

**MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
CURSO DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS DOS MATERIAIS**

**ALEXSANDRO DOS SANTOS FELIPE**

**UTILIZAÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO E NANO-SIO<sub>2</sub> EM ARGAMASSAS  
PRODUZIDAS COM CINZAS DO LODO DE ESGOTO EM SUBSTITUIÇÃO  
PARCIAL DO CIMENTO PORTLAND**

**Rio de Janeiro**

**2015**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**ALEXSANDRO DOS SANTOS FELIPE**

**UTILIZAÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO E NANO-SIO<sub>2</sub> EM  
ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM CINZAS DO LODO DE ESGOTO  
EM SUBSTITUIÇÃO PARCIAL DO CIMENTO PORTLAND**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientadores: Prof. Carlos Nelson Elias – D.C  
Prof. Jorge Luís Akasaki – D.C

Rio de Janeiro

2015

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**ALEXSANDRO DOS SANTOS FELIPE**

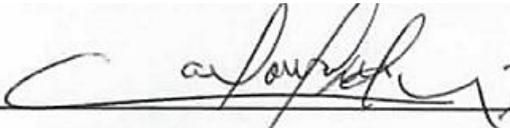
**UTILIZAÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO E NANO-SiO<sub>2</sub> EM ARGAMASSAS  
PRODUZIDAS COM CINZAS DO LODO DE ESGOTO EM SUBSTITUIÇÃO PARCIAL DO  
CIMENTO PORTLAND**

Tese de doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Ciências dos Materiais.

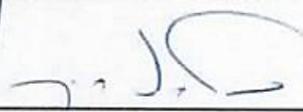
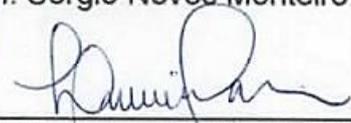
Orientadores: Prof. Carlos Nelson Elias – D.C.

Prof. Jorge Luís Akasaki – D. C.

Aprovada em 04 de Maio de 2015 pela seguinte banca examinadora:


Prof. Carlos Nelson Elias – D.C. do IME - Presidente

Prof. Jorge Luís Akasaki – D. C. da UNESP

Prof. Romildo Dias Toledo Filho – D. C. da COPPE/UFRJ

Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph. D. do IME

Prof. Luis Antonio Vieira Carneiro – D. C. do IME

Rio de Janeiro

2015

Dedico este trabalho aos meus pais, Esequiel Felipe de Araújo e Benedita dos Santos Felipe.

## AGRADECIMENTOS

Graças ao apoio de uma equipe de amigos e colaboradores, posso afirmar estas pessoas tornaram possível a conclusão deste trabalho. Em virtude da impossibilidade de fazer de forma mais abrangente, registro aqui de uma maneira pontual alguns agradecimentos:

Aos professores Dr.º Carlos Nelson Elias e Dr.º Jorge Luís Akasaki, pela competente e dedicada orientação, proporcionando-me diretrizes fundamentais para seguir em direção as metas traçadas.

Às instituições de ensino e pesquisa: o Instituto Militar de Engenharia - IME, a Universidade Estadual Paulista – UNESP e a Universidade Politécnica de Valência pelos usos dos laboratórios e fornecimentos de alguns equipamentos e matérias primas.

Ao programa de pós-graduação em engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia-IME pelo fornecimento da bolsa de estudos.

Ao professor Dr.º Mario Luiz Teixeira de Moraes do campus da Agronomia da UNESP/Ilha Solteira pela disposição de todos os equipamentos para funcionalização dos nanotubos. Especial agradecimento à assistente de suporte acadêmico Selma Maria Bozzite Moraes por disponibilizar autorização ao laboratório, o que me possibilitou trabalhar diversos dias e horários fora do expediente.

Ao professor Dr.º Jefferson Sidney Camacho pela amizade e disposição em sempre ajudar.

Aos Assistentes de suporte acadêmico: Gilson Campos Correa, Flávio Rogério Porato, Ronaldo Mendes do Amaral e Elton José de Souza. Especial agradecimento ao Gilberto Antônio de Brito pela criação de dispositivos de ensaio na prensa cbr e pelo capricho dos serviços prestados.

Pela orientação técnica aos assuntos relacionados à química e eletricidade: professores Dr.º Jean Richard Dasnoy Marinho e Dr.º José Antônio Malmonge, ambos do Departamento de Física e Química da UNESP/ Ilha Solteira-SP e também ao professor Dr.º Jordi Payá Bernabeu da Universidade Politécnica de Valência.

À GRACE do Brasil pelo fornecimento de nanosílica e aditivos superplastificantes. Especial reconhecimento para a eng<sup>a</sup>. Danila Ferraz e Rogério Venâncio pela orientação técnicas de uso dos produtos.

Ao Serviço Autônomo Municipal de Água e Esgoto de São José do Rio Preto – SEMAE pela doação do lodo.

Ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas CBPF, em especial reconhecimento à Cleo Silveira Martins por realizar o ensaio de fluorescência de raios-x na CLE.

Ao colega Alex Otávio Sanches, doutorando em Engenharia de Materiais da UNESP/Ilha Solteira por auxiliar nos ensaio drx e termogravimetria.

A minha companheira Flora Pereira Gonçalves pela paciência e companheirismo em todos os momentos

Aos meus pais: Esequiel Felipe de Araújo e Benedita dos Santos Felipe, atuando sempre como base de controle e superação, respectivamente aos bons e maus momentos da vida.

## SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....	10
LISTA DE TABELAS .....	15
LISTA DE EQUAÇÕES .....	18
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	19
<b>1</b> <b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>23</b>
<b>2</b> <b>JUSTIFICATIVA.....</b>	<b>25</b>
<b>3</b> <b>OBJETIVO .....</b>	<b>26</b>
<b>4</b> <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>27</b>
4.1      Propriedades físicas das argamassas no estado endurecido .....	27
4.2      Porosidade .....	27
4.3      Absorção de água .....	29
4.4      Resistência à compressão axial em argamassas com adição de nS e CLE .....	31
4.5      Resistência à compressão axial em argamassas com adição de nS e SF.....	32
4.6      Aderência entre a pasta de cimento e o agregado .....	33
4.7      Propriedades das pozolanas.....	33
4.7.1    Calcinação para promover atividade pozolânica em materiais argilosos.....	34
4.8      Influências das adições minerais nas propriedades dos concretos e argamassas no estado endurecido. ....	34
4.9      Hidratação do cimento Portland.....	35
4.10     Tempo de início de pega .....	37
4.11     Tempo de fim de pega.....	38
4.12     Aditivos .....	38
4.13     Zona de transição e matriz cimentícia.....	39
4.14     Calor de hidratação.....	40
4.15     Aplicação de nanotubos de carbono na construção civil.....	41
4.15.1    Uso de nanotubos em argamassas e concretos .....	42
4.15.2    Produção de nanotubos de carbono .....	48

<b>5</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>51</b>
5.1	Ensaio físico e químico.....	51
5.1.1	Caracterização da areia.....	52
5.1.2	Caracterização do cimento .....	52
5.1.3	Processamento da CLE.....	53
5.1.4	Caracterização da CLE.....	54
5.1.5	Caracterização do aditivo superplastificante (SP).....	56
5.1.6	Caracterização da nano-SiO <sub>2</sub> .....	57
5.1.7	Caracterização dos nanotubos de carbono .....	58
5.1.8	Funcionalização dos nanotubos de carbono .....	58
5.1.9	Confecção das argamassas e pastas de cimento .....	59
5.1.10	Difração de raio-x das pastas .....	62
5.1.11	Caracterização microestrutural por meio do MEV. ....	63
5.1.12	Consistência da argamassa .....	63
5.1.13	Absorção de água por imersão e capilaridade, índice de vazios e massa específica das argamassas. ....	64
5.1.14	Varição dimensional (retração linear) da argamassa.....	66
5.2	Análises térmicas.....	68
5.3	Condutividade elétrica das pastas por meio do método das duas pontas.....	69
5.4	Ensaio mecânico.....	70
5.4.1	Ensaio de resistência à tração na flexão e compressão .....	70
<b>6</b>	<b>RESULTADOS E ANÁLISES.....</b>	<b>73</b>
6.1	Granulometria da areia .....	73
6.2	Caracterização do cimento .....	75
6.3	Caracterização da CLE.....	75
6.3.1	Calcinação da CLE.....	75
6.3.2	Massa específica absoluta e aparente, área superficial e diâmetro médio da CLE.....	76
6.3.3	Caracterização química da CLE.....	77
6.3.4	Difração de raios-x da CLE.....	78
6.4	Aditivos .....	79
6.4.1	Fluidez e vida útil.....	79

6.5	Caracterização dos nanotubos .....	80
6.5.1	Ensaio de fluorescência de raios-x nos NTCPM funcionalizados .....	81
6.5.2	Análise no MEV nos NTCPM funcionalizados e não funcionalizados .....	83
6.6	Consistências das argamassas .....	85
6.7	Variação dimensional (retração linear) da argamassa.....	86
6.8	Determinações da absorção por imersão e capilaridade, índice de vazios e massas específicas. ....	87
6.9	Difração de raio-x das pastas de cimento Portland .....	88
6.10	Calor de hidratação nas pastas de cimento Portland .....	91
6.11	Análise termogravimétrica .....	95
6.12	Condutividade elétrica das pastas por meio do método das duas pontas. ....	99
6.13	Ensaio de resistência à compressão e tração por meio da flexão .....	101
6.14	Tratamento estatístico .....	112
6.14.1	Tratamento estatístico das resistências à compressão em argamassas com 90 dias de idade.....	114
6.14.2	Resistências à tração em argamassas com 90 dias de idade.....	118
6.15	Avaliação microestrutural nas pastas e argamassas por meio do MEV.....	121
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>126</b>
<b>8</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>128</b>
<b>9</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>129</b>
<b>10</b>	<b>APÊNDICE .....</b>	<b>135</b>

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 4.1	Porosidade aparente em argamassas com 20 e 3,5% de micro-SiO <sub>2</sub> e nanosílica, respectivamente.....	28
FIG. 4.2	Tamanho e área específica de partículas de CLE em função do tempo de moagem. ....	29
FIG. 4.3	Absorção de água em argamassas com adições de 20 e 3,5% de micro-SiO <sub>2</sub> e nanosílica respectivamente.....	30
FIG. 4.4	Permeabilidade de água em argamassas em função do tempo com diferentes tamanhos de partículas de nano-SiO <sub>2</sub> (0, 1 e 2%) e CLE (20%).....	31
FIG. 4.5	Resistência à compressão em argamassas com diferentes tamanhos de partículas de CLE – adição de 20% de CLE e 2% de nano-SiO <sub>2</sub> . ....	32
FIG. 4.6	Resistência à compressão em argamassas com adições de micro-SiO <sub>2</sub> (SF) e nano-SiO <sub>2</sub> . ....	33
FIG. 4.7	DRX das pastas com adições de 1% de nanosílica e 20% de CLE em tamanhos de partículas diferentes, aos 7 dias de idade. ....	37
FIG. 4.8	Representação dos produtos formados pela hidratação do cimento nas proximidades do agregado. ....	40
FIG. 4.9	Representação do calor da variação de hidratação e das fases (períodos) em função do tempo para as reações das pastas de cimento Portland. Fonte: HEWWLETT adaptado por THOMAZ (2008). ....	41
FIG. 4.10	Área de superfície específica e tamanho de partículas constituintes do concreto. ....	43
FIG. 4.11	Custo do concreto com NTCPM em três situações diferentes de dispersão. MARCONDES 2012.....	44
FIG. 4.12	Consistência pelo abatimento do tronco de cone em concretos.....	45
FIG. 4.13	a) NTCPM não tratados, b) NTCPM curtos e com grupos COOH, c) NTCPM longos e com grupos OH. ....	46
FIG. 4.14	Nanotubos de carbono presente em regiões com fissuras em uma matriz cimentícia do concreto. ....	47
FIG. 4.15	NTC engastado em uma região de fissura da argamassa, visualizado pelo MEV. ....	47

FIG. 4.16	Processo de produção de nanotubos de carbono pelo método da ablação por irradiação de raio laser. ....	49
FIG. 4.17	A) Nanotubos de parede simples, B) Nano tubos de paredes múltiplas (NTCPM). .....	50
FIG. 5.1	A) Moinho de bolas de aço. B) CLE moída com 50 minutos. C) CLE após queima. D) CLE moída. ....	54
FIG. 5.2	Equipamento Blaine.....	55
FIG. 5.3	Argamassadeira utilizada para confecção das argamassas. ....	61
FIG. 5.4	Forma para confecção dos corpos-de-prova prismáticos.....	61
FIG. 5.5	Amostra das pastas endurecidas com formato cilíndrico.....	62
FIG. 5.6	Mesa de consistência para argamassas. ....	63
FIG. 5.7	Balança hidrostática para pesagem das argamassas. ....	65
FIG. 5.8	Corpos-de-prova submetidos ao ensaio de absorção por meio da capilaridade. ...	66
FIG. 5.9	Forma e leitura dimensional de argamassas. ....	67
FIG. 5.10	Esquema de utilização do artefato de isopor para o isolamento térmico da pasta de cimento. ....	68
FIG. 5.11	Equipamento utilizado para estudo termogravimétrico em pastas. ....	69
FIG. 5.12	A) Figura esquemática do método das duas pontas, B) detalhe do ensaio realizado e C) amostra com a tinta prata em uma das faces. ....	70
FIG. 5.13	Representação do ensaio de resistência à tração por flexão para argamassas. ....	71
FIG. 5.14	Prensa CBR utilizada para ruptura das argamassas submetidas à tração na flexão. .....	71
FIG. 5.15	Prensa utilizada para ruptura das argamassas submetidas à compressão. ....	72
FIG. 6.1	Curva granulométrica da areia natural.....	73
FIG. 6.2	Curva granulométrica da areia natural modificada.....	74
FIG. 6.3	Ação da temperatura em função do tempo durante a calcinação da CLE por autocombustão.....	76
FIG. 6.4	Partícula de CLE observada no MEV com aumento de 30000x. ....	77

FIG. 6.5	Difratograma das amostras de CLE mostrando-se os principais minerais. ....	79
FIG. 6.6	A) NTCPM com 1% em solução aquosa, sonicado e funcionalizado com $\text{Ca(OH)}_2$ . B) NTCPM 1% em solução aquosa, sonicado e funcionalizado com $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . C) NTCPM 1% em solução aquosa, sonicado e não funcionalizado. ....	81
FIG. 6.7	Ensaio de fluorescência de raios-x em NTCPM funcionalizados e tratados com $\text{Ca(OH)}_2$ , análise em duas posições diferentes. ....	82
FIG. 6.8	Espectro obtido no ensaio de fluorescência de raios-x em NTCPM funcionalizados e tratados com $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Análise em duas posições diferentes. ....	82
FIG. 6.9	Morfologia do NTCPM funcionalizados e visualizados no MEV. ....	84
FIG. 6.10	Morfologia do NTCPM não funcionalizados e visualizados no MEV. ....	85
FIG. 6.11	Difratogramas de raios-x de todas as composições estudadas para a idade de 7 dias. Detalhe para o pico de portlandita em torno de $18^\circ$ . ....	88
FIG. 6.12	Difratograma de raios-x com destaque em escala maior para as proximidades do pico localizado em $18^\circ$ na posição $2\theta$ . ....	89
FIG. 6.13	Difratogramas de raios-x das composições estudadas para a idade de 28 dias com cura térmica envelhecida a $50^\circ\text{C}$ . Detalhe para o pico de portlandita em torno de $18^\circ$ . ....	90
FIG. 6.14	Difratograma de raios-x das amostras com idade de 28 dias com cura térmica. A maior intensidade para o pico localizado em $18^\circ$ na posição $2\theta$ . ....	91
FIG. 6.15	Curvas representativas da variação da temperatura com o tempo. As curvas possuem semelhança com as curvas da energia liberada em relação ao tempo. ...	92
FIG. 6.16	Curvas da variação da temperatura com o tempo das composições estudadas, com ênfase para a região de dormência. ....	93
FIG. 6.17	Curvas da variação do tempo das composições com ênfase para a região de formação dos elementos enrijecedores. ....	94
FIG. 6.18	Pequenas partículas cúbicas formadas devido a ação do superplastificante na hidratação do cimento na pasta com 10% CLE + NS (Na) e 7 dias de cura. ....	95
FIG. 6.19	Curvas de TG e DTG em pastas com 7 dias de idade, sem adição de CLE. ....	96

