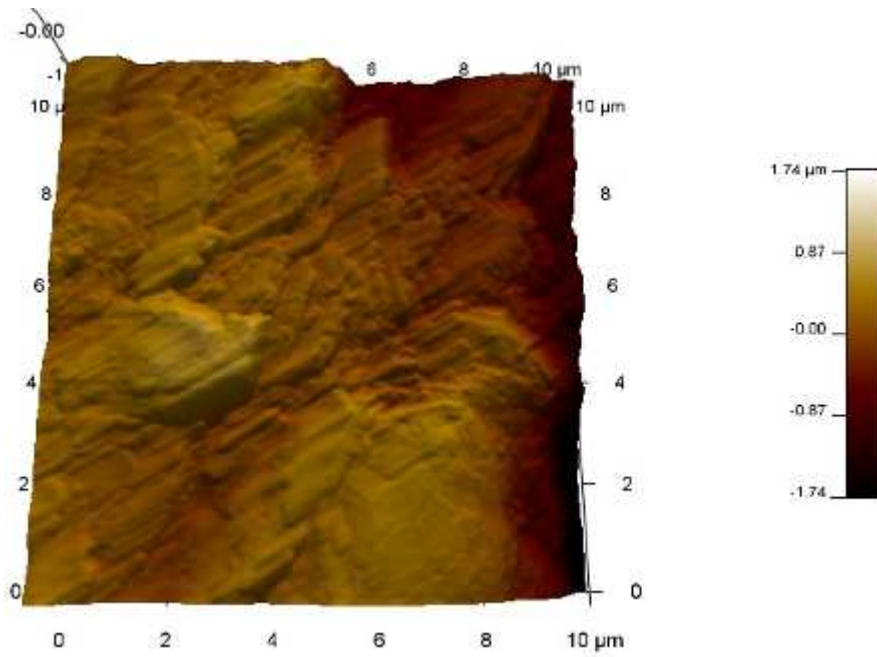


Figura 5.141 – Micrografia 3D do perfil topográfico do tijolo em uma região próxima à interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco, Figura 5.140.

Área da interface da argamassa de chapisco/argamassa de revestimento está ilustrada na micrografia 3D (Figura 5.142), evidenciando a morfologia do CSH coloforme, com nódulos nanométricos coalescidos. Também fissuras superficiais e poros são visíveis.

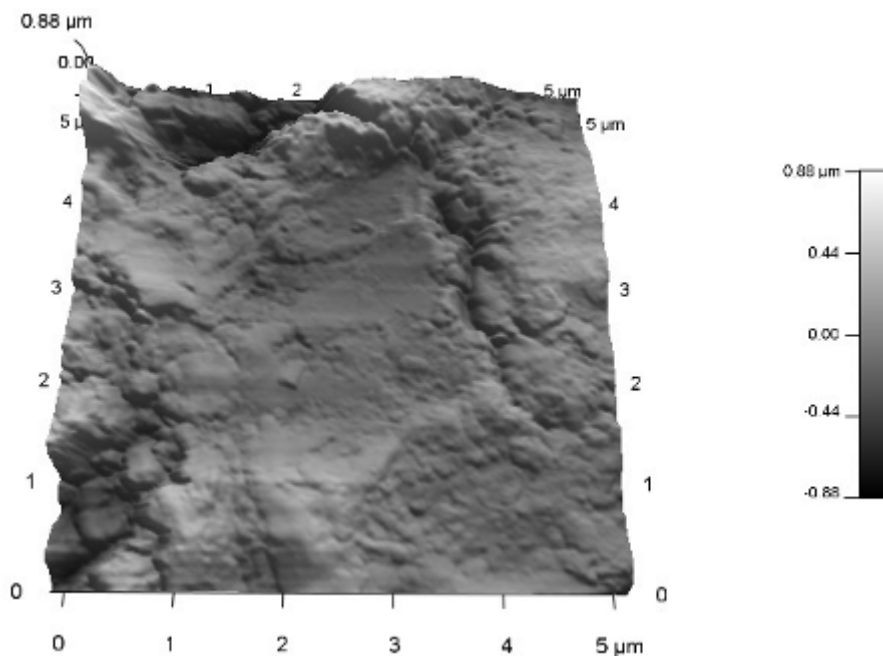


Figura 5.142 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.141.

A micrografia 5.143 mostra uma região de CSH com nódulos amorfos coalescidos e topografia irregular. Já a micrografia 5.144 é uma ampliação (dobro) da anterior. Ambas mostram feições extremamente pequenas da CSH, na faixa nanométrica baixa.

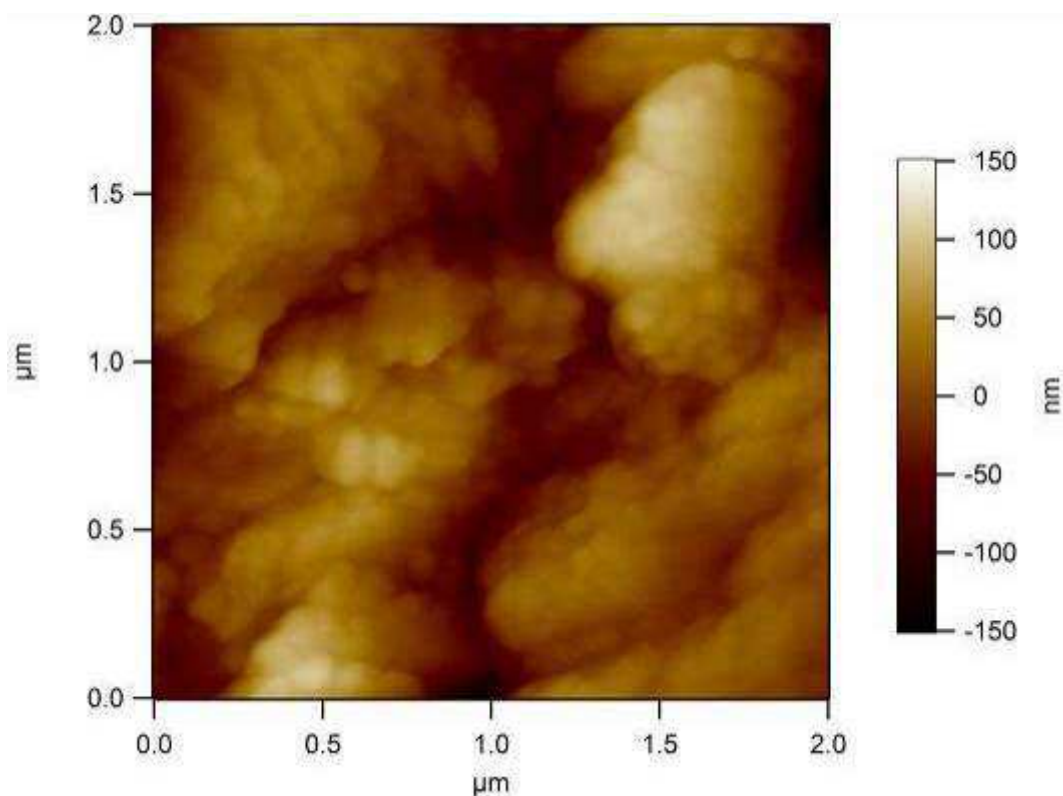


Figura 5.143 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.

