

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA**

**TAIS VICENZI SCHNEIDER**

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE  
ARGAMASSAS REFORÇADAS COM NANOTUBOS DE CARBONO**

**Alegrete  
2018**

**TAIS VICENZI SCHNEIDER**

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE  
ARGAMASSAS REFORÇADAS COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Engenharia Civil  
da Universidade Federal do Pampa, como  
requisito parcial para obtenção do Título de  
Bacharel em Engenharia Civil.

Orientador: Dra. Simone Dornelles  
Venquiaruto

Coorientador: Me. Aldo Leonel Temp

**Alegrete  
2018**

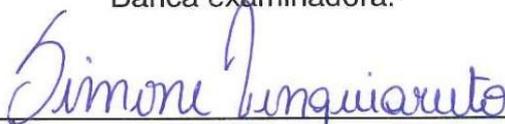
TAÍS VICENZI SCHNEIDER

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE  
ARGAMASSAS REFORÇADAS COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Engenharia Civil  
da Universidade Federal do Pampa, como  
requisito parcial para obtenção do Título de  
Bacharel em Engenharia Civil.

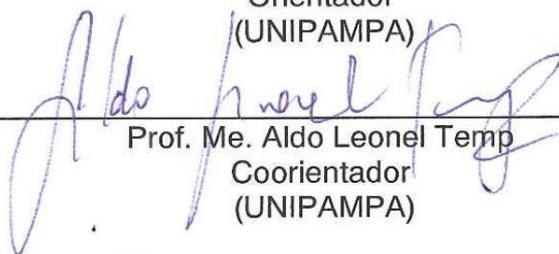
Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado em: 26, junho de 2018

Banca examinadora:



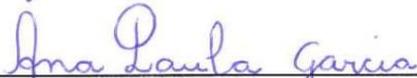
---

Prof. Dra. Simone Dornelles Venquiaruto  
Orientador  
(UNIPAMPA)



---

Prof. Me. Aldo Leonel Temp  
Coorientador  
(UNIPAMPA)



---

Prof. Dra. Ana Paula Garcia  
(UNIPAMPA)



---

Prof. Me. Marcelo de Jesus Dias de Oliveira  
(UNIPAMPA)

“O que vale na vida não é o ponto de partida e sim a caminhada. Caminhando e semeando, no fim terás o que colher”.

Cora Coralina

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à Deus pela saúde e a força dada a mim para superar as dificuldades e pela oportunidade de concluir mais essa etapa da minha vida.

Aos meus pais por todo amor, carinho, atenção, apoio incondicional e principalmente, por estarem comigo sempre, apesar da distância. O esforço de vocês foi fundamental para que meu sonho se tornasse realidade.

À minha irmã, por ser minha amiga, por ter o coração mais bondoso que eu conheço, por ser uma das minhas maiores incentivadoras e por ser a certeza de que eu nunca estarei sozinha.

Um agradecimento especial às minhas queridas amigas Caroline e Gabriele, os meus presentes de Alegrete. Me sinto muito feliz por ter conhecido e convivido com vocês nesses anos de graduação. Obrigada por essa amizade especial que construímos juntas e por todos os momentos que compartilhamos.

Aos meus amigos da Unipampa, que tive o prazer de conhecer, que tornaram esses anos de graduação mais felizes e que sempre me ofereceram um ombro amigo quando as coisas não andavam muito bem. Obrigada por me acolherem e por se tornarem a minha família quando a saudade de casa apertava. Sempre estarei na torcida pelo sucesso e felicidade de vocês.

Aos professores, eu agradeço por todos os ensinamentos, pela paciência e incentivo ao longo da minha caminhada. Agradecimento especial à minha orientadora Professora Dra. Simone Dornelles Venquiaruto, por ter acreditado e concordado com o tema proposto neste trabalho. Agradeço também a oportunidade de trabalharmos juntas e por todo o suporte durante a minha jornada na Unipampa. Sou muito grata pela confiança, orientação e paciência dedicada a mim.

Ao meu Coorientador Professor Me. Aldo Leonel Temp pela orientação, dedicação e disponibilidade para a realização deste trabalho.

Agradeço ao Engenheiro Civil Marcelo Dias e aos técnicos do laboratório Raquel Machado e Dieison Fantineli por todo o suporte, disponibilidade e conhecimento transmitido durante a realização dos ensaios.

Aproveito a oportunidade para agradecer a amiga e colega de pesquisa Diovana Della Flora pela troca de conhecimento e pelo auxílio na execução dos ensaios.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

## RESUMO

A nanotecnologia é considerada atualmente como um dos ramos mais promissores no campo científico. Os nanotubos de carbono (NTCs), são uma das mais novas descobertas neste meio, e as pesquisas recentes aplicadas na área da construção civil, indicam que este material pode atuar efetivamente como reforço de estruturas. O NTC, por apresentar grande capacidade de resistência à tração, pode se tornar um importante componente na fabricação de concretos e argamassas que requeiram bom desempenho na referida propriedade. As aplicações dos NTCs são delimitadas devido ao seu preço. Atualmente, esse valor ainda é alto, o que dificulta a incorporação dos NTC em grandes proporções nos materiais de construção civil. Neste sentido, este estudo tem como objetivo avaliar os efeitos da incorporação de NTCs nas propriedades físicas e mecânicas de matrizes de cimento Portland. Os NTCs foram adicionados às argamassas em forma de dispersão, nos teores de 0,20%, 0,30% e 0,40%, em relação à massa de cimento. Para as argamassas no estado fresco, foram determinados o índice de consistência, densidade de massa e teor de ar incorporado. A avaliação das propriedades mecânicas das argamassas, foi medida através de ensaios de resistência à tração na flexão e à compressão axial. As propriedades físicas das argamassas foram analisadas através do ensaio de absorção de água por capilaridade. As argamassas com adição de NTCs, quando comparadas com a argamassa de referência, apresentaram melhorias em todas as propriedades analisadas no presente estudo. Mesmo com as melhorias constatadas, existem alguns desafios a serem enfrentados para a utilização dos NTCs em larga escala nas matrizes cimentícias, tais como alto custo do material e a dificuldade em se garantir uma dispersão eficiente na mistura.

**Palavras-Chave:** Nanotecnologia, nanotubos de carbono, argamassas.

## **ABSTRACT**

Nanotechnology is currently considered one of the most promising branches in the scientific field. Carbon nanotubes (NTCs) are one of the newest discoveries in this field, and recent research in the field of civil construction indicates that this material can act effectively as reinforcement of structures. NTC, because of its high tensile strength, can become an important component in the manufacture of concrete and mortar that requires good performance in said property. NTC applications are delimited due to their price. Currently, this value is still high, which hinders the incorporation of NTC in large proportions in civil construction materials. In this sense, this study aims to evaluate the effects of the incorporation of NTCs on the physical and mechanical properties of Portland cement matrices. The NTCs were added to the mortars in the form of dispersion, in the contents of 0.20%, 0.30% and 0.40%, relative to the mass of cement. For the mortars in the fresh state, the consistency index, mass density and incorporated air content were determined. The evaluation of the mechanical properties of the mortars was measured by tests of tensile strength in flexion and axial compression. The physical properties of the mortars were analyzed by the capillary water absorption test. Mortars with addition of NTCs, when compared to the reference mortar, showed improvements in all the properties analyzed in the present study. Even with the improvements observed, there are some challenges to be faced for the use of large-scale NTCs in cement matrices, such as high material cost and difficulty in ensuring efficient dispersion in the mix.

**Keywords:** Nanotechnology, carbon nanotube, mortars.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Distribuição da dimensão das partículas e a área superficial específica dos constituintes das argamassas .....	18
Figura 2 - Fulereo C60 .....	19
Figura 3 - Estrutura dos Nanotubos de Carbono.....	20
Figura 4 - Formação dos Nanotubos de Carbono .....	22
Figura 5 - Enrolamento de Uma Folha de Grafeno .....	23
Figura 6 - Esquema do Programa Experimental .....	30
Figura 7 - Curva granulométrica da areia .....	33
Figura 8 - Nanotubos de Carbono .....	35
Figura 9 – (a) Imagem dos NTCPM fornecida pela empresa Timesnano; (b) Imagem dos NTCPM gerada pelo próprio autor.....	35
Figura 10- Misturador Mecânico.....	38
Figura 11- Aparelho de Ultrassom de imersão .....	39
Figura 12 - Materiais utilizados na dispersão dos NTC .....	40
Figura 13 – Processo de dispersão da solução.....	40
Figura 14 – Dispersão dos NTCs: (a) Solução antes da dispersão; (b) Solução após a dispersão.....	41
Figura 15 - Mecanismo de separação dos NTCs em uma dispersão com tensoativo .....	42
Figura 16 - Mesa de consistência.....	43
Figura 17- Índice de consistência: (a) Estado da argamassa instantes antes de acionar a manivela; (b) Argamassa após a realização do ensaio .....	44
Figura 18- Ensaio de absorção de água por capilaridade .....	46
Figura 19- Ensaio a tração na flexão: (a) Prensa para rompimento dos CP's; (b) Detalhe da execução do ensaio .....	48
Figura 20- Prensa utilizada nos ensaios de compressão axial.....	50
Figura 21- Equipamento utilizado na metalização das amostras .....	51
Figura 22 - Microscópio Eletrônico de Varredura .....	51
Figura 23 - Espectro de raios-x dos NTCs .....	52
Figura 24 - Curva de termogravimetria (TGA) dos NTCs .....	53
Figura 25- Densidade de massa x Teor de ar incorporado .....	56
Figura 26 - Absorção de água por capilaridade aos 28 dias .....	58

Figura 27- Resistência média à tração na flexão aos 28 dias. ....	59
Figura 28 - Resistência média à compressão axial aos 28 dias.....	60
Figura 29- ANOVA absorção de água por capilaridade em função do teor de NTCs	62
Figura 30- ANOVA resistência à tração na flexão em função do teor de NTCs .....	64
Figura 31- ANOVA resistência à compressão axial em função do teor de NTCs.....	66
Figura 32 - ANOVA resistência à compressão axial entre os teores de NTCs.....	67
Figura 33 - Resistência à tração na flexão versus a absorção de água.....	67
Figura 34 - Resistência à compressão axial versus absorção de água.....	68
Figura 35 - Imagem do MEV da argamassa AN20. Onde (a) Ampliação de 20.000 vezes e (b) Ampliação de 5.000 vezes.....	69
Figura 36- Imagem do MEV da argamassa AN20 - .....	70
Figura 37- Imagem do MEV da argamassa AN30 Onde (a) Ampliação de 20.000 vezes e (b) Ampliação de 15.000 vezes.....	70
Figura 38 - Imagem do MEV da argamassa AN40 - Ampliação de 20.000 vezes.....	71

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Resultados encontrados a respeito da adição de NTC .....	27
Tabela 2- Composição do Cimento CP V-ARI.....	31
Tabela 3 - Caracterização do Agregado Miúdo .....	32
Tabela 4 - Dados técnicos do aditivo .....	34
Tabela 5 - Características do Nanotubo de Carbono .....	36
Tabela 6 - Nomenclatura das dosagens das argamassas .....	37
Tabela 7- Índice de consistência das argamassas.....	54
Tabela 8 - Densidade de massa e teor de ar incorporado .....	55
Tabela 9 - Absorção de água por capilaridade aos 28 dias .....	57
Tabela 10 - Resistência à tração na flexão das argamassas aos 28 dias .....	58
Tabela 11- Resistência média à compressão axial aos 28 dias.....	60
Tabela 12 - Análise de Variância dos ensaios de absorção de água - ANOVA .....	61
Tabela 13- ANOVA absorção de água por capilaridade entre os teores de NTCs....	62
Tabela 14 - ANOVA dos resultados de resistência à tração na flexão .....	63
Tabela 15 - ANOVA resistência à tração na flexão entre os teores de NTCs .....	64
Tabela 16 - ANOVA da resistência à compressão axial em função do teor de NTCs .....	65
Tabela 17- ANOVA resistência à compressão axial entre os teores de NTCs.....	66

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas  
a/c – Relação água/cimento  
AN20 – Argamassa com 0,20% de nanotubo de carbono  
AN30 – Argamassa com 0,30% de nanotubo de carbono  
AN40 – Argamassa com 0,40% de nanotubo de carbono  
AR – Argamassa de referência, sem adição de nanotubo de carbono  
°C – Graus celsius  
cm – Centímetro  
CO<sub>2</sub> – Dióxido de Carbono  
-COOH – Grupo Funcional Carboxila  
CPs – Corpos de Prova  
CP V – ARI – Cimento Portland V – Ari, alta resistência inicial  
HNO<sub>3</sub> – Ácido Nítrico  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – Ácido Sulfúrico  
Kg – Quilogramas  
kHz – Quilohertz  
kN – Quilonewton  
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura  
min – Minutos  
mm/min – Milímetro por minuto  
MPa – Mega Pascal  
NBR NM – Norma Brasileira, normalização no Mercosul  
nm – Nanômetro  
N/m – Newton por metro  
NTCs – Nanotubos de carbono  
NTCPM – Nanotubos de Carbono de Paredes Múltiplas  
NTCPS – Nanotubos de Carbono de Parede Simples  
-OH – Grupo Funcional Hidroxila  
TGA – Análise Termogravimétrica  
UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais  
UNIPAMPA – Universidade Federal do Pampa  
µm – micrômetro

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>11</b>
1.1	Objetivos	12
1.1.1	Objetivo Geral	12
1.1.2	Objetivos Específicos	12
1.2	Justificativa	13
1.3	Estrutura do Trabalho	13
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>15</b>
2.1	Nanociência e Nanotecnologia	15
2.3	Adição de Nanopartículas em Matriz de Cimento Portland	16
2.4	Nanotubos de Carbono	19
2.6	Características e tipos de Nanotubos de Carbono	22
2.7	Métodos de Síntese de Nanotubos de Carbono	23
2.8	Dispersão de Nanotubos de Carbono em Matrizes Cimentícias	25
2.9	Uso de Nanotubos de Carbono na Construção Civil	26
<b>3.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>30</b>
3.1	Materiais	31
3.1.1	Cimento Portland CP V-ARI	31
3.1.2	Areia	32
3.1.3	Água	33
3.1.4	Aditivo	33
3.1.5	Nanotubos de Carbono	34
3.2	Procedimento de dosagem, mistura, moldagem e cura das argamassas	36
3.2.1	Mistura da argamassa de referência (AR)	37
3.2.2	Mistura das argamassas com adição de Nanotubos de Carbono (NTCs)	39
3.2.3	Moldagem e cura dos corpos de prova	42
3.3	Caracterização das argamassas no estado fresco	43
3.3.1	Índice de consistência	43
3.3.2	Densidade de massa e teor de ar incorporado	44
3.4	Caracterização das argamassas no estado endurecido	45
3.4.1	Absorção de água por capilaridade	45
3.4.2	Resistência à tração na flexão	47

3.4.3 Resistência à compressão axial .....	49
3.4.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	50
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>52</b>
4.1 Caracterização dos NTCs .....	52
4.1.1 Difração de Raios-X .....	52
4.1.2 Análise termogravimétrica (TGA) .....	53
4.2 Caracterização das argamassas no estado fresco.....	54
4.2.1 Índice de consistência.....	54
4.2.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado .....	55
4.3 Caracterização das argamassas no estado endurecido .....	56
4.3.1 Absorção de água por capilaridade .....	56
4.3.2 Resistência à tração na flexão .....	58
4.3.3 Resistência à compressão axial .....	60
4.3.4 Análise de variância dos resultados ANOVA .....	61
4.3.4.1 Absorção de água por capilaridade.....	61
4.3.4.2 Resistência à tração na flexão .....	63
4.3.4.3 Resistência à compressão axial.....	65
4.4 Comparação dos ensaios mecânicos versus os ensaios de durabilidade . .....	67
4.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	69
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>72</b>
5.1 Sugestões para trabalhos futuros.....	73
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>75</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Existe uma infinidade de áreas onde a nanotecnologia pode oferecer uma contribuição significativa, algumas das quais, inclusive, já possuem produtos sendo comercializados. A nanotecnologia é vista atualmente como um dos ramos mais promissores no campo científico.

Mais do que uma simples hiperminiaturização, o controle da matéria na escala nanométrica proporciona enormes perspectivas na possibilidade de criar materiais, dispositivos e sistemas com novas funções e propriedades (GLEIZE, 2007). Os estudos desenvolvidos na área da nanotecnologia e da nanociência têm contribuído de forma inovadora e significativa, por meio do conhecimento do comportamento molecular das reações de hidratação do cimento e da estrutura molecular dos seus principais produtos.

Segundo Gleize (2011), nos últimos anos, materiais cimentícios e, especificamente, concretos e argamassas, deixaram de ser apenas uma mistura de cimento, água e agregado, qualquer seja o tipo de aplicação. Os concretos modernos contêm cada vez mais adições minerais, aditivos orgânicos e inorgânicos e fibras. A aplicação dos estudos acerca da nanociência e nanotecnologia para o concreto está relacionado à boa parte desses avanços.

Em geral, os materiais cimentícios são caracterizados por apresentarem baixa resistência à tração. Na construção civil os tipos de reforços comumente utilizados são realizados com partículas na escala micrométrica, como a sílica ativa, cinza volante e metacaulim. A adição destas partículas ao concreto contribui para o preenchimento dos vazios (efeito *filler*), o que pode gerar um melhor desempenho da estrutura no que diz respeito às propriedades mecânicas e microestrutura dos compósitos (MELO et al., 2010). A incorporação destes materiais ocasionou melhoras expressivas e apresentou um avanço tecnológico, proporcionando o desenvolvimento de concretos de alto desempenho. Entretanto, a matriz cimentícia apresenta falhas que estão na escala nanométrica. Como o uso de micropartículas no concreto ocasionou bons resultados, iniciou-se a pesquisa com nanopartículas, em busca de resultados melhores.

De acordo com Sobolev e Shah (2008), quando dimensões de um material do tamanho macro para o nano são alteradas, ocorrem mudanças expressivas em sua condutividade elétrica, absorção ótica, reatividade química e nas propriedades

mecânicas. A partir da redução no tamanho, mais átomos localizam-se na superfície das partículas, provocando uma mudança considerável na energia de superfície e na morfologia desta superfície. Por consequência, todos esses fatores alteram as propriedades básicas e a reatividade química dos nanomateriais.

Os avanços recentes na área da nanotecnologia têm proporcionado o desenvolvimento de fibras de reforço em escalas nanométricas, permitindo a elaboração de um novo material de alto desempenho, nano compósito, à base de cimento que pode atuar efetivamente como reforço de estruturas (GDOUTOS, 2014).

Apesar da realização de tais estudos, percebe-se ainda que não existem resultados suficientes que possam demonstrar os efeitos da incorporação de nanotubos de carbono (NTCs) nas propriedades físicas e mecânicas de matrizes de cimento Portland.

Diante o exposto, foi estabelecido para este trabalho as seguintes questões de pesquisa:

- a) Quais os efeitos da incorporação de NTCs nas propriedades físicas de matrizes de cimento Portland (argamassas)?
- b) Quais os efeitos da incorporação de NTCs nas propriedades mecânicas de matrizes de cimento Portland (argamassas).

De forma a apresentar respostas as questões elencadas, foram definidos os objetivos geral e específicos apresentados na sequência.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo Geral**

Avaliar os efeitos da incorporação de NTCs nas propriedades físicas e mecânicas de matrizes de cimento Portland.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Avaliar a resistência à compressão axial de argamassas com incorporação de NTCs;
- Avaliar a resistência à tração na flexão de argamassas com incorporação de NTCs;

- Avaliar a absorção de água por capilaridade de argamassas com incorporação de NTCs;
- Comparar o desempenho de argamassas de cimento Portland fabricado com NTCs em relação às argamassas de referência (sem NTCs).

## **1.2 Justificativa**

O interesse de inúmeros grupos de pesquisa pela nanotecnologia tem aumentado, devido ao seu grande potencial de aplicação nos variados setores industriais e a repercussão que seus resultados podem proporcionar ao desenvolvimento tecnológico e econômico, como a possibilidade de síntese dos NTCs durante a própria fabricação do clínquer (cimento), o que justifica a realização deste trabalho.

Entende-se que com a investigação da estrutura dos materiais ou a adição de nano objetos, que isso permite o aumento das superfícies de contato e a reatividade, o que poderá gerar várias vantagens em termos de reforço e de eficiência.

Embora esteja sendo empregado por diversas áreas da indústria, alguns dos empecilhos encontrados para o uso dos NTCs em cimentos, argamassas e concretos em larga escala estão relacionados a dificuldade de dispersão dos NTCs, o alto custo, a baixa oferta do produto e o fato de se tratar de um material novo.

Nesse sentido, se faz necessário realizar um estudo de caracterização de argamassas com NTCs através de ensaios mecânicos, para contribuir na busca de informações sobre este novo material que pode transformar a área da construção civil.

## **1.3 Estrutura do Trabalho**

Este trabalho é desenvolvido ao longo de cinco capítulos. O primeiro capítulo apresenta a introdução, o objetivo principal, os objetivos específicos e a justificativa.

O capítulo dois apresenta a fundamentação teórica. Neste capítulo, são inseridos conceitos úteis sobre a utilização da nanotecnologia na construção civil, estrutura e aplicação dos NTCs em matrizes cimentícias.

No terceiro capítulo, a metodologia proposta é abordada de forma específica assim como, as atividades previstas para alcançar os objetivos apresentados.

No capítulo quatro encontram-se os resultados e as discussões conforme a metodologia proposta para este estudo.

Para finalizar, no capítulo cinco são desenvolvidas as considerações finais e são indicadas as sugestões para estudos futuros.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Nanociência e Nanotecnologia

A palavra nanotecnologia é derivada do prefixo grego “nânos”, que significa anão e de *téchne* que equivale a ofício e logot, a conhecimento. O termo nanotecnologia refere-se ao tamanho da intervenção humana sobre a matéria.