FIG. 6.20	Curvas da análise térmica por TG e DTG em pastas de cimento Portland com 7 dias de cura e sem adições de CLE. ....	97
FIG. 6.21	Curvas de TG e DTG em pastas com 7 dias de idade, com adição de 10% adição de CLE. ....	98
FIG. 6.22	Curvas da análise térmica por TG e DTG em pastas de cimento Portland com 7 dias de cura e com adições de 10% CLE.....	99
FIG. 6.23	Representação gráfica das ligações Ca, Na e SO <sub>4</sub> em nanotubos funcionalizados. ....	101
FIG. 6.24	Resistências à compressão de todas as composições estudadas, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura. ....	102
FIG. 6.25	Resistências à tração das composições com somente adição de CLE, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura. ....	103
FIG. 6.26	Resistências à compressão das composições com somente adição de CLE, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura. ....	104
FIG. 6.27	Resistência à compressão da composição com tratamento de Ca(OH) <sub>2</sub> durante o processo de funcionalização dos NTCPM.....	105
FIG. 6.28	Resistência à compressão da composição com tratamento de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> durante o processo de funcionalização dos NTCPM.....	106
FIG. 6.29	Resistência à compressão da composição com tratamento de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> durante o processo de funcionalização dos NTCPM.....	107
FIG. 6.30	Resistências à tração de todas as composições estudadas, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura. ....	108
FIG. 6.31	Resistência à tração da composição com tratamento de Ca(OH) <sub>2</sub> durante o processo de funcionalização dos NTCPM.....	109
FIG. 6.32	Resistência à tração da composição com tratamento de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> durante o processo de funcionalização dos NTCPM.....	110
FIG. 6.33	Resistência à tração da composição com adição da CLE e SiO <sub>2</sub> .....	111
FIG. 6.34	Portlandita envolto por monossulfoaluminatos na pasta 0% CLE com 7 dias de idade. ....	121

FIG. 6.35 Grande concentração de portlandita envolta por monossulfoaluminatos na pasta 10% CLE na região de transição com 7 dias de idade. ....	122
FIG. 6.36 Grande concentração de nanotubos na argamassa com 10% CLE + NS (Ca) com 28 dias de idade. ....	122
FIG. 6.37 Grande concentração de monossulfoaluminatos em argamassa de 10% CLE aos 28 dias de idade. ....	123
FIG. 6.38 Região de transição na argamassa com 0% CLE + NS (Ca) aos 7 dias de idade.	124
FIG. 6.39 Microfratura na região submetida à tração, detalhe para o engastamento dos NTCPM na argamassa com 10% CLE + NS (Ca) aos 90 dias de idade. ....	124
FIG. 6.40 Destaque numa região de fratura por tração e do comprimento de um NTCPM engastado na argamassa de 10% CLE + NS (Ca) aos 90 dias de idade. ....	125

## LISTA DE TABELAS

TAB. 4.1	Dimensões dos poros em função da idade de cura e adições de nS e CLE em substituição parcial do cimento Portland.....	29
TAB. 4.2	Substâncias, fórmulas químicas, compostos e abreviações dos principais produtos de hidratação do cimento.....	36
TAB. 5.1	Composição em peso das composições analisadas. ....	51
TAB. 5.2	Parâmetros utilizados na difração de raios-x.....	56
TAB. 5.3	Dados de caracterização da nano-SiO <sub>2</sub> (informações cedidas pelo fabricante GRACE <sup>TM</sup> ). ....	57
TAB. 5.4	Proporções de materiais utilizados na confecção das composições das argamassas. ....	59
TAB. 5.5	Corpos-de-prova utilizados nos ensaios propostos. ....	60
TAB. 6.1	Resultados dos ensaios de granulometria da areia natural. ....	74
TAB. 6.2	Resultados físicos referentes à granulometria da areia natural modificada. ....	74
TAB. 6.3	Proporções de areia para a areia natural modificada.....	75
TAB. 6.4	Massa específica absoluta, área específica e diâmetro médio da partícula do cimento. ....	75
TAB. 6.5	Massa específica absoluta e aparente, área específica e diâmetro médio das partículas da CLE. ....	77
TAB. 6.6	Percentuais de óxidos presentes na CLE.....	78
TAB. 6.7	Resultados da fluidez e vida útil dos aditivos. ....	80
TAB. 6.8	Caracterização dos NTCPM, resultados fornecidos pelo fornecedor.. ....	80
TAB. 6.9	Elementos presentes nos nanotubos funcionalizados após tratamento com Ca(OH) <sub>2</sub> e Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> . ....	83
TAB. 6.10	Índices de consistência das amostras de CLE. ....	85
TAB. 6.11	Variação dimensional e de massa para as composições estudadas após diferentes tempos de cura.....	86

TAB. 6.12	Massa específica seca, saturada e real; índice de vazios e absorção de água por imersão da argamassa aos 28 dias de idade.....	87
TAB. 6.13	Absorção por capilaridade da argamassa. ....	87
TAB. 6.14	Consumos de portlandita e carbonato de cálcio em pastas de cimento com 7 dias de idade.....	96
TAB. 6.15	Condutividade elétrica em pastas de cimento Portland com 28 dias de idade. ....	100
TAB. 6.16	Ganhos de resistência à compressão e à tração na flexão nas argamassas com cura de 90 dias.....	103
TAB. 6.17	Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 7 dias. ....	111
TAB. 6.18	Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 28 dias. ..	112
TAB. 6.19	Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 90 dias. ..	112
TAB. 6.20	Variáveis e níveis escolhidos para a resistência à compressão e tração em argamassas com NTCPM funcionalizados.....	113
TAB. 6.21	Variáveis e níveis escolhidos para a resistência à compressão e tração em argamassas com adição de NTCPM funcionalizados e não-funcionalizados. ....	113
TAB. 6.22	Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e tratamento pós funcionalização nos NTCPM adicionados em argamassas e submetidas à compressão. ....	114
TAB. 6.23	Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com adição de NTCPM e CLE na idade de 90 dias. ....	115
TAB. 6.24	Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com e sem adição de NTCPM (Na) aos 90 dias de idade. ....	116
TAB. 6.25	Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com ou sem adição de NTCPM (Na) na idade de 90 dias.....	116
TAB. 6.26	Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com Ca(OH) <sub>2</sub> e adicionados em argamassas submetidas à compressão. ....	117
TAB. 6.27	Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com ou sem adição de NTCPM (Ca) na idade de 90 dias.....	118

TAB. 6.28 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e tratamento pós funcionalização nos NTCPM adicionados em argamassas e submetidas à tração. ....	119
TAB. 6.29 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> e adicionados em argamassas submetidas à tração. ....	120
TAB. 6.30 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com Ca(OH) <sub>2</sub> e adicionados em argamassas submetidas à tração. ....	120
TAB. 10.1 Leituras da temperatura em função do tempo durante a autocombustão da CLE.	136
TAB. 10.2 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 7 dias. ....	136
TAB. 10.3 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 28 dias. ....	137
TAB. 10.4 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 90 dias. ....	138
TAB. 10.5 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 7 dias. ....	139
TAB. 10.6 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 28 dias. ....	140
TAB. 10.7 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 90 dias. ....	142
TAB. 10.8 Ensaio em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 1 dia de cura. ....	143
TAB. 10.9 Ensaio em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 7 dias de cura. ....	144
TAB. 10.10 Ensaio de em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 28 dias de cura. ....	145

## LISTA DE EQUAÇÕES

EQ. 4.1.....	37
EQ. 5.1.....	64
EQ. 5.2.....	64
EQ. 5.3.....	65
EQ. 5.4.....	65
EQ. 5.5.....	65
EQ. 5.6.....	66
EQ. 5.7.....	67
EQ. 5.8.....	67
EQ. 5.9.....	69
EQ. 5.10.....	72
EQ. 5.11.....	72
EQ. 6.1.....	95
EQ. 6.2.....	95

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### LISTA DE ABREVIATURAS

A	-	Absorção de água por imersão
ABNT	-	Associação brasileira de normas técnicas
<i>At</i>	-	Absorção de água por capilaridade (g/cm <sup>2</sup> )
C2S	-	Silicato dicálcico (belita)
C3S	-	Silicato tricálcico (alita)
C3A	-	Aluminato tricálcico
C4AF	-	Ferro aluminato tetracálcico
Ca(OH) <sub>2</sub>	-	Portlandita, hidróxido de cálcio
C-A-S-H	-	Etringita
a/agl.	-	Relação água aglomerantes
agr./agl.	-	Relação agregados/aglomerantes
CaSO <sub>4</sub>	-	Sulfato de cálcio
Cd	-	Condutividade elétrica (( $\Omega$ .m) <sup>-1</sup> )
CLE	-	Cinza do lodo de esgoto
CH	-	Portlandita
C-S-H	-	Silicato de cálcio hidratado
DTG	-	Termogravimetria derivada
ETE	-	Estações de tratamento de esgoto
IME	-	Instituto Militar de Engenharia
MEV	-	Microscópio eletrônico de varredura
NBR	-	Norma Brasileira Registrada
nS	-	Nanosílica (sílica ativa em escala nano)
NTC	-	Nanotubos de carbono
NTCPM	-	Nanotubo de carbono de paredes múltiplas
$\bar{S}$	-	Trióxido de enxofre
S.s.s	-	Massa saturada de superfície seca da areia (g/cm <sup>3</sup> )
SEMAE	-	Serviço Autônomo Municipal de Água e Esgoto de São José do Rio Preto
SF	-	Sílica fume
SiO <sub>2</sub>	-	Sílica

SO <sub>3</sub>	-	Trióxido de enxofre
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	-	Íon sulfato
SP	-	Superplastificante
TG	-	Termogravimetria
UNESP	-	Universidade estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\Phi_{\text{máx.}}$	-	Diâmetro máximo da areia (mm)
$\varepsilon_i$	-	Varição dimensional
$\Delta m$	-	Varição de massa (%)
$\sigma_t$	-	Resistência à tração na flexão (MPa)
$\sigma_c$	-	Resistência à compressão (MPa)
$\rho_s$	-	Massa específica da amostra seca (g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_{\text{sat}}$	-	Massa específica da amostra saturada (g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_r$	-	Massa específica real (g/cm <sup>3</sup> )
$f_t$	-	Carga aplicada verticalmente no centro do prisma (N)
$f_c$	-	Carga aplicada verticalmente de forma axial no corpo-de-prova (N)
$I_v$	-	Índice de vazios
$m_i$	-	Massa da amostra saturada imersa em água, em gramas
$m_{\text{sat}}$	-	Massa da amostra saturada em água após enxugar com pano úmido (g)
$m_s$	-	Massa da amostra seca em estufa (g)
(sd <sub>c</sub> ; cv <sub>c</sub> )	-	Desvio padrão e coeficiente de variação na compressão
(sd <sub>t</sub> ; cv <sub>t</sub> )	-	Desvio padrão e coeficiente de variação na tração

## RESUMO

Diante das várias adições minerais disponíveis para substituição parcial do cimento Portland em argamassas e concretos, a cinza do lodo de esgoto (CLE) é uma das menos utilizadas. Porém, pode proporcionar junto com os nanomateriais uma grande importância ambiental e sustentável.

Para reduzir a porosidade e a formação de trincas na matriz cimentícia, a nano-SiO<sub>2</sub> (nS) e o nanotubo de carbono de paredes múltiplas (NTCPM) são possíveis opções. No presente trabalho fez-se a mistura de 0,30% de NTCPM com 3% de nano-SiO<sub>2</sub> e a adição de 0 e 10% de CLE. Foram utilizados percentuais de 1,25 a 2,8% de superplastificantes nas misturas contendo somente nS e nas misturas com NTCPM, respectivamente.

Nas argamassas foram realizados ensaios de resistência à compressão, tração por meio da flexão, absorção de água por modo capilar e de imersão, consistência, determinação das massas específicas seca, aparente e real. Nas pastas, foram feitos os ensaios de difratometria e fluorescência de raios-x, termogravimetria (TG/DTG), levantamento da curva da variação da temperatura ao longo do tempo para obter informações sobre a hidratação do cimento. Para complementar, fez-se a análise da condutividade térmica. Os resultados mostraram que a utilização da CLE, da nanosílica e em conjunto destes com o NTCPM em substituição parcial da massa de cimento, apresentaram aumentos significativos na resistência à tração, com ganhos aproximados de 30% e 20% para a resistência à compressão.

Quanto à dispersão dos nanotubos na água, o modo de funcionalização utilizado neste estudo, mostrou-se eficiente, mantendo os NTCPM uniformemente distribuídos e sem sedimentação por seis meses. Sobre a atividade pozolânica, todas as adições empregadas consumiram a portlandita, contudo, o consumo apresentado pela CLE é proveniente da formação não apenas de C-S-H, mas também, de etringita. Nas análises no MEV pode-se observar boa dispersão dos nanotubos na matriz cimentícia, além de um evidente engaste (intertravamento) conferindo resistência à propagação das trincas.

## ABSTRACT

Facing the several mineral additions available to Portland cement partial substitution in mortar and concrete, one of the least used is the sewage sludge ash (SSA). However, along with the nanomaterials; it may provide a great environmental and sustainable importance.

To reduce porosity and crack formations in the cementitious matrix, the nano-SiO<sub>2</sub> (nS) and the multi-walled carbon nanotube (MWCNT) are possible options. On this work the mixture of 0,30% of MWCNT with 3% of nano-SiO<sub>2</sub> and the addition of 0 and 10% of CLE were made. A percentage from 1,25 to 2,8 % of superplasticizer aditives was used in the mixtures containing only nS and in the mixtures with MWCNT, respectively.

The tests made with the mortar were the compressive strength and tensile strength through bending, water absorption through capillary and immersion mode, consistence and determination of specific dry mass, apparent and real mass. The tests made with the binders were the diffraction and X-ray fluorescence tests, thermogravimetry (TG/DTH), rising of temperature variation curve, throughout the time which provides information about cement hydration. At last a thermal conductivity analysis was made. The results showed that the use of SSA, of nanosilica and in groups of these with MWCNT substituting the mortar, showed significant increase in tensile strength, on which around 30% and 20% of compressive strength gains were obtained.

Regarding the nanotubes dispersion in water, the modified functionalization mode in this study, was efficient, keeping the MWCNT uniformly distributed and without sedimentation for six months. About the pozzolanic activity, all the used additions consumed the portlandite, nevertheless, the consumption presented by SSA comes from not only the formation of C-S-H, but also from the ettringite. Finally, the MEV image visualizations, showed a good nanotube dispersion in cementitious matrix, besides an evident bind (interlocking) making it resistant to the crack spreading.

## 1 INTRODUÇÃO

A destinação de resíduos sólidos é uma preocupação constante na sociedade. A disposição destes subprodutos provenientes das indústrias motivam os estudos que possam adequar corretamente o descarte final destes materiais.

Nas estações de tratamento de esgoto (ETE), o problema é semelhante e muitas vezes, mais grave. Um subproduto que exige atenção é o lodo de esgoto. Segundo TSUTIYA (2000), na região metropolitana da cidade de São Paulo, estima-se que 785 toneladas de lodo seco serão produzidas diariamente em 2015.

Algumas formas de disposição final do lodo são feitas diretamente no solo, ou seja, uso na agricultura ou na mistura com resíduos sólidos urbanos (aterros sanitários). Outra opção seria a disposição em rios e mares; além da incineração ou a aplicação industrial como resíduo (JARNIS E VICKRIDGE, 1984).

O uso do lodo como resíduo para aproveitamento na construção civil começou na fabricação de materiais cerâmicos, incluindo os tijolos (ALLEMAN E BERMAN, 1984). A fabricação de tijolos tem sido usualmente utilizada como alternativa para uso de resíduos dos mais diferentes tipos, inclusive para o lodo de esgoto resultante de uma ETE (SAITO, 1994).

Devido ao grande consumo de cimento Portland empregado em obras estruturais, estas tornaram uma opção interessante de disposição final da cinza do lodo de esgoto (CLE). Vários trabalhos com este intuito foram produzidos (TAY, 1987; TAY e SHOW, 1992; MORALES & AGOPYAN, 1992; GEYER, 2001; FONTES, 2003; LIN e TSAI, 2006; MUSSE, 2007).

No presente estudo será utilizado a CLE na produção de argamassas com e sem nanomateriais, sendo estes a nano-SiO<sub>2</sub> (nS) e os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM) ou em inglês MWCNT (multi-walled carbon nanotubes).

Nos últimos anos, as nanopartículas ganharam atenção especial devido às várias possibilidades de aplicação na indústria. As partículas quando ultrafinas e incorporadas no cimento Portland na forma de pastas, argamassas ou concretos podem apresentar desempenho melhores que as formas convencionais (NEVILLE, 1996; LI et. al., 2004).

Entre os vários motivos para utilização dos nanomateriais, podem-se citar as preocupações ambientais sempre presentes nas construções dos edifícios, e estas pequenas

partículas permitem um progresso na indústria da construção civil. Desta forma, muitas limitações presentes nas edificações podem ser reduzidas, abrindo caminhos para novos produtos e possibilidades de avanço estrutural e arquitetônico (BROEKHUIZEN et. al., 2011).