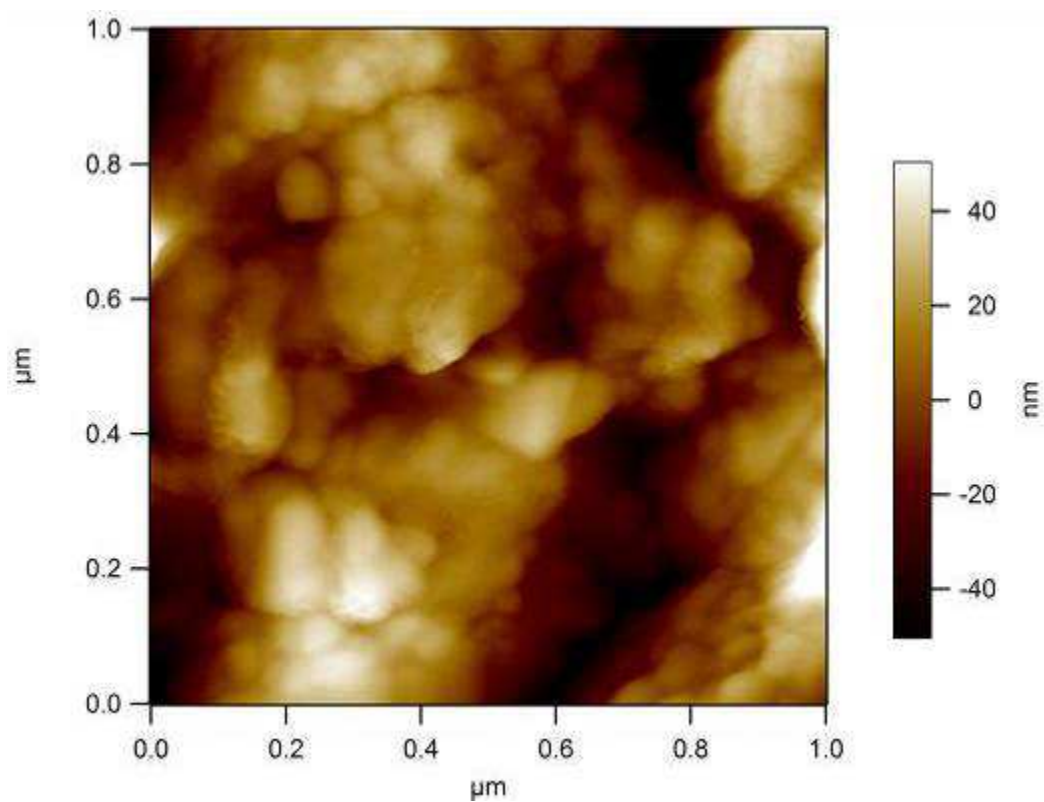


Figura 5.144 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.

As Figuras 5.145 a 5.148 mostram uma sequência de aproximações da interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento onde as micrografias do perfil topográfico e as micrografias 3D indicam a presença de cristais euédricos esqueléticos (parcialmente ocos) de calcita.

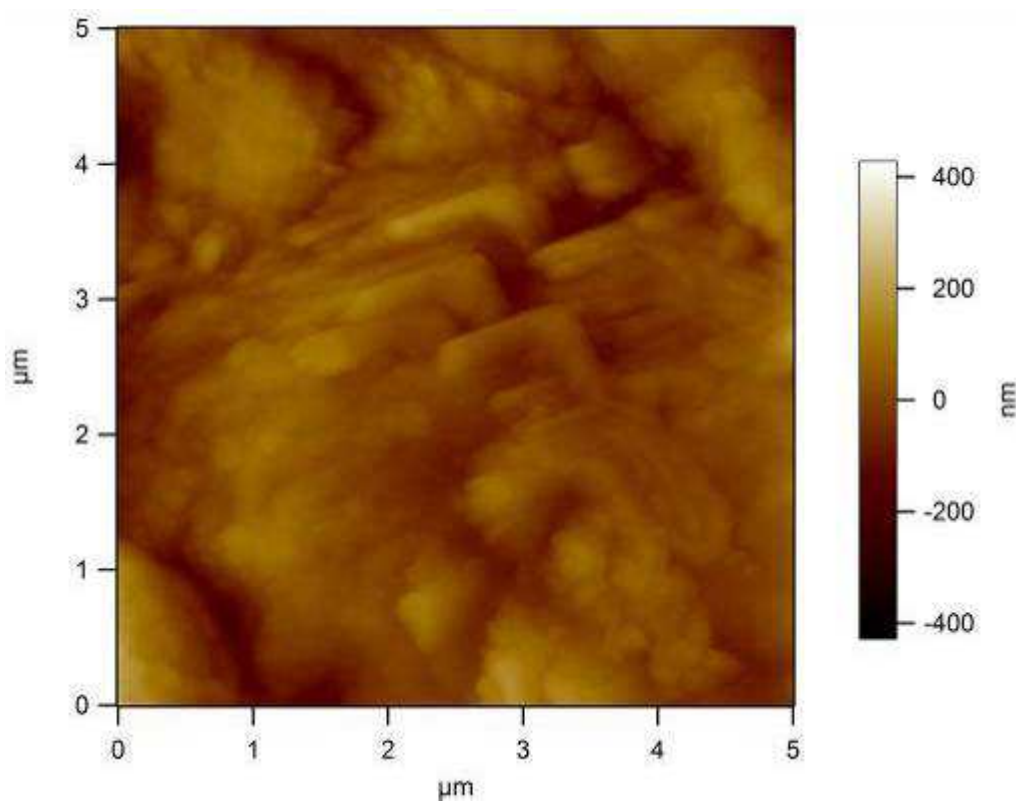


Figura 5.145 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.