De acordo com Durán, Mattoso e Morais (2006, p.19):

[...] nano é um termo técnico usado em qualquer unidade de medida, significando um bilionésimo dessa unidade, por exemplo, um nanômetro equivale a um bilionésimo de um metro ( $1\text{nm} = 1/1.000.000.000\text{m}$ ) ou aproximadamente a distância ocupada por cerca de 5 a 10 átomos, empilhados de maneira a formar uma linha [...].

A nanociência é uma nova área da ciência, e sua aplicação prática, a nanotecnologia, pode ser conceituada como um conjunto de técnicas utilizadas para desvendar as características da matéria. Além disso, reorganizá-la, manipulando átomo por átomo para a criação de novas estruturas em escala nanométrica.

O manuseio na escala nanométrica (menor do que 100 nanômetros) lida com mudanças surpreendentes das propriedades da matéria, devido aos "efeitos quânticos". Os materiais analisados em nanoescala, podem apresentar propriedades sensivelmente distintas das detectadas em maior escala, tais como: novas propriedades mecânicas, materiais que se tornam mais resistentes, mais fortes, mais leves, mais elásticos; novas propriedades óticas que possibilitam o controle da cor da luz pela escolha seletiva do tamanho do nano objeto; novas propriedades magnéticas que aperfeiçoam os usos na eletrônica, em computadores e nas telecomunicações. (DURÁN; MATTOSO; MORAIS, 2006).

Apesar de parecer uma nova área de pesquisa, a nanotecnologia desde a década de 50 já chamava a atenção de alguns cientistas visionários, como Richard Feynman. Em uma palestra realizada em 1959 o supracitado físico americano comentou pela primeira vez sobre o poder de manipulação de átomos e moléculas pelo homem (MORAIS, 2012), algo que poderia resultar na confecção de componentes em um tamanho tal, que seria impossível ver a olho nu.

Mais tarde, equipamentos e tecnologias sofisticadas puderam tornar realidade a manipulação de partículas tão pequenas, visíveis apenas com microscópios de alta precisão, como o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

### **2.3 Adição de Nanopartículas em Matriz de Cimento Portland**

O cimento Portland é um produto relativamente barato, de fácil utilização e com boas características mecânicas e de durabilidade. Ele é produzido a partir da moagem de clínquer com uma pequena quantidade de gipsita, para impedir a pega instantânea. Suas características o tornaram um dos materiais de construção mais utilizados no mundo. Como a utilização de materiais cimentícios abrange quase todos os tipos de obras, desde construções simples até grandes obras de engenharia, o desenvolvimento de materiais mais eficientes tem impacto econômico, social e ambiental em todos os níveis da sociedade (BATISTON, 2012).

A maior parte do aperfeiçoamento das características mecânicas dos cimentos e compósitos cimentícios obtidos nas últimas décadas decorreram da redução da porosidade capilar e melhoramentos no empilhamento das partículas. Entretanto, a intensidade destes avanços vem diminuindo, principalmente no que se refere ao desempenho, indicando que avanços na melhoria das características mecânicas devam vir do controle e aperfeiçoamento das estruturas mais finas destes materiais, como por exemplo a nanoporosidade (PELLENQ; DAMME, 2004).

De acordo com Melo (2009), já foram realizadas algumas pesquisas que comprovaram o bom desempenho das nanopartículas quando adicionadas a argamassas de cimento e a concretos. Por serem partículas muito pequenas, estas contribuem para o preenchimento de vazios das matrizes cimentícias.

Li (2004) constatou, em sua pesquisa sobre as propriedades mecânicas em argamassas de cimento com nanomateriais, que a resistência à compressão dessas argamassas aumentou significativamente com a incorporação de nanopartículas.

Do ponto de vista de Balaguru e Chong (2008), o desenvolvimento da nanociência em concretos é de grande importância, uma vez que propriedades como baixa retração, resistência a temperaturas acima de 600°C, compatibilidade com tipos diversos de fibras e capacidade de reação com nanomateriais, como a nanosílica e sem características tóxicas, podem ser usadas para a criação de novos produtos de alto desempenho.

Em seus experimentos, Balaguru e Chong (2008) utilizaram um superplastificante (agente redutor de água), que, primeiramente, foi misturado à água e somente depois, foi adicionado o cimento à mistura, seguido pela areia. Foram feitas 7 (sete) misturas com proporções diferentes, mas em todas foi adotada a relação água/cimento de 0,5. Dessas sete amostras, três apresentavam, em sua composição, quantidades de nanopartículas de  $\text{SiO}_2$ , que foram denominadas nano- $\text{SiO}_2$ .

Os resultados encontrados coincidiram com o que era esperado. A resistência à compressão de todas as amostras com nano- $\text{SiO}_2$  mostraram valores superiores ao da argamassa com cimento comum (referência). Além disso, os autores perceberam que as resistências aumentaram proporcionalmente à quantidade de nanopartículas adicionadas, ou seja, quanto maior a fração de nano- $\text{SiO}_2$ , maior a resistência obtida.

Para Li (2004), o aumento de resistência pode ser justificado por três motivos:

- Quando uma pequena quantidade de nanopartículas é dispersa uniformemente na pasta de cimento, estas agem como um núcleo de forte ligação ao cimento hidratado e, também, contribuem para a hidratação do cimento devido a sua alta atividade, o que é favorável para a resistência mecânica;
- As nanopartículas presentes entre os produtos hidratados irão impedir o crescimento de cristais, tais como o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), o que favorece a resistência mecânica;
- Os poros da pasta de cimento serão preenchidos pelas nanopartículas, tornando-a mais densa e aumentando, assim, a resistência, de modo similar ao efeito da sílica ativa.

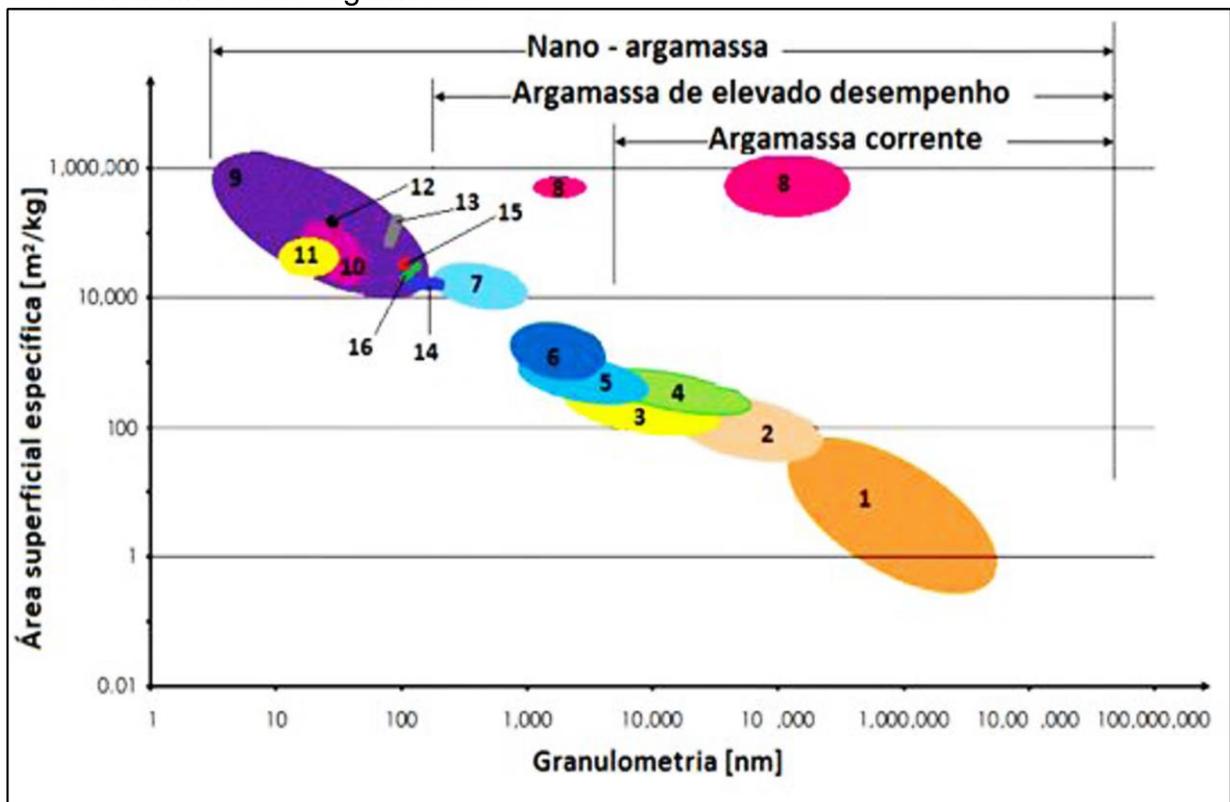
Sobolev e Shah (2008) acreditam que a ação favorável das nanopartículas na microestrutura e no desempenho dos materiais à base de cimento é dado devido aos seguintes fatores:

- Nanopartículas bem dispersas aumentam a viscosidade na fase líquida, ajudando na suspensão de grãos de cimento e agregados, melhorando a resistência à segregação;
- As nanopartículas preenchem os vazios entre os grãos, tornando a estrutura mais densa (efeito *filler*);
- Tais partículas agem como centros de cristalização na hidratação do cimento, acelerando, portanto, este processo;

- As nanopartículas contribuem para a melhora da estrutura da zona de transição, resultando em ligações mais favoráveis entre agregados e pasta de cimento.

Para Sobolev e Gutiérrez (2005), a argamassa pode ser classificada de acordo com as dimensões dos agregados e/ou adições usadas em sua produção. Na Figura 1 é apresentada uma síntese de alguns materiais constituintes comuns em argamassas de revestimento. Verifica-se que os NTCs (12) apresentam dimensões reduzidas, mas elevada área superficial específica, classificada na região da nanotecnologia aplicada às argamassas.

Figura 1 – Distribuição da dimensão das partículas e a área superficial específica dos constituintes das argamassas



Fonte: Sobolev e Gutiérrez (2005, p.14-18).

**Legenda:** 1 – areia natural; 2 – agregados finos; 3 – cinzas volantes; 4 – cimento Portland; 5 – aditivos minerais finos; 6 – metacaulino; 7 – sílica de fumo; 8 – aerogel de sílica; 9 – nanosílica; 10 – sílica precipitada; 11 – nanopartículas de titânio; 12 – nanotubos de carbono; 13 – nanoalumina; 14 – nanocal; 15 – nanometacaulino; 16 – nanoargilas.

## 2.4 Nanotubos de Carbono

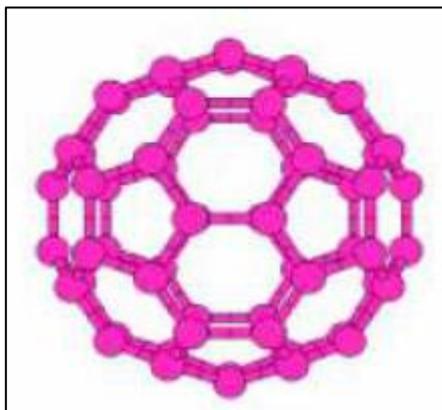
A ligação carbono-carbono é a mais forte encontrada na natureza. De acordo com Chaipanich et al. (2010), estas estruturas possuem resistência elevada, que na teoria seria 100 vezes maior que a do aço e ainda seis vezes mais leve por apresentar uma estrutura ideal formada por átomos de carbono.

Os alótropos de carbono têm estruturas e propriedades que diferem entre si de acordo com o tipo de ligação e a hibridização ( $sp^3$ ,  $sp^2$  ou  $sp$ ) que os átomos de carbono se encontram. O diamante, é ligado covalentemente a quatro outros carbonos híbridos na forma  $sp^3$ , com geometria tetraédrica, dá origem a uma rede tridimensional com ligações cruzadas, levando à propriedade de dureza (COUTO, 2006).

O grafite é formado por hexágonos de átomos de carbono híbridos na forma  $sp^2$ , que compõe uma estrutura lamelar. Cada lamela individual (folha de grafeno) interage uma com as outras através de forças de Van der Waals, atribuindo ao grafite a propriedade lubrificante (COUTO, 2006).

Uma nova forma elementar do carbono foi descoberta em 1985 pelos químicos Harold Kroto, James Heath, Sean O'Brien, Robert Curl e Richard: os fulerenos. Estes são considerados moléculas 'ocas' de carbono que consistem de uma superfície curva semelhante ao grafeno, mas que contém anéis pentagonais, além dos hexagonais (CAPAZ e CHACHAM, 2003). O fulereno C<sub>60</sub>, que contém 60 átomos de carbono em um arranjo parecido ao de uma bola de futebol é o mais conhecido (Figura 2).

Figura 2 - Fulereno C<sub>60</sub>



Fonte: Capaz e Chacham (2003, p. 20)

Os nanotubos de carbono foram descobertos no início da década de 90, através do trabalho do pesquisador japonês Sumio Iijima, os quais são cilindros formados apenas por átomos de carbono em um arranjo hexagonal. Tratam-se de tubos de

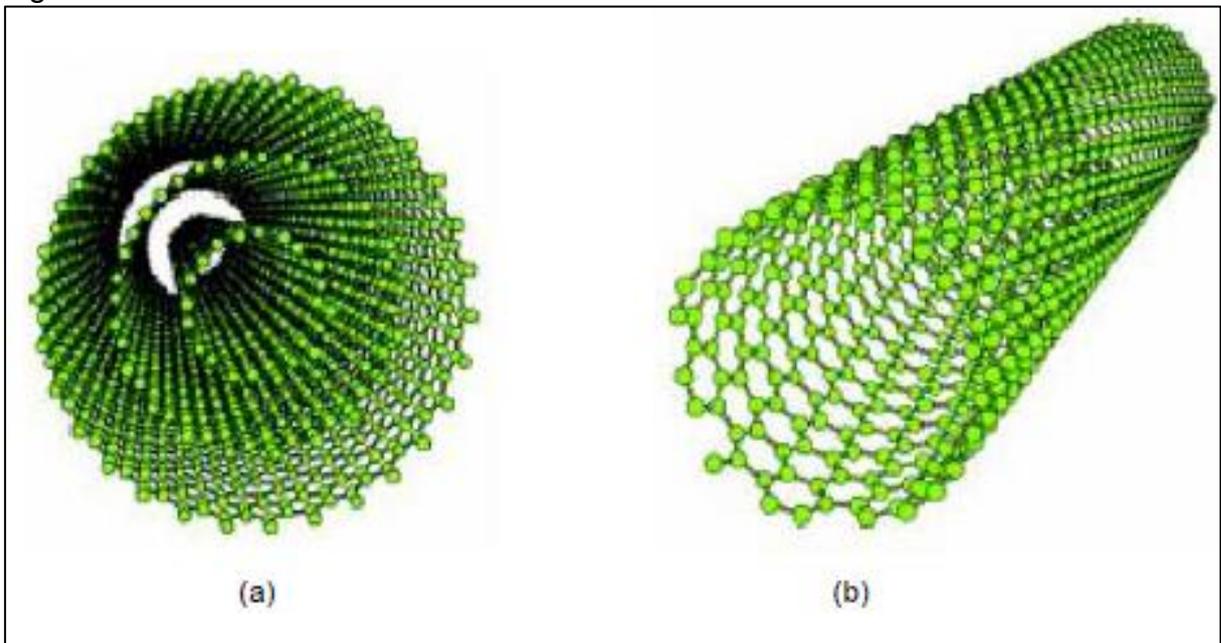
folhas de grafeno arranjados em uma estrutura cristalina hexagonal. Eles possuem escala nanométrica e medem aproximadamente 3nm de diâmetro por 1000nm de comprimento (COUTO, 2006).

Dependendo de sua estrutura, os NTCs podem ser condutores metálicos ou semicondutores, além disso, eles têm uma capacidade de deformação elástica de cerca de 12%, e podem ainda ter seu comportamento elétrico variando com a tensão (LI, 2004).

De acordo com Melo (2009) os NTCs são conceituados como uma das maiores descobertas da nanotecnologia e são conhecidos como o material de maior resistência mecânica, principalmente pela sua resistência à deformação e à quebra.

Os NTCs são diferenciados entre os de parede simples e os de paredes múltiplas. O de parede simples é um tubo cilíndrico formado por apenas uma folha de grafeno (Figura 3b) enrolada em forma cilíndrica, enquanto o de paredes múltiplas (Figura 3a) é formado por um conjunto de folhas de grafeno enroladas coaxialmente. A Figura 3 demonstra a diferença entre os dois tipos de NTCs.

Figura 3 - Estrutura dos Nanotubos de Carbono



Fonte: Capaz e Chacham (2003, p.22)

Em relação ao diâmetro e comprimento dos nanotubos, os nanotubos de paredes múltiplas (NTCPM) são considerados como “grossos”, uma vez que possuem diâmetro externo de 10 a 50nm e comprimento variando de 100 a 1.000 nm, enquanto que os nanotubos de parede simples (NTCPS) apresentam diâmetro externo na faixa

de 1 a 3 nm e comprimento de, aproximadamente, 300 nm (BALAGURU; CHONG, 2008).

Por apresentarem diâmetros menores que o comprimento de onda da luz visível, os NTCs não são perceptíveis individualmente, mesmo se observados através de potentes microscópios ópticos. Para que possam ser visualizados individualmente é necessário o uso de microscópios eletrônicos. Em grande quantidade, os NTCs juntam-se uns aos outros e formam feixes que se agrupam em um material que pode ser visto a olho nu, tendo, assim, um aspecto de fuligem (CAPAZ; CHACHAM, 2003).

A área superficial é uma característica muito importante, pois devido as dimensões dos NTCs, eles dificilmente mantêm-se separados, isto é, ficam unidos por interações físicas, o que prejudica sua dispersão em meios líquidos. A dificuldade para a formação de suspensões homogêneas em água e sua baixa molhabilidade, são uns dos maiores desafios para a utilização comercial deste material (VAISMAN; WAGNER; MARON, 2006).

Os nanotubos de carbono representam uma área de estudo muito interessante devido às suas propriedades dependerem da sua geometria. Há várias maneiras de ligação dos átomos de carbono para a formação dos nanotubos e é essa forma de ligação que será responsável pelo comportamento do material e, conseqüentemente, pela melhoria em suas propriedades.

## **2.5 Aplicações dos Nanotubos de Carbono**

Os NTCs têm sido bastante utilizados nas áreas da eletrônica, tecnologia de materiais biológicos e compósitos multifuncionais (LI; WANG; ZHAO, 2005). Um compósito é um material que possui pelo menos dois componentes ou duas fases, com propriedades físicas e químicas nitidamente distintas em sua composição. Os constituintes do compósito, separadamente, mantêm suas características, porém quando misturados eles formam um composto com propriedades impossíveis de se obter com apenas um deles. Alguns exemplos são metais e polímeros, metais e cerâmicas, polímeros e cerâmicas, cimento e areia, entre outros.

Couto (2006) menciona que em relação às propriedades mecânicas, os NTC podem ser utilizados para aumentar a resistência de diversos materiais. A dispersão uniforme dos nanotubos em uma matriz polimérica faz com que haja um reforço mecânico no polímero.

Os nanotubos de paredes múltiplas têm seu principal uso comercial na mistura com polímeros. Eles podem oferecer a um composto com polímero duas propriedades importantes: a dureza e a condutividade elétrica. A dureza é devida à grande resistência à tração dos nanotubos, pois estes são considerados, atualmente, como o material mais resistente à tração que existe. A condutividade de materiais plásticos contendo nanotubos advém, parcialmente, do fato destes serem bons condutores (CAPAZ e CHACHAM, 2003).

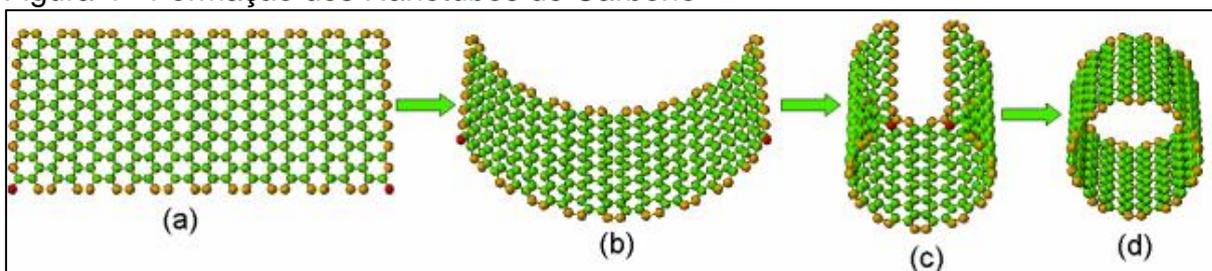
As aplicações dos nanotubos são delimitadas devido ao seu preço. Atualmente, esse valor ainda é alto, o que dificulta a incorporação dos NTCs em grandes proporções nos materiais de construção civil. Dessa forma, grande parte das aplicações de materiais contendo NTCs são em projetos de alto valor, como pontes e outras estruturas em que a resistência é o fator principal.

## 2.6 Características e tipos de Nanotubos de Carbono

Existem vários modos de ligação dos átomos de carbono para a formação dos nanotubos de carbono e é essa forma de ligação a responsável pelo desempenho do material e, conseqüentemente, pela melhoria em suas propriedades. Sob o ponto de vista da geometria, propriedades importantes dos NTCs são determinadas pelo seu diâmetro e pela sua quiralidade, ou seja, pela forma como os hexágonos de átomos se orientam em relação ao eixo do tubo.

Vários estudos estão sendo desenvolvidos com o intuito de se controlar tais propriedades, tanto no processo de síntese quanto na seleção posterior a este processo. Para a formação dos NTCs, uma folha de grafeno, é enrolada, em dimensões nanométricas, com a cavidade interna oca, conforme mostra a Figura 4. A estrutura da folha de grafeno é representada pela Figura 4 (a) enquanto em (b) e (c) apresentam a folha de grafeno sendo enrolada. Por fim, na Figura 4 (d) o nanotubo formado.