A adição de partículas de  $\text{SiO}_2$  amorfa com tamanho na ordem de nanômetro influenciam na maior formação dos cálcio-silicato-hidratados (C-S-H) e na redução dos poros da matriz cimentícia. Além disso, contribui favoravelmente na durabilidade dos concretos e pode aumentar a aderência das armaduras com a pasta e argamassa de cimento (COLLEPARDI, 2005).

A resistência e a durabilidade das argamassas podem ser aumentadas com adições de nano- $\text{SiO}_2$ . O efeito seria devido a uma alta reação pozolânica quando comparado a outros aditivos minerais, formando o gel de C-S-H, com isto, tem-se uma zona de transição mais compacta (região entre a matriz e o agregado). Outra ação da nS seria o efeito fíller, tornando mais densa a argamassa devido ao preenchimento dos nanoporos (LI, 2004; BJÖRNSTRÖM, 2004).

Outro nanomaterial que pode melhorar as propriedades físicas e mecânicas das argamassas e concretos é o nanotubo de carbono, a geometria dos nanotubos influencia no desempenho, podendo ser cinco vezes mais leves e mais de vinte vezes mais resistente a tração que o aço utilizado na construção civil (CHAVES, 2002).

## 2 JUSTIFICATIVA

Entre as justificativas para o uso da CLE, nS e do NTCPM como adições em argamassas de cimento Portland destaca-se que, a adição da cinza do lodo de esgoto pode reduzir o descarte inadequado em áreas urbanas e florestais, visto que a construção civil é uma indústria de alto consumo de matéria prima, além disto, a CLE apresenta uma pequena reatividade pozolânica e atua como fíller.

O uso da nanosílica (nS) é recomendado pelo alto grau pozolânico, resultado da grande área específica quando comparada, por exemplo, com a micro-SiO<sub>2</sub>, esta propriedade permite a oferta de argamassas e concretos mais densos, com maior formação de C-S-H, mais duráveis e resistentes mecanicamente.

A utilização dos nanotubos de carbono pode contribuir para a redução das fissuras internas devido à boa distribuição de tensões que este material proporciona, além de contribuir no refinamento dos poros.

Devido à maior formação de elementos enrijecedores (produtos hidratados) na matriz cimentícia proporcionado pelo uso da nS, a utilização dos NTCPM foi motivada devido ao reforço mecânico na escala manométrica, correspondendo a maiores resistências à tração. Contudo, a adição destes elementos mais nobres merece estudo quando incorporados juntamente com adições que contenham quantidades relativamente altas de óxidos de enxofre, como por exemplo, as cinzas do lodo de esgoto.

Os critérios para uso destas argamassas com três adições distintas foram baseados em outros estudos na qual utilizaram uma ou duas adições propostas neste trabalho, procurou-se também seguir valores semelhantes de água/aglomerantes e agregados/aglomerantes, restando então realizar ajustes para adaptação ao padrão de consistência proposto. Uma das grandes vantagens do presente trabalho é a variedade de materiais inovadores empregados.

### **3 OBJETIVO**

Analisar as propriedades físicas e mecânicas de argamassas de cimento Portland com adições de nanotubos de carbono, nano-SiO<sub>2</sub> e CLE em diferentes combinações e proporções. O objetivo será determinar o comportamento destas misturas com adições minerais na escala micro e nano, especialmente entre a nano-SiO<sub>2</sub> e os NTCPM frente às propriedades reológicas do produto cimentício, como a consistência.

Complementando o estudo, será analisado o desempenho de cada mistura quanto ao calor de hidratação desprendido, a condutividade elétrica, análise térmica, variação dimensional e de massa.

## 4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1 PROPRIEDADES FÍSICAS DAS ARGAMASSAS NO ESTADO ENDURECIDO

Entre as diversas propriedades das argamassas a serem estudadas no presente trabalho, serão abordadas aquelas mais requeridas tecnicamente e algumas especiais, como a condutividade elétrica e a influência da incorporação de NTCPM.

### 4.2 POROSIDADE

SENFF et. al. (2010), estudaram a porosidade aparente em argamassas com adições de micro-SiO<sub>2</sub> (SF) e nanosílicas (nS), cuja proporção das misturas foi de 20 e 3,5% respectivamente, os autores fez a proposta do comportamento usando um modelo matemático baseado em regressão linear.

As análises das absorções variaram em função da quantidade de adições minerais em relação água/aglomerante. Em todas as misturas teve-se a incorporação do aditivo superplastificantes (SP). A figura 4.1 ilustra o gráfico obtido com as adições de nanosílicas e micro-SiO<sub>2</sub>.

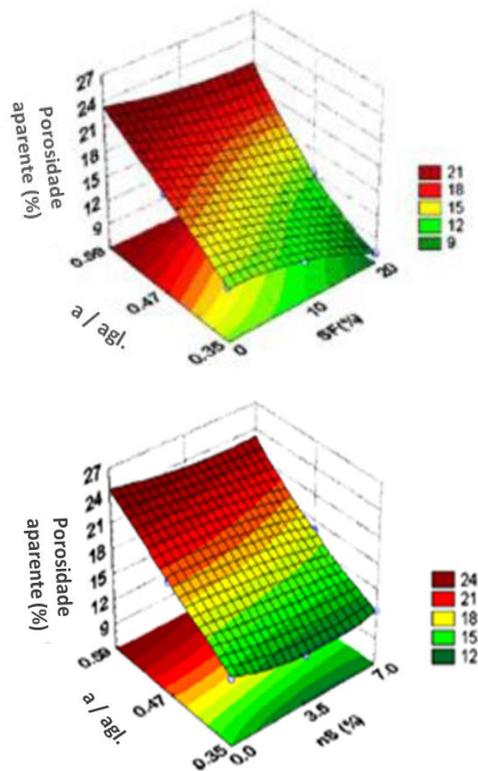


FIG. 4.1 Porosidade aparente em argamassas com 20 e 3,5% de micro-SiO<sub>2</sub> e nanosílica, respectivamente.  
 Fonte: SENFF et. al. (2010).

Os gráficos da porosidade aparente mostraram uma aproximação dos valores, o que significa que uma pequena parcela de nanosílica pode ter efeitos similares a micro-SiO<sub>2</sub> empregada em maior proporção.

Segundo LIN et. al. (2008), com adição de nS e CLE em substituição parcial do cimento Portland, ocorre melhor refinamento dos poros, o qual é proporcional a adição de nS, mesmo após poucos dias após a cura (3 a 7 dias), o que mostra um efeito fíller favorável.

Sabe-se que as nS apresentam grande atividade pozolânica, podendo obter melhores resultados nas idades mais avançadas, visto que estas reações são mais lentas que a do cimento em condições normais, sem adições minerais. Na tabela 4.1 são apresentados dados dos resultados comentados.

TAB. 4.1 Dimensões dos poros em função da idade de cura e adições de nS e CLE em substituição parcial do cimento Portland.

Dimensão da partícula de CLE ( $\mu\text{m}$ )	Nano-SiO <sub>2</sub>		0%		1%		2%	
	Dias de cura	3	7	3	7	3	7	
1	Raio do poro (nm)	78,95	65,79	72,12	60,48	62,50	50,48	
10		84,27	78,95	75,00	67,57	63,56	62,50	
75		156,65	93,75	107,14	83,33	75,00	68,18	

Fonte: LIN et al. (2008).

LIN et. al. (2008) estudaram a influência do tempo de moagem no tamanho das partículas e na área superficial da CLE. Conforme se esperava, os resultados mostraram que quanto maior o tempo de moagem, menor é o tamanho da partícula e maiores valores da área específica, conforme mostrado na figura 4.2.

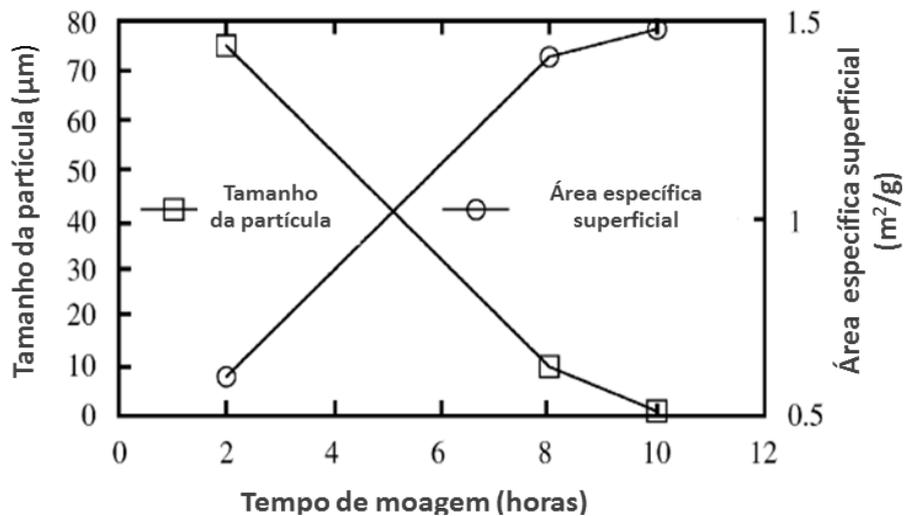


FIG. 4.2 Tamanho e área específica de partículas de CLE em função do tempo de moagem. Fonte: LIN et. al. (2008).

### 4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA

A absorção de água em argamassas e concretos reflete a tendência do artefato de cimento Portland ser mais ou menos durável. Com base na figura 4.3 pode-se verificar a influência das as adições de 3,5% nanosílicas e de 20% micro-SiO<sub>2</sub> são semelhantes quanto à permeabilidade da água. Este resultado pode ser associado as reduções dos poros capilares (SENFF et. al., 2010).

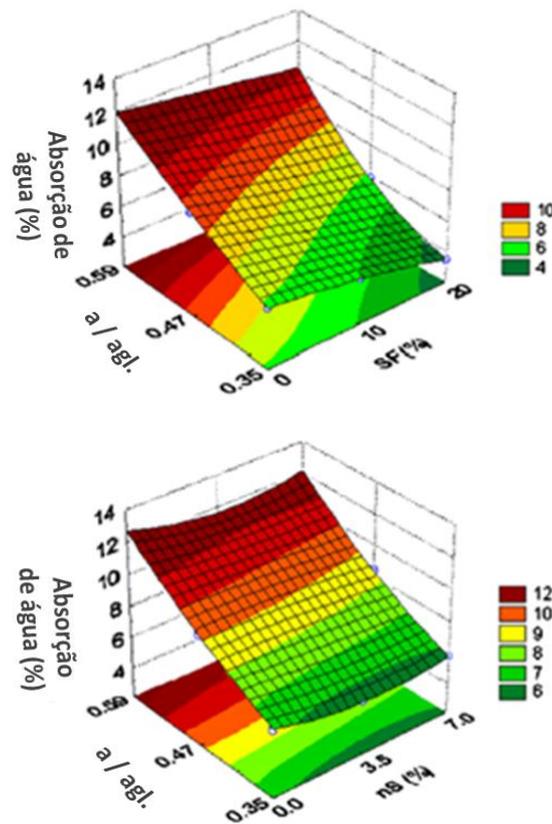


FIG. 4.3 Absorção de água em argamassas com adições de 20 e 3,5% de micro-SiO<sub>2</sub> e nanosílica respectivamente.  
Fonte: SENFF et. al. (2010).

LIN et. al. (2008) mostraram que em um determinado comprimento específico, a absorção capilar da argamassa torna-se mais lenta para as misturas com maiores adições de nS, assim como, para as menores dimensões das partículas de CLE, conforme figura 4.4.

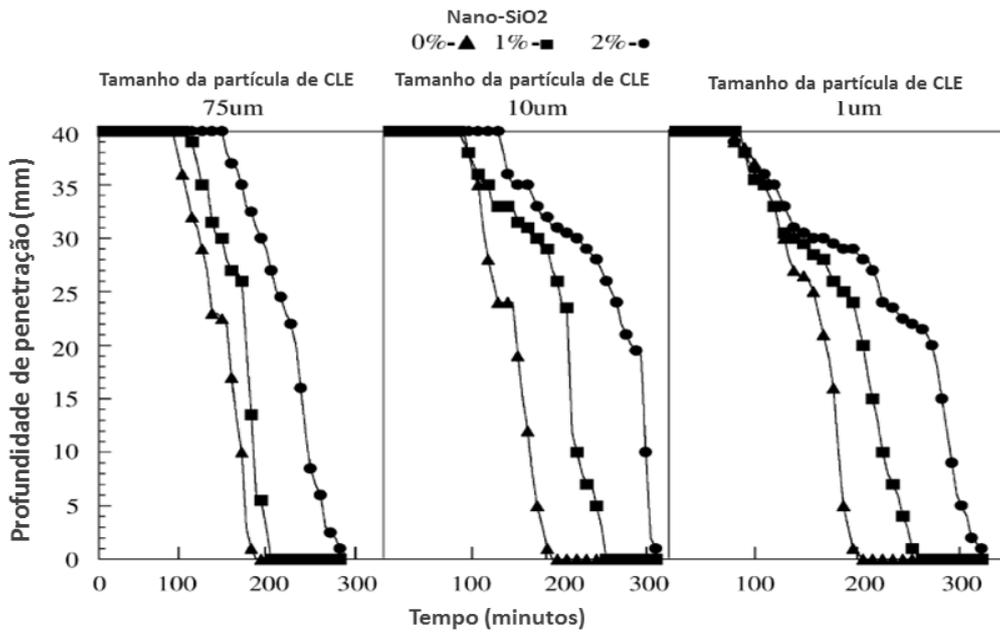


FIG. 4.4 Permeabilidade de água em argamassas em função do tempo com diferentes tamanhos de partículas de nano-SiO<sub>2</sub> (0, 1 e 2%) e CLE (20%).  
Fonte: LIN et. al. (2008).

De acordo com figura 4.4, pode-se verificar que a adição crescente de nanosílica juntamente com o emprego de partículas menores de CLE torna a argamassa menos permeável e com isto tem-se uma redução da permeabilidade ao longo do corpo de prova.

#### 4.4 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL EM ARGAMASSAS COM ADIÇÃO DE NS E CLE

Segundo LIN et. al. (2008), a resistência à compressão das argamassas com mistura de 20% de CLE e 2% de nS, tiveram resistências à compressão inversamente proporcionais aos tamanhos de partículas da cinza do lodo, ou seja, quanto maior o tamanho da partícula de CLE, menor foi a resistência a compressão alcançada. O motivo é o menor refino dos poros provocado pelo maior tamanho médio das partículas, reduzindo a compacidade na matriz cimentícia. Mostra-se na figura 4.5 ilustra a variação da tensão de compressão em função do tempo.

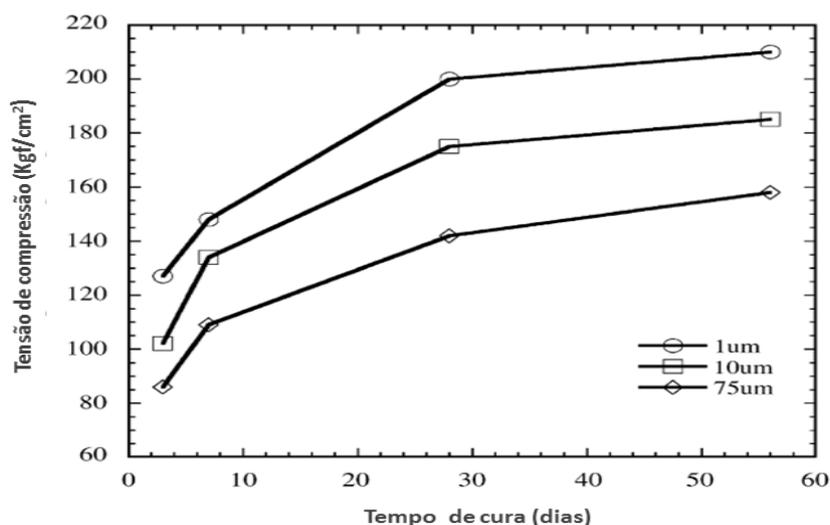


FIG. 4.5 Resistência à compressão em argamassas com diferentes tamanhos de partículas de CLE – adição de 20% de CLE e 2% de nano-SiO<sub>2</sub>.  
Fonte: LIN et. al. (2008).

Conforme se verifica na figura 4.5, a resistência a compressão atingiu maiores valores para as composições que continham partículas menores (1µm) de CLE e a magnitude se aproxima aos 20 MPa devido ao fato da relação água/cimento ser de 0,7.

#### 4.5 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL EM ARGAMASSAS COM ADIÇÃO DE NS E SF

De acordo com SENFF et. al. (2010), além das porosidades aparentes serem semelhantes quando utilizado 3,5% de nanosílicas e 20% de micro-SiO<sub>2</sub> (SF), a resistência a compressão axial também são próximas, como mostra a figura 4.6. Esta semelhança é devido a maior área específica das nanosílicas, a qual atua como um acelerador das reações de hidratação de origem pozolânica. Outro benefício provocado pela nS é a maior densidade na região da ligação da pasta de cimento e da areia.