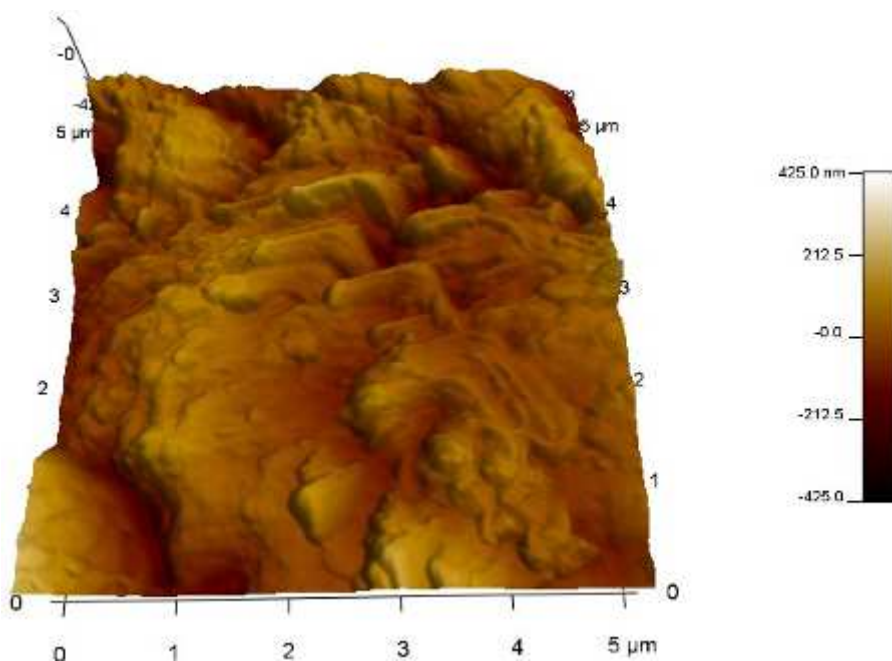


Figura 5.146 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.145.

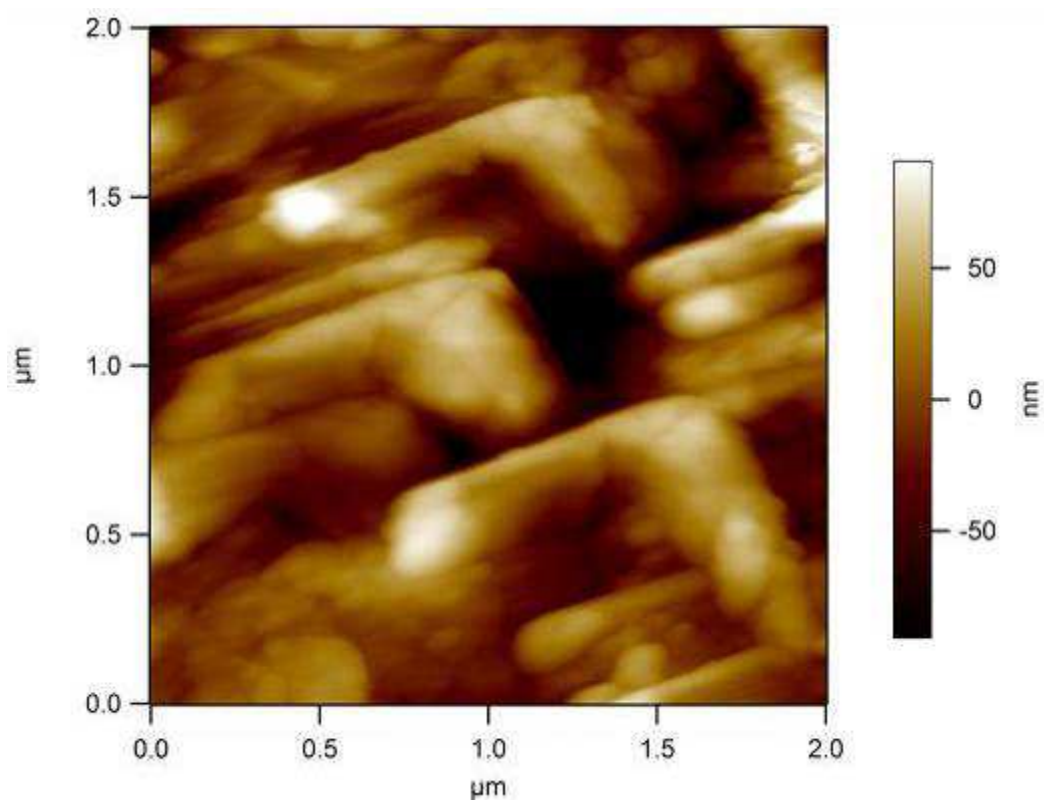


Figura 5.147 – Micrografia do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal.

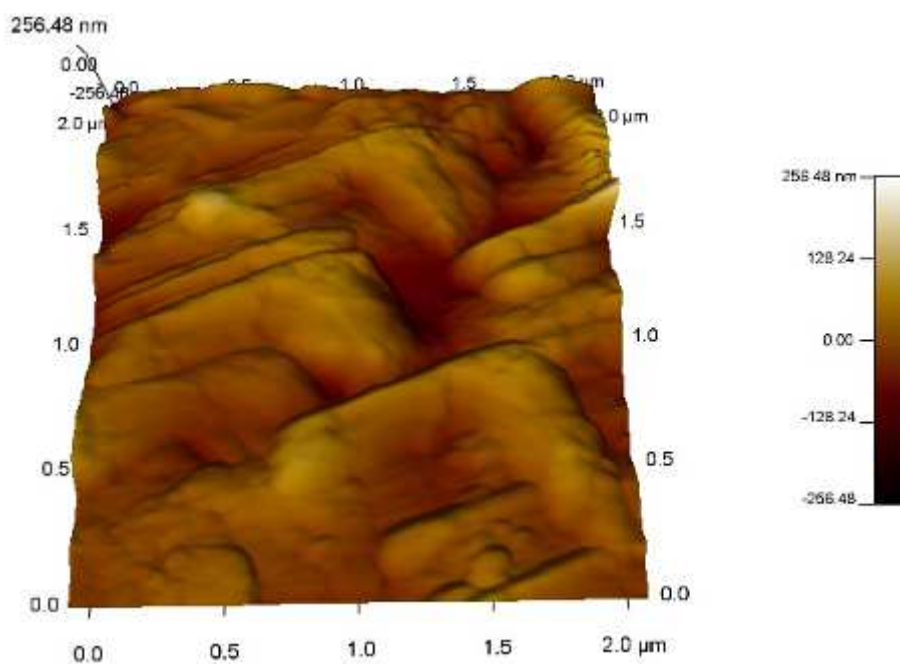


Figura 5.148 – Micrografia 3D do perfil topográfico da região próxima à interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento com cal, Figura 5.147.

Na micrografia do perfil topográfico e a micrografia 3D (Figuras 5.149 e 5.150) observa-se a presença de CSH em morfologia coliforme típica e topografia irregular, com fissuras e poros. Esses aspectos estão mais nítidos na imagem 3D.