Figura 4 - Formação dos Nanotubos de Carbono

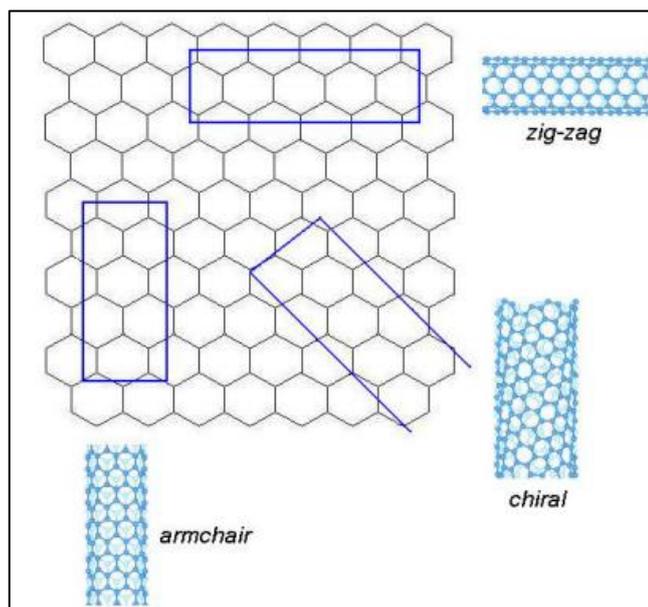


Fonte: Couto (2006, p.24)

No entanto, segundo os físicos Capaz e Chacham (2003), podem existir diversas formas de se enrolar uma folha de grafeno para se formar um nanotubo de parede simples.

Como exemplo, Bertholdo (2001) cita três tipos possíveis de nanotubos: *zig-zag*, *armchair* e *chiral*, como indica a Figura 5.

Figura 5 - Enrolamento de Uma Folha de Grafeno



Fonte: Couto (2006, p.26)

A direção de formação dos nanotubos está relacionada à propriedade denominada quiralidade. O ângulo que varia entre  $0^\circ$  e  $30^\circ$  é conhecido como ângulo aquiral, sendo que quando o ângulo for igual a  $0^\circ$  o nanotubo formado será do tipo *zig-zag*, quando o ângulo for igual a  $30^\circ$  será do tipo *armchair* e no restante do intervalo será do tipo *chiral*. Deste modo, a quiralidade, que conceitua o enrolamento intrínseco da folha de grafeno, é responsável, em grande parte, pelo mecanismo de quebra de um nanotubo de carbono (INOVAÇÃO TECNOLÓGICA, 2006).

## 2.7 Métodos de Síntese de Nanotubos de Carbono

O fato dos nanotubos não serem muito utilizados em materiais compósitos tem como um dos motivos o seu custo, que depende do tipo, do método de síntese e dos níveis de purificação. O mecanismo de síntese e crescimento dos nanotubos de carbono resultam em materiais com diferentes graus de pureza. Seu entendimento resulta na melhoria dos processos de síntese e na obtenção de materiais mais puros,

que por sua vez reduz a necessidade de pós-tratamentos diminuindo seu custo final (VAISMAN; VAGNER; MARON, 2006).

Os NTCPS e os NTCPM, são produzidos a partir do mesmo método, porém para se obter NTCPS é necessário controlar com mais cautela os parâmetros de produção e purificação. Estes também são produzidos em quantidade bem menor que os NTCPM, o que torna seu custo mais elevado.

A formação dos NTCs é dada na tentativa de minimizar o excesso de energia dos átomos que se encontram na periferia da folha de grafeno. Quando é assumido um plano de grafeno com poucos átomos, cerca de 30 a 100 átomos, a concentração de energia relativa da borda para os átomos internos é consideravelmente grande. Este excesso de energia obriga o material a encontrar alguma opção para minimizá-la, a formação de tubos fechados é uma delas. (BATISTON, 2012).

Existem vários métodos para produzir nanotubos de carbono, dentre eles destacam-se três, a ablação por laser, a descarga de arco e a deposição química a vapor (CVD). Cada método possui suas próprias características que resulta na formação de nanotubos com estrutura e pureza diferentes.

As primeiras técnicas utilizadas nos processos para produção de nanotubos de carbono foram a de ablação por laser e arco corrente. Essas técnicas permitem produzir tanto NTCPS quanto NTCPM e seguem sendo empregadas até hoje.

O método de síntese por arco produz nanotubos em larga escala, entretanto, também é produzida uma elevada quantidade de partículas indesejadas e carbono amorfo que demandam um processo de purificação para obtenção dos nanotubos. Este método tem princípios relativamente simples, onde dois eletrodos de grafite são aproximados e um arco elétrico é formado entre eles. A temperatura do plasma gerado pelo arco elétrico atinge cerca de 3000°C e vaporiza o carbono dos eletrodos. Em seguida a este processo, os átomos de carbono começam a se acumular no cátodo, e na presença de metais catalisadores inicia-se o crescimento dos nanotubos de carbono (ROCHA, 2005).

A ablação a laser baseia-se em vaporizar um eletrodo de grafite fazendo uso de laser de alta potência. O gás rico em carbono é contido por um invólucro de quartzo aquecido e os nanotubos se depositam nas regiões mais frias do equipamento, nas paredes do reator e no coletor. Embora o custo de produção ser maior que no método de descarga por arco, a ablação por laser produz menos subprodutos diminuindo a necessidade de purificação posterior (MARCHIORI, 2007).

A CVD utiliza gás rico em carbono, para produção de nanotubos de carbono. Este gás é decomposto a temperaturas em torno de 500°C. Este método possibilita o crescimento de nanotubos alinhados ao substrato permitindo um maior controle sobre os parâmetros de crescimento. Esta técnica é bastante empregada devido à alta produção e menor necessidade de purificações posteriores (MARCHIORI, 2007). Entretanto, os nanotubos sintetizados por CVD apresentam maior quantidade de defeitos o que pode restringir algumas aplicações potenciais.

Embora os nanotubos de carbono produzidos pelo processo CVD apresentem mais defeitos estruturais do que os produzidos por arco corrente e ablação a laser há vantagem em dar seguimento em seu uso, uma vez que esta técnica permite uma produção contínua em larga escala e possibilita o crescimento seletivo com estruturas controladas (HU et al., 2006). Os NTC que serão utilizados nesta pesquisa foram produzidos a partir deste processo.

## **2.8 Dispersão de Nanotubos de Carbono em Matrizes Cimentícias**

A adição de nanotubos de carbono em matrizes cimentícias é uma opção para melhorar algumas características de resistência e alterar seu comportamento térmico e elétrico. Contudo, para que os resultados sejam otimizados é necessário garantir uma distribuição uniforme na matriz.

O procedimento de funcionalização consiste em incorporar moléculas específicas à superfície dos nanotubos. Hu et al. (2006) relatam que, durante esse processo, são incorporados radicais como as carboxilas (-COOH) ou as hidroxilas (-OH). As ligações moleculares são beneficiadas por esses grupos funcionais. Os NTC modificados apresentam aumento da solubilidade em solventes orgânicos, o que sugere uma melhor dispersão durante o processo de mistura.

No trabalho realizado por Makar e Beaudoin (2003) foram indicados dois métodos para melhorar a dispersão dos NTC na matriz cimentícia. O primeiro refere-se à agitação dos NTC em água na presença de superplastificante. Enquanto o segundo, baseia-se na utilização de uma solução de NTC dispersos em etanol, na qual foi acrescentada certa quantidade de cimento seguido por agitação da mistura. O etanol foi evaporado e o material que restou foi analisado.

No experimento realizado por Wansom et al. (2006) para dispersar os NTC foi utilizado uma solução de água e superplastificante a base de policarboxilato. Essa

solução foi agitada manualmente por 2 minutos, em seguida colocada em um aparelho de ultrassom por 5 minutos para posteriormente ser adicionado ao cimento portland tipo I, que foi misturado ainda seco com metilcelulose, para então serem moldados os corpos de prova. Neste experimento os autores conseguiram incorporar até 1% em volume de NTC em relação ao cimento em pasta com relação água cimento fixada em 0,45.

O procedimento de funcionalização empregado por Kowald (2004) foi a oxidação pela exposição dos NTC a mistura de ácido nítrico e sulfúrico seguida pela dispersão em água com um aditivo superplastificante a base de policarboxilato.

Li, Wang e Zhao (2005), (2007) e Batiston (2007) também utilizaram este mesmo método de funcionalização, que apresentou melhorias da dispersão dos nanotubos na água de amassamento e na matriz cimentícia.

Esumi et al. (1995), em seus primeiros estudos sobre o tratamento de NTC com ácido, concluiu que o uso de uma mistura de ácido nítrico e sulfúrico é mais eficiente devido à um maior poder de oxidação, quando comparado ao uso apenas de ácido nítrico.

O processo de tratamento para funcionalização dos NTC com mistura dos ácidos  $H_2SO_4$  e  $HNO_3$  é bastante difundido. Diversos autores valeram-se deste método para aperfeiçoar a dispersão dos NTCs nas matrizes cimentícias (MARSHALL; SIMINA; JOSEPH, 2006; LI et al., 2005). O tratamento dos nanotubos utilizando ácidos difere apenas nos tempos de exposição ao ultrassom. Os autores sugerem a mistura de dois tipos de ácido, o sulfúrico e o nítrico, nas proporções de 3:1 respectivamente.

## **2.9 Uso de Nanotubos de Carbono na Construção Civil**

Na Engenharia civil algumas pesquisas estão sendo direcionadas para o desenvolvimento de produtos destinados à construção civil, como o concreto, revestimentos e argamassas. O principal objetivo dessas pesquisas é o desenvolvimento de produtos mais resistentes, leves, flexíveis e condutores elétricos ou semicondutores.

Makar e Beaudoin (2003) foram os primeiros pesquisadores a publicar sobre a produção de compósitos NTC/cimento, por onde a incorporação dos NTCs foi analisada por meio de microscopia eletrônica. Apesar de não apontar resultados de ensaios mecânicos, estes autores ressaltam como principais vantagens no uso de

NTC em comparação as fibras tradicionais a sua grande resistência, o aumento do fator de forma, e o seu diâmetro reduzido, que seriam responsáveis pela distribuição mais uniforme dos esforços mecânicos, além de aumentar a área de contato fibra/matriz melhorando a ligação das fibras na matriz.

O NTC, por apresentar grande capacidade de resistência à tração, pode se tornar um importante componente na fabricação de concretos e argamassas que requeiram bom desempenho na referida propriedade. Além disso, essas nanopartículas se comportam como fibras que unem um grão ao outro, contribuindo para a redução da segregação e a minimização de fissuras (MELO, 2009).

Makar, Margeson e Luh (2005) relatam que os nanotubos também têm influência no controle da fissuração, uma vez que, por seu tamanho e proporções inseridas à matriz, eles se distribuem de forma mais eficiente em relação as fibras frequentemente utilizadas como reforço. Segundo os autores, a propagação de fissuras é interrompida de modo muito mais rápido em uma matriz contendo nanotubos, contribuindo para que as fissuras geradas apresentem aberturas menores. Dessa forma, espera-se que os reforços com NTC produzam compósitos mais resistentes e rígidos quando comparados com os materiais tradicionais usados para tal finalidade.

Deve-se ressaltar que, para o melhor comportamento dos nanotubos em matrizes de cimento, é necessária uma correta homogeneização da mistura, a fim de se obter uma dispersão mais homogênea dos NTCs no produto final.

A dispersão de nanotubos é muito mais complexa do que apenas misturar o pó de NTC ao líquido utilizado, pois os NTCs tendem a se juntar após a purificação devido às forças de Van der Waals, ocasionando mudanças na distribuição da matriz.

Na Tabela 1 abaixo, estão dispostos alguns resultados já encontrados por alguns autores a respeito da adição de NTCs em argamassas e as mudanças em suas propriedades mecânicas.

Tabela 1 – Resultados encontrados a respeito da adição de NTC

<b>Autores</b>	<b>Teor de NTC (%)</b>	<b>Material a/c</b>	<b>Resistência à compressão axial</b>	<b>Resistência à tração na flexão</b>
Li, Wang e Zhao (2005)	0,5	Argamassas a/c=0,45	19%	25%
Batiston (2007)	Até 0,5	Pasta a/c=0,45	22%	5%

Cwirzen et al (2008)	Até 0,15	Argamassas a/c=0,25 - 0,4	50%	10%
Musso et al (2009)	0,5	Argamassas a/c=0,40	17%	9%
Melo (2009)	Até 0,8	Argamassas a/c=0,48	22%	35%
Lemes (2016)	0,25, 0,30 e 0,50	Argamassas a/c=0,48	3,66%	19,67%

Fonte: Adaptado de Gleize (2011)

A Tabela 1 mostra que todos os pesquisadores observaram que a adição de NTCs melhorou algumas propriedades mecânicas das argamassas, como a resistência à compressão axial e à tração na flexão. Entretanto, observa-se uma variação na porcentagem de melhoria das propriedades mecânicas, devido as diferentes porcentagens de adição de nanotubos e o método de dispersão utilizado por cada autor.

## 2.10 Nanotubos de Carbono no Brasil

No Brasil, o uso de nanotubos de carbono em argamassas e concretos está sendo mais explorado nos últimos anos. Grande parte da produção de nanotubos de carbono no país ainda está limitada aos laboratórios, entretanto, o produto final já é indicado como o ideal para obras de infraestrutura e construções submarinas, devido à baixa porosidade.

O Laboratório de Nanomateriais do Departamento de Física da UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais) desenvolveu um método em que os nanotubos são gerados a partir da produção do cimento Portland. Através desse método percebeu-se que o clínquer, componente básico do cimento Portland, é um agente fértil para a geração de nanotubos.

Atualmente os pesquisadores concentram os estudos em duas vertentes que possuem grandes demandas em setores estratégicos da indústria. A primeira está relacionada ao setor de Petróleo e Gás, com a aplicação do cimento Classe G nanoestruturado na cimentação de poços. Já a segunda está relacionada com a aplicação de cimentos nanoestruturados na Construção Civil, potencializando os cimentos mais empregados nesse setor, além de contribuir indiretamente com a cadeia sustentável de produção e aplicação desses materiais.

O cimento nanoestruturado ainda não chegou ao mercado devido ao alto custo de sua produção. Quando as pesquisas começaram, comparativamente um saco de 50 quilos não saía por menos de mil vezes mais do que uma embalagem do produto convencional. Os estudos atualmente são para melhorar esta relação custo-benefício.

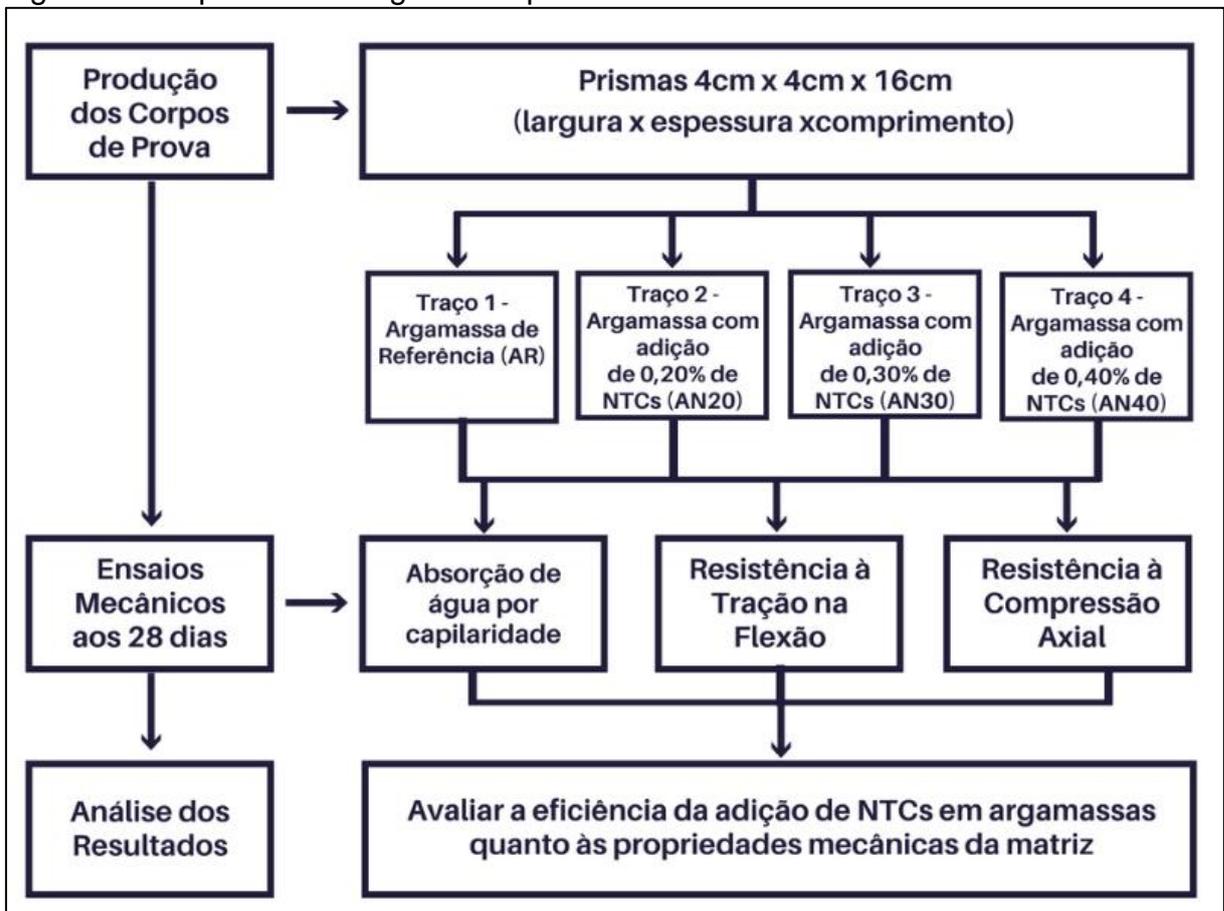
### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O programa experimental dessa pesquisa é apresentado na Figura 9 e está dividido em quatro etapas distintas. A primeira etapa corresponde a caracterização dos materiais que foram utilizados na pesquisa. A dosagem, mistura, moldagem e cura das argamassas foram realizadas na segunda etapa. Na terceira etapa, foram analisadas as argamassas no seu estado fresco, com os ensaios de índice de consistência, densidade de massa e teor de ar incorporado.

Por fim, a quarta etapa diz respeito a caracterização das argamassas no estado endurecido através de ensaios mecânicos para a determinação da resistência à compressão simples e a resistência à tração na flexão. Também foram realizados ensaios complementares como absorção de água por capilaridade e investigação da microestrutura através da microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Para realizar todas as etapas descritas acima, foram utilizados os Laboratórios da Universidade Federal do Pampa, campus Alegrete/RS.

Figura 6 - Esquema do Programa Experimental



Fonte: Elaboração Própria

### 3.1 Materiais

Neste tópico estão apresentadas as características dos materiais utilizados na confecção das argamassas de acordo com o programa experimental deste trabalho.

#### 3.1.1 Cimento Portland CP V-ARI

O cimento utilizado foi o CP V-ARI com especificações da norma brasileira NBR 5733, da marca Itambé. Suas características químicas e físicas fornecidas pelo fabricante estão apresentadas na Tabela 2.

A escolha do cimento utilizado foi baseada nos estudos de Chaipanich et al, (2010). O referido estudo diz que este cimento minimiza os retardamentos de pega, quando há o emprego de aditivo. Além disso, contém maior quantidade de clínquer e não possui adições pozolânicas, uma vez que materiais pozolânicos podem interagir com os NTCs e interferir nos resultados. Além disso, para comparar os resultados deste estudo com a bibliografia, optou-se por utilizar o mesmo tipo de cimento.

Tabela 2 - Composição do Cimento CP V-ARI

<b>Ensaio Químicos</b>			
Ensaio	Unidade	Resultados	Exigências
Óxido de Magnésio - MgO	%	4,02	≤6,5
Trióxido de Enxofre - SO <sub>3</sub>	%	3,21	≤4,5
Perda ao Fogo	%	3,34	≤4,5
Resíduo Insolúvel	%	0,72	≤1
<b>Ensaio Físicos</b>			
Ensaio	Unidade	Resultados	Exigências
Expansibilidade à quente	mm	0,27	≤5,0
Início de Pega	min	193	≥60
Fim de Pega	min	240	≤600
Água de consistência normal	%	29,8	não aplicável
Área específica (Blaine)	cm <sup>2</sup> /g	4.374	≥3.000
Índice de finura - # 200	%	0,04	≥6,0
<b>Resistência à Compressão</b>			
Ensaio	Unidade	Resultados	Exigências
Resistência à Compressão - 1 dia	MPa	23	≥14
Resistência à Compressão - 3 dias	MPa	37,7	≥24
Resistência à Compressão - 7 dias	MPa	45,2	≥34
Resistência à Compressão - 28 dias	MPa	54,6	não aplicável

Fonte: Dados fornecidos pela empresa Itambé

### 3.1.2 Areia

A areia utilizada neste estudo é de origem natural, oriunda do rio Tietê e que obedece às especificações da NBR 7214/82. Este material é comercializado em embalagens de 25kg, separados em frações granulométricas, de acordo com a abertura de malha das peneiras normatizadas. A composição da areia média se deu a partir da pesagem da porcentagem das frações de material retido na peneira com abertura de malha de #2,36mm, caracterizada como maior partícula da mistura, atendendo os limites da zona ótima de utilização.