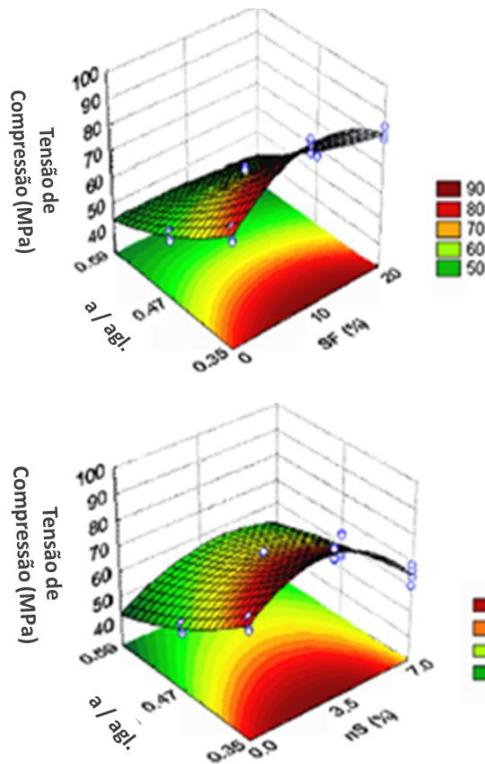


FIG. 4.6 Resistência à compressão em argamassas com adições de micro-SiO<sub>2</sub> (SF) e nano-SiO<sub>2</sub>.

Fonte: SENFF et. al. (2010).

#### 4.6 ADERÊNCIA ENTRE A PASTA DE CIMENTO E O AGREGADO

Nas argamassas e concretos, os agregados são envolvidos por um filme fino de água e nesta interface agregado/pasta de cimento há uma concentração maior de hidróxido de cálcio, este produto da hidratação têm baixa resistência mecânica. Com isto, a aderência pode ficar prejudicada nas misturas que apresentam relações água/cimento acima de 0,40 ou pela falta de material que consuma este Ca(OH)<sub>2</sub>. O papel da pozolana é responsável por consumir o hidróxido de cálcio e ocupar vazios nesta zona de transição (NEVILLE, 1996).

#### 4.7 PROPRIEDADES DAS POZOLANAS

As pozolanas formam uma reação semelhante à de hidratação do cimento, formando o mesmo composto C-S-H (silicato de cálcio hidratado). A vantagem da reação pozolânica é que esta ocorre posteriormente à hidratação do cimento. A pozolana reage com o  $\text{Ca(OH)}_2$ , consumindo este produto (NEVILLE, 1996).

O hidróxido de cálcio reage com adições minerais que apresentam atividade pozolânica. O  $\text{Ca(OH)}_2$  é um produto de baixa resistência e muito concentrado na região de transição que fica em contato com o agregado. O excesso de  $\text{Ca(OH)}_2$  influencia nesta ligação entre a pasta de cimento e o agregado (GONÇALVES, 2000).

#### 4.7.1 CALCINAÇÃO PARA PROMOVER ATIVIDADE POZOLÂNICA EM MATERIAIS ARGILOSOS.

Para obter materiais pozolânicos, existem diversas maneiras, uma delas seria expor estes materiais a um determinado processo térmico, em argilas, por exemplo, a calcinação tornou-se uma alternativa comum para obter esta atividade pozolânica. A faixa de temperatura entre 600 e 900°C têm comumente possibilitado promover a atividade pozolânica neste grupo de materiais (MEHTA & MONTEIRO, 1994).

#### 4.8 INFLUÊNCIAS DAS ADIÇÕES MINERAIS NAS PROPRIEDADES DOS CONCRETOS E ARGAMASSAS NO ESTADO ENDURECIDO.

As adições minerais são responsáveis por diversas melhorias nas propriedades de argamassas e concretos, entre elas, pode-se citar uma redução no calor de hidratação e com isto ter-se um produto com menor número de fissuras de origem térmica, aumento da resistência à compressão e menor permeabilidade a água provocado pelo refinamento dos poros; conseqüentemente, garantia de uma melhor durabilidade (MEHTA & MONTEIRO, 1994).

Segundo NEVILLE (1996), o calor de hidratação é expresso em Joules/grama de cimento hidratado e deve ser quantificado como o calor liberado (exotérmico) numa temperatura fixada durante o período de cura.

Ainda segundo o autor, a forma das partículas, reatividade, composição química e dimensão das partículas de adições minerais influenciam na reação de hidratação de origem pozolânica. Ainda, as cinzas volantes são fortemente influenciadas pelos tipos de cimentos. A cinza volante também é responsável pelo melhor arranjo com as partículas de agregados (efeito *filler*).

A escória de alto forno possui mais sílica ( $\text{SiO}_2$ ) que o cimento Portland, desta forma, ocorre maior quantidade de C-S-H ao término da hidratação, propiciando um produto final mais denso. No entanto, toda adição mineral induz um processo de hidratação lento, inclusive nas primeiras idades, muitas vezes a resistência inicial de compressão é até menor quando comparados com concretos e argamassas confeccionados apenas com cimento e agregados (NEVILLE, 1996).

Quanto a nano- $\text{SiO}_2$ , a resistência e a durabilidade de argamassas podem ser aumentadas. O efeito seria devido a uma alta reação pozolânica quando comparado a outros aditivos minerais, formando o gel de C-S-H. Outra ação da nS seria o efeito *filler*, tornando mais densa a argamassa devido ao nano preenchimento dos poros (BJÖRNSTRÖM, 2004).

No estudo de concretos com adições de nS, LI (2004) obteve aumento da resistência à compressão axial da ordem de 80% aos 3 dias de cura quando comparado com misturas sem nano- $\text{SiO}_2$ , o autor adicionou 4% de nanosílica, o motivo deste aumento na resistência é devido à maior densificação da matriz cimentícia.

A cinza do lodo de esgoto (CLE) é um tipo de adição que atua como *filler*, desde que os tempos de moagem após calcinação sejam acima de 30 minutos. Por conter geralmente muito  $\text{SO}_3$  ficando acima dos limites (< 4%) da norma NBR 12653 (ABNT, 2012), ela não pode ser considerada como uma adição pozolânica, porém, nos outros quesitos, satisfaz as condições da norma.

#### 4.9 HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND

Segundo HEWWLETT (1998), a reação de hidratação ocorre no primeiro contato do cimento com a água, inicialmente em um processo de dissolução de alguns compostos presentes.

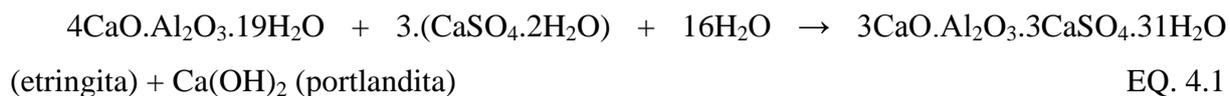
Os produtos subsequentes se formam em menor ou maior quantidade, dependendo das quantidades de álcalis, adições minerais e relação água/cimento. Porém, sempre há liberação de calor. Mostram-se na tabela 4.2 as abreviações das substâncias e os compostos químicos formados na reação de hidratação.

TAB. 4.2 Substâncias, fórmulas químicas, compostos e abreviações dos principais produtos de hidratação do cimento.

Substância	Fórmula química	Abreviação	Compostos	Abreviação
Cal	CaO	C	3CaO.SiO <sub>2</sub>	C3S
Água	H <sub>2</sub> O	H	Ca(OH) <sub>2</sub>	C-H
Alumina	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A	3CaO.SiO <sub>2</sub>	C3A
Tri-óxido de Enxofre	SO <sub>3</sub>	S	3CaO.SiO <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O	C-S-H
Sílica	SiO <sub>2</sub>	S	2CaO.SiO <sub>2</sub>	C2S
Ferrita	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C4AF

Destes compostos, o C3S (silicato tricálcico) é o principal responsável pela resistência mecânica. O C2S (silicato dicálcico) aumenta a resistência mecânica para períodos longos. O C3A (aluminato tricálcico) reage instantaneamente com a água, proporciona elevada liberação de calor de hidratação, desta forma, utiliza-se gesso para geração de produtos insolúveis na água. O C4AF (ferro aluminato tetracálcico) proporciona pega. O C-H predomina na região próxima ao agregado, tem formato hexagonal e é muito quebradiço, na presença de materiais pozolânicos, pode formar C-S-H.

Nas argamassas e concretos com excesso de etringita pode ocorrer fissuras e se tornarem progressivas, o motivo é alta quantidade de água de cristalização, resultando em aumento de volume, esta expansão gera tensões de tração tornando o artefato de cimento Portland mais permeável, por exemplo, a ataque de sulfatos, resultando em fissurações progressivas, pois se tem a formação de mais etringita. A reação química é descrita pela equação 1:



LIN et. al. (2008) em seus estudos sobre argamassas com adições de CLE na ordem de 20% e 1% de nanosílica em substituição parcial do cimento Portland, verificaram que o maior consumo de portlandita (Ca(OH)<sub>2</sub>) e a maior formação de belita (C<sub>2</sub>S), assim como, silicato de cálcio hidratado (CSH), foram tão maiores quanto menor o tamanho da partícula de CLE empregada, a figura 4.7 mostra e maneira qualitativa estes ganhos por meio das intensidades dos picos do ensaio de DRX.

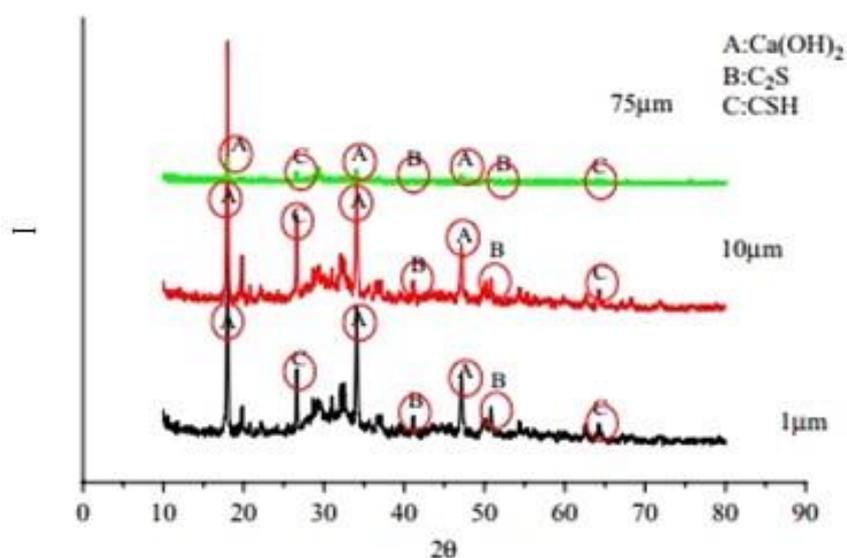


FIG. 4.7 DRX das pastas com adições de 1% de nanosílica e 20% de CLE em tamanhos de partículas diferentes, aos 7 dias de idade.  
LIN et. al. (2008).

#### 4.10 TEMPO DE INÍCIO DE PEGA

Segundo MEHTA & MONTEIRO (1994), o tempo de início de pega é o tempo necessário para que os concretos e as argamassas deixem de ser trabalháveis e começam a endurecer. Para que isto ocorra, o cimento na presença de água inicia um processo de cristalização que resultará na solidificação. A hidratação é a o termo utilizado por estas reações químicas. As reações com aluminatos são responsáveis pela redução da consistência e

pela pega. O termo “pega” é devido a argamassa ou concreto perderem a fluidez inicial, onde a partir de um processo de endurecimento, poderiam ser pegos sem apresentar fratura (esboroar) ou fluírem.

#### 4.11 TEMPO DE FIM DE PEGA

O tempo de fim de pega é o tempo decorrido para que a resistência mecânica começa a aumentar. No entanto, este tempo não pode ser parâmetro de cálculo estrutural, visto a baixa resistência e pequena fração em relação ao tempo de cura.

#### 4.12 ADITIVOS

Dentre os diversos aditivos existentes (incorporadores de ar, retentores de água, controladores de hidratação, desmoldantes, agentes de cura, superplastificantes, etc), somente os superplastificantes terão suas propriedades e efeitos descritos neste estudo.

Segundo MEHTA & MONTEIRO (1994), a atuação do aditivo é propiciar uma repulsão entre as partículas de cimento. Os polímeros aniônicos carregados negativamente exercem por meio da adsorção, uma neutralidade das forças de atração desenvolvidas pelo SO<sub>3</sub> presente na superfície das partículas do aglomerante flocculado.

A maior fluidez do sistema, assim como, a maior mobilidade das partículas na água são resultados da desfloculação resultante das cargas dos aditivos que envolvem as partículas de cimento e que formam uma espécie de película de moléculas ordenadas de água, impedindo a aproximação de outras partes de cimento.

O resultado da dispersão do sistema água-cimento é o surgimento de uma maior área superficial do aglomerante na presença da água, aumentando as reações de hidratação nos primeiros estágios.

Para cimentos do tipo V, que apresentam geralmente baixo teor de C<sub>3</sub>A, a reação de hidratação da alita (C<sub>3</sub>S) e a belita (C<sub>2</sub>S) contidas no cimento e responsáveis respectivamente

pela resistência mecânica nas idades iniciais e mais avançadas podem ser prejudicadas quando o uso de superplastificantes é excessivo MELO (2000).

#### 4.13 ZONA DE TRANSIÇÃO E MATRIZ CIMENTÍCIA

A região correspondente à zona de transição é menos densa, porém, responsável pela maior quantidade de cristais (etringita) que favorecem o intertravamento inicial da argamassa no substrato e pela maior formação de  $\text{Ca(OH)}_2$  (portlandita) que pode favorecer ou prejudicar na durabilidade. Quando favorece, é por meio das adições minerais que possuem sílica amorfa, a qual reagem com o  $\text{Ca(OH)}_2$  e formando um gel semelhante ao da matriz (C-S-H). Esta reação proporciona uma maior compactidade, forma um produto final menos permeável e com maior resistência mecânica. Quando desfavorece, o  $\text{Ca(OH)}_2$  em excesso pode auxiliar na formação de  $\text{CaCO}_3$ , uma substância expansiva que pode propiciar uma redução da vida útil de argamassas e concretos MEHTA & MONTEIRO (1994).

Na região da matriz, tem-se uma maior compactidade devido à maior formação de C-S-H oriundo da hidratação, o qual é responsável pelo enrijecimento, compactidade e endurecimento mais consistente. As diferentes regiões citadas são mostradas na figura 4.8.

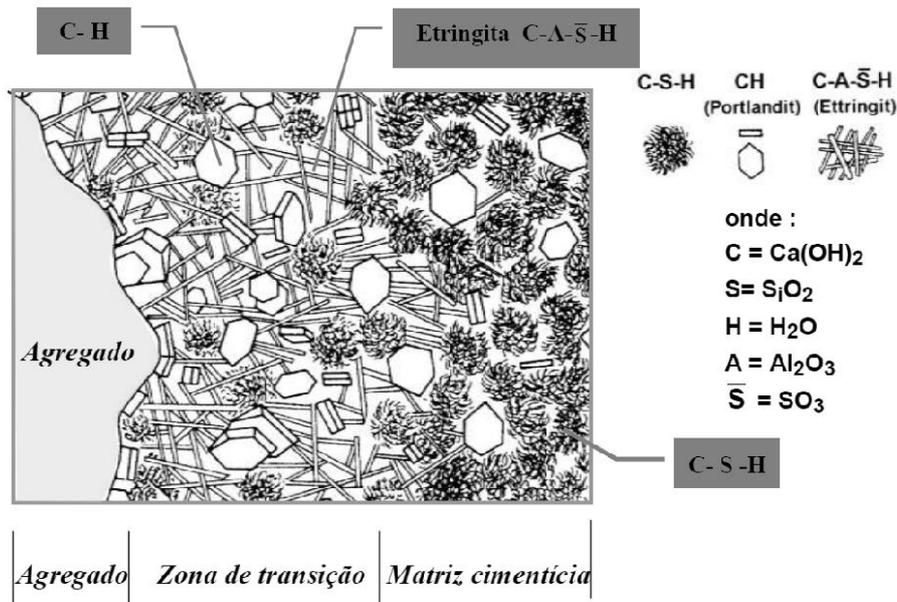


FIG. 4.8 Representação dos produtos formados pela hidratação do cimento nas proximidades do agregado.

Fonte: HEWWLETT adaptado por THOMAZ (2008).

#### 4.14 CALOR DE HIDRATAÇÃO

A reação de hidratação é exotérmica, há liberação de calor no primeiro contato com o cimento e a água. Os primeiros produtos dissolvidos são aqueles com aluminatos (C3A), onde rapidamente liberam grande quantidade de calor, seguidos pela formação incipiente de etringita (C-A-S-H) que cobre a partícula de cimento e retarda temporariamente a hidratação, mas a temperatura interna fica praticamente constante.