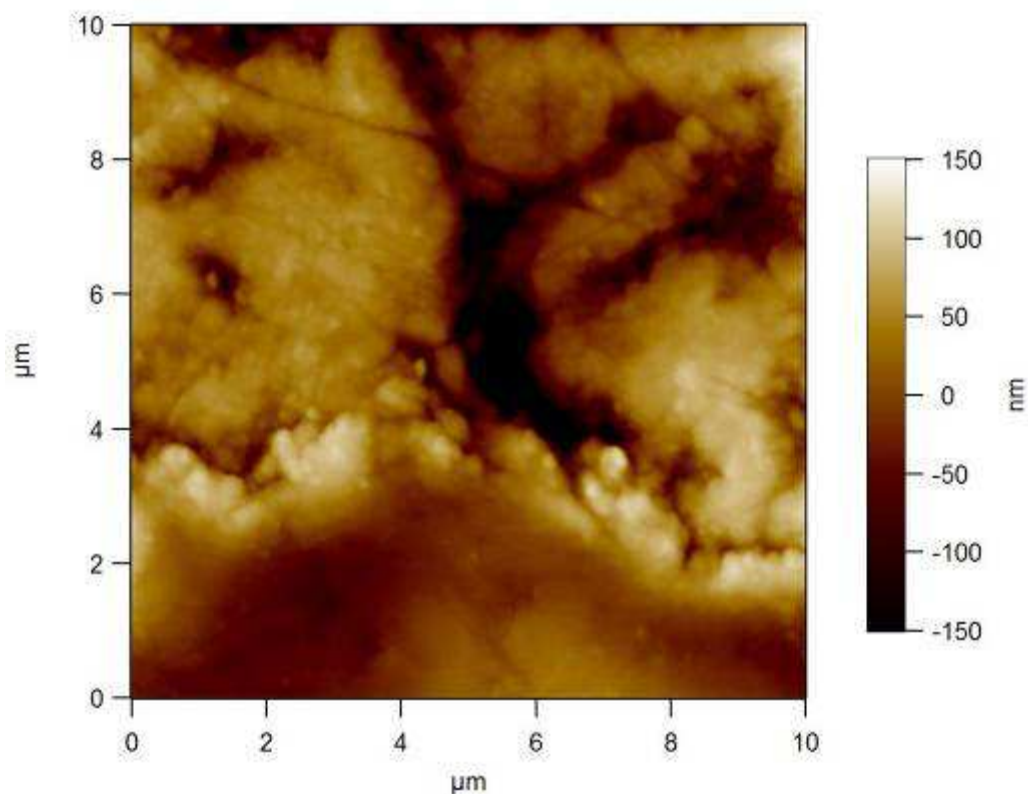


Figura 5.149 – Micrografia do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.

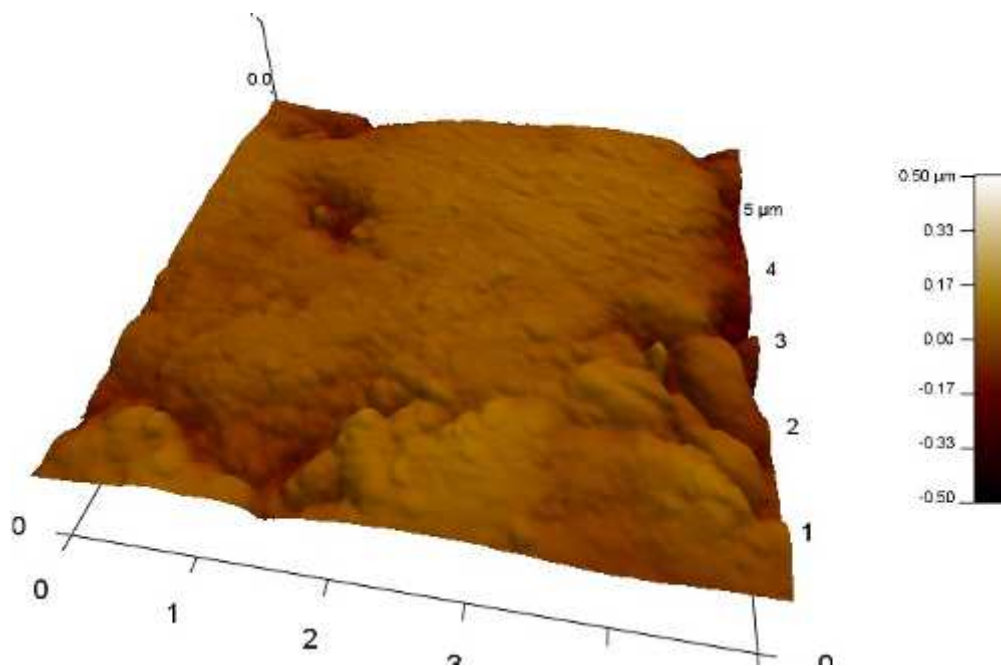


Figura 5.150 – Micrografia 3D do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal, Figura 5.149.

A micrografia do perfil topográfico e a micrografia 3D (Figuras 5.151 e 5.152) mostram CSH coliforme, com nódulos nanométricos bem desenvolvidos. A micrografia 5.152 ilustra muito claramente a morfologia e as dimensões nanométricas finas desses nódulos.

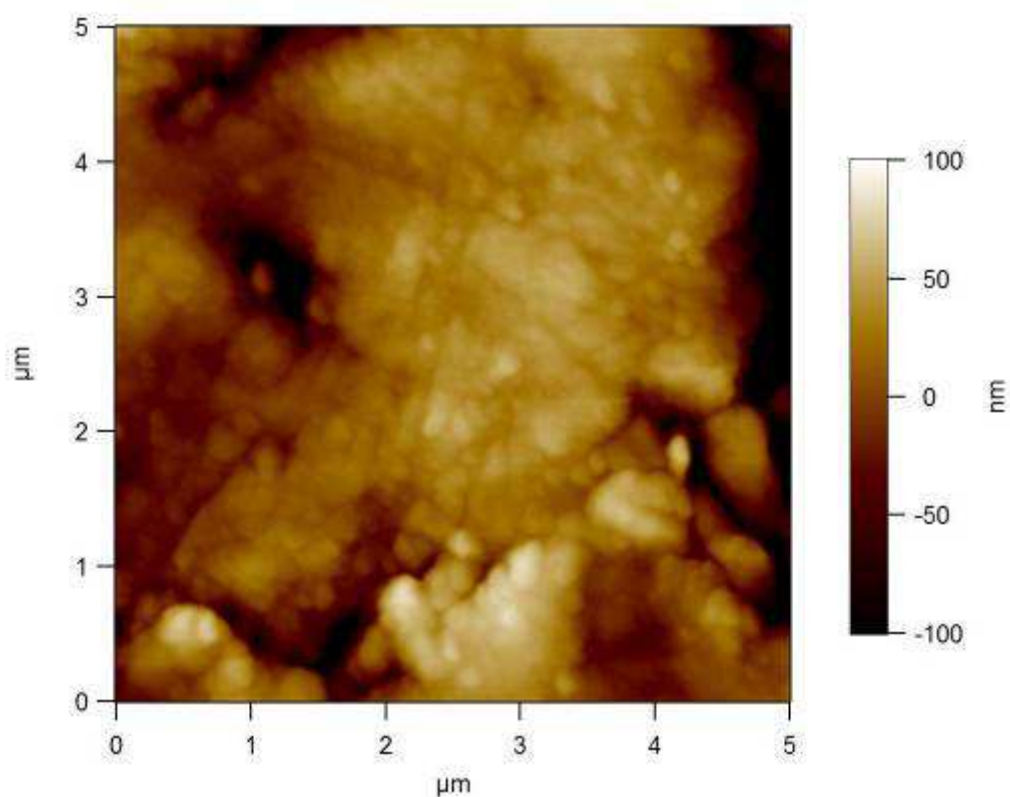


Figura 5.151 – Micrografia do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.