O agregado foi caracterizado de acordo com o procedimento recomendado pela NBR NM 248 (ABNT, 2003): Agregados – Determinação da composição granulométrica. Para a realização do ensaio de massa específica foi seguida a norma NBR NM 52 (ABNT, 2009): Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente. A Tabela 3 apresenta a composição granulométrica do agregado miúdo e a sua massa específica.

Tabela 3 - Caracterização do Agregado Miúdo

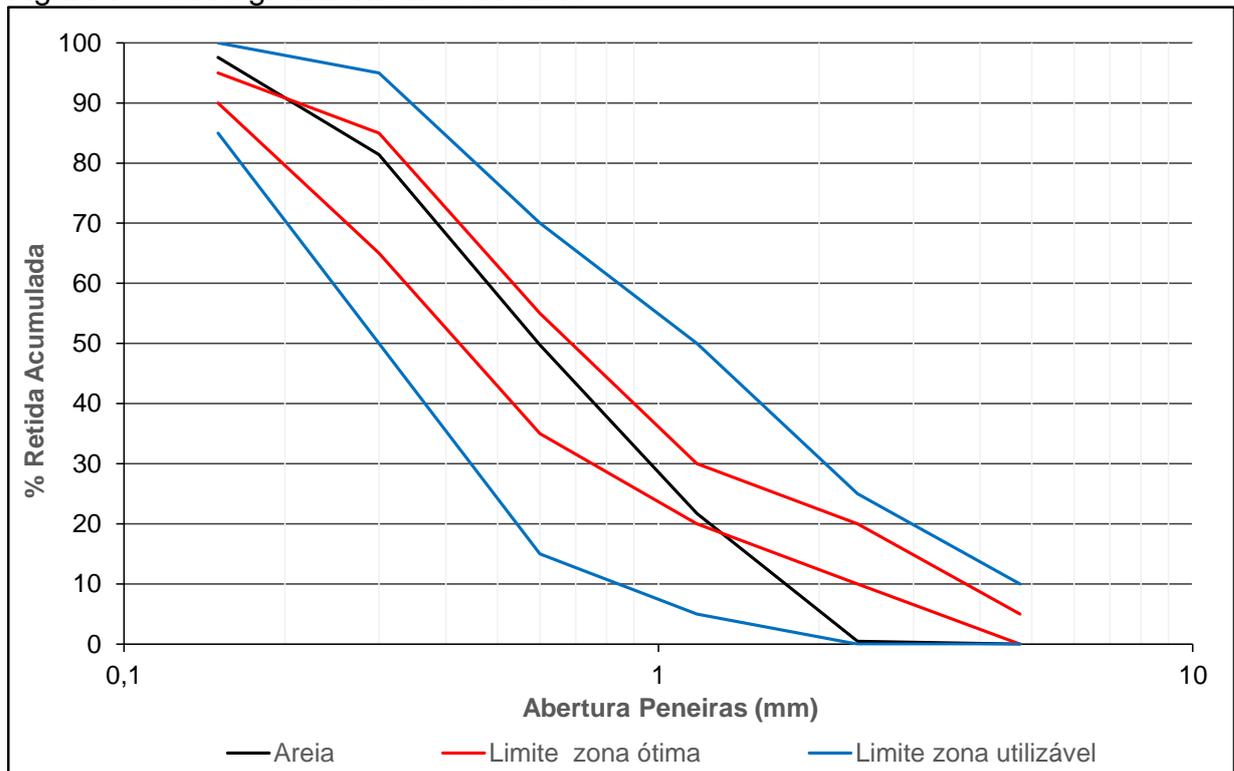
Abertura das peneiras (mm)	% Retida	% Retida Acumulada
9,5	0	0
6,3	0	0
4,75	0	0
2,36	0,46	0,46
1,18	21,24	21,71
0,6	28,05	49,76
0,3	31,64	81,40
0,15	16,15	97,56
Fundo	2,44	100,00
Total	100	-
Diâmetro máximo (mm)		2,36
Módulo de Finura		2,51
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )		2,63

Fonte: Elaboração Própria

De acordo com a NBR 7211, o módulo de finura da zona ótima varia de 2,20 a 2,90. Portanto, pode-se comprovar que o valor de 2,51 obtido para a areia empregada neste trabalho está dentro dos limites estabelecidos.

A Figura 10 apresenta a curva granulométrica da areia utilizada.

Figura 7 - Curva granulométrica da areia



Fonte: Elaboração Própria

### 3.1.3 Água

A água utilizada na mistura das argamassas é proveniente da rede pública de distribuição de água potável do município de Alegrete, fornecida pela CORSAN – Companhia Riograndense de Saneamento.

### 3.1.4 Aditivo

O aditivo incorporado na mistura das argamassas foi um superplastificante baseado em uma cadeia éter policarboxílico modificado. Este, atua como dispersante do material cimentício, propiciando alta redução do consumo de água, aumentando a trabalhabilidade da argamassa sem alteração do tempo de pega.

A diferença deste aditivo em comparação com outros superplastificantes tradicionais (à base de naftaleno sulfonato ou melamina sulfonada) é o tipo de

mecanismo de ação, que melhora sensivelmente a dispersão das partículas de cimento. Os polímeros tradicionais normalmente são absorvidos pelas partículas de cimento, e estes recobrem a superfície das partículas no processo de mistura do concreto.

Este aditivo é compatível com todos os tipos de cimento Portland e é comercializado como Glenium 51. O aditivo foi doado pela empresa EPT - Engenharia e Pesquisas Tecnológicas S. A.

As especificações técnicas do aditivo estão apresentadas na Tabela 4 a seguir.

Tabela 4 - Dados técnicos do aditivo

<b>Dados Técnicos</b>			
Função	Aditivo super plastificante de terceira geração		
Base Química	Éter policarboxílico		
Aspecto	Líquido		
Cor	Branco Turvo		
Ação secundária	Redutor de água		
Solubilidade em água	Total		
<b>Teste</b>	<b>Método BASF</b>	<b>Especificação</b>	<b>Unidade</b>
Aparência	TM 761B	Líquido branco turvo	Visual
pH	TM 112B	5-7	-
Densidade	TM 103B	1,067-1,107	g/cm <sup>3</sup>
Sólidos	TM613B	28,5-31,5	%
Viscosidade	TM 117	<150	cps

Fonte: Dados fornecidos pela empresa BASF

### 3.1.5 Nanotubos de Carbono

Os nanotubos de carbono utilizados neste estudo não passaram por nenhum tipo de tratamento superficial. Estes, foram adquiridos da empresa Timesnano, localizada na China. Trata-se de nanotubos de carbono de paredes múltiplas, sintetizados pelo método de deposição química a vapor ou também conhecida como CVD – Chemical Vapor Deposition. A Figura 8 mostra o aspecto físico deste material.

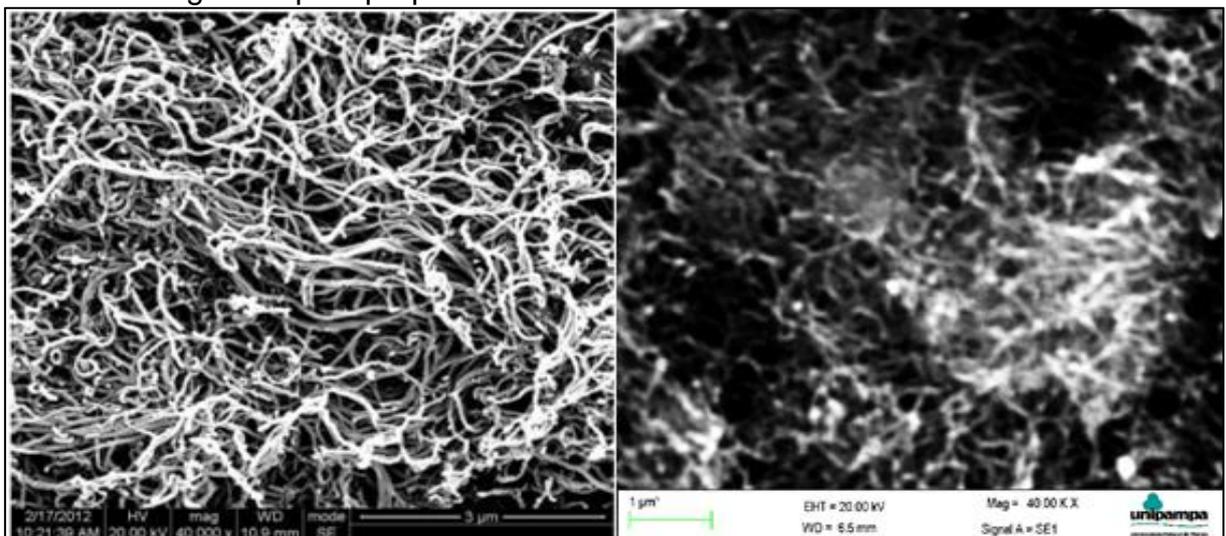
Figura 8 - Nanotubos de Carbono



Fonte: Elaboração Própria

Comercialmente o produto é especificado com o nome de TNIM4. A Figura 9 mostra a imagem deste material com o emprego da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A Figura 9 (a) apresenta a imagem de MEV fornecida pela empresa Timesnano, enquanto a Figura 9 (b) ilustra a imagem de MEV gerada no laboratório de microscopia da Universidade Federal do Pampa, campus Alegrete/RS.

Figura 9 – (a) Imagem dos NTCPM fornecida pela empresa Timesnano; (b) Imagem dos NTCPM gerada pelo próprio autor



(a)

(b)

Fonte: Empresa Timesnano

As características dos NTCs utilizados neste estudo são apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 - Características do Nanotubo de Carbono

<b>Características do Nanotubo de Carbono</b>	
Pureza (%)	90
Diâmetro Externo (nm)	10 a 30
Diâmetro Interno (nm)	5 a 10
Comprimento ( $\mu\text{m}$ )	10 a 30
Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2,1
Fator de Forma (L/d)	300 a 1000
Área Superficial ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	>140
Condutividade Elétrica (s/cm)	>100
Coloração	Preto

Fonte: Dados fornecidos pela empresa Timesnano

### **3.2 Procedimento de dosagem, mistura, moldagem e cura das argamassas**

Para o desenvolvimento do programa experimental foi estabelecido um traço de referência de argamassa (sem adição de NTC), para permitir a comparação deste com argamassas com adição de NTC.

O traço de argamassa padrão (traço em massa) foi fixado em 1:3 (cimento: areia) e com relação água/cimento de 0,48, de acordo com as prescrições da NBR 7215 (1997). O teor de NTC utilizado foi de 0,20%, 0,30% e 0,40% em relação à massa de cimento.

A relação água/cimento foi fixada em 0,48 para todos os traços, para que a quantidade de água não interfira na futura comparação dos traços. Para garantir a plasticidade das misturas foi utilizado aditivo químico com teor de 0,7% em relação à massa de cimento.

O teor de nanotubos de carbono (NTC), foi definido de acordo com a análise dos resultados de Melo (2009). Este autor notou que a resistência mecânica em todas as idades analisadas, a mistura de 0,30% de NTC apresentou os melhores resultados quando comparado às maiores porcentagens de adição. Por isso, decidiu-se confeccionar argamassas com teores superiores e inferiores a 0,30%.

Para ser possível avaliar o comportamento de argamassas com a adição dos nanotubos em relação a uma argamassa de referência, serão confeccionadas argamassas com quatro traços diferentes:

- Traço 1: cimento + areia + água + aditivo;
- Traço 2: cimento + areia + água + aditivo + 0,20% NTC;
- Traço 3: cimento + areia + água + aditivo + 0,30% NTC;
- Traço 4: cimento + areia + água + aditivo + 0,40% NTC;

O traço e a nomenclatura utilizada para a identificação das argamassas estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Nomenclatura das dosagens das argamassas

Nomenclatura	Cimento	Areia	NTC (%)	a/c	Aditivo (%)
AR	1	3	-	0,48	0,7
AN20	1	3	0,2	0,48	0,7
AN30	1	3	0,3	0,48	0,7
AN40	1	3	0,4	0,48	0,7

**AR:** argamassa de referência (sem nanotubos);

**AN20:** argamassa contendo NTCs no teor de 0,20% do peso do cimento;

**AN30:** argamassa contendo NTCs no teor de 0,30% do peso do cimento;

**AN40:** argamassa contendo NTCs no teor de 0,40% do peso do cimento.

Fonte: Elaboração Própria

### 3.2.1 Mistura da argamassa de referência (AR)

Para preparação da argamassa de referência (AR) foram seguidas as recomendações da NBR 13276 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura e determinação do índice de consistência, para a realização deste procedimento foi utilizado um misturador mecânico, ilustrado na Figura 10, conforme indicado na NBR 7215 (ABNT, 1997): Cimento Portland - Resistência à Compressão.

Figura 10- Misturador Mecânico



Fonte: Elaboração Própria

A mistura dos materiais para a produção da argamassa de referência seguiu a sequência descrita a seguir:

- Primeiramente foi colocado toda a quantidade de água e aditivo na cuba de alumínio. Em seguida, foi adicionado o cimento. Durante a mistura desses materiais no misturador, a velocidade foi baixa por 30 segundos.
- A seguir, foi acrescentado à mistura a areia no decorrer de 30 segundos e foi aumentado a velocidade do misturador de baixa para alta, misturando-se todos os insumos por mais 30 segundos.
- Após este tempo, foi desligado o misturador por 1 minuto e 30 segundos, retirando todo o material que ficou aderido à pá e às paredes da cuba. Imediatamente, após este intervalo, o misturador foi ligado na velocidade alta por mais 1 minuto.

### 3.2.2 Mistura das argamassas com adição de Nanotubos de Carbono (NTCs)

Os NTCs foram adicionados à argamassa em forma de dispersão aquosa, para aumentar sua eficiência, baseado na metodologia e no procedimento adotado por MARCONDES (2012) e LEMES (2016) que constataram a importância que a dispersão possui na redução do desvio padrão entre as amostras ensaiadas por eles.

A dispersão dos NTCs foi realizada por meio da utilização do equipamento que é comercialmente encontrado pelo nome de lavadora ultrassônica, modelo USC-1400A, com frequência ultrassônica de 40kHz e ciclo de operação de até 30 minutos, ilustrado na Figura 11.

Figura 11- Aparelho de Ultrassom de imersão



Fonte: Elaboração Própria

O procedimento adotado para realizar a dispersão foi o método indireto, que consiste em adicionar água no equipamento e acondicionar béqueres com a solução a ser dispersa no seu interior.

A dispersão foi feita com água, 0,7% de aditivo superplastificante e a porcentagem de adição de NTC de cada mistura (0,20%, 0,30% ou 0,40%). Após a pesagem de todos os materiais, a fim de evitar perda de aditivo superplastificante, a água foi despejada primeiramente no béquer que continha aditivo e os NTC foram adicionados na sequência, como mostra a Figura 12.

Figura 12 - Materiais utilizados na dispersão dos NTC



Fonte: Elaboração Própria

Em seguida, o béquer com a mistura foi colocado no ultrassom de imersão, ilustrado na Figura 13. Durante o processo, quando a temperatura da água excedeu 30°C, foi trocado a água de dentro do aparelho devido ao aumento da temperatura. A dispersão permaneceu no ultrassom por duas horas e quinze minutos.

Figura 13 – Processo de dispersão da solução



Fonte: Elaboração Própria

Na Figura 14 estão ilustradas duas imagens da solução de água, aditivo e NTCs. A imagem da Figura 14 (a) mostra o instante antes do início do processo de dispersão e na imagem da Figura 14 (b), imediatamente após as 2 horas e 15 minutos de aplicação das ondas, no processo de dispersão. Percebe-se que após o término da dispersão, o aspecto da solução encontra-se mais homogêneo.

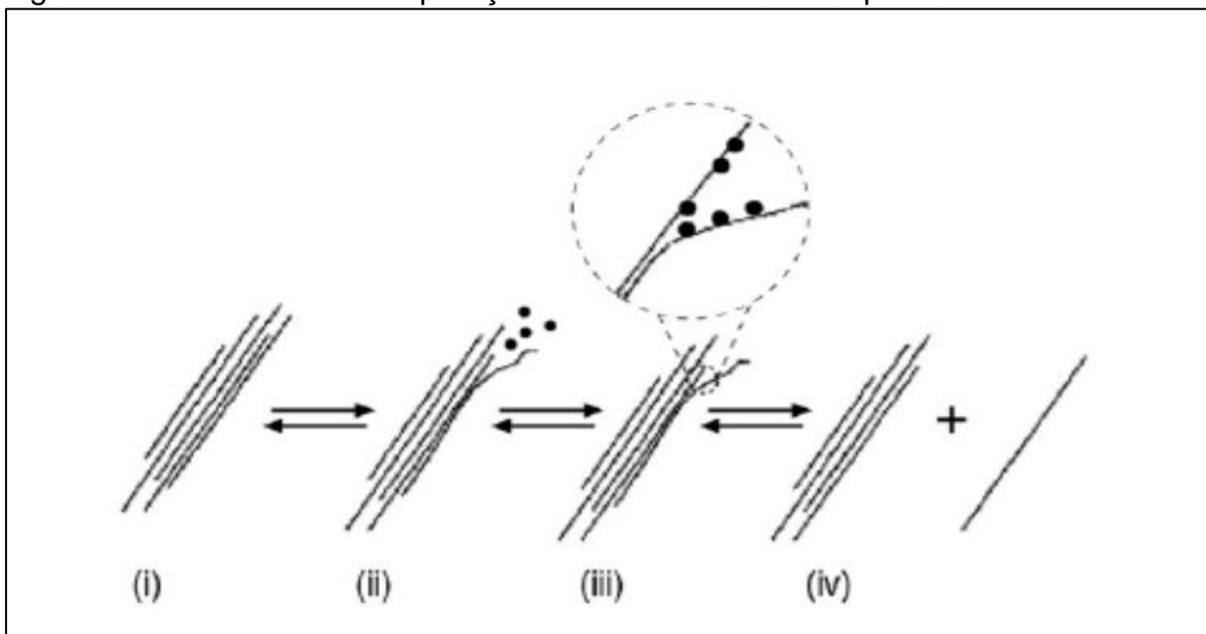
Figura 14 – Dispersão dos NTCs: (a) Solução antes da dispersão; (b) Solução após a dispersão



Fonte: Elaboração Própria

O ultrassom tem papel fundamental na dispersão dos nanotubos de carbono. Ele atua criando uma tensão de cisalhamento entre os NTCs, facilitando a entrada do tensoativo entre os mesmos, e conseqüentemente a sua separação, de acordo com a exemplificação da Figura 15.

Figura 15 - Mecanismo de separação dos NTCs em uma dispersão com tensoativo



Fonte: VAISMAN et al.,(2006)

Após o término da dispersão da solução, os processos para a produção das argamassas com NTC seguem os mesmos empregados nas argamassas de referência (AR).

### 3.2.3 Moldagem e cura dos corpos de prova

Em cada moldagem, para cada tipologia de traços, foram moldados seis corpos de prova prismáticos, para os ensaios de absorção, resistência à tração na flexão e à compressão simples para a idade de 28 dias.

Para a realização destes ensaios foram utilizados moldes prismáticos metálicos com dimensões de (4x4x16) cm, que formam três compartimentos acoplados, servindo de moldes para três corpos de prova (CP's).

A moldagem dos CP's foi realizada de acordo com os procedimentos estabelecidos pela NBR 13279 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e compressão.

A desforma dos corpos de prova foram realizadas após 48 horas. Em seguida, os corpos de provas prismáticos foram submetidos a cura ao ar.

### 3.3 Caracterização das argamassas no estado fresco

Neste tópico, nos itens 3.3.1 e 3.3.2 é apresentada a caracterização das argamassas no estado fresco, de acordo com o programa experimental deste trabalho.

#### 3.3.1 Índice de consistência

Após a preparação da argamassa no misturador, foi realizado o ensaio para a determinação do índice de consistência das argamassas, seguindo as recomendações da NBR 13276 (ABNT, 2005): Argamassa para Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos – Preparo da Mistura e Determinação do Índice de Consistência.

Para este ensaio foi utilizada a mesa de consistência, o molde troncônico e o soquete, que estão ilustrados na Figura 16.

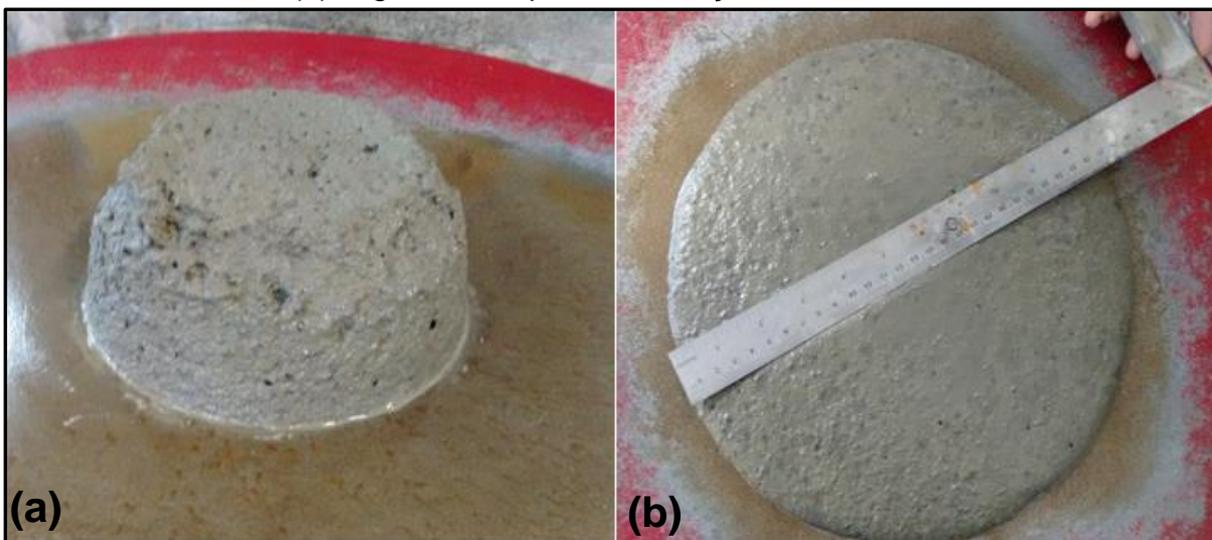
Figura 16 - Mesa de consistência



Fonte: Elaboração Própria

Posteriormente à realização da mistura da argamassa, encheu-se o molde troncônico sobre a mesa de consistência. Em seguida, o molde troncônico foi retirado e então foi acionada a manivela, de modo que a mesa subisse e caísse 30 vezes, uma queda por segundo de maneira uniforme. A Figura 17 (a) ilustra a argamassa instantes antes de acionar a manivela e a Figura 17 (b), imediatamente após a realização do ensaio.