Os produtos finais são formados logo depois da primeira reação, voltando a liberar energia até certos limites. A ilustração deste fenômeno está representado na figura 4.9. Para fins de estudo, as reações podem ser divididas em fases, conforme descrita seguir:

- Fase 1: Dissolução de íons na água (hidrólise inicial)

Liberação dos íons  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$ . Estes íons são liberados rapidamente da superfície do cimento no primeiro contato com a água, tornando a solução com alta alcalinidade (PH = 12). Os produtos de hidratação C-H e C-S-H começam a cristalizar quando a concentração de cálcio e hidróxidos alcançam valores críticos.

- Fase 2: Formação de etringita na superfície do cimento. Esta fase é chamada período de dormência
- Fase 3: os produtos C-H e C-S-H são formados devido a retomada da hidratação.
- Fase 4: a hidratação tem sua taxa de produção de C-H e C-S-H reduzida
- Fase 5: menor taxa de hidratação para o produtos C-H e C-S-H.
- Período de dormência: tempo na qual as partículas de cimento ficam cobertas totalmente pela etringita, este tempo dura de 2 a 4 horas e impede a continuação da hidratação do cimento.

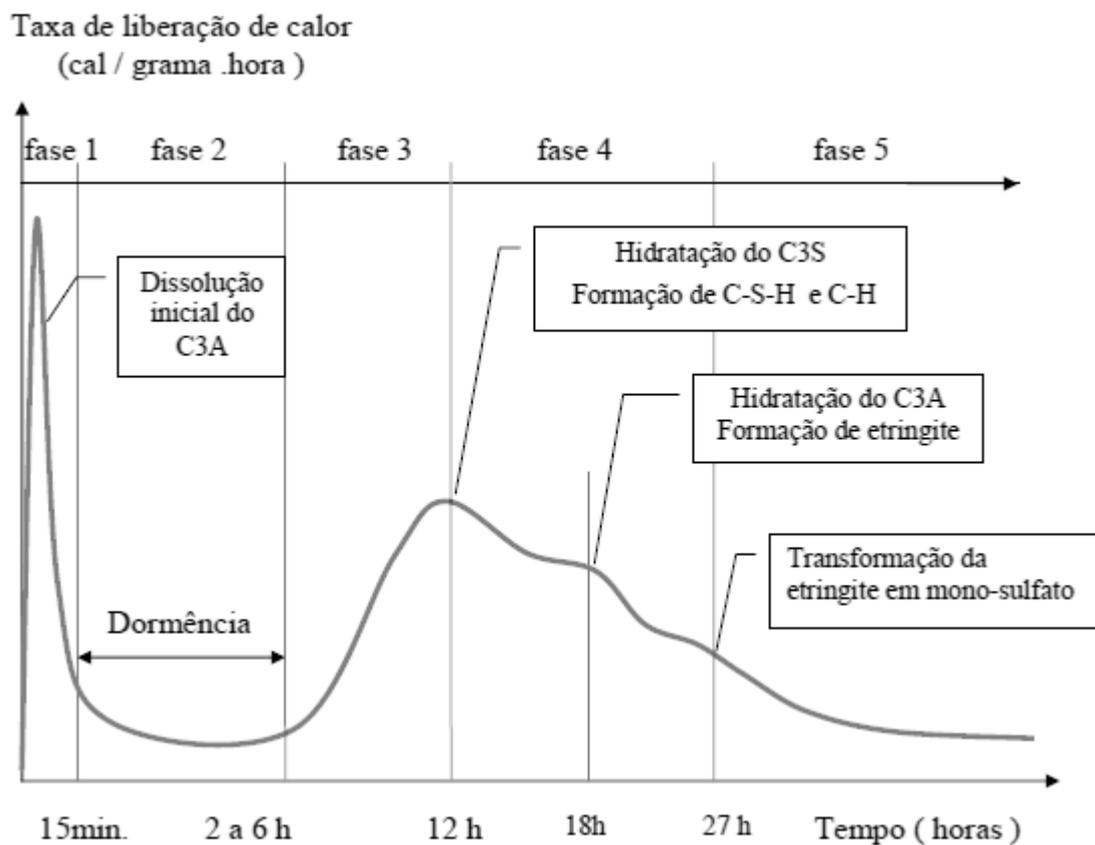


FIG. 4.9 Representação do calor da variação de hidratação e das fases (períodos) em função do tempo para as reações das pastas de cimento Portland. Fonte: HEWWLETT adaptado por THOMAZ (2008).

#### 4.15 APLICAÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO NA CONSTRUÇÃO CIVIL

Segundo CAPAZ & CHACHAM (2003), os NTCPM são comumente utilizados em polímeros, por apresentarem alta condutividade elétrica e a resistência à tração.

Devido ao alto custo dos NTC, o uso deste material na construção civil só deve ser aplicado para projetos especiais, onde a redução da seção transversal ou resistência à tração sejam fatores essenciais (MAKAR et. al. 2005).

Segundo LI et. al. (2007), os nanotubos tratados são mais eficientes que as fibras de carbono não tratadas quando comparados às tensões de tração e compressão, na incorporação em argamassas de cimento Portland. Segundo os autores, a adição de 0,50% de NTC na massa de cimento aumenta resistência mecânica à compressão e flexão da ordem de 20 e 25%, respectivamente.

LI et. al. (2007) citou três fatores que explicam o aumento das propriedades mecânicas das argamassas de cimento Portland contendo nanotubos:

- Os nanotubos proporcionam uma redução da porosidade, resultado em uma matriz cimentícia mais compacta, ou seja, atuam como fíller.
- Quando os nanotubos apresentam em sua superfície grupos de ácidos carboxílicos, as reações de hidróxido de cálcio  $\text{Ca(OH)}_2$  e o silicato cálcico hidratado ( $\text{CaO.SiO}_2.\text{H}_2\text{O}$ ) também conhecido como gel C-S-H podem ocorrer.
- Melhor distribuição de tensões, proporcionando redução nas fissuras. Os nanotubos atuam como elementos de ancoragem no interior da matriz cimentícia.

BATISTON (2007) verificou que o aumento dos diâmetros externos de nanotubos de carbono proporciona também aumento nas resistências à compressão em argamassas de cimento Portland. Já para a resistência à flexão, a variação dos diâmetros externos não influenciou significativamente.

Segundo WAGNER et. al. (1998), tensões de até 500 MPa poderiam ser distribuídas para a interface dos nanotubos e polímeros. E polímeros com fibras de carbono esta tensão geralmente alcança apenas 10%. LI et. al. (2005) relatou que os NTC podem se deformar elasticamente em até 12% do seu comprimento. Em alguns aços esta deformação é 60 vezes menor.

#### 4.15.1 USO DE NANOTUBOS EM ARGAMASSAS E CONCRETOS

As argamassas e concretos são classificadas de acordo com as dimensões das partículas empregadas, seja como agregados, aglomerantes ou adições minerais, assim como, pela maneira de preparo, oferecendo mudança das propriedades físicas e mecânicas. Na figura 4.10, mostra-se a evolução dos concretos ao longo do avanço tecnológico e redução principalmente de algumas adições minerais, menores que o cimento (SANCHEZ E SOBOLEV, 2010).

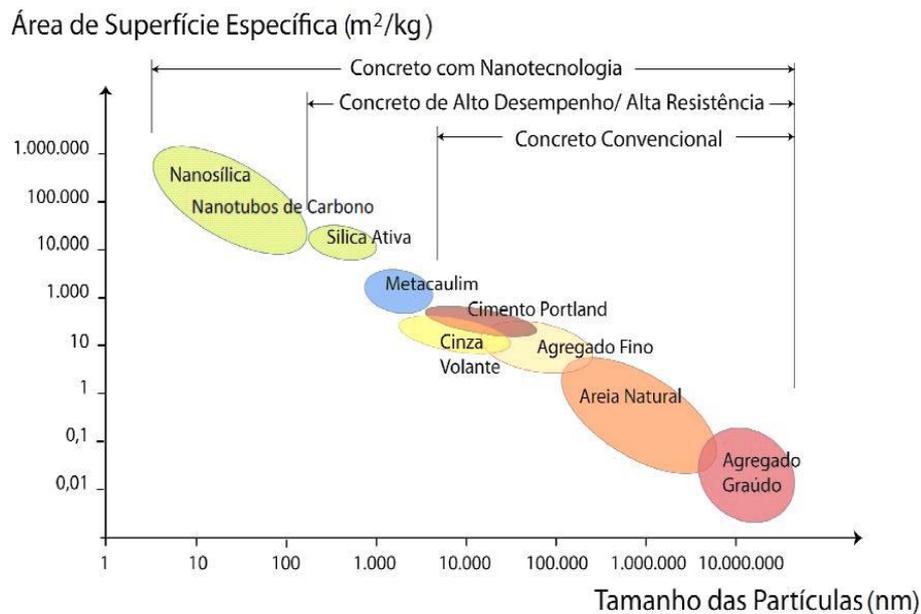


FIG. 4.10 Área de superfície específica e tamanho de partículas constituintes do concreto.  
Fonte: SANCHEZ E SOBOLEV (2010).

ZARBIN (2007) verificou que normalmente os nanotubos de paredes múltiplas apresentam diâmetros entre 10 e 50 nanômetros, onde até 40 camadas de grafeno poderiam ser formadas e seu comprimento poderia alcançar mais de 10 micrometros. Todos estes tipos de dimensões estão diretamente ligados á várias propriedades deste material.

O uso de nanotubos de carbono está sendo incluído nesta classe de adições minerais. Todavia, os efeitos provocados por este material são de micro tirante com diâmetros na escala nano. Os nanotubos distribuem melhor as tensões internas, seja por retração ou tensões de origem a esforços externos. Os nanotubos reduzem a formação nas fissuras, aumentando resistência mecânica e a durabilidade dos artefatos de cimento Portland (RAKI et. al., 2010).

No Brasil, o uso de nanotubos de carbono em argamassas e concretos é pouco explorado. Isto fica mais raro devido ao alto custo do produto nacional, viabilizado sua aplicação apenas por meio de importação.

MARCONDES (2012) verificou o custo dos nanotubos de carbono em relação à resistência mecânica quando empregados no concreto na proporção de 0,30% da massa de cimento Portland, o autor verificou que dentre os três empregos do material o que teve o maior custo foi o com NTCPM (AQUA) dispersos pelo fabricante, já para os nanotubos dispersos pelo autor (CD) por meio de ultrassom e o sem dispersão prévia (SD) apresentaram custos menores e semelhantes entre si, a figura 4.11 mostra a relação dos custos comparados a resistência mecânica de compressão.

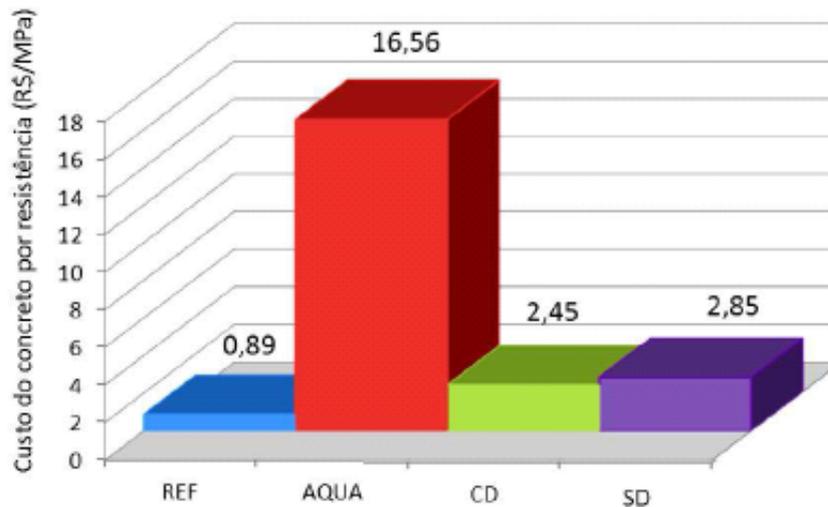


FIG. 4.11 Custo do concreto com NTCPM em três situações diferentes de dispersão. MARCONDES 2012.

Somente a Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG que realiza projetos de produção em larga escala no país, a ideia é produzir direto na indústria de cimentos, aproveitando os fornos que alcançam temperaturas semelhantes ao processo mais usuais empregados em outros países.

Segundo MARCONDES (2012), a eficiência da dispersão dos NTCPM adicionados em concretos pode influenciar diretamente na consistência dos mesmos. O autor realizou o estudo em três situações diferentes de dispersão e comparadas à composição de referência (sem adição de nanotubos), sendo o primeiro (AQUA- fabricante), o segundo (CD – simples sonicação pelo autor) e o terceiro modo de dispersão (SD) que não teve dispersão prévia dos NTCPM. A figura 4.12 mostra o abatimento do tronco de cone das composições de concretos estudados.

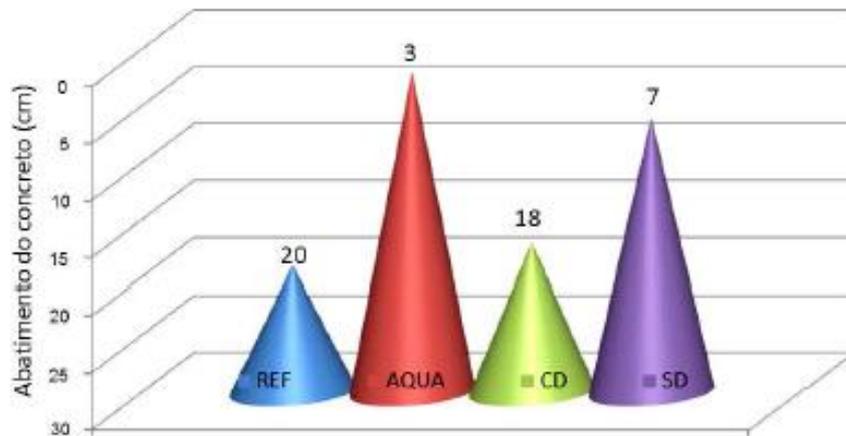


FIG. 4.12 Consistência pelo abatimento do tronco de cone em concretos.  
 Fonte: MARCONDES (2012).

Por meio da figura 4.12 verifica-se que a composição (CD) com dispersão dos nanotubos realizada pelo autor proporcionou maior abatimento do tronco de cone de concreto, isto indica que a sonicação proporciona uma maior dispersão dos NTCPM em concretos no estado fresco. O autor utilizou composições com 1% de aditivo superplastificante, relação água/cimento de 0,55 e 0,30% de NTCPM em relação à massa de cimento Portland.

Sobre o tratamento para dispersão dos NTCPM pela funcionalização, AL-RUB (2012) verificou que não ocorreram alterações nas superfícies tratadas pelos grupos COOH ou OH, e que o mesmo se verificou em relação aos nanotubos curtos (1,5  $\mu\text{m}$ ) e longos (10-30  $\mu\text{m}$ ). A figura 4.13 mostra os nanotubos comentados.

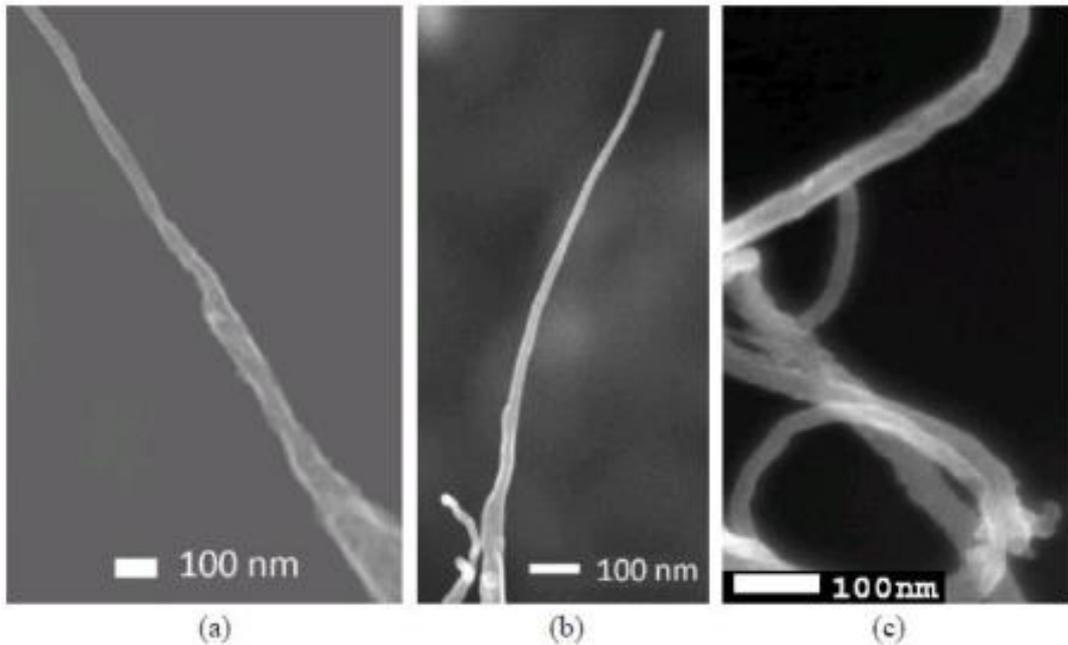


FIG. 4.13 a) NTCPM não tratados, b) NTCPM curtos e com grupos COOH, c) NTCPM longos e com grupos OH.  
Fonte: TYSON (2010).