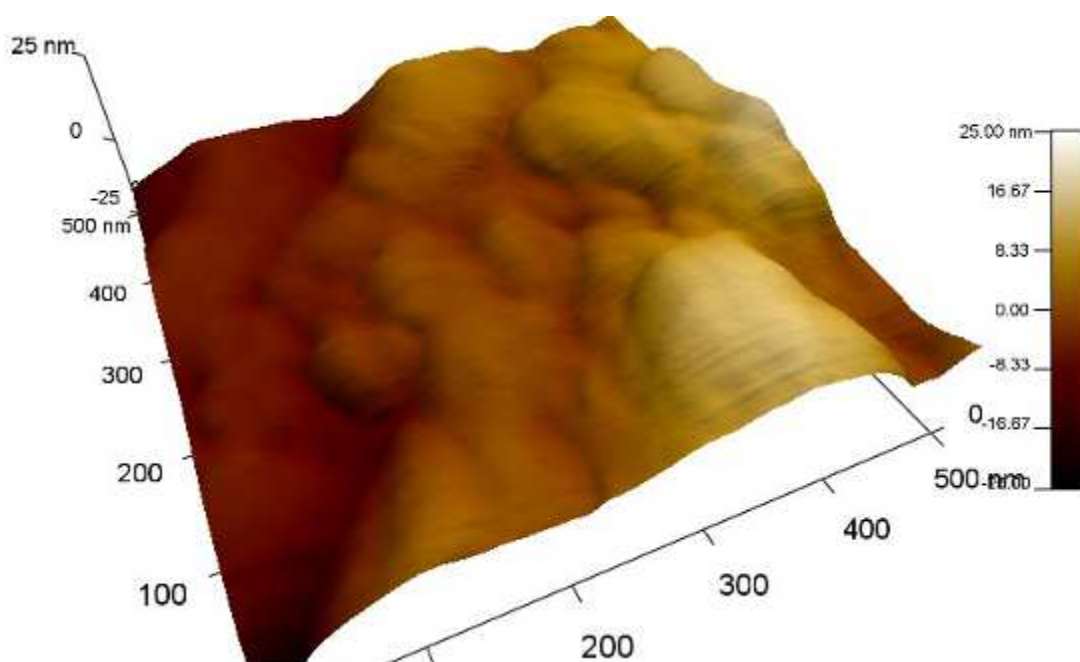


Figura 5.152 – Micrografia 3D do perfil topográfico da superfície da argamassa com cal.

6. CONCLUSÕES

As micrografias dos perfis topográficos e as micrografias 3D realizadas com o microscópio de força atômica (MFA) permitiram a observação de aspectos micro e nanoestruturais notáveis, tanto na interface bloco cerâmico/argamassa de chapisco como na interface argamassa de chapisco/argamassa de revestimento e também na superfície da argamassa, com resoluções da ordem de 400nm e 50nm. Os mais importantes foram:

- A ocorrência de CSH coliforme/botrioidal e composições de nódulos esféricos coalescidos presentes na superfície da argamassa analisada. Estas morfologias são típicas de materiais amorfos.
- A presença de cristais esqueléticos (euédricos parcialmente ociosos) de calcita e cristais subédricos de calcita.
- Notou-se claramente a presença de grupos de cristais orientados de etringita, em imagens de excelente qualidade morfológica. Outras morfologias de etringita foram prismas alongados plantados em matriz de CSH e grupos de prismas agudos aflorando em poros da argamassa na interface.
- Lamelas bem pequenas de portlandita foram identificadas por meio do MFA.

Já a preparação das amostras de argamassa para a microscopia eletrônica de varredura de alta resolução e a microanálise por espectroscopia de raios-X dispersiva em energia (EDS) mostrou-se um desafio, pois as amostras eram relativamente grandes (2 a 3 centímetros) e necessitavam de recobrimento. Foram utilizadas três técnicas de preparação de amostras, duas convencionais que consistem na deposição de camadas ouro ou carbono sobre as amostras para torná-las condutoras. A terceira técnica consistiu em não utilizar nenhum tipo de recobrimento e analisar as amostras em alto e baixo vácuo nos microscópios. A técnica de não recobrir as amostras foi utilizada para que o ouro (Au) e o carbono (C) presentes no recobrimento das amostras não interferissem nas microanálises EDS de elementos importantes para materiais cimentícios (como enxofre e carbono). Esta técnica foi utilizada de forma inédita neste trabalho.

As análises com a microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) permitiram verificar e registrar, por meio das fotomicrografias, todas as fases da argamassa: etringita na interface com cristais com secção perfeitamente hexagonal e preenchendo poros, portlandita em lamelas euédricas e plaquetas menores, calcita e CSH, na interface e na superfície das amostras. O CSH pode ser observado com morfologias típicas de fases amorfas.

Apesar das argamassas analisadas serem de traço bem distintos, os resultados de FRX não evidenciam diferenças significativas; apenas o teor de alumina apresentou pequena diferença nas análises.

Pode-se concluir a partir das análises químicas (FRX) que o elemento mais predominante nas análises – sílica (Si) – é proveniente do agregado miúdo utilizado em grande quantidade no traço das argamassas. O segundo elemento mais abundante encontrado nas amostras analisadas é o cálcio (Ca); este elemento está presente na composição dos principais produtos de hidratação dos aglomerantes utilizados nas argamassas estudadas (etringita, portlandita, CSH). Além disso, a presença dos elementos Ca, Al e S confirma a maior participação dos produtos de hidratação do cimento, principalmente a etringita, nas amostras analisadas.

As análises de difração de raios-X (DRX) pelo método de enriquecimento apresentou calcita em grandes concentrações e hatrurita (C_3S), portlandita e etringita em baixa concentração. A partir destes resultados pode-se comprovar a eficácia do método de enriquecimento da amostra, pois fases antes não detectadas pela grande concentração de quartzo, com a sua parcial retirada (quartzo detectado em baixa concentração), podem ser detectadas na DRX.