Figura 17- Índice de consistência: (a) Estado da argamassa instantes antes de acionar a manivela; (b) Argamassa após a realização do ensaio



Fonte: Elaboração Própria

O ensaio de consistência foi realizado para avaliar a influência da adição dos NTCs nas argamassas no estado fresco. Dessa forma, a relação água/cimento foi fixada em 0,48 para não influenciar nos resultados.

### 3.3.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado

O ensaio de teor de ar incorporado foi executado conforme os procedimentos estabelecidos pela NBR 13278 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado.

A densidade de massa foi calculada de acordo com a Equação 1.

$$d = \frac{m_c - m_v}{v_r} 1000 \quad \dots(1)$$

Onde:

$m_c$  = Massa do recipiente cilíndrico contendo a argamassa do ensaio, em gramas;

$m_v$  = Massa do recipiente cilíndrico vazio, em gramas (g);

$v_r$  = Volume do recipiente cilíndrico, em centímetros cúbicos (cm<sup>3</sup>).

A partir do resultado da determinação da densidade de massa, é possível calcular o teor de ar incorporado, através da Equação 2.

$$A = 100 \left( 1 - \frac{d}{d_t} \right) \quad \dots(2)$$

Onde:

$d$  = Densidade de massa da argamassa, em gramas por centímetro cúbico (g/cm<sup>3</sup>);

$d_t$  = Densidade de massa teórica da argamassa em gramas por centímetro cúbico (g/cm<sup>3</sup>).

Para argamassas dosadas e preparadas em obra, a densidade de massa teórica deve ser calculada pela Equação 3.

$$d_t = \frac{\sum m_i}{\sum \frac{m_i}{\gamma_i}} \quad \dots(3)$$

Sendo:

$m_i$  = Massa seca de cada componente da argamassa, mais a massa da água;

$\gamma_i$  = Massa específica de cada componente da argamassa.

### 3.4 Caracterização das argamassas no estado endurecido

Nesta seção, nos itens 3.4.1 ao 3.4.4 é apresentada a caracterização das argamassas no estado endurecido, de acordo com o programa experimental deste trabalho.

#### 3.4.1 Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção foi executado de acordo com a NBR 15259 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos –

Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade. Para a realização deste ensaio foram utilizados seis corpos de prova para cada traço, ensaiados na idade de 28 dias.

No dia anterior ao ensaio, teve-se o cuidado de impermeabilizar as laterais dos corpos-de-prova com verniz. Este procedimento foi realizado para evitar que eventuais respingos de água, durante a realização do ensaio, interferissem nos resultados.

Para dar início ao ensaio, primeiramente, foi determinada a massa inicial em gramas de cada corpo-de-prova, estes foram posicionados com a face quadrada sobre o suporte no recipiente de ensaio. O nível de água permaneceu constante a  $(5 \pm 1 \text{ mm})$  acima da face em contato com a água. A Figura 18 a seguir, ilustra uma das etapas de execução deste ensaio.

Figura 18- Ensaio de absorção de água por capilaridade



Fonte: Elaboração Própria

A partir da colocação dos corpos-de-prova, em contato com a água, foi determinada a massa de cada corpo-de-prova, em gramas, aos 10 minutos ( $m_{10}$ ), aos 60 minutos ( $m_{60}$ ) e aos 90 minutos ( $m_{90}$ ). Após completada a pesagem em cada período, os corpos-de-prova retornaram imediatamente ao recipiente de ensaio.

A absorção de água por capilaridade foi calculada de acordo com a Equação 4 a seguir.

$$A_t = \frac{m_t - m_0}{16} \quad \dots(4)$$

Onde:

$A_t$  = Absorção de água por capilaridade, para cada tempo, em gramas por centímetro quadrado (g/cm<sup>2</sup>);

$m_t$  = Massa do corpo-de-prova em cada tempo, em gramas (g);

$m_0$  = Massa inicial do corpo-de-prova, em gramas (g).

16 = Área do corpo-de-prova, em centímetros quadrados (cm<sup>2</sup>).

O coeficiente de capilaridade (C) é igual ao coeficiente angular da reta que passa pelos pontos representativos das determinações realizadas aos 10 e 90 minutos, considerando-se como:

- Abscissa: a raiz do tempo, em minutos (min);
- Ordenada: a absorção de água por capilaridade, em gramas por centímetro quadrado (g/cm<sup>2</sup>).

O resultado para cada corpo-de-prova foi calculado de acordo com a Equação 5, abaixo.

$$C = (m_{90} - m_{10}) \quad \dots(5)$$

Onde:

C = é o coeficiente de capilaridade em gramas por decímetro quadrado pela raiz quadrada de minuto (g/dm<sup>2</sup>.min<sup>1/2</sup>).

O ensaio de absorção de água por capilaridade foi realizado com o intuito de obter algum indicativo em relação ao preenchimento dos vazios da argamassa, devido a adição de NTCs.

### 3.4.2 Resistência à tração na flexão

O ensaio de resistência à tração na flexão foi executado de acordo com os procedimentos descritos na NBR 13279 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão.

Para a realização deste ensaio, após 28 dias, seis corpos de prova prismáticos (4x4x16 cm), foram submetidos ao ensaio de tração na flexão. A seção 4x4 cm do

corpo de prova foi apoiada no equipamento do ensaio e recebeu uma carga de  $50 \pm 10 \text{ N/s}$  até a ruptura. O cálculo da resistência à tração na flexão foi realizado através da Equação 6.

$$R_f = \frac{1,5F_f L}{40^3} \quad \dots(6)$$

Onde:

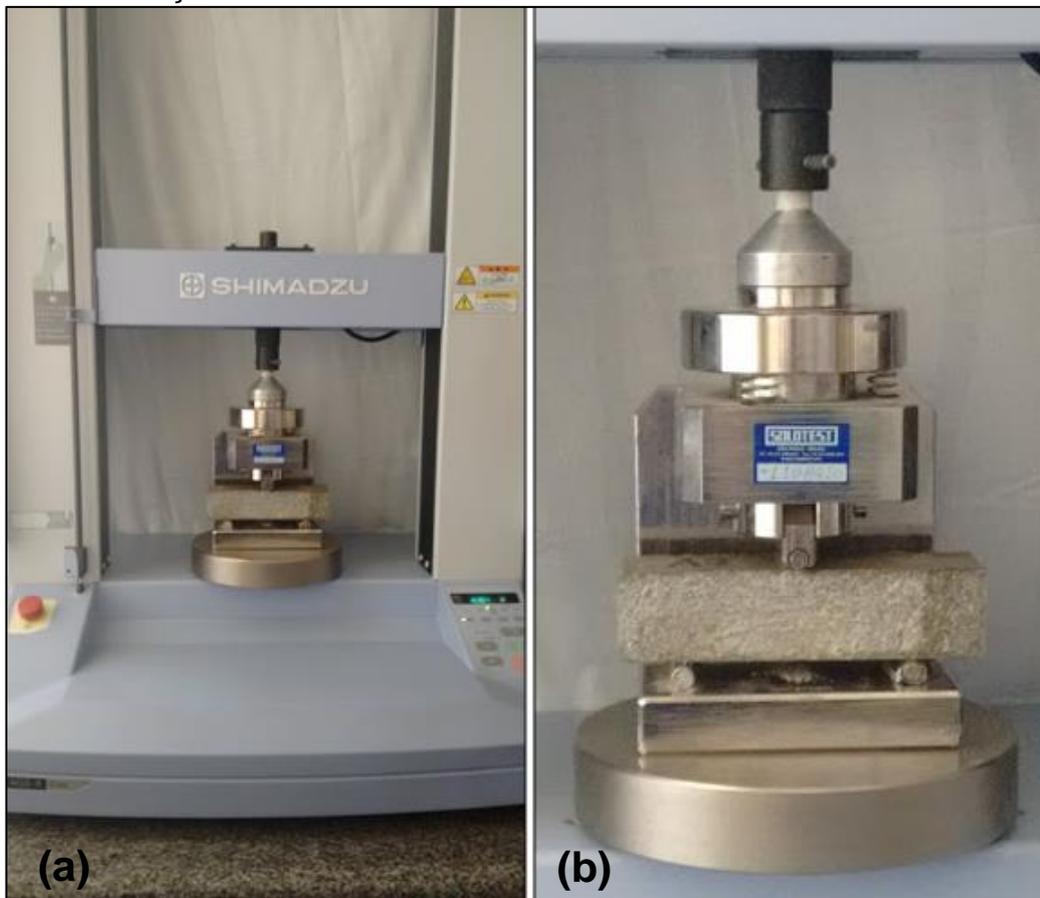
$R_f$  = Resistência à tração na flexão, em megapascal (MPa);

$F_f$  = Carga aplicada verticalmente no centro do prisma, em newtons (N);

$L$  = Distância entre os suportes, em milímetros (mm).

A Figura 19 apresenta o equipamento utilizado para a realização do ensaio, sendo este da marca SHIMADZU com capacidade de carga máxima de 5KN e velocidade de 1 mm/minuto.

Figura 19- Ensaio a tração na flexão: (a) Prensa para rompimento dos CP's; (b) Detalhe da execução do ensaio



Fonte: Elaboração Própria

### 3.4.3 Resistência à compressão axial

Após a determinação das resistências à tração na flexão, deu-se início a determinação da resistência à compressão, para isso, foram utilizadas as duas metades dos corpos de prova geradas no ensaio de tração na flexão. Este ensaio foi realizado na mesma data do ensaio de tração na flexão e também segue os procedimentos dados pela NBR 13279 (ABNT, 2005): Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão.

A seção 4x4 cm do corpo de prova recebeu uma carga com uma taxa de  $500 \pm 50$  N/s até a sua ruptura. O cálculo da resistência à compressão axial foi realizado através da Equação 7.

$$R_c = \frac{F_c}{1600} \quad \dots(7)$$

Onde:

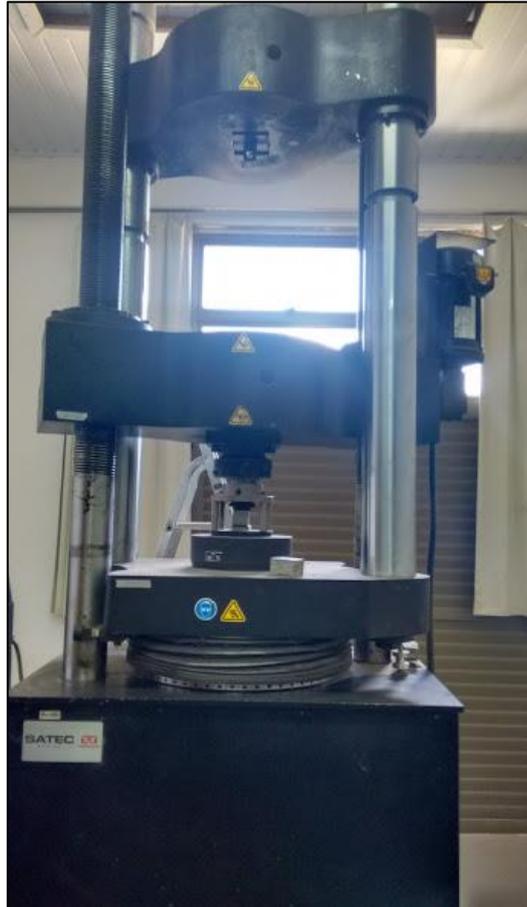
$R_c$  = Resistência à compressão axial, em megapascals (MPa);

$F_c$  = Carga máxima aplicada, em newtons (N);

1600 = Área da seção considerada quadrada do dispositivo de carga 40x40mm; em milímetros quadrados (mm<sup>2</sup>).

A Figura 20 ilustra o equipamento utilizado para a realização do ensaio, sendo, da marca EMIC com capacidade máxima de 200KN e velocidade de 1 mm/minuto.

Figura 20- Prensa utilizada nos ensaios de compressão axial



Fonte: Elaboração Própria

#### 3.4.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise da microestrutura das diferentes tipologias das argamassas que foram produzidas neste trabalho, foi realizada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Com o objetivo de observar a disposição e o comportamento dos NTCs adicionados às argamassas em estudo, foram coletadas amostras das argamassas após a realização dos ensaios mecânicos.

Por se tratar de um material não-condutivo, para que fosse possível analisar as imagens de MEV da amostra, esta foi submetida a um processo de metalização. A metalização da amostra é o processo de fixação de uma camada de ouro em sua superfície. Este recobrimento é necessário para melhorar a condutividade da superfície, facilitando a focalização e a obtenção das imagens.

O equipamento utilizado para esse procedimento foi um metalizador da marca SCANCOAT SIX, conforme ilustrado na Figura 21.

Figura 21- Equipamento utilizado na metalização das amostras



Fonte: Elaboração Própria

Em seguida, as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura da marca ZEISS EVO – MA10, como ilustra a Figura 22, a seguir. Para a realização desses ensaios, foi utilizada a estrutura do Laboratório de Microscopia da Universidade Federal do Pampa – UNIPAMPA, campus Alegrete.

Figura 22 - Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: Elaboração Própria

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos quanto ao comportamento das argamassas com e sem adição de NTCs, tanto no seu estado fresco quanto no estado endurecido. Igualmente, também é apresentada uma análise dos resultados encontrados, tendo em vista a atender os objetivos deste estudo.

### 4.1 Caracterização dos NTCs

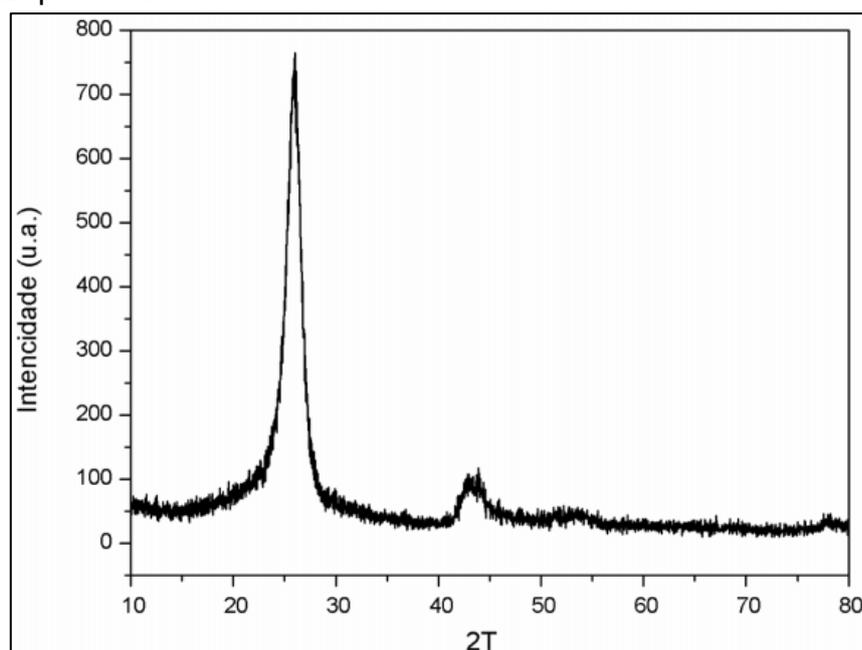
Neste tópico, são apresentados os resultados da caracterização dos NTCs utilizados neste estudo. Estes, foram provenientes do mesmo lote de fabricação do que os NTCs empregados na dissertação de Lemes, (2016) e são apresentados nos itens 4.1.1 e 4.1.2.

#### 4.1.1 Difração de Raios-X

A difração de raios-x é uma técnica utilizada para caracterizar o arranjo das moléculas. Este ensaio fornece a posição relativa dos átomos que constituem o cristal e, conseqüentemente, o arranjo espacial entre as moléculas do mesmo.

A utilização dessa técnica teve como objetivo determinar as fases cristalinas presentes no NTC e para obter informações sobre a estrutura, composição e estado do material policristalino. A Figura 23 ilustra os resultados obtidos para os NTCs.

Figura 23 - Espectro de raios-x dos NTCs



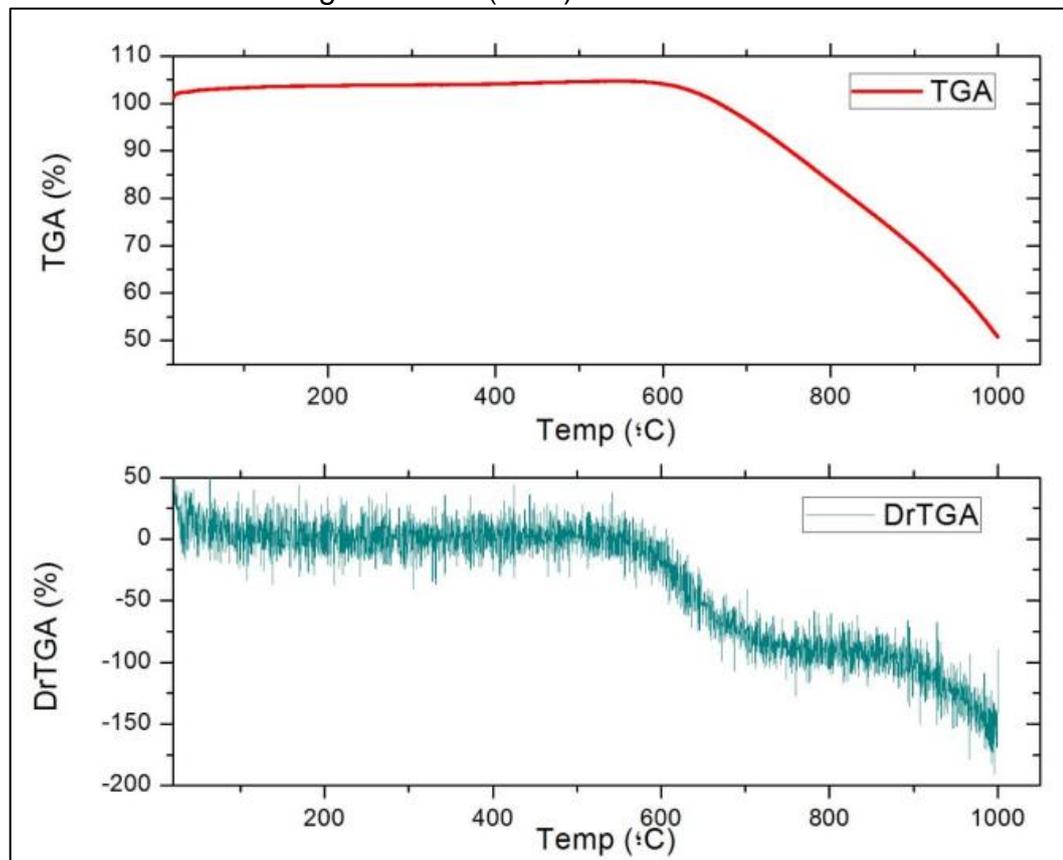
Fonte: Lemes, (2016), p.75

Observa-se na Figura 23 que existe um pico cristalino, que é referente ao padrão de difração característico dos NTCs. De acordo com Lemes, (2016), o pico ocorre em  $2\theta = 26^\circ$ , intenso e bem definido, corresponde a um ângulo de difração característico da fase carbono grafítico. Por meio da análise dos resultados, os NTCs apresentam um elevado grau de pureza, já que picos relacionados à presença de outros compostos não são observados.

#### 4.1.2 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) é uma técnica de análise térmica, na qual é monitorado a variação da massa da amostra (perda ou ganho). Os resultados são determinados através da exposição da amostra a uma programação controlada de temperatura. Esta técnica permite conhecer as alterações que o aquecimento pode provocar na massa da amostra, como por exemplo, a temperatura em que começa a decomposição da amostra. Os NTCs foram deste estudo foram submetidos a este ensaio. A Figura 24 apresenta o termograma obtido.

Figura 24 - Curva de termogravimetria (TGA) dos NTCs



Fonte: Lemes, (2016), p.76

Através do termograma observa-se que a amostra ganha cerca de 5% de massa até a temperatura 590 °C e, posteriormente, apresenta duas perdas de massa a partir de 590 °C e 880 °C. Uma vez que a temperatura atinge 590°C, o carbono que compõe as paredes no NTC começa a se decompor.

A primeira perda de massa de aproximadamente 30% pode ser atribuída aos NTCs oxidados, processo de transformação de carbono em dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>). A segunda perda de aproximadamente 20% pode ser atribuída a NTCs com defeitos estruturais ao longo da parede.

Percebe-se que não há indícios da amostra possuir carbono amorfo pois, o mesmo possui baixa estabilidade térmica e, sua decomposição é inferior à 400 °C, o que não ocorreu neste caso. A amostra utilizada se mostrou com uma boa resistência térmica pois sua decomposição começa à temperatura superior a 500 °C, indicando que os NTCs possuem poucos defeitos e não tem a presença significativa de partículas metálicas.

## 4.2 Caracterização das argamassas no estado fresco

### 4.2.1 Índice de consistência

O ensaio de índice de consistência seguiu os procedimentos determinados na norma NBR 13726 (ABNT, 2002). Na Tabela 7 são apresentados os valores da relação água/cimento, teor de aditivo e o índice de consistência obtido para as argamassas estudadas.