NASIBULIN et. al. (2009) realizaram estudos sobre pastas de cimento com NTCPM e aditivo à base de policarboxilato e verificaram que dentre as várias adições de nanotubos empregados a que trouxe maiores ganhos na resistência mecânica foi a adição de 0,30% de NTCPM em relação à massa de cimento.

Os nanotubos de carbono podem ser uma alternativa de alta tecnologia capaz de reduzir as fissuras em argamassas e concretos (RAKI et. al., 2010). Por meio da microscopia eletrônica de varredura é possível analisar a distribuição dos nanomateriais na matriz cimentícia (figuras 4.14 E 4.15).

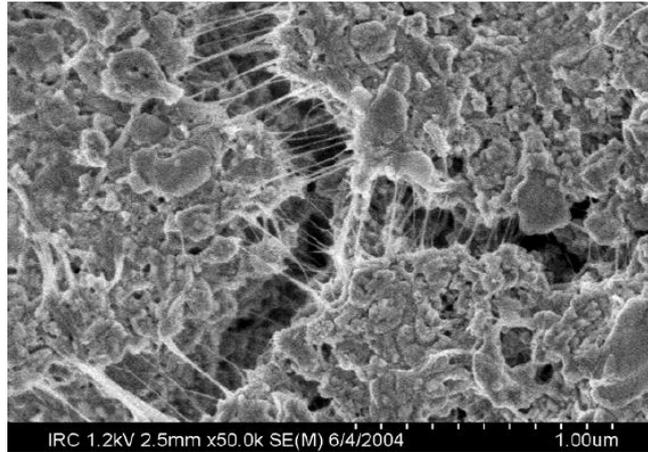


FIG. 4.14 Nanotubos de carbono presente em regiões com fissuras em uma matriz cimentícia do concreto.

Fonte: RAKI et. al. (2010).

Segundo MAKAR et. al. (2005), o efeito de ponte para distribuição de tensões na argamassa torna-se mais efetivo diante de um alinhamento preferencial destes nanotubos. A grande vantagem dos NTC é a extensão de seu comprimento em relação ao seu diâmetro interno, proporcionando uma distribuição de tensões de longo alcance.

Mostra-se na figura 4.15 a morfologia uma argamassa com 2% de NTC em relação à massa de cimento, relação de 0,4 de água/cimento e 1% da massa de cimento em aditivo superplastificante.

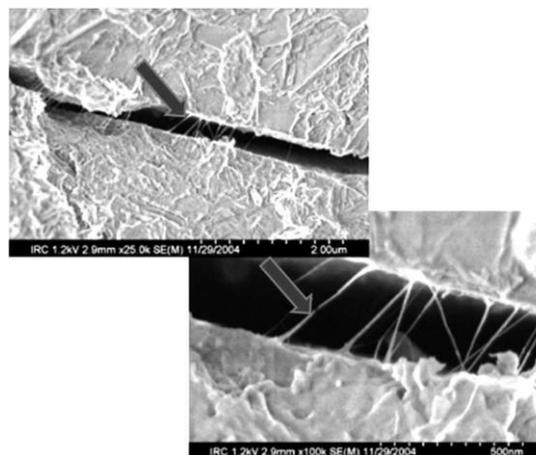


FIG. 4.15 NTC engastado em uma região de fissura da argamassa, visualizado pelo MEV.

Fonte: MAKAR et. al. (2005).

CHAIPANICH et. al. (2010) realizaram um estudo com adições de cinzas volante e nanotubos de carbono em argamassas de cimento Portland. Os autores verificaram que maior resistência à compressão foi para a composição com 20% de cinzas volantes e 1% de

NTCPM, cujo aumento foi de 10% sobre a composição de referência, porém, quando não havia presença de nanotubos, mas com 20% de cinza volante na composição as argamassas atingiram resistências equivalentes a composição de referência.

Segundo IBARRA et. al. (2006) uma opção de agente de dispersão para os nanotubos em água seria a goma arábica, os autores utilizaram 2% de goma arábica em argamassas de cimento Portland com 0,20% de NTCPM na relação água/aglomerante de 0,34. Os autores verificaram um aumento no módulo de Young na ordem 10% em relação a composição de referência sem o dispersante.

Ensaio de resistência à compressão e tração por compressão diametral realizados por MELO et. al. (2010). Os autores realizaram a funcionalização dos NTCPM para permitir que estes materiais tenham melhor dispersão em água. Foi utilizado também um aditivo superplastificante à base de sulfonato de resina de melamina formaldeído na proporção de 1,5 % da massa de cimento.

A funcionalização consistiu em um tratamento químico por meio de 120 ml de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) para uma amostra de 3 gramas de NTCPM. Entre as proporções utilizadas a com 0,30% de nanotubos em relação à da massa de cimento foi a que teve melhores resultados à tração em relação as misturas com 0,50% de NTCPM e sem adições (composição de referência). O aumento de resistência foi de aproximadamente 21%.

MUSSO et. al (2009) estudaram argamassas com adições de nanotubos de carbono e verificaram que diferentes tipos de funcionalização podem influenciar de forma significativa na resistência mecânica. Segundo VAISMAN et. al (2007) outra maneira de dispersar os nanotubos de maneira homogênea em água seria por meio de tensoativos iônicos.

#### **4.15.2 PRODUÇÃO DE NANOTUBOS DE CARBONO**

Existem várias metodologias de produção dos nanotubos de carbono, porém, o método da ablação a laser é o que proporciona menores defeitos nos NTC formados (HU et al., 2006). Este método consiste na vaporização do grafeno por meio de uma irradiação a laser, o processo é realizado numa atmosfera com gás inerte e em um forno com temperatura aproximada em 1200° C (figura 4.16).

Em todos os processos de produção dos NTC, são produzidos também o carbono amorfo e partículas metálicas provenientes dos catalizadores (HERBST, 2004).

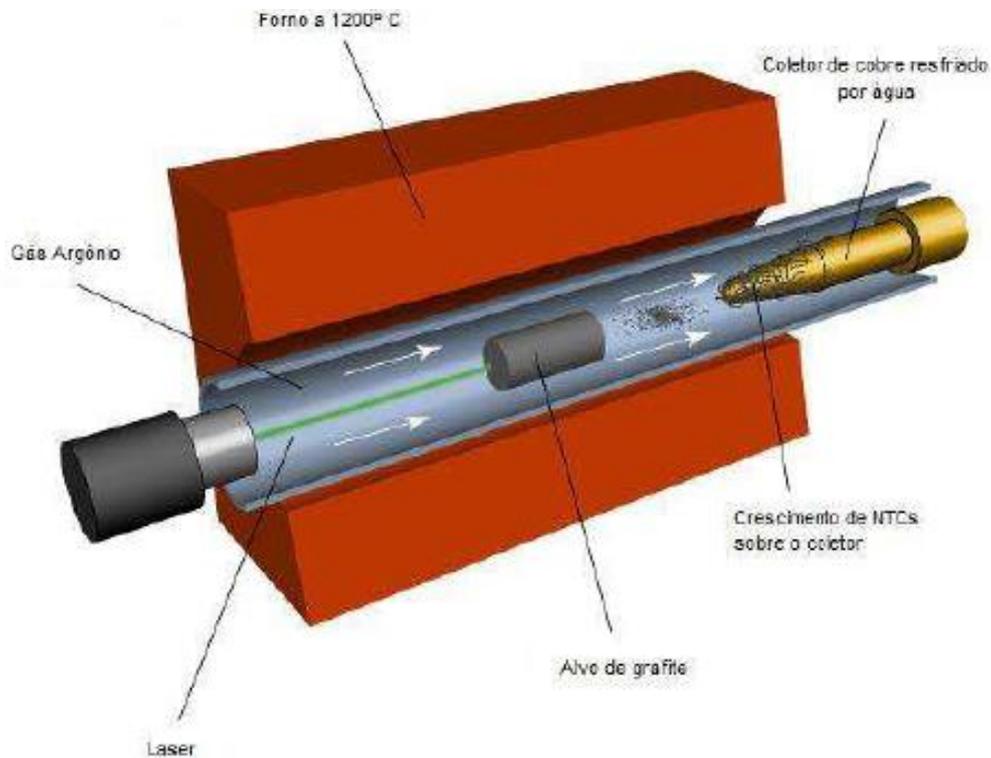


FIG. 4.16 Processo de produção de nanotubos de carbono pelo método da ablação por irradiação de raio laser.  
Fonte: SHIBATA (2011).

Os nanotubos de carbono podem ter duas estruturas: as de paredes simples e as de múltiplas paredes (figura 4.17). A relação entre o comprimento e o diâmetro dos nanotubos é alta. Os nanotubos de múltiplas paredes apresentam comprimentos maiores que 10 micrômetros e os diâmetros com dimensões entre 10 a 50 nanômetros (ZARBIN, 2007).

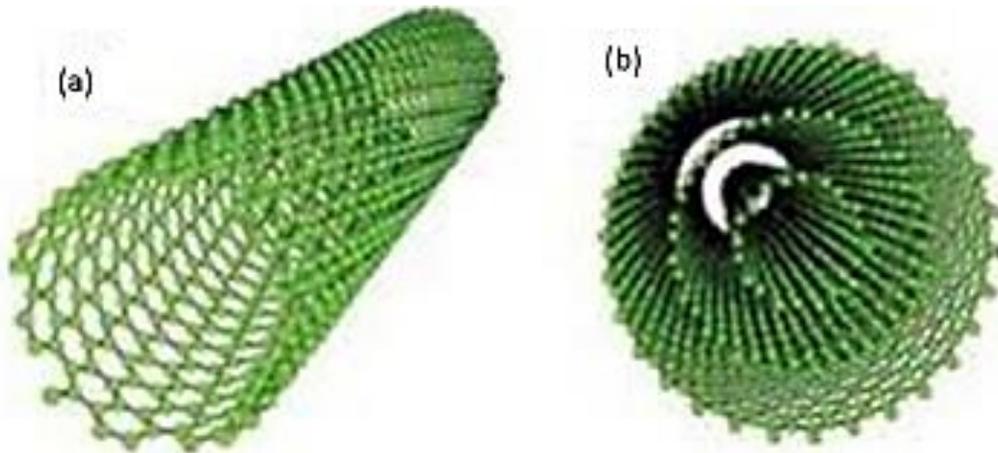


FIG. 4.17 A) Nanotubos de parede simples, B) Nano tubos de paredes múltiplas (NTCPM).  
Fonte: ZARBIN (2007).

Segundo HERBST (2004), os nanotubos de parede simples são os mais raros devido a maior complexidade e custo de fabricação. O diâmetro pode variar entre 1 e 5 nanômetros.

## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, foi realizada a análise das propriedades de pastas e argamassas de cimento Portland com adições de partículas de nano-SiO<sub>2</sub> e NTCPM, nas proporções em peso de 3% e 0,30%, respectivamente.

Fez-se a análise da influência da adição de cinzas oriundas de lodo de esgoto nas proporções de 0, 5,10 e 15% e com a inclusão de nanopartículas de carbono e de sílica.

Para fins de comparação dos resultados dos ensaios, foram produzidas amostras em que a argamassa não continha qualquer tipo de adição (referência) e outro somente com adições de CLE e de nanosílica.

A relação água / aglomerantes (a/agl.) foi fixada em 0,50. Todas as adições estudadas neste trabalho foram consideradas como aglomerantes. As diferentes composições analisadas são mostradas na tabela 5.1.

TAB. 5.1 Composição em peso das composições analisadas.

Composição	Adições nas pastas e argamassas
0% CLE	0% de adição
5% CLE	5% de adição de CLE
10% CLE	10% de adição de CLE
15% CLE	15% de adição de CLE
0% CLE + NS (Ca)	sem adição de CLE e com percentual fixo de nanopartículas.*
10% CLE + NS (Ca)	10% de adição de CLE e com percentual fixo de nanopartículas*
0% CLE + NS (Na)	sem adição de CLE e com percentual fixo de nanopartículas.*
10% CLE + NS (Na)	10% de adição de CLE e com percentual fixo de nanopartículas*
0% CLE + S	3% de nano-SiO <sub>2</sub> e 0% de adição CLE
10% CLE + S	3% de nano-SiO <sub>2</sub> e 10% de CLE

\* Os percentuais de nanopartículas foram de 0,30% de NTCPM e 3% nano-SiO<sub>2</sub> em substituição à massa de cimento.

### 5.1 ENSAIOS FÍSICOS E QUÍMICOS

## 5.1.1 CARACTERIZAÇÃO DA AREIA

### 5.1.1.1 GRANULOMETRIA DA AREIA

A distribuição percentual dos tamanhos das partículas da amostra foi pela granulometria, também conhecida como graduação ou composição granulométrica, esta nada mais é que a distribuição percentual dos diversos tamanhos de partículas presentes na amostra.

A areia utilizada é uma areia natural média de acordo com a classificação da norma NBR 7211 (ABNT, 2009). Os ensaios realizados para caracterização foram a granulometria, massa específica (saturada com superfície seca, seca e aparente), absorção, porcentagem de material pulverulento e cor da matéria orgânica.

A granulometria da areia foi realizada de acordo com os procedimentos prescritos pela norma NBR NM 248 (ABNT, 2003), por meio desta, pôde-se determinar a curva de composição granulométrica, a dimensão máxima das partículas e o módulo de finura. O módulo de finura é a somatória das porcentagens retidas e acumuladas nas peneiras, divididas por 100.

A areia natural utilizada apresentou algumas faixas fora da zona ótima, porém, na zona recomendada pela NBR NM 248 (ABNT, 2003). Desta forma, foi feito a correção para que a curva granulométrica ficasse dentro da zona ótima descrita pela mesma norma. Este procedimento não é fundamental para aplicação em obra de engenharia. Porém, contribui para uma maior regularidade dos materiais estudados.

Para corrigir a curva granulométrica foram estabelecidas as proporções de acordo com as aberturas das peneiras prescritas para a faixa granulométrica.

## 5.1.2 CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO

Os valores determinados na caracterização do cimento foram a massa específica absoluta, área específica e o diâmetro médio das partículas. O cimento Portland utilizado foi o do tipo

V (ARI). O ensaio foi realizado pelo método Blaine e observadas as recomendações da norma NBR NM 76 (ABNT, 1998).

### 5.1.3 PROCESSAMENTO DA CLE

O lodo fornecido teve uma pré-secagem ao ar livre antes de ser doado para este estudo, porém, com umidade alta. A primeira etapa consistiu da calcinação.

O lodo calcinado e a curva de aquecimento foram fornecidos pelo grupo MAC (materiais alternativos de construção) da UNESP/Ilha Solteira. Para as leituras da temperatura durante a calcinação foi utilizado um termopar alumel/cromel, onde os fios receberam uma missanga de cerâmica para isolá-los e evitar o contato entre eles. As leituras das temperaturas foram realizadas por meio de um multímetro da marca FLUKETM 170, a cada hora, sendo que após 7 horas de ensaio a leitura passou a ser realizada de duas em duas horas, até a temperatura interna do forno atingir equilíbrio.

A moagem foi realizada após a calcinação. O procedimento consistiu na pesagem de cinco quilos de material e colocação no moinho de bolas de aço. A moagem foi executada no Laboratório de agregados da CESP de Ilha Solteira – SP. O tempo de duração da moagem foi de 50 minutos, a figura 5.1 mostra o equipamento e as amostras de CLE.



FIG. 5.1 A) Moinho de bolas de aço. B) CLE moída com 50 minutos. C) CLE após queima. D) CLE moída.

#### 5.1.4 CARACTERIZAÇÃO DA CLE

A cinza do lodo de esgoto utilizada foi doada pelo Serviço Autônomo Municipal de Água e Esgoto de São José do Rio Preto - SEMAE.

##### 5.1.4.1 MASSA ESPECÍFICA ABSOLUTA E APARENTE, ÁREA SUPERFICIAL E DIÂMETRO MÉDIO DA CLE

Para determinar a massa específica absoluta foram observadas as recomendações da norma NBR 6508 (ABNT, 1984), foram utilizados frascos do tipo Le Chatelier para o ensaio.