A hatrurita (C_3S) identificada em baixa concentração, por ser fase anidra, é proveniente de falha na hidratação do aglomerante.

Em relação à avaliação de resistência de aderência à tração, os resultados apresentados confirmam as expectativas de maior resistência de aderência para a argamassa que possui o maior percentual de cimento em relação aos demais componentes: cal e agregados miúdos. Além disso, quando a cal está presente na argamassa de revestimento, os resultados indicam

maior resistência de aderência para a argamassa que possui o maior percentual de cimento, em relação aos agregados miúdos. Também pode-se perceber que, apesar dos resultados de resistência de aderência ligeiramente menores para o painel que continha a argamassa de chapisco rolado, ele atende com folga aos requisitos definidos pela norma ABNT NBR 13749/1996, que é de 0,30MPa para rebocos externos e 0,20MPa para rebocos internos.

7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Resumidamente pode-se ver a seguir as principais contribuições inéditas e de grande relevância dos resultados desta tese de doutoramento para o meio acadêmico-científico.

a) Utilização de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução para caracterização de argamassas de cimento Portland, de forma inédita. Nas observações de MEV-FEG, pôde-se observar com grande riqueza de detalhes, em escala micro e nanoestrutural, as principais fases e tramas das argamassas de cimento Portland. Inclusive a etringita, responsável pela resistência de aderência à tração, presente na interface, em cristais com secção perfeitamente hexagonal e preenchendo poros. Também portlandita, em lamelas euédricas e plaquetas menores, e CSH, na interface e na superfície das amostras.

b) Utilização de microscopia de força atômica para caracterização de argamassas de cimento Portland. Também de forma inédita, utilizou-se a técnica de microscopia de força atômica para caracterização de materiais cimentícios, no caso argamassas de cimento Portland. As micrografias dos perfis topográficos e as micrografias 3D realizadas com o microscópio de força atômica (MFA) permitiram a observação de aspectos micro e nanoestruturais notáveis, com resoluções da ordem de 400nm a 50nm. Os mais importantes foram:

- A ocorrência de CSH coliforme/botrioidal e composições de nódulos esféricos coalescidos presentes na superfície da argamassa analisada. Estas morfologias são típicas de materiais amorfos.

- Lamelas bem pequenas de portlandita foram identificadas por meio do MFA.

c) Preparação de amostras de argamassas de cimento Portland sem recobrimento para microscopia eletrônica de varredura de alta resolução.

Pela primeira vez, foi desenvolvida e utilizada neste trabalho, a preparação de amostras de materiais cimentícios, no caso, argamassas de cimento Portland sem nenhum tipo de recobrimento para microscopia eletrônica de varredura de alta resolução. A técnica consistiu em não utilizar nenhum tipo de recobrimento e analisar as amostras em alto e baixo vácuo

nos microscópios. A técnica de não recobrir as amostras foi utilizada para que o ouro (Au) e o carbono (C) presentes no recobrimento das amostras não interferissem nas microanálises EDS de elementos importantes para materiais cimentícios (como enxofre e carbono).

d) Utilização da técnica de enriquecimento no material cimentício para difratometria de raios-X em amostras de argamassa de cimento Portland, de forma inédita.

As análises de difração de raios-X (DRX) pelo método de enriquecimento apresentaram calcita em grandes concentrações e hatrurita (C_3S), portlandita e etringita em baixa concentração. A partir destes resultados pode-se comprovar a eficácia do método de enriquecimento da amostra, pois fases antes não detectadas pela grande concentração de quartzo, com a sua parcial retirada (quartzo detectado em baixa concentração), podem ser detectadas na DRX.

e) Detecção de cristais euédricos esqueletiformes (parcialmente ocos) de calcita transformada (de portlandita para calcita) em argamassas de cimento Portland com o uso de microscopia de força atômica.

Pela primeira vez, pôde-se detectar a presença de cristais esqueletiformes (euédricos parcialmente ocos) de calcita e cristais subédricos de calcita pela técnica de MFA.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a quantidade de material proveniente da argamassa que penetrou no bloco cerâmico e sua influência na resistência de aderência.
- Avaliar a variação do perfil de penetração da argamassa no bloco cerâmico em função da variação na quantidade de aglomerante do traço.
- Caracterizar as argamassas em microscópio eletrônico de transmissão fazendo o corte micrométrico e analisando isoladamente os elementos com morfologia e microanálise química indefinida (portlandita/calcita) nas amostras de argamassa.
- Correlacionar a resistência de aderência a tração com a transformação morfológica do elementos presentes na argamassa (etringita, portlandita, calcita e CSH).
- Explorar mais a fundo a técnica de microscopia de força atômica para materiais cimentícios em escalas nanométricas.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBRECHT, T.R. Advances in atomic force microscopy and scanning tunneling microscopy. Palo Alto. Stanford University. 1989. 206p. (Tese de Doutorado).

ALBRECHT, T.R.; GRUTER, P.; RUGAR, D.; SMITH, D.P.E. Low temperature force microscope with all-fiber interferometer. Amsterdam. Ultramicroscopy, v.42, p.1638-1646, 1992.

ANGELIM, R. R.; ANGELIM, S. C. M.; CARASEK, H.. Influência da distribuição granulométrica da areia no comportamento dos revestimentos de argamassa. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, V., 2003, São Paulo. Anais... São Paulo: ANTAC, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Guia básico de utilização do cimento Portland. 7. ed. São Paulo, 2002. 28p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7175: Cal hidratada para argamassas – requisitos. Rio de Janeiro, 2003.

_____. NBR 7211: Agregados para concreto – especificação. Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 13528: Revestimento de paredes e tetos em argamassas inorgânicas – determinação da resistência de aderência à tração. Rio de Janeiro, 2010.

_____. NBR 13529: Revestimentos de paredes e tetos de argamassas inorgânicas – terminologia. Rio de Janeiro, 2013.

BELMONTE, E. P. Espectrometria por fluorescência de raios-X por reflexão total: um estudo simulado utilizando o método de Monte Carlo. Rio de Janeiro. Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2005. 176p. (Tese de Doutorado).

BINNIG, G.; QUATE, C. F.; GERBER, C. Atomic force microscopy. *Phys. Rev. Lett.* v.56, p.930-933, 1986.

BRANDÃO, P. R. G. Métodos de instrumentação e análise. Notas de aula da disciplina Métodos de Instrumentação e Análise. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas – PPGEM. E.E.UFMG, 2010.

BYE, G.C., Portland Cement. Composition, Production and Properties, Thomas Telford Ltd, 2ª Ed. (1999).

CARASEK, H. Aderência de argamassas à base de cimento Portland a substratos porosos; avaliação dos fatores intervenientes e contribuição ao estudo do mecanismo da ligação. São Paulo: Escola Politécnica da USP, 1996. 285p. (Tese, Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana).