Tabela 7- Índice de consistência das argamassas

Traço	a/c	Aditivo (%)	Índice de consistência (mm)
AR	0,48	0,7	260
AN20	0,48	0,7	270
AN30	0,48	0,7	250
AN40	0,48	0,7	230

Fonte: Elaboração Própria

Espera-se que quanto maior a quantidade de finos incorporados nas argamassas, menor o índice de consistência e, por consequência, menor a sua trabalhabilidade. Entretanto, a argamassa AN20 apresentou resultados que não seguiram a tendência dos demais. A disparidade do resultado para este traço pode ter sido causada pela má dispersão do aditivo na mistura. Uma das possibilidades consideradas, é que durante o processo da mistura da argamassa, tenha ocorrido a

decantação do aditivo no fundo da cuba do misturador, tornando a mistura não homogênea.

A perda de consistência das argamassas AN30 e AN40, quando comparadas com a argamassa AR, está relacionada com a incorporação de finos na mistura e ao fato da relação água/cimento e aditivo terem permanecidos constantes.

#### 4.2.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado

Os resultados da densidade de massa e do teor de ar incorporado nas argamassas são apresentados a seguir na Tabela 8.

Tabela 8 - Densidade de massa e teor de ar incorporado

Traço	Densidade de massa (g/cm <sup>3</sup> )	Teor de ar incorporado (%)
AR	2,060	10,74
AN20	1,940	15,93
AN30	2,050	11,17
AN40	2,045	11,42

Fonte: Elaboração Própria

A partir dos resultados apresentados acima, nota-se que quanto maior a porcentagem de adição de NTCs à argamassa, menor o valor da densidade de massa quando comparadas com a argamassa de referência. Para os resultados do teor de ar incorporado, percebe-se que à medida em que aumenta a porcentagem de adição de NTCs à argamassa, o teor de ar incorporado também aumenta.

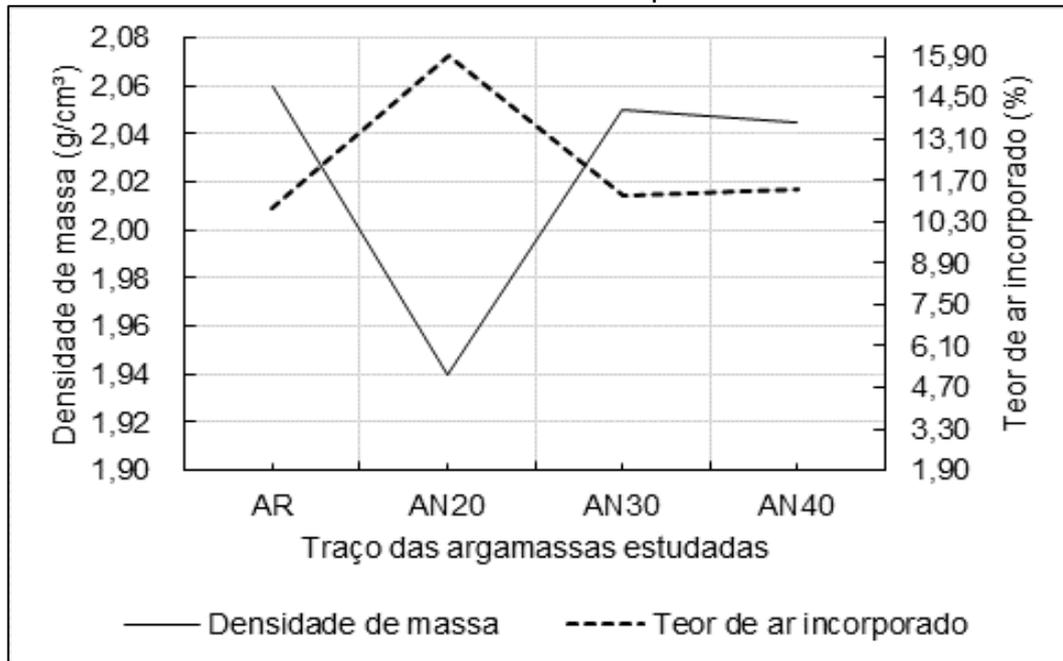
A argamassa com adição de NTC que se destacou foi a AN30, pois apresentou uma densidade maior quando comparada à amostra AN20 e AN40. Este resultado indica que a estrutura da argamassa AN30 é mais densa, ocasionada, provavelmente, pelo preenchimento dos poros e pela melhor interligação entre os grãos.

Observando os resultados apresentados na Tabela 8, observa-se que o teor de ar incorporado na amostra AN20 foi o mais alto entre as quatro argamassas estudadas. Esta alteração no resultado pode ter sido ocasionada durante o processo de mistura da argamassa, visto que o teor de ar incorporado em uma argamassa depende de uma série de fatores, entre eles: o tempo e velocidade da mistura e a presença de aditivo incorporador de ar, dentre outros.

Analisando a Figura 25 é possível notar que quanto menor a densidade de massa, maior o teor de ar incorporado. Desta forma, os resultados obtidos nestes

ensaios comprovam que existe uma relação inversamente proporcional entre a densidade de massa e o teor de ar incorporado.

Figura 25- Densidade de massa x Teor de ar incorporado



Fonte: Elaboração própria

O ar incorporado corresponde aos vazios formados pela entrada de ar no interior da argamassa. Este fenômeno é ocasionado, principalmente, pelo processo de mistura mecânica que introduz ar na argamassa.

A partir das considerações da NBR 13281/01, que classifica as argamassas conforme o valor do teor de ar incorporado, pode-se verificar que todas as argamassas estudadas neste trabalho são classificadas como argamassas do tipo B, pois apresentam teores de ar incorporado  $\geq 8$  e  $\leq 18$ .

### 4.3 Caracterização das argamassas no estado endurecido

Os itens 4.3.1 a 4.3.3 apresentam as caracterizações das argamassas no estado endurecido.

#### 4.3.1 Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade seguiu os procedimentos determinados pela norma NBR 15259 (ABNT, 2005). Esta norma indica a realização de medições aos 10 e aos 90 minutos a partir do início do ensaio. Entretanto, para

compreender melhor o comportamento da absorção de água nas argamassas, optou-se por realizar uma medida intermediária, aos 60 minutos do início do ensaio. Os resultados médios, para cada traço estudado, estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Absorção de água por capilaridade aos 28 dias

Traço	C <sub>90-10</sub>	C <sub>60-10</sub>	C <sub>90-60</sub>
	g/cm <sup>2</sup> .min <sup>1/2</sup>		
<b>AR</b>	1,60	1,19	0,41
<b>AN20</b>	0,33	0,27	0,06
<b>AN30</b>	0,26	0,19	0,07
<b>AN40</b>	0,24	0,21	0,03

C<sub>90-10</sub> = Coeficiente de capilaridade das diferenças de massa aos 10 minutos e aos 90 minutos;

C<sub>60-10</sub> = Coeficiente de capilaridade das diferenças de massa aos 10 minutos e aos 60 minutos;

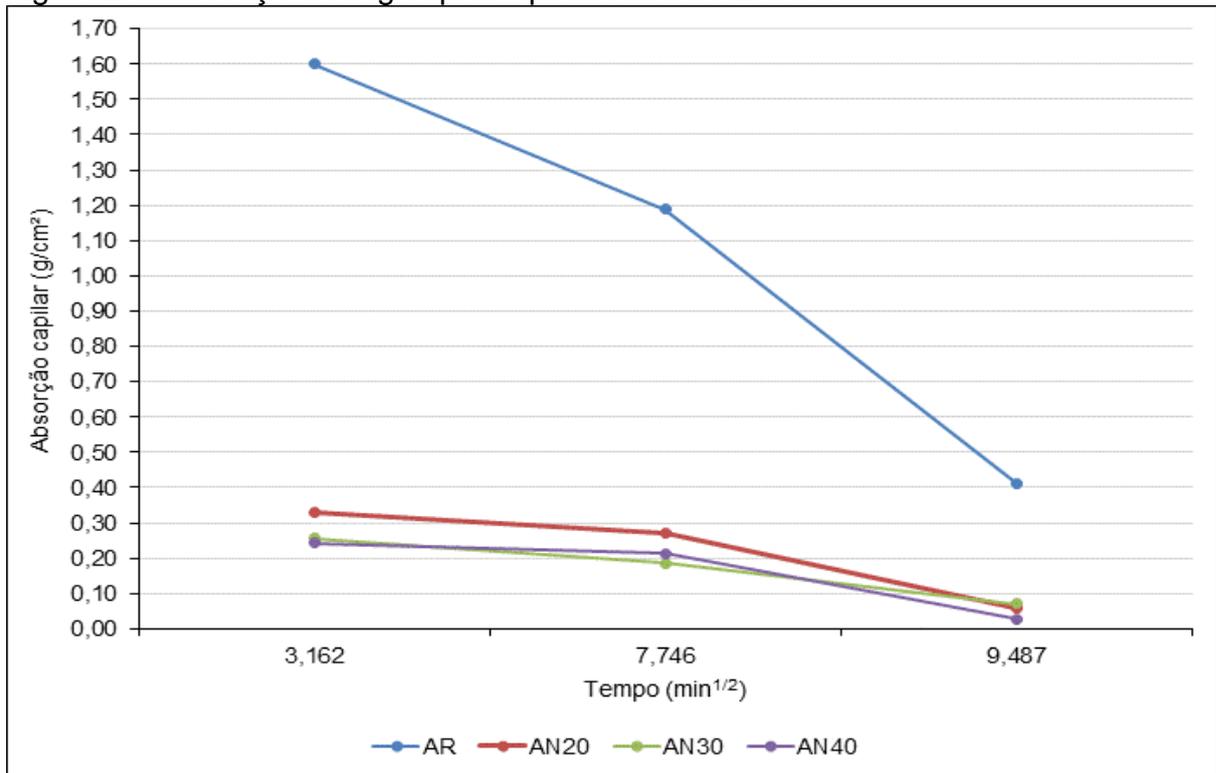
C<sub>90-60</sub> Coeficiente de capilaridade das diferenças de massa aos 60 minutos e aos 90 minutos.

Fonte: Elaboração própria

Analisando os resultados acima, observa-se uma melhora considerável na propriedade de absorção de água por capilaridade das argamassas com adição de NTCs, em relação a argamassa de referência. Para a mistura AN40, a absorção chega a ser 85% menor que o traço de referência.

Acredita-se que com a adição dos NTCs, por eles possuírem granulometria mais fina que a do cimento e hidrofobicidade, a matriz cimentícia dessas argamassas se tornou mais compacta através do preenchimento dos poros da matriz cimentícia. A Figura 26 apresenta os resultados médios obtidos neste ensaio.

Figura 26 - Absorção de água por capilaridade aos 28 dias



Fonte: Elaboração própria

Através da Figura 26 percebe-se que a absorção de água nos 30 minutos finais do ensaio é menor em relação aos 60 minutos iniciais. A argamassa AN20 quando comparada com as argamassas com adição de NTCs, apresentou a maior absorção entre elas.

#### 4.3.2 Resistência à tração na flexão

As argamassas deste estudo foram ensaiadas à tração na flexão na idade de 28 dias. Os resultados médios e os respectivos ganho ou redução de resistência das argamassas com NTCs em relação a argamassa de referência, estão apresentados na Tabela 10 e na Figura 27.

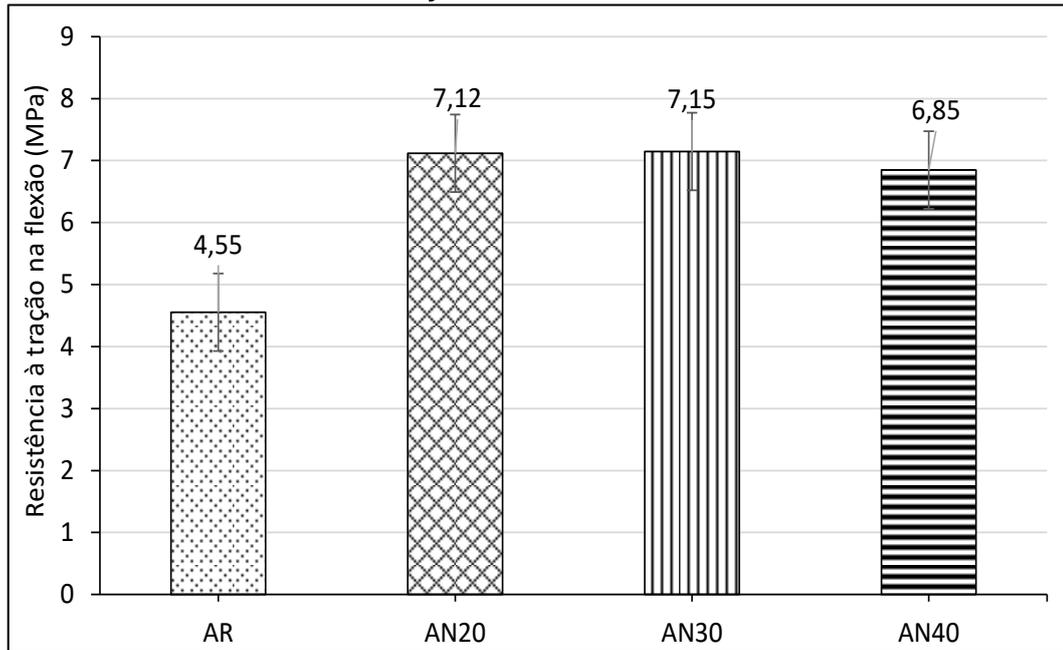
Tabela 10 - Resistência à tração na flexão das argamassas aos 28 dias

Parâmetros	AR	AN20	AN30	AN40
Resistência Média (MPa)	4,55	7,12	7,15	6,85
Ganho/Redução (%)	-	+ 56,43	+ 57,04	+ 50,45

Fonte: Elaboração própria

De acordo com os resultados mostrados na Tabela 10 e na Figura 27, as argamassas com adição de NTCs apresentaram ganhos de resistência à tração na flexão relação à argamassa de referência (AR). A argamassa AN30 apresentou o maior ganho de resistência à tração na flexão, cerca de 57,04%, seguida pela AN20, com 56,43% e por último a AN40 com 50,45%.

Figura 27- Resistência média à tração na flexão aos 28 dias.



Fonte: Elaboração própria

Os resultados obtidos por Melo (2009) indicam que existe uma faixa ótima de adição de NTCs em matrizes cimentícias, faixa esta que deve estar próxima aos 0,30% de NTCs. Neste estudo, de acordo com o esperado, a argamassa AN30 apresentou o melhor desempenho dentre as três porcentagens de adições estudadas, corroborando com os resultados de Melo (2009).

No estudo de Li et al. (2005), ao incorporar o teor de 0,50% de NTCs em argamassa, obteve-se um aumento de 25%. Neste estudo, o ganho de resistência à flexão para a argamassa AN40 chegou a 50,45%.

Na pesquisa de Lemes, (2016), a argamassa com adição de 0,30% de NTCs apresentou 19,67% de aumento quando comparada com a argamassa AR. No presente estudo, a porcentagem de aumento na referida propriedade para a argamassa AN30 foi de 57,04%.

### 4.3.3 Resistência à compressão axial

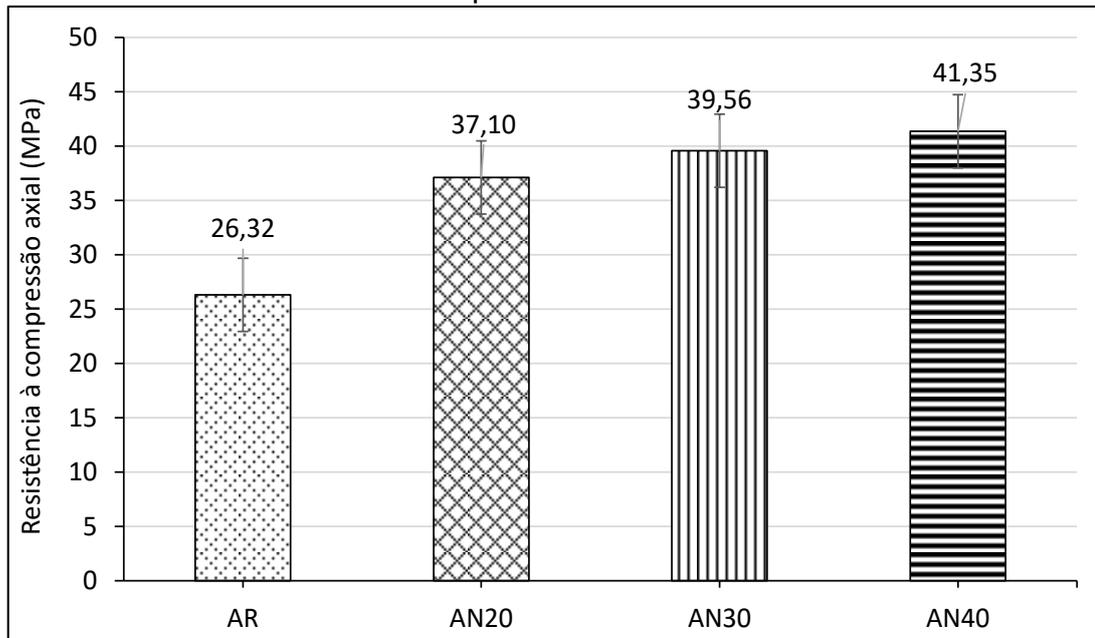
Os resultados médios da resistência compressão axial e o respectivo ganho ou redução de resistência, das argamassas com NTCs em relação a argamassa de referência, estão apresentados na Tabela 11 e na Figura 28.

Tabela 11- Resistência média à compressão axial aos 28 dias

Parâmetros	AR	AN20	AN30	AN40
Resistência Média (MPa)	26,32	37,1	39,56	41,35
Ganho/Redução (%)	-	+ 40,96	+ 50,30	+ 57,11

Fonte: Elaboração própria

Figura 28 - Resistência média à compressão axial aos 28 dias.



Fonte: Elaboração própria

Através da análise dos dados da Tabela 11 e da Figura 26, nota-se que a resistência à compressão axial de todas as argamassas com adição de NTCs, foram superiores à argamassa de referência. Na referida propriedade, a argamassa AN40 apresentou o melhor desempenho, cerca de 57,11% em relação à argamassa AR.

Melo, (2009) em sua pesquisa, observou que as argamassas fabricadas com o aditivo superplastificante à base de policarboxilato e com adição de 0,30% de NTCs, apresentaram melhor resistência à compressão axial aos 28 dias, com 44,60 MPa. Neste estudo, a resistência à compressão axial, aos 28 dias, para a argamassa AN30 foi de 50,30 MPa.

Batiston (2012), no seu estudo sobre incorporação de NTCs em matriz de cimento Portland, no ensaio de compressão axial em pastas com adição de NTC funcionalizados e sem funcionalização, não obteve diferença significativa entre as argamassas com adição de NTCs e a argamassa de referência, principalmente para as misturas com NTC sem funcionalização (processo físico utilizado para aumentar a interatividade entre os NTCs, por meio da quebra das ligações carbono-carbono em meio ácido).

No estudo realizado por Lemes (2016), apenas a argamassa AN30, aos 28 dias, obteve um acréscimo na resistência de 3,66% em relação a argamassa AR. Entretanto, de acordo com a análise estatística, não houve diferença significativa entre as argamassas com adição de NTCs e a de referência.

#### 4.3.4 Análise de variância dos resultados ANOVA

Neste trabalho, utilizou-se a análise de variância ANOVA com um nível de confiança de 95% para as propriedades estudadas. Os testes de análise de variância foram realizados através do programa “Statistica Release 7.0”.

##### 4.3.4.1 Absorção de água por capilaridade

Observa-se que a variação de resultado de absorção de água por capilaridade com a variação do teor de adição de NTCs (apresentado na Figura 26), parece ser relevante. No entanto, para a comprovação dos resultados, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) dos dados obtidos na idade de 28 dias. Os resultados são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Análise de Variância dos ensaios de absorção de água - ANOVA

	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
Intercepto	4,44	1	4,44	409,92	0,000000	Sim
Teor Nanotubos	3,96	3	1,32	121,92	0,000001	Sim
Erro	0,09	8	0,01	-	-	-

Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Médias quadradas

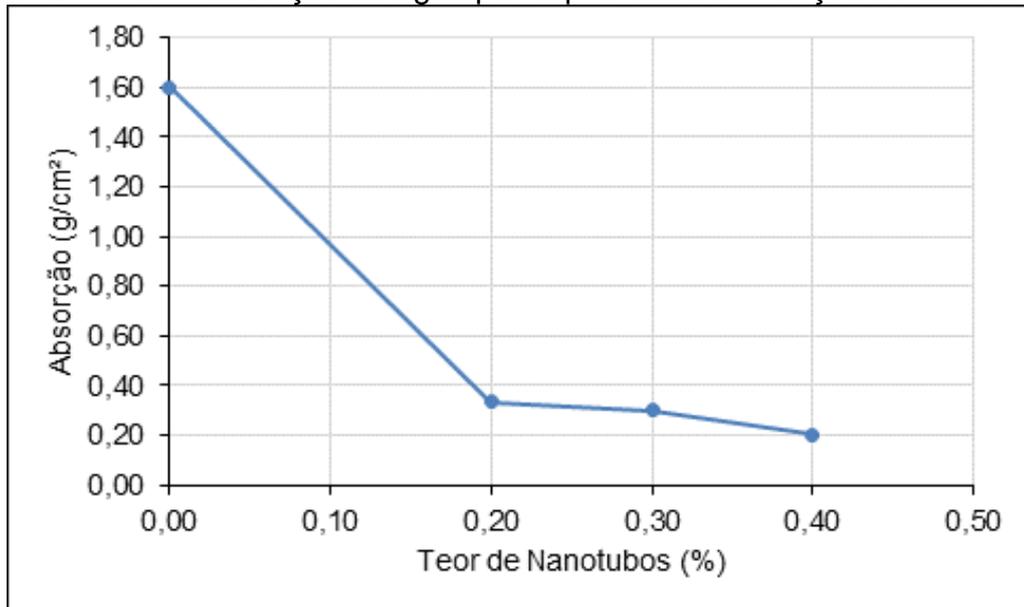
Fonte: Elaboração própria

A análise ANOVA (Tabela 12) mostra que a incorporação de nanotubos nas argamassas foi significativa, ou seja, influenciou os resultados de absorção de água.