O ensaio consistiu na pesagem de 60 gramas de CLE, imersão em um volume conhecido de querosene com leves movimentos aleatórios para retirada de ar e em seguida deixou-se a mistura descansar por 24 horas. Com a massa conhecida e a diferença de volume final da mistura e inicial do querosene, obteve-se a massa específica absoluta.

A massa específica aparente solta da CLE foi determinada pela adição de uma massa conhecida de CLE em um equipamento de queda, em um bocal, com a retirada da trava em seguida, para permitir a queda do material no recipiente com volume conhecido. Após a queda, o próximo passo foi rasar (nivelar) levemente com uma régua o excesso para que a CLE ocupasse exatamente o volume do recipiente.

A área específica e o diâmetro médio da CLE foram determinados pelo equipamento Blaine da CESP de Ilha Solteira – SP e conforme prescrições da norma NBR NM 76 (ABNT, 1998), a figura 5.2 mostra o equipamento utilizado.



FIG. 5.2 Equipamento Blaine.

#### 5.1.4.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DA CLE

A caracterização química da CLE foi realizada no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), por meio do ensaio de fluorescência de raios-x, pelo equipamento FRX Panalytical modelo - AXIOS Max 3.0KW , neste ensaio é possível verificar a proporção dos óxidos presentes.

#### 5.1.4.3 DIFRAÇÃO DE RAIO-X DA CLE

O objetivo determinar a composição mineralógica da CLE. Foi utilizado o difratômetro da marca SHIMADZUTM, modelo XRD-6000 com radiação Cu K $\alpha$ . A velocidade de varredura foi de um grau por minuto varrendo entre 10 e 80°. Outros parâmetros utilizados são mostrados na tabela 5.2.

TAB. 5.2 Parâmetros utilizados na difração de raios-x.

Velocidade angular (°/min)	Escaneamento angular	Faixa angular	Voltagem (kV)	Corrente (mA)
1	2 $\Theta$ desacoplado	10 a 80°	40	30

#### 5.1.5 CARACTERIZAÇÃO DO ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE (SP)

O aditivo superplastificante (SP) foi doado pela empresa GRACETM, localizada na cidade de Sorocaba – SP, o modelo do produto é ADVA CAST 525, onde o aspecto, cor, massa específica e porcentagem de cloretos foram especificados pelo fabricante.

A utilização deste produto foi destinada para as argamassas e pastas de cimento que continham adições de nanomateriais. A proporção em massa em relação ao cimento utilizado foi de 1,25% para adições com nanosílica e 2,8% para as misturas fixas de nano-SiO<sub>2</sub> e NTCPM.

##### 5.1.5.1 DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE FLUIDEZ E DA VIDA ÚTIL DA CALDA DE CIMENTO

Este ensaio foi baseado na norma NBR 7681 parte 2 (ABNT, 2013), a qual apresenta as recomendações do método para determinar a vida útil e do índice de fluidez da calda de

cimento. O objetivo deste ensaio é escolher o aditivo que proporciona maior fluidez ao cimento utilizado.

Foram preparados 3000 cm<sup>3</sup> de calda de cimento para cada aditivo estudado na proporção em massa de 1:0,3:0,008, respectivamente ao cimento, água e aditivo.

Após preparo da calda, a mesma foi despejada em um funil de Marsh (1800 ± 50) cm<sup>3</sup> e cronometrada o tempo de escoamento para completar 1000 cm<sup>3</sup> no recipiente. O ensaio foi repetido três vezes. O menor tempo representa o índice de fluidez.

Para determinação da vida útil do aditivo foi realizado uma pausa de 30 minutos entre uma medida e outra de escoamento. O procedimento foi repetido até obter um índice de fluidez de 12 segundos. Entre as determinações sucessivas, o recipiente que coleta a massa na saída do funil de Marsh deve ser tampado e a calda deve ficar em repouso antes do escoamento.

Não foram realizados ensaios de fluidez com os nanomateriais devido a grande quantidade de material necessário para atender a norma. A escolha final foi realizada por meio de testes nas composições originais com os dois melhores aditivos.

#### 5.1.6 CARACTERIZAÇÃO DA NANO-SiO<sub>2</sub>

A nanosílica utilizada com designação comercial LUDOX HS 40 foi doada pela empresa GRACETM. As características são apresentadas na tabela 5.3 com base nas informações do fabricante.

TAB. 5.3 Dados de caracterização da nano-SiO<sub>2</sub> (informações cedidas pelo fabricante GRACE<sup>TM</sup>).

Descrição	Concentração	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)	PH	Densidade aparente 25°C (g/cm <sup>3</sup> )
Coloidal	40% do peso, suspensão em água	220	9,8	1,3

### 5.1.7 CARACTERIZAÇÃO DOS NANOTUBOS DE CARBONO

Os NTCPM foram analisados no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Outros resultados como diâmetro e comprimento médio, pureza, quantidade de óxidos presentes, área superficial, massa específica média e relação comprimento/diâmetro, foram fornecidos pelo fabricante Nanocyl™.

O ensaio de fluorescência de raios-x foi utilizado para verificar a presença de cálcio e sódio após etapa de neutralização do pH realizado no processo de funcionalização dos NTCPM.

### 5.1.8 FUNCIONALIZAÇÃO DOS NANOTUBOS DE CARBONO

A funcionalização foi realizada em um processo semelhante aos procedimentos adotados por MELO (2009):

- Em um béquer de 250 ml, colocou-se uma amostra de 3g de NTCPM, adicionou-se 100 ml de ácido nítrico (teor de 65 a 70% / litro), em seguida, deixou-se a mistura em uma lavadora ultrassônica (marca Altsonic, modelo 3IA), frequência de 40 kHz e potência do ultrassom de 100 W por um período de sonicação de uma hora para homogeneizar a mistura e obter ataque do ácido.

- Após o processo ultrassônico, colocou-se 20 ml da mistura tubos (totalizando seis por processo) da centrífuga (marca Beckman™ e modelo Allegra 21R). Este e outros equipamentos utilizados na funcionalização foram fornecidos pelo campus da agronomia, Departamento de sementes da UNESP de Ilha Solteira-SP. O tempo de centrífuga foi de 10 minutos com rotação de 10000 rpm.

- Retirou-se o ácido sobrejacente de cada tubo e adicionou-se água deionizada na mesma proporção volumétrica. O processo de centrifugação foi repetido por mais duas vezes.

- Para controlar o pH que se encontrava abaixo de 1,0 após término do processo e para reduzir a quantidade de centrifugação foram utilizados dois tipos de bases alcalinas, o hidróxido de cálcio e o carbonato de sódio hidratado nas concentrações em massa na água

deionizada de 10% cada. O volume de solução alcalina foi de 500 ml. O peagâmetro utilizado foi o da marca Digimed.

- Para neutralizar, os nanotubos foram colocados em béqueres de 1000 ml e adicionou-se água deionizada até completar 300 ml. Com um pipetador foi adicionada a solução alcalina aos poucos no béquer. e com a haste do peagâmetro imersa no béquer. Para o processo de neutralização ( $\text{pH} = 7,00 \pm 0,20$ ) foi utilizado aproximadamente 175 ml de solução alcalina com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ou 150 ml de solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  para cada três gramas de NTCPM.

- Após a neutralização, realizaram-se mais cinco processos de centrifugação para retirada do excedente de substância alcalina. Após este procedimento, completou-se com água deionizada até atingir 300 ml, tornando-se assim, uma solução com aproximadamente 1% de concentração de NTCPM funcionalizados.

#### 5.1.9 CONFECÇÃO DAS ARGAMASSAS E PASTAS DE CIMENTO

As argamassas e pastas foram preparadas com a relação água/aglomerante igual a 0,50 e com relação agregado/aglomerante igual a três, onde o consumo de cimento foi de  $502 \text{ kg/m}^3$  para a composição de referência e aproximadamente  $446 \text{ kg/m}^3$  para as demais. As adições (CLE, nano- $\text{SiO}_2$  e NTCPM) foram realizadas conforme é mostrado na tabela 5.4.

TAB. 5.4 Proporções de materiais utilizados para confecção das composições das argamassas.

Composições	água/agl.	agr./agl.	Aditivo	Tempo de sonicação NTCPM
0% CLE	0,5	3		
5% CLE	0,5	3		
10% CLE	0,5	3		
15% CLE	0,5	3		
0% CLE + NS (Ca)	0,5	3	2,80%	1 h
10% CLE + NS (Ca)	0,5	3	2,80%	1 h
0% CLE + NS (Na)	0,5	3	2,80%	1 h
10% CLE + NS (Na)	0,5	3	2,80%	1 h
0% CLE + S	0,5	3	1,25%	
10% CLE + S	0,5	3	1,25%	

O número de corpos-de-prova utilizados no trabalho está indicado na tabela 5.5 e estão incluídas as idades de cura.

TAB. 5.5 Corpos-de-prova utilizados nos ensaios propostos.

Tipos de ensaios	Número de amostras/composição		Total de amostras (geral)	
	Pastas	Argamassas	Pastas	Argamassas
Consistência		3		30
Variação dimensional e de massa		3		24
Absorção por imersão		3		24
Absorção por capilaridade		3		24
Índice de vazios		3		24
Massas específicas		3		24
DRX	1		16	
Calor de hidratação	1		8	
TG/DTG	1		8	
Condutividade elétrica	1		6	
Resistência à compressão		6		180
Resistência à tração		3		90

Na preparação das argamassas foi utilizada uma argamassadeira automática. A primeira etapa da mistura foi a sonicação dos NTCPM funcionalizados. E em seguida, foram colocados os aglomerantes e água na cuba da argamassadeira, misturando-os por um período de um minuto em velocidade baixa ( $140 \pm 5$  rpm). A seguir, fez a adição aos poucos da areia, onde foi elevada a rotação para o nível alto ( $285 \pm 5$  rpm) por mais dois minutos, a figura 5.3 mostra a argamassadeira.



FIG. 5.3 Argamassadeira utilizada para confecção das argamassas.

Finalizada a mistura dos materiais, foi realizado o preenchimento das formas para produção dos corpos-de-prova com seção transversal quadrada com área de  $16 \text{ cm}^2$  e 16 centímetros de comprimento, conforme mostrado na figura 5.4. Estas especificações e procedimentos de mistura foram realizados de acordo com as recomendações da norma NBR 13279 (ABNT, 2005).



FIG. 5.4 Forma para confecção dos corpos-de-prova prismáticos.

Para eliminar uma parcela do ar aprisionado e obter melhor o preenchimento da argamassa na forma, foi utilizada uma mesa vibratória automática, deixando a forma em vibração por período de um minuto e com frequência de 60 Hz. Após o término, utilizou-se

um plástico filme para cobrir toda a forma, reduzindo-se assim, a perda de água para o ambiente.

A última etapa da produção das argamassas foi levar as formas preenchidas imediatamente à câmara úmida, retirando os corpos-de-prova apenas para desformar (24 horas após moldagem), retornando-os novamente para permanência até as idades propostas por cada tipo de ensaio.

As pastas de cimento na forma de cilindros (3,0 centímetros de diâmetro e 3,0 de mm de espessura) foram confeccionadas por meio de mistura manual e por um período de três minutos (figura 5.5).

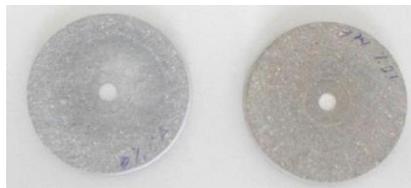


FIG. 5.5 Amostra das pastas endurecidas com formato cilíndrico.

A cura das argamassas foi feita em câmara úmida com umidade acima de 95% e idades de 7, 28 e 90 dias. Para as pastas a cura foi por imersão em água para idade de 7 dias e com cura acelerada a temperatura de 50°C para as idades de 28 dias.

#### 5.1.10 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DAS PASTAS

Para os ensaios de caracterização por DRX foram utilizados os mesmos parâmetros de processamento mostrado na tabela 5.2. As pastilhas com dimensões aproximadas descritas no item anterior (5.1.4.3) foram caracterizadas pós 7 e 28 dias de cura, cura simples e acelerada a 50° C.

Antes de serem processadas para a DRX, as pastilhas foram trituradas por meio de um recipiente e soquete de ágata, até formarem um pó fino. A seguir os pós foram colocados em acetona e secos por sucção proporcionada por bomba à vácuo. A seguir, aquecidos por 24h em temperatura de 60°C para eliminação da água remanescente.

Este método é utilizado para paralisar as reações químicas de hidratação do cimento. A análise foi executada com o objetivo de identificar a portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) e qualitativamente o seu consumo durante as diferentes idades para cada uma das composições estudadas.

### 5.1.11 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MEIO DO MEV.

O objetivo da análise no MEV foi identificar algumas características geométricas dos NTCPM, como o diâmetro e a interação deste com os produtos do cimento, assim como, identificar os produtos da hidratação de cimento. Outro aspecto relevante nas visualizações foi identificar possíveis microfaturas nas pastas e argamassas.

As imagens dos NTCPM, pastas e argamassas foram obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura da marca ZEISS, modelo EVO LS15. As amostras foram metalizadas com ouro para serem melhor visualizadas.

### 5.1.12 CONSISTÊNCIA DA ARGAMASSA

Para as argamassas frescas, foi realizado o ensaio de consistência, cujo procedimento seguiu as prescrições da norma NBR 13276 (ABNT, 2005). O índice de consistência é a média de três medidas para uma mesma composição e expresso em milímetros, o equipamento utilizado está representado pela figura 5.6.



FIG. 5.6 Mesa de consistência para argamassas.

### 5.1.13 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO E CAPILARIDADE, ÍNDICE DE VAZIOS E MASSA ESPECÍFICA DAS ARGAMASSAS

Todos estes ensaios seguiram as prescrições das normas NBR 9778 (ABNT, 2005) e a NBR 15259 (ABNT, 2005).

No ensaio de absorção por imersão, que é o estudo do incremento de água nos poros permeáveis do corpo-de-prova seco, a absorção (A) foi determinada por meio da equação 5.1:

$$A = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{m_s} \times 100 \quad \text{EQ. 5.1}$$

Onde:

$m_{\text{sat}}$  é a massa da amostra saturada em água após enxugar com pano úmido;

$m_s$  é a massa da amostra seca em estufa.

Para calcular o índice de vazios ( $I_v$ ) que é a relação em porcentagem entre a massa da argamassa no estado seco e o seu volume total, utilizou-se a equação 5.2.

$$I_v = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{m_{\text{sat}} - m_i} \times 100 \quad \text{EQ. 5.2}$$

Onde:

$m_i$  é a massa da amostra saturada imersa em água, medida com o auxílio da balança hidrostática (figura 5.7).



FIG. 5.7 Balança hidrostática para pesagem das argamassas.

A massa específica da amostra seca ( $\rho_s$ ) que é a relação da massa da argamassa seca e o seu volume, incluindo os poros permeáveis e impermeáveis foi calculada pela equação 5.3:

$$\rho_s = \frac{m_s}{m_{sat} - m_i} \quad \text{EQ. 5.3}$$

Para a massa específica saturada ( $\rho_{sat}$ ) que é relação entre a massa da argamassa saturada e seu volume total, incluindo os poros permeáveis e impermeáveis foi calculada pela equação 5.4:

$$\rho_{sat} = \frac{m_{sat}}{m_{sat} - m_i} \quad \text{EQ. 5.4}$$

A massa específica real ( $\rho_r$ ) que é a relação da massa da argamassa seca e o seu volume, excluindo os poros foi calculada pela equação 5.5:

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_i} \quad \text{EQ. 5.5}$$

No ensaio de absorção de água por capilaridade o corpo-de-prova é colocado verticalmente em uma lâmina de água, onde a sucção capilar da água proporciona um ganho de massa no corpo-de-prova em função do tempo. Os corpos-de-prova foram isolados em

recipientes com tampa para não perder a umidade, conforme mostrado na figura 5.8. Neste ensaio foi encontrado a absorção e o coeficiente de capilaridade para 10 e 90 minutos.



FIG. 5.8 Corpos-de-prova submetidos ao ensaio de absorção por meio da capilaridade.

A absorção de água por capilaridade foi determinada de acordo com a equação 5.6:

$$A_t = \frac{m_t - m_0}{16} \quad \text{EQ. 5.6}$$

Onde:

$A_t$  é a absorção de água por capilaridade para cada tempo expresso em  $\text{g}/\text{cm}^2$ .

$m_t$  é a massa do corpo-de-prova em cada tempo, em gramas

#### 5.1.14 VARIAÇÃO DIMENSIONAL (RETRAÇÃO LINEAR) DA ARGAMASSA

Este ensaio seguiu as prescrições normativas da NBR 15261 (ABNT, 2005) e têm por finalidade determinar a retração linear da argamassa nas idades de 1, 7 e 28 dias de idade. Os corpos-de-provas foram preparados em moldes prismáticos de 25 mm x 25 mm x 285 mm e comprimento efetivo de 250 mm.