CARASEK, H. Argamassas. In: Isaia, G.C. (ed.). *Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais*. São Paulo: IBRACON, 2010. P. 892-944.

CARASEK, H.; CASCUDO, O.; SCARTEZINI, L. M. Importância dos materiais na aderência dos revestimentos de argamassa. In: *SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, IV.*, 2001, Brasília. Anais... Brasília: ANTAC, p. 43-67. 2001.

CARNEIRO, A. M. P.; CINCOTTO, M. A. Dosagem de argamassas através de curvas granulométricas. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1999. Boletim Técnico n. 237.

CARNEIRO, A. M. P.; CINCOTTO, M. A.; JOHN, VANDERLEY M. A massa unitária da areia como parâmetro de análise das características de argamassa. *Ambiente Construído*, São Paulo, v. 1, n. 2, p. 37-44, jul/dez. 1997.

CARVALHO JR., A. N., Avaliação da aderência dos revestimentos argamassados: uma contribuição à identificação do sistema de aderência mecânico. Belo Horizonte:

Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 2005. 331p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

CHASE. G.W. Investigation of interface between brick and mortar. TMS Journal, v.3, n.2, p.T1-T9, july-dec. 1984.

CINCOTTO, M A., BOLORINO, H. A influência do tipo de cimento nas argamassas. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, II, 1997, Salvador. Anais... Salvador: CETA/ANTAC, 1997. p. 15-25.

CINCOTTO, M. A.; SILVA, M. A. C.; CASCUDO, H. C. Argamassas de revestimento: características, propriedades e métodos de ensaio. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas, 1995. Boletim Técnico n. 68.

COSTA, C., ALMEIDA DE CARVALHO, P., BORDADO, J.C., NUNES, A., Estudo de Argamassas de Base Cimentícia por Microscopia Electrónica de Varrimento. Ciência & Tecnologia dos Materiais, Vol. 21, n.º 3/4, 2009, p. 31-35. Lisboa, Portugal.

DAVYDOV, Denis. Visco-elasto-plastické vlastnosti cementové pasty. České Vysoké Učení Technické V Praze, Praha, leden 2010, p. 196. (PhD Thesis).

DÉTRICHÉ, C.H.; GALLIAS, J.L.; GRANDET, J.; MASO, J.C. (1985). Influence des paramètres de mise en oeuvre et de composition sur le comportement des mortiers d'enduit. Matériaux et Constructions, v.18, n.105, p.193-200.

ENZWEILER, J. Espectrometria de fluorescência de raios-X. Notas de aula. Instituto de Geociências da Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, 2010.

FELDMAN, R.F.; SEREDA, P.J. A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties. Matériaux et Construct. 1968, 1, 509–520.

FELDMAN, R.F.; SEREDA, P.J. A new model for hydrated Portland cement paste and its practical implications. Eng. J. Can. 1970, 53, 53–59.

FILHO, R. B., MATTOSO, L. H. C. Estudo de polímeros por microscopia de força atômica. São Carlos: EMBRAPA. ISSN 1517-4786. 2003. 4p. (Circular Técnica).

FIORITO, A. J. S. I. Manual de argamassas e revestimentos; estudos e procedimentos de execução. 1.ed. São Paulo: Editora Pini, 1994. 221p.

FROMMER, J. Scanning probe microscopy of organics, an update. Thin Solid Films. v. 273, p.112-115, 1996.

GALLEGOS, H. Adhesion entre el mortero y las unidades de albañilería. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, I, 1995, Goiânia. Anais... Goiânia: UFG/ANTAC, 1995. p. 117-133.

GOLDSTEIN, J. I., NEWBURY, D. E., ECHLIN, P., JOY, D. C., ROMIG, A. D., LYMAN, C. E., FIORI, C., LIFSHIN, E. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis; A Text for Biologists, Materials Scientists, and Geologists. 2.ed. New York: Plenum Press, 1992. 820 p.

GUIMARÃES, J. E. P. A Cal; Fundamentos e Aplicações na Construção Civil. 1.ed. São Paulo: Editora Pini, 1997. 285p.

HADLEY, D. W. et al., On the Occurrence of Hollow-Shell Hydration Grains in Hydrated Cement Paste, Cement and Concrete Research, 30(1) (2000) 1-6.

HERRMANN JR., P. S. P., COLNAGO, L. A., MATTOSO, L. H. C., VAZ, C. m. P., RUVINEL, P. E. A potencialidade da microscopia de varredura por sonda na pesquisa agropecuária. São Carlos: EMBRAPA. ISSN 1517-4778. 1999. 29p. (Circular Técnica).

HEWLETT, Peter C. (Ed.), LEA'S Chemistry of Cement and Concrete, Elsevier, 4^a Ed. (1998).

HOWALD, L.; MEYER, E.; LÜTHI, R.; HAEFKE, H.; OVERNEY, R.; RUDIN, H.; GÜNTHERODT, H.J. Multifunctional probe microscope for facile operation in ultrahigh vacuum. Appl. Phys. Lett. v. 63, p. 117-119, 1993.

ISRAELACHVILI, J.N. Intermolecular and surface forces. 1 ed. San Diego: Academic Press, 1992. 450p.

JESUS FILHO, A. L. A espectrometria de fluorescência de raios-x de energia dispersiva na medida de espessura de filmes poliméricos e filmes metálicos espessos. Campinas. Universidade Estadual de Campinas, 1999. 105p. (Dissertação de Mestrado).

KAMPF, L. Factors affecting Bond of Mortar to Brick. Symposium on Masonry Testing, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM STP 1063, p. 217-234, 2001.

KIRK, M.D.; ALBRECHT, T.R.; QUATE, C.F. Low-temperature atomic force microscopy. Rev. Sci. Instr. v. 59, p.833-835, 1998.

KJELLSSEN, K. O.; JUSTNES, H., Revisiting the Microstructure of Hydrated Tricalcium Silicate-A Comparison to Portland Cement, Cement and Concrete Composites, 26(8) (2004) 947-956.

KLEIN, C. Minerals and Rocks: Exercises in Crystallography, Mineralogy and Hand Specimen Petrology. New York, 1989. 402p.

LANGE, D.A.; DEFORD, H.D.; WERNER, A.M. (1999). Microstructural investigation of mortar/unit interaction. Journal of the Masonry Society, v.17, p.31-42.

LAWRENCE, S. J., CAO, H. T. An Experimental Study of the Interface between Brick and Mortar. In: AMERICAN MASONRY CONFERENCE, 4th, 1987, Los Angeles. Proceedings ...Los Angeles, 1988. p.48/1-48/14.