Os resultados de probabilidade (p-nível) abaixo de 0,05 para cada comparação, indicam que ocorre diferença estatística significativa entre os parâmetros analisados.

A Figura 29, mostra o comportamento das argamassas frente a absorção de água por capilaridade, obtidos a partir da ANOVA,

Figura 29- ANOVA absorção de água por capilaridade em função do teor de NTCs



Fonte: Elaboração própria

A Figura 29 mostra uma tendência de redução da absorção de água das argamassas com a incorporação de nanotubos de carbono nas misturas.

Para comparar a influência na absorção de água por capilaridade das argamassas com adição de NTCs, foi feita uma análise de variância apenas entre os resultados das argamassas com adição de NTCs. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 13.

Tabela 13- ANOVA absorção de água por capilaridade entre os teores de NTCs

	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
<b>Intercepto</b>	0,69	1	0,69	62,50	0,000217	Sim
<b>Teor Nanotubos</b>	0,03	2	0,01	1,30	0,339593	Não
<b>Erro</b>	0,07	6	0,01	-	-	-

Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Média quadradas

Fonte: Elaboração própria

Os resultados de probabilidade (p-nível) superior a 0,05 para a variável Teor de Nanotubos, indicam que não ocorre diferença estatística significativa entre os parâmetros analisados.

Por meio da análise da ANOVA, percebeu-se que a variação dos teores de NTCs adicionados às argamassas geraram resultados matematicamente iguais. Dessa forma, para não haver desperdício de NTCs, a adição de 0,20% é recomendada, uma vez que esta atende as propriedades de absorção da matriz cimentícia estudada.

#### 4.3.4.2 Resistência à tração na flexão

A análise dos resultados de resistência à tração na flexão (Tabela 10 e Figura 27) indicam que a variação do teor de adição de NTCs nas misturas parece ser relevante para esta propriedade. No entanto, para a comprovação dos resultados, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) dos dados obtidos na idade de 28 dias. Os resultados são apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - ANOVA dos resultados de resistência à tração na flexão

	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
<b>Intercepto</b>	503,46	1	503,46	16563,64	0,000000	Sim
<b>Teor Nanotubos</b>	15,41	3	5,1354	168,95	0,000000	Sim
<b>Erro</b>	0,24	8	0,03	-	-	-

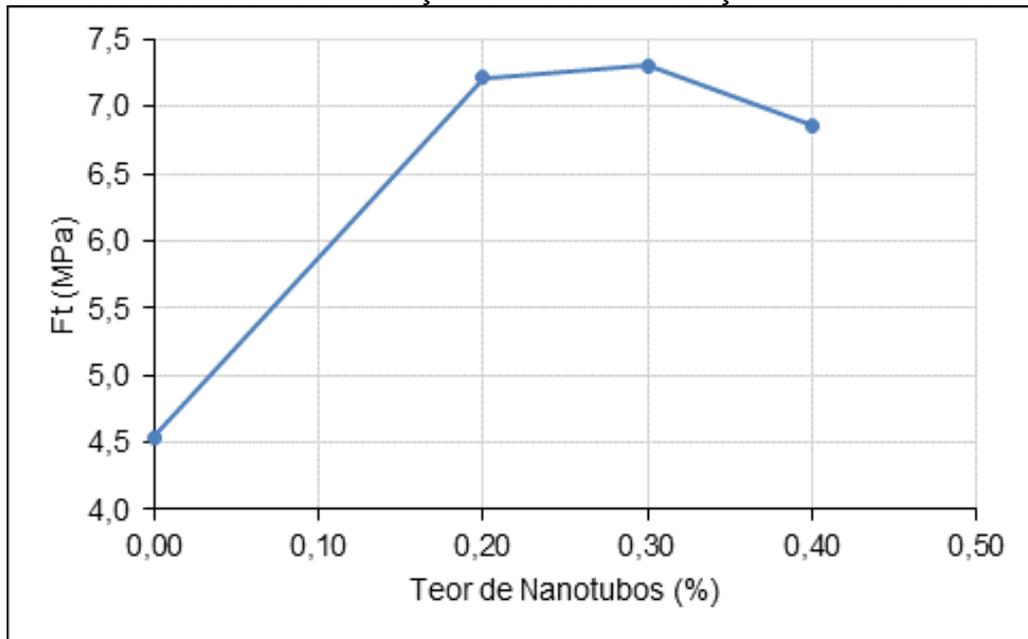
Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Médias quadradas

Fonte: Elaboração própria

Os resultados de probabilidade (p-nível) abaixo de 0,05 para a variável Teor de Nanotubos (Tabela 14), indicam que ocorre diferença estatística significativa entre os parâmetros analisados.

A Figura 30, obtida a partir da ANOVA, mostra o comportamento das misturas na propriedade de tração na flexão frente a variação do teor de NTCs.

Figura 30- ANOVA resistência à tração na flexão em função do teor de NTCs



Fonte: Elaboração própria

A Figura 30 mostra uma tendência de crescimento da resistência à compressão axial das argamassas até o teor de NTCs de 0,3%. Acima desse teor, observa-se uma perda de resistência das misturas. Os resultados indicam que para a propriedade considerada, o teor ótimo de NTCs oscilaria entre 0,2 e 0,3%.

Para comparar a influência na propriedade de resistência à tração na flexão das argamassas com adição de NTCs, foi realizada uma análise de variância (ANOVA). Para essa análise foram considerados apenas entre os resultados das argamassas com adição de NTCs. Os resultados são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 - ANOVA resistência à tração na flexão entre os teores de NTCs

	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
<b>Intercepto</b>	456,83	1	456,83	11379,59	0,000000	Sim
<b>Teor Nanotubos</b>	0,32	2	0,16	4,01	0,078399	Não
<b>Erro</b>	0,24	6	0,04	-	-	-

Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Médias quadradas

Fonte: Elaboração própria

O valor obtido através na análise ANOVA, não apresentou diferença significativa na propriedade de resistência à tração na flexão entre os teores de NTCS. Nota-se que os teores de NTCs adicionados às argamassas geraram resultados matematicamente iguais. Dessa forma, para não haver desperdício de NTCs, a adição

de 0,20% é recomendada para os casos em que a propriedade de resistência à tração na flexão for priorizada em relação às demais propriedades.

#### 4.3.4.3 Resistência à compressão axial

Os valores da resistência à compressão axial com a variação do teor de adição de NTCs parece ser relevante. Ainda assim, para a verificação dos resultados, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) dos dados obtidos na idade de 28 dias. Os resultados são apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 - ANOVA da resistência à compressão axial em função do teor de NTCs

	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
<b>Intercepto</b>	15759,33	1	15759,33	50792,84	0,000000	Sim
<b>Teor Nanotubos</b>	406,39	3	135,46	436,60	0,000000	Sim
<b>Erro</b>	2,48	8	0,31	-	-	-

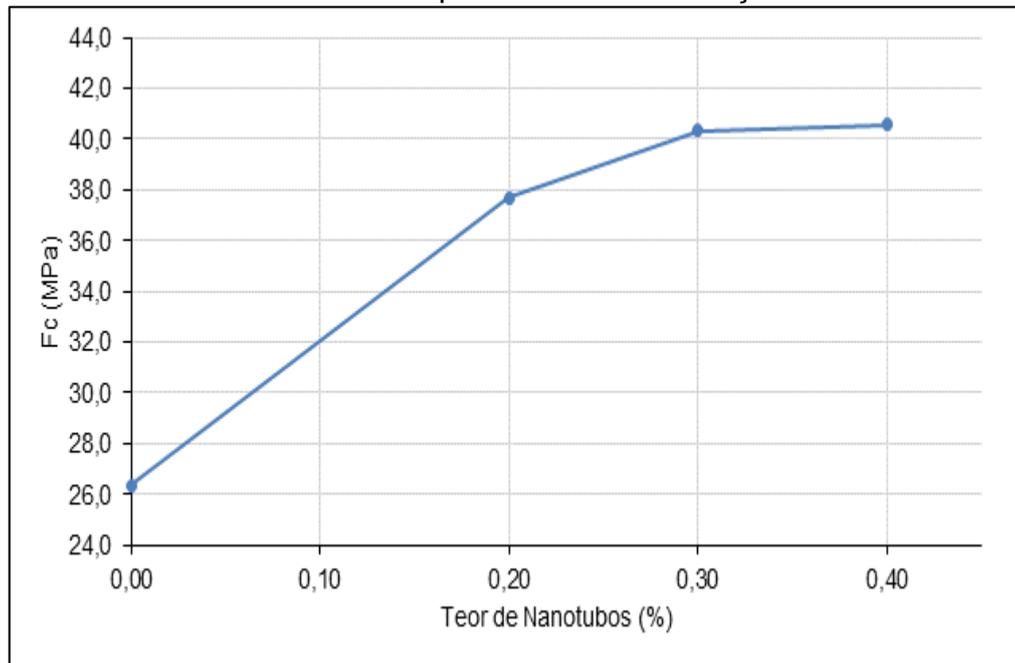
Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Médias quadradas

Fonte: Elaboração própria

Os resultados de probabilidade (p-nível) abaixo de 0,05 para a variável Teor de Nanotubos (Tabela 16), indicam que ocorre diferença estatística significativa entre os parâmetros analisados.

A Figura 31 apresenta o comportamento das argamassas frente a propriedade resistência à compressão axial, considerando a variação de NTCs nas misturas. O gráfico foi obtido a partir da análise de variância dos resultados e mostra uma tendência de crescimento da resistência com a variação do teor de NTCs nas misturas.

Figura 31- ANOVA resistência à compressão axial em função do teor de NTCs



Fonte: Elaboração própria

Para resistência à compressão axial, também foi feita a análise de variância da ANOVA, entre as argamassas com adição de NTCs. Os resultados desta análise também apresentaram significância entre os diferentes teores de adição de NTCs, conforme apresentado na Tabela 17.

Tabela 17- ANOVA resistência à compressão axial entre os teores de NTCs

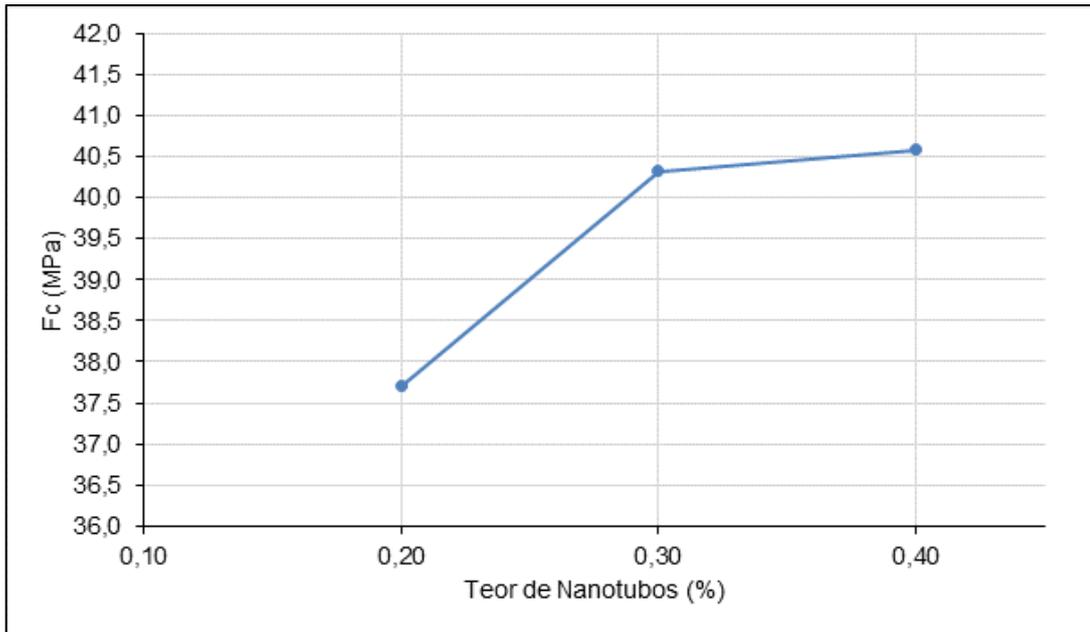
	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>	<b>Teste F</b>	<b>p-nível</b>	<b>Significância</b>
<b>Intercepto</b>	14067,54	1	14067,54	39142,95	0,000000	Sim
<b>Teor Nanotubos</b>	15,21	2	7,60	21,15	0,001916	Sim
<b>Erro</b>	2,16	6	0,36	-	-	-

Onde: SQ=soma dos quadrados; GL=graus de liberdade; MQ=Médias quadradas

Fonte: Elaboração própria

O resultado gráfico da Tabela 17 está apresentado na Figura 32 e mostra um crescimento da resistência à compressão axial com a variação do teor de NTCs nas misturas estudadas. Diferentemente do observado para a propriedade de resistência à tração na flexão, para a resistência à compressão axial a variação dos teores de NTCs estudados implicaram em uma melhora significativa dessa propriedade nas misturas investigadas.

Figura 32 - ANOVA resistência à compressão axial entre os teores de NTCs

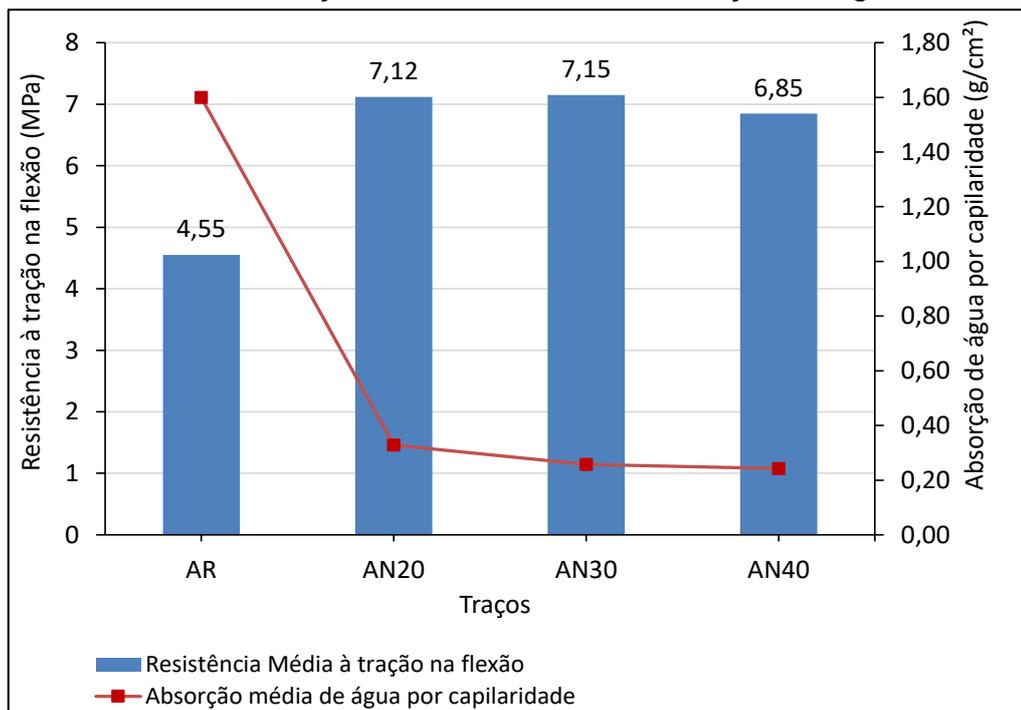


Fonte: Elaboração própria

#### 4.4 Comparação dos ensaios mecânicos versus os ensaios de durabilidade

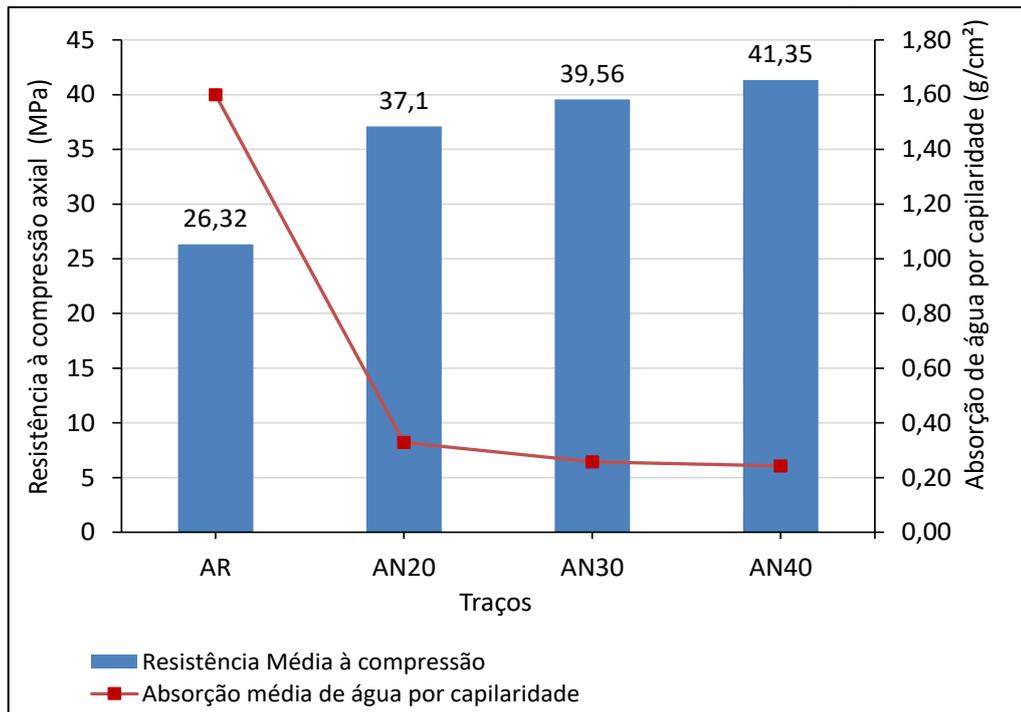
As Figuras 33 e 34 apresentam uma comparação entre os resultados dos ensaios mecânicos de resistência à compressão axial e resistência à tração na flexão versus os ensaios de durabilidade (absorção de água por capilaridade).

Figura 33 - Resistência à tração na flexão versus a absorção de água.



Fonte: Elaboração própria

Figura 34 - Resistência à compressão axial versus absorção de água.



Fonte: Elaboração própria

As Figuras 33 e 34 mostram que a adição de NTCs nas misturas promoveu uma redução da absorção de água por capilaridade e ganho das propriedades mecânicas estudadas (resistência à tração na flexão e resistência à compressão axial).

De acordo com Mehta e Monteiro (2008), os macroporos afetam a resistência mecânica das argamassas. Os resultados obtidos podem estar relacionados com a melhor distribuição dos poros, obtidos pela redução da macroporosidade da matriz.

A durabilidade das argamassas está diretamente relacionada com a sua capacidade de absorção de água, uma vez que esta característica acarreta na facilidade de penetração de agentes agressivos no interior das mesmas (MELO, 2009).

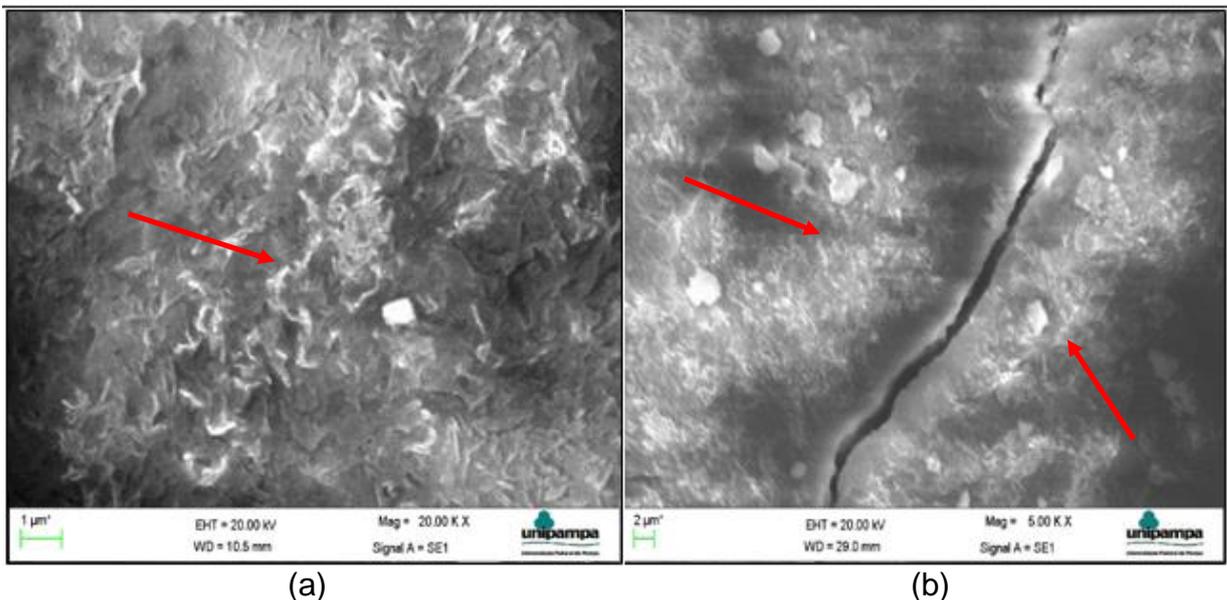
Os resultados obtidos corroboraram com a teoria de que a adição de NTCs provocam um refinamento dos poros, reduzindo o volume de macroporos, o que causa a elevação das propriedades mecânicas das misturas (LI et al, 2005; MARCONDES, 2012). Contudo, para comprovar estes resultados, faz-se necessário outros ensaios que não foram realizados neste estudo, como por exemplo o ensaio de porosimetria utilizado para caracterizar os aspectos dos poros da argamassa.