LUCAS, J. A. C. Revestimentos para parâmetros interiores de paredes de alvenaria de blocos de betão celular autoclavado. Lisboa. Laboratório Nacional de Engenharia Civil, 1986. 107p. (Tese de Doutorado)

MALISKA, A. M. Microscopia eletrônica de varredura. Apostila do Laboratório de Caracterização Microestrutural. Universidade Federal de Santa Catarina. 2005.

MARTI, O., DRAKE, B., HANSMA, P.K. Atomic force microscopy of liquid-covered surface: atomic resolution images. *Appl. Phys. Lett.*, v.51, p.484-486, 1987.

MARTINS, J. G. Alvenarias; condições técnicas de execução. Porto: Universidade Fernando Pessoa, 2009. 69 p.

MEYER, G.; AMER, N.M. Novel optical approach to atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, v.53, p.1045-1047, 1988.

MONTEIRO, R. V. J, PEREIRA, L. A. M, COSTA, M. M. J. Novos materiais com potencialidades em engenharia eletrotécnica. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, pp. 8-11, 2002/2003.

ORÉFICE, R. L., PEREIRA, M. M., MANSUR, H. S. Biomateriais; fundamentos e aplicações. 1.ed. Rio de Janeiro: Cultura Médica, 2006. 538 p.

PADILHA A. F., AMBROZIO FILHO, F. Técnicas de Análise Microestrutural. 1.ed. São Paulo: Editora Hemus, 2004. 190 p.

POLITO, G., Avaliação quantitativa e qualitativa da introdução de cal hidratada nas argamassas e sua influência no desempenho e na morfologia. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 2008. 182p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Civil).

POLITO, G., Avaliação do perfil de penetração dos compostos hidratados do aglomerante de argamassas aplicadas sobre bloco cerâmico através de análises químicas, microestruturais, mineralógicas e de resistência de aderência. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), 2013. 198p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

POWERS, T.C., BROWNYARD, T.L. Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste. *ACI J. Proc.* 1946–1947, p. 43.

RAGO, F., CINCOTTO, M. A. Influência do tipo da cal hidratada na reologia de pastas. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1999. Boletim Técnico n. 233.

RAKI, L., BEAUDOIN, J., ALIZADEH, R., MAKAR, J., SATO, T. Cement and concrete nanoscience and nanotechnology. *Materials* 2010, v. 3, 918-942, doi: 10.3390/ma3020918. ISSN 1996-1944.

RAMACHANDRAN, V.S., FELDMAN, R.F., BEAUDOIN, J.J. *Concrete science*, Heyden & Son Ltd: London, UK, 1981, p. 54–89.

RIBEIRO, C. C. PINTO, J. D. S., STARLING, T. *Materiais de construção civil*. 2ed. Belo Horizonte: Editora UFMG e Escola de Engenharia da UFMG, 2002. 102p.

SABBATINI, F. H. *Argamassas de Assentamento para Paredes de Alvenaria Resistente*, Estudo Técnico ET-91. 2.ed. São Paulo: ABCP, 1998. 44p.

SABBATINI, F. H. Patologia das argamassas de revestimentos – aspectos físicos. In: *SIMPÓSIO NACIONAL DE TECNOLOGIA DA CONSTRUÇÃO*, 3, 1986, São Paulo. Anais... São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1986, p. 69-76.

SCRIVENER, K.L., *The Development of Microstructure During the Hydration of Cement*, PhD Thesis, University of London, (1984), apud Taylor, H.F.W., *Cement Chemistry*, Thomas Telford, 2ª Ed. (1997), p. 194.

SELMO, S. M. S. *Dosagem de argamassa de cimento portland e cal para revestimento externo de fachadas dos edifícios*. São Paulo, 1989. 227 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

SENA, L. A. *Produção e caracterização de compósitos hidroxiapatita-colágeno para aplicação biomédicas*. Rio de Janeiro. Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2004. 107 p. (Tese de Doutorado).

SILVA, V. S. Aderência de chapisco em concretos estruturais – melhoria da microestrutura da zona de interface pela adição da sílica da casca de arroz. São Carlos. Universidade de São Paulo. 2004. 247 p. (Tese de Doutorado).

SKOOG, D. A., HOLLER, F. J., NIEMAN, T. A. Princípios de análise instrumental. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002. 836 p.

SOUZA, R., MEKBEKIAN, G., FRANCO, L. S., BARROS, M. M. S. B., ASSAHI, P. N., UEMOTO, K. L. Qualidade na aquisição de materiais e execução de obras. 1ed. São Paulo: Editora Pini, 1996. 275p.

TAHA, M. M. R., SHRIVE, N. G. The use of pozzolans to improve bond and bond strength. In: CANADIAN MASONRY SYMPOSIUM, 9th, Fredericton. Department of Civil Engineering – University of New Brunswick, 2001.

TAYLOR, H.F.W. Enciclopedia de la química industrial - la química de los cementos. v. 1. Bilbao-Espanha: URMO, 1967.

TAYLOR, H.F.W. Cement Chemistry, 2nd ed., Thomas Telford: London, UK, 1997, p. 231–244.

TEAGUE, E. C., SCIRE, F. E., BAKER, S. M., JENSEN, S. W. 3 - dimensional stylus profilometry. Wear, v.83, 12p, 1982.

THOMAZ, E., HELENE, P. Qualidade no projeto e na execução de alvenaria estrutural e de alvenarias de vedação. 1 ed. São Paulo: EPUSP, 2000. 31 p.

THOMSON, N.H., FRITZ, M., RADMACHER, M., CLEVELAND, J.P., SCHMIDT, C.F., HANSMA, P. K. Protein tracking and detection of protein motion using atomic force microscopy. Biophys. J., v.70, p.2421-2431, 1996.

TRISTÃO, F. A. Influência da composição granulométrica da areia nas propriedades das argamassas de revestimento. Florianópolis, 1995. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Santa Catarina.

VALDEHITA ROSELO, M.T. Morteros de cemento para albañilería. Madrid: Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento. 1976. p. 337.

VAZ, C.M.P., HERRMANN, P. S.P., CRESTANA, S. Soil particle thickness and size distribution measured through atomic force microscopy. In: 1998 ANNUAL MEETING, Oct. 1998, Baltimore, Maryland, USA. Abstracts... Baltimore: ASA/CSSA/SSSA, 1998. p.180.

WEISENDANGER, R. Scanning probe microscopy and spectroscopy, methods and applications. 2 ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1994. 637p.

WEISENHORN, A.L., DRAKE, B., PRATER, C.B., GOULD, S.A.C., HANSMA, P. K., OHNESORGE, F., EGGER, M., HEYN, S.P., GAUB, H.E. Immobilized proteins in buffer imaged at molecular resolution by atomic force microscopy. Biophys. J., v.58, n.5, p.1251-1258, 1990.

YAZIGI, W. A técnica de edificar. 13.ed. São Paulo: Editora Pini, 2013. 826p.