#### 4.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Neste item são ilustradas algumas imagens das argamassas do presente estudo, obtidas através da microscopia eletrônica de varredura, a fim de obter informações complementares sobre a microestrutura das argamassas com adição de NTCs.

As Figuras 35 e 36 ilustram as imagens produzidas a partir da amostra da argamassa AN20.

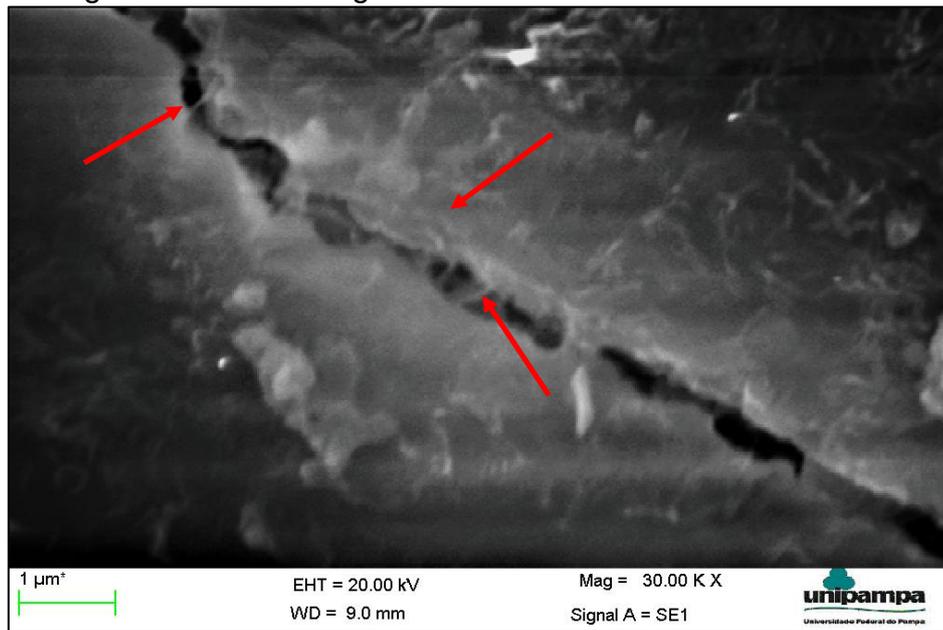
Figura 35 - Imagem do MEV da argamassa AN20. Onde (a) Ampliação de 20.000 vezes e (b) Ampliação de 5.000 vezes.



Fonte: Elaboração própria

Por meio da análise da Figura 35 foi possível observar a presença e disposição dos NTCs na matriz cimentícia. Nota-se os NTCs ficaram acumulados em algumas regiões da argamassa (regiões claras identificadas na Figura 35 (a) e (b)), indicando que a dispersão na matriz cimentícia não foi uniforme. Também foi possível notar a presença de NTCs atuando como pontes de ligação entre a matriz cimentícia e as fissuras da argamassa, conforme mostrado na Figura 36.

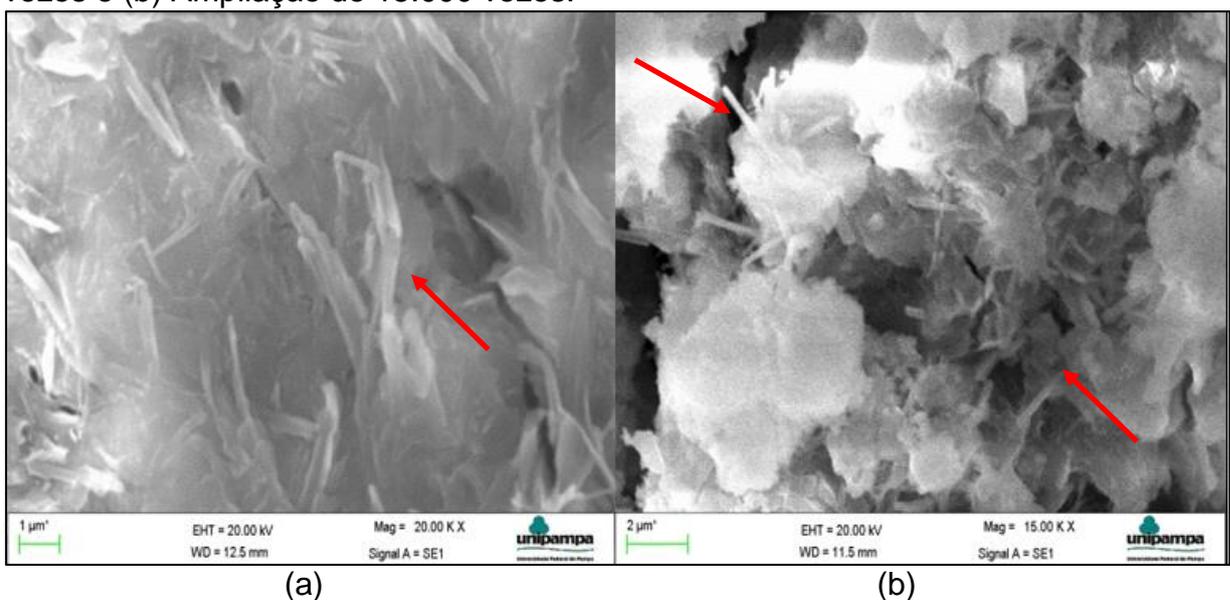
Figura 36- Imagem do MEV da argamassa AN20



Fonte: Elaboração própria

Para a argamassa AN30, novamente foi possível identificar a presença e a distribuição dos nanotubos de carbono na matriz cimentícia. A Figura 37 ilustra as imagens produzidas a partir da amostra da argamassa AN30. Sendo que (a) apresenta a distribuição dos NTCs na matriz cimentícia e (b) ilustra os NTCs distribuídos ao redor de um grão de areia

Figura 37- Imagem do MEV da argamassa AN30 Onde (a) Ampliação de 20.000 vezes e (b) Ampliação de 15.000 vezes.



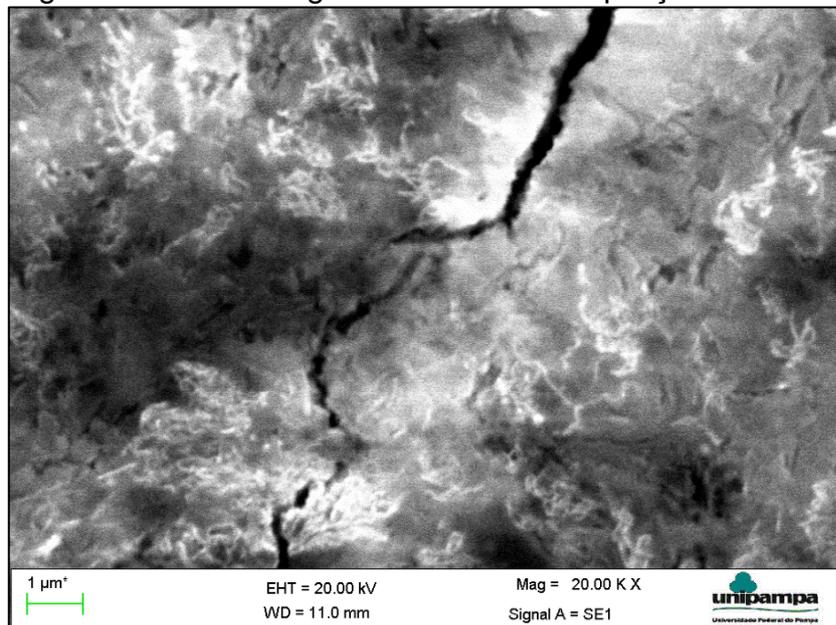
Fonte: Elaboração própria

Na imagem do MEV da amostra da argamassa AN40, foi possível notar a presença e a distribuição dos nanotubos de carbono na matriz cimentícia em algumas regiões da argamassa.

A Figura 38 ilustra as imagens do MEV produzidas a partir da amostra da argamassa AN40. Foi possível notar a presença e a distribuição dos nanotubos de carbono na matriz cimentícia. Entretanto, não há indicativos de uma interação satisfatória entre os NTCs e a matriz, uma vez que não é possível identificar com clareza as ligações formadas entre os materiais.

Como não foi utilizado o método de funcionalização dos NTCs, a dispersão dos nanomateriais na matriz cimentícia pode não ter sido homogênea.

Figura 38 - Imagem do MEV da argamassa AN40 - Ampliação de 20.000 vezes



Fonte: Elaboração própria

## 5 CONCLUSÕES

O presente trabalho foi elaborado com base na dissertação de mestrado de Lemes (2016), desenvolvida no Programa de Pós-graduação em Engenharia da Universidade Federal do Pampa - UNIPAMPA com o intuito de contribuir com estudos referentes ao efeito da adição de NTCs em argamassas. Visto que este é um campo promissor de estudo e desenvolvimento.

Neste sentido, as principais conclusões deste trabalho podem ser observadas a seguir:

- ✓ Em relação aos ensaios de caracterização das argamassas no estado fresco, quanto maior o teor de adição de NTCs, menor o índice de consistência. Este comportamento está relacionado ao fato de que a relação água/cimento e o teor de aditivo permaneceram constantes. Para manter a trabalhabilidade das argamassas seria necessário aumentar o consumo de água ou do aditivo. Neste caso, optou-se por fixar esses fatores para conseguir comparar os resultados com a bibliografia consultada;
- ✓ No tocante à absorção de água por capilaridade, o resultado entre os três teores de adição de NTCs estudados foram matematicamente iguais. A absorção da argamassa AN40 chegou a 85% de redução em relação a argamassa AR;
- ✓ Foi constatada a elevação da resistência à tração na flexão das argamassas com adição de NTCs, quando comparadas com a argamassa de referência. O valor obtido através na análise ANOVA, não apresentou diferença significativa na propriedade de resistência à tração na flexão entre os teores de NTCs. Os teores de NTCs adicionados às argamassas geraram resultados matematicamente iguais. Dessa forma, a adição de 0,20% de NTCs é recomendada, uma vez que esta atende as propriedades de resistência à tração na flexão da matriz cimentícia e evita o desperdício de material.
- ✓ A adição de NTCs nas argamassas contribuiu para o aumento da resistência à compressão axial em relação a argamassa de referência. Neste estudo, a argamassa AN40 obteve o melhor resultado. Para a referida propriedade, o valor obtido através da análise ANOVA, apresentou diferença significativa entre os teores de adição de NTCs.

- ✓ Ao comparar os resultados obtidos neste estudo com o trabalho de Lemes (2016), notou-se que em ambos estudos, em relação a resistência à tração na flexão aos 28 dias, a argamassa com adição de 0,30% de NTCs apresentou os melhores resultados. O resultado da resistência à tração na flexão obtido por Lemes, (2016) foi de 9,37 MPa, enquanto neste estudo foi de 7,15 MPa. Entretanto, na propriedade de resistência à compressão, a argamassa AN30 do presente estudo apresentou 50,30 MPa, enquanto Lemes, (2016) obteve 30,58 MPa.
- ✓ A escolha do teor de NTC a ser utilizado na mistura, irá depender da propriedade que pretende-se melhorar o desempenho. Caso seja necessário aumentar a resistência à compressão axial, a argamassa AN40 apresentou os melhores resultados em relação as outras argamassas. Entretanto, se o objetivo for melhorar o desempenho da resistência à tração na flexão, a escolha do teor de adição deve ser baseada na economia de material, uma vez que os NTCs apresentam custos elevados e os teores estudados não apresentaram diferença significativa entre os seus resultados;
- ✓ Do ponto de vista das propriedades mecânicas, estas argamassas podem ser empregadas em assentamento de pisos e alvenarias, pois apresentaram resistências elevadas;
- ✓ No presente estudo, as argamassas com adição de NTCs apresentaram baixa absorção de água. A referida propriedade é um dos requisitos para argamassas utilizadas em revestimento. Deste modo, as argamassas deste estudo também podem ser aplicadas com a função de revestimento em paredes e tetos.

No Brasil, a viabilidade do uso desse material em larga escala, se torna possível com o processo de síntese contínua dos NTCs, atualmente desenvolvido pelo grupo de pesquisa CTNanotubos da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

### **5.1 Sugestões para trabalhos futuros**

Sugere-se como sugestões para novos estudos, a fim de contribuir com as pesquisas já desenvolvidas, os seguintes temas:

- Realizar ensaios de durabilidade de argamassas com adição de NTC, tais como: permeabilidade aos íons cloreto e porosidade;

- Estudar a adição de NTCs em outros tipos de cimento;
- Estudar a adição de NTC com outros tipos e porcentagens de aditivo;
- Realizar ensaios de aderência de argamassas com adição de NTC;
- Estudar outras formas de dispersão dos NTCs para adição em argamassas;
- Investigar a possibilidade de adicionar NTCs em argamassas junto ao cimento, ao invés de realizar o procedimento de dispersão.

## REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão: NBR 7215**. Rio de Janeiro, 1997.

\_\_\_\_\_ **NBR 13281: Agregados – Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2001.

\_\_\_\_\_ **NBR NM 248: Agregados – Determinação da composição granulométrica**: Rio de Janeiro, 2003.

\_\_\_\_\_ **NBR 7211: Agregados para concreto – Especificação**. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_ **NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura e determinação do índice de consistência**. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_ **NBR 13278: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado**. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_ **NBR 13279: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão**. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_ **NBR 15259: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade**. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_ **NBR NM 52: Agregados Miúdo – Determinação da Massa específica e Massa específica aparente**. Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

\_\_\_\_\_ **NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento – Especificação**. Rio de Janeiro, 2015.

BALAGURU, P.; CHONG, K. Nanotechnology and concrete: Research opportunities. In: SOBOLEV, K. e SHAH, S. P. (Ed.). **Nanotechnology of concrete: recent**

**developments and future perspectives.** American Concrete Institute, p. 15-28, 2008.

BATISTON, E. R. **Estudo exploratório dos efeitos de nanotubos de carbono em matrizes de cimento Portland.** 2007. 91 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

BATISTON, E. R. **Incorporação de nanotubos de carbono em matriz de cimento Portland.** 2012. 152 f. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

BERTHOLDO, R. **Síntese e caracterização de novas formas de carbono obtidas a partir da pirólise de precursores poliméricos incorporados em vidros porosos.** 2001. 154 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2001.

BORBA, A. P. B.; MATSUNAGA, A. S.; FRAN CZAK, L. R. **Uso de nanotubos de carbono na confecção de argamassas de reparo: Efeito nas propriedades mecânicas e absorção de água.** 2013. 69 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado) – Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

CAPAZ, R. B.; CHACHAM, H. Nanotubos e a nova era do carbono. **Ciência Hoje**, Rio de Janeiro, v. 33, p. 20-27, 2003.

CHAIPANICH, A.; NOCHAIYA, T.; WONGKEO, W.; TORKITTIKUL, P. Compressive strength and microstructure of carbon nanotubes-fly ash cement composites. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 1063-1067, 2010.

COUTO, G. **Nanopartículas de níquel: síntese, caracterização, propriedades e estudo de sua utilização como catalisadores na obtenção de nanotubos de carbono.** 2006. 151 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

DURÁN, N; MATTOSO, L. H; MORAIS, P. C. **Nanotecnologia: Introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação.** São Paulo: Artliber, v. 1, 208 p, 2006.

EITAN, A.; JIANG, K.; DUKES, D.; ANDREWS, R.; SCHADLER, L. S. Surface Modification of Multiwalled Carbon Nanotubes: Toward the Tailoring of the Interface in Polymer Composites. **Chemistry Material**, v. 15, p. 3198-3201, 2003.

ESUMI, K.; ISHIGAMAI, M.; NAKAJIMA, A.; SAWADA, K.; HONDA, H. Chemical treatment of carbon nanotubes, **Carbon**, v. 34, p. 279, 1995.

GDOUTOS, M. S. K. Self sensing carbon nanotube (CNT) and nanofiber (CNF) cementitious composites for real time damage assessment in smart structures. **Cement & Concrete Composites**, v. 53, p. 162-169, 2014.

GLEIZE, P. J. P. Nanotecnologia e materiais de construção. In: ISAIA, G.C. (Org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: Instituto Brasileiro de Concreto - IBRACON, 2007, v. 2, p. 1659-1685.

GLEIZE, P. J. P. Nanociência e nanotecnologia dos materiais cimentícios. In: ISAIA, G.C. (Org.). **Concreto: ciência e tecnologia**. São Paulo: Instituto Brasileiro de Concreto - IBRACON, 2011, v. 2, p. 1871-1884.

HU, Y.; SHENDEROVA, O.A.; HU, Z.; PADGETT, C.W.; BRENNER, D.W. Carbon nanostructures for advanced composites. **Reports of Progress in Physics**, v. 69, p. 1847–1895, 2006.

INOVAÇÃO TECNOLÓGICA. **Nanotubos de carbono são fortes, mas não inquebráveis**. 2006. Disponível em: <<http://www.inovacaotecnologica.com.br>>. Acesso em: 19/10/2017.

KOWALD, T. Influence of Surface-Modified Carbon Nanotubes In: SCHMIDT, M.; FEHLING, E.; GEISENHANSLUKE, C. **Ultra High Performance Concrete**. Kassel, v. 3, p. 195-202, 2004.

LEMES, S. **Caracterização do comportamento mecânico e térmico de argamassas de cimento Portland com adição de nanotubos de carbono**. 177 f. Dissertação (Mestrado em Engenharias) – Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2016.

LI, G. Properties of high-volume fly ash concrete incorporating nano-SiO<sub>2</sub>. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n.6, p. 1043-1049, 2004.

LI, G.; WANG, M. P.; ZHAO, X. Mechanical behavior and microstructure of cement composites incorporating surface-treated multi-walled carbon nanotubes. **Carbon**, v. 43, p. 1239-1245, 2005.

LI, H.; XIAO, H. G.; OU, J. P. Microstructure of cement mortar with nanoparticles. **Science Direct Composites**, v. 35, p. 185-189, 2005.

LI, G.; WANG, M. P.; ZHAO, X. Pressure-sensitive properties and microstructure of carbon nanotube reinforced cement composites. **Cement & Concrete Composites**, v. 29, p. 377-382, 2007.

MAKAR J.; BEAUDOIN J.J. **Carbon nanotubes and their application in the construction industry**. In: International Symposium on Nanotechnology in Construction, 2003, Paisley, Scotland. p. 331-341, 2003.

MAKAR J.; MARGESON J.J.; LUH J., **Carbon nanotube/ cement composites – early results and potential applications**. In Proceedings of the 3rd International Conference on Construction Materials: Performance, Innovations and Structural Implications, Vancouver, British Columbia, p. 1-10, 2005.

MARCHIORI, R. **Produção por Ablação a Laser e Caracterização de Nanotubos de Carbono**. 209 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

MARCONDES, C. G. N. **Adição de nanotubos de carbono em concretos de cimento Portland – Absorção, permeabilidade, penetração de cloretos e propriedades mecânicas**. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia da Construção Civil, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

MARSHALL, W.M.; SIMINA P.N.; JOSEPH G. S., Measurement of Functionalised Carbon Nanotube Carboxylic Acid Groups Using a Simple Chemical Process. **Carbon**, v. 44, p. 1137-1141, 2006.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. **Concreto – Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 3. ed. São Paulo: São Paulo: Instituto Brasileiro de Concreto - IBRACON, p.674, 2008.

MELO, V. S. - **Nanotecnologia aplicada ao concreto: efeito da mistura física de nanotubos de carbono em matrizes de cimento Portland**. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2009.

MELO, V. S.; CALIXTO, J. M. F.; LADEIRA, L. O.; SILVA, A. P. Macro- and Micro-Characterization of Mortars Produced with Carbon Nanotubes. **ACI Materials Journal**, v. 108, p. 327-332, 2010.

MORAIS, J. F. **Aplicações da Nanotecnologia na Indústria da Construção: Análise Experimental Em Produtos Cimentícios com Nanotubos de Carbono**, Tese (Doutorado), Universidade Federal de Fluminense, Niteroi, 2012.

MUSSO S.; TULLIANI J. M.; FERRO G.; TAGLIAFERRO A. Influence of carbon nanotubes structure on the mechanical behavior of cement composites. **Composites Science and Technology**, v. 69, p. 1985-1990, 2009.

PELLENQ, R.J.M.; DAMME, H.V. Why does concrete set? The nature of cohesion forces in hardened cement-based material. **MRS Bulletin**, p.319-323, 2004.

ROCHA, C.G. **Propriedades Físicas de Nanotubos de Carbono**. 2005. Tese Doutorado – Universidade Federal Fluminense- Rio de Janeiro, 2005.

SOBOLEV, K.; GUTIÉRREZ, M. How nanotechnology can change the concrete world. Part one of a two-part series. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 84, n.10, p. 14-18, 2005.

SOBOLEV, K.; SHAH, S.P. **Nanotechnology of concrete: recent developments and future perspectives**. **American Concrete Institute**, v. 254, p. 93-120, 2008.

VAISMAN, L.; WAGNER, D. H.; MAROM, G. The Role of Surfactants in Dispersion of Carbon Nanotubes. **Advances In Colloid and Interface Science**, v. 128, n. 130, p. 37-46. 2006.

WANSOM, S.; KIDNER N. J.; WOO L. Y.; MASON T. O., AC- Impedance response of multi-walled carbon nanotube/cement composites. **Cement & Concrete Composites**, v. 28, p. 509-519, 2006.