Nos moldes foram acoplados parafusos para engaste na argamassa e que serviram para acomodar no leitor de deslocamento. A leitura é feita por um relógio comparador com resolução de 0,001 mm.

O corpo-de-prova permaneceu no molde por até  $48 \pm 6$  horas e sob proteção de plástico filme para não perder umidade para o ambiente externo.

A próxima etapa foi efetuar as leituras ( $L_i$ ) e ( $m_i$ ) nas idades de 1, 7 e 28 dias após a desforma.

O cálculo da variação dimensional foi realizado por meio da equação 5.7:

$$\varepsilon_i = \frac{L_i - L_0}{0,25} \quad \text{EQ. 5.7}$$

Onde:

$\varepsilon_i$  é a medida da variação dimensional e arredondada para o centésimo mais próximo;

$L_i$  é a leitura realizada na idade final, em milímetros;

$L_0$  é a leitura no momento da desforma, em milímetros;

$i$  é a idade da leitura.

Mostra-se na figura 5.9 a forma e o momento de uma leitura.

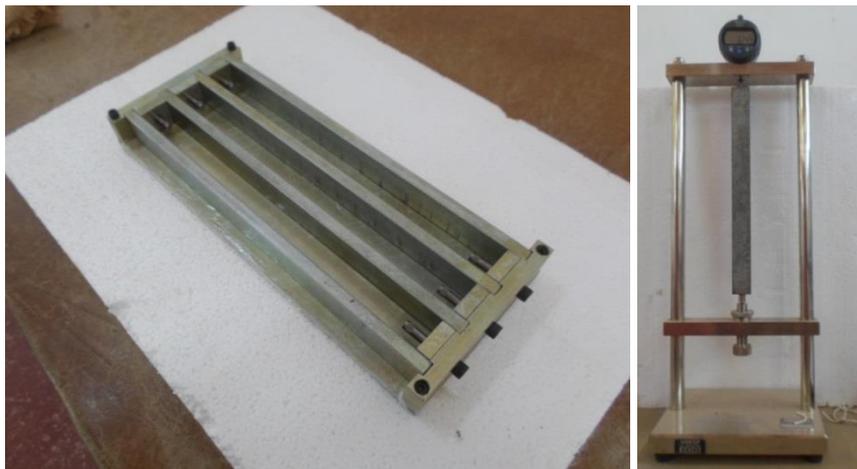


FIG. 5.9 Forma e leitura dimensional de argamassas.

Para o cálculo da variação de massa ( $\Delta m$ ) em porcentagem, foi utilizada a equação 5.8:

$$\Delta m = \frac{m_i - m_0}{m_0} \times 100 \quad \text{EQ. 5.8}$$

Onde:

$m_i$  é a massa na idade final, em gramas

$m_0$  é a massa após a desforma do corpo-de-prova, em gramas;

## 5.2 ANÁLISES TÉRMICAS

### 5.2.1 CALOR DE HIDRATAÇÃO DAS PASTAS

A análise do calor de hidratação foi baseada na variação da temperatura das pastas em função do tempo com a preparação de curvas e seguiram o mesmo formato da curva de energia liberada no decorrer do tempo. O ensaio foi realizado na UNESP/Ilha Solteira por meio da associação de oito termômetros com termopares fixos na extremidade de fios de 80 centímetros de comprimento, um para cada composição, colocados em esferas de isopor para garantir o isolamento térmico.

As esferas foram cortadas com fios de aço aquecido, separando-se em dois hemisférios iguais onde um deles foi colocado um recipiente em PVC cuja capacidade volumétrica é de aproximadamente 10 cm<sup>3</sup> para acondicionar a pasta. O termopar foi inserido no outro hemisfério por meio de um furo na ponta e deixando passar 10 mm da sua base. Esta distância permitiu a leitura da temperatura no centro volumétrico da amostra. Ilustra-se na figura 5.10 os procedimentos adotados.



FIG. 5.10 Esquema de utilização do artefato de isopor para o isolamento térmico da pasta de cimento.

A pasta de cimento foi inserida no recipiente de PVC (no interior de um dos hemisférios) fechado imediatamente, fixado com fita adesiva para garantir o isolamento térmico. O objetivo foi obter dados para traçar a curva da variação da temperatura (°C) com o do tempo. Com as curvas obtidas foi possível levantar os produtos de hidratação formados, assim como os estágios da hidratação. O ensaio durou 30 horas.

## 5.2.2 ENSAIO TERMOGRAVIMÉTRICO DAS PASTAS

Neste ensaio, utilizou-se pastas com idades de 7 dias. Os parâmetros utilizados foram a atmosfera de nitrogênio tipo 5.0 e vazão de 60 ml/min. e aquecimento de 10°C/min até 1000°C com massa da amostra próximo de 15mg. O equipamento utilizado foi da marca TA Instruments™, modelo SDT Q600 e está representado na figura 5.11.

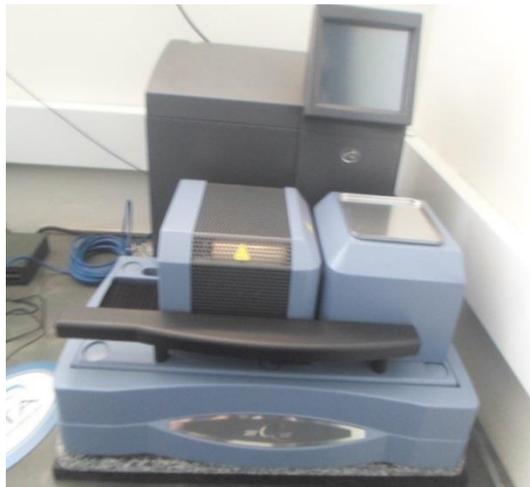


FIG. 5.11 Equipamento utilizado para estudo termogravimétrico em pastas.

## 5.3 CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND POR MEIO DO MÉTODO DAS DUAS PONTAS

Por meio do método das duas pontas (figura 5.12) realizou-se o ensaio de condutividade das pastas propostas, com exceção das composições “0% CLE + S” e “10% CLE + S”. A condutividade foi medida aplicando-se uma tensão (V) por meio de uma fonte de tensão e corrente programável da empresa Keithley™ e modelo 236, o qual permite ler a corrente (I). A condutividade elétrica (Cd) foi calculada por meio da equação 5.9. Para ter conectividade das amostras foi aplicado tinta prata nas duas faces (figura 5.12 C).

$$Cd = \frac{L \times I}{A \times V} \quad \text{EQ. 5.9}$$

Onde:

L: espessura da amostra em metros;

I: corrente em ampère;

A: área da superfície metalizada (tinta prata) nas duas faces ( $3,85 \times 10^{-5} \text{ m}^2$ );

V: tensão aplicada em volts;

Cd: condutividade elétrica em  $(\Omega \cdot \text{m})^{-1}$ .



FIG. 5.12 A) Figura esquemática do método das duas pontas, B) detalhe do ensaio realizado e C) amostra com a tinta prata em uma das faces.

## 5.4 ENSAIOS MECÂNICOS

### 5.4.1 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO

O ensaio de tração na flexão e compressão seguiram as prescrições estabelecidas pela norma NBR 13279 (ABNT, 2005). O primeiro ensaio foi a ruptura à tração na flexão, onde para cada composição estudada foram confeccionados três corpos-de-prova para cada idade.

Finalizado o ensaio de tração que partiu o corpo-de-prova em duas partes semelhantes, realizou-se o ensaio à compressão por meio da prensa da marca EMIC<sup>TM</sup> e capacidade de carga para 300 kN. Desta forma, para cada composição foram realizados três rupturas de tração na flexão e seis de compressão.

A velocidade de carregamento foi de  $(50 \pm 10) \text{ N/s}$  na flexão e de  $(500 \pm 50) \text{ N/s}$  na compressão. O equipamento utilizado no ensaio de tração na flexão foi a prensa CBR com anel dinamométrico com capacidade de 40 kN e constante de 2,028 para conversão das

unidades do relógio comparador. Para cada unidade movimentada do relógio equivale a 2,028 kgf ou aproximados 20 N. Mostra-se nas figuras 5.13, 5.14 e 5.15 os procedimentos de carregamento.

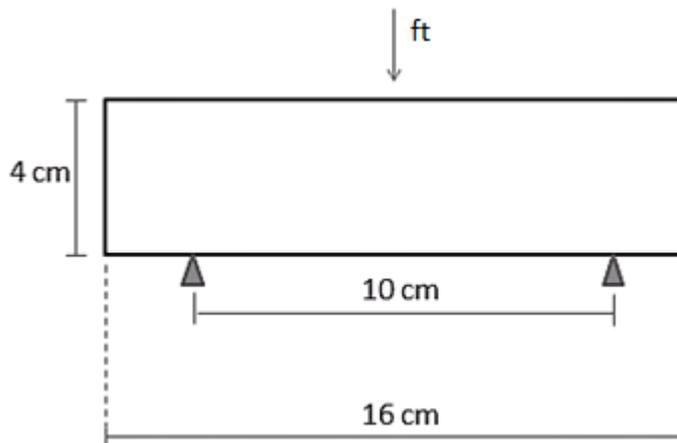


FIG. 5.13 Representação do ensaio de resistência à tração por flexão para argamassas.



FIG. 5.14 Prensa CBR utilizada para ruptura das argamassas submetidas à tração na flexão.



FIG. 5.15 Prensa utilizada para ruptura das argamassas submetidas à compressão.

As tensões foram calculadas de acordo com as equações 5.10 e 5.11:

$$\sigma_t = \frac{1,5 \times f_t \times L}{40^3} \quad \text{EQ. 5.10}$$

$$\sigma_c = \frac{f_c}{1600} \quad \text{EQ. 5.11}$$

Onde:

$\sigma_t$ : resistência à tração na flexão, em megapascals;

$\sigma_c$ : resistência à compressão, em megapascals;

$f_t$ : é a carga aplicada verticalmente no centro do prisma, em newtons;

$f_c$ : é a carga aplicada verticalmente de forma axial no corpo-de-prova, em newtons;

1600 é a área da seção considerada quadrada do dispositivo de carga 40 mm x 40 mm, em milímetros quadrados;

L: é a distância entre os suportes em milímetros.

Estes ensaios mecânicos foram realizados para as idades de 7, 28 e 90 dias de idade após cura térmica em câmara úmida.

## 6 RESULTADOS E ANÁLISES

### 6.1 GRANULOMETRIA DA AREIA

Os resultados na análise granulométrica mostram que a areia natural encontrava-se na faixa utilizável e com parte da granulometria na faixa ótima, conforme a recomendação da NBR NM 248 (ABNT, 2003) e mostrado na figura 6.1. Com base nos dados da figura 6.2, por meio do peneiramento e adições de faixas de tamanhos diferentes de areia, foi possível estabelecer uma areia modificada e que a curva granulométrica situasse toda na faixa ótima.

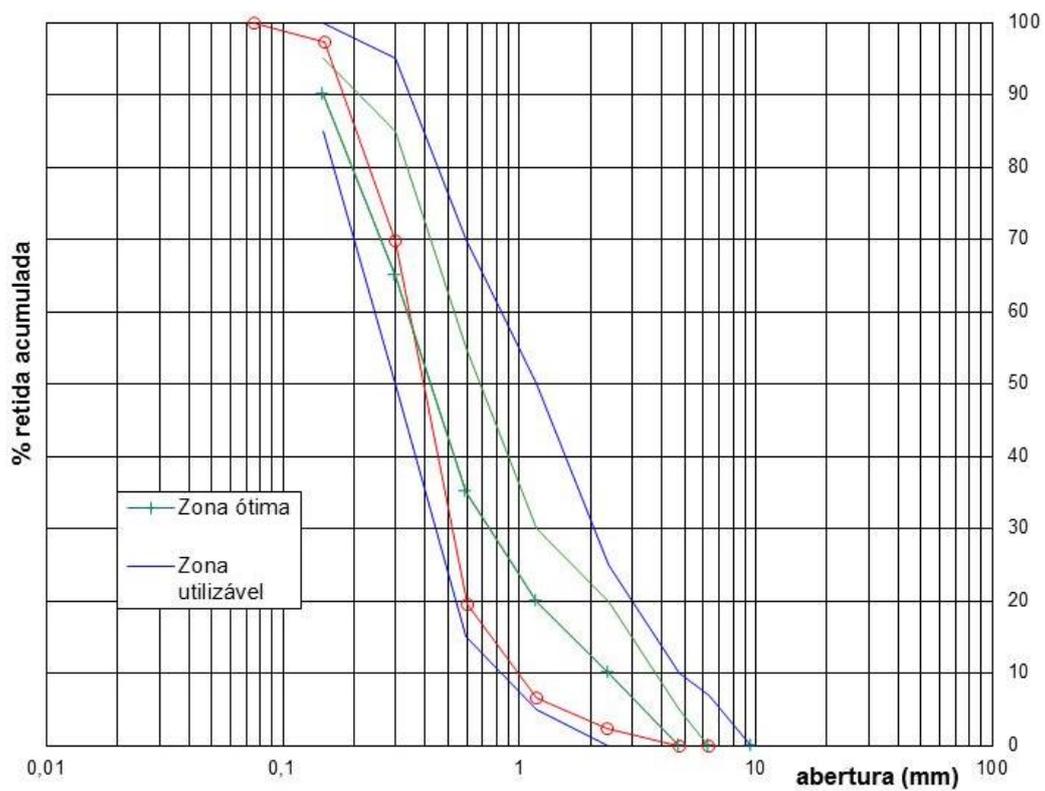


FIG. 6.1 Curva granulométrica da areia natural.

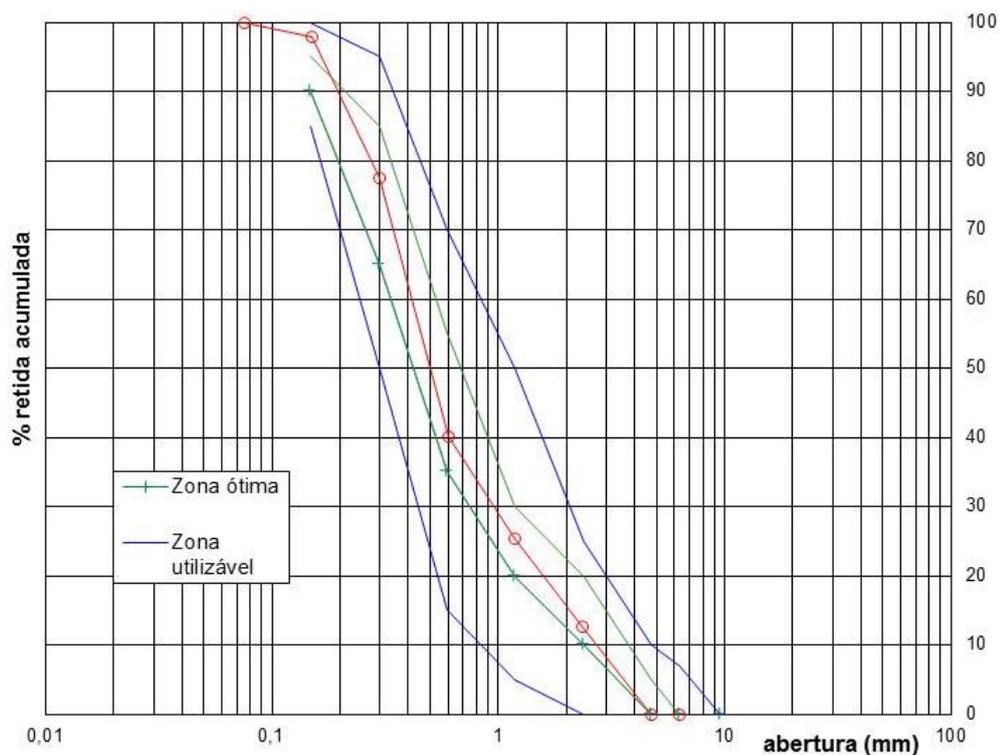


FIG. 6.2 Curva granulométrica da areia natural modificada.

Os resultados mostrados na tabela 6.1 indicam os valores padrões das características físicas para as areias naturais média da região. Na tabela 6.2 são mostrados os valores para a areia com granulometria modificada. Por meio da tabela 6.3 é possível verificar as proporções necessárias para modificação da areia natural.

TAB. 6.1 Resultados dos ensaios de granulometria da areia natural.

$\Phi$ Máx. (mm)	Módulo De finura	Massa específica			Absorção (%)	Pulverulento (%)	Matéria orgânica
		S.s.s. (g/cm <sup>3</sup> )	Seca (g/cm <sup>3</sup> )	Real (g/cm <sup>3</sup> )			
2,360	2,120	2,627	2,617	2,644	0,38	0,40	+ clara

TAB. 6.2 Resultados físicos referentes ao ensaio de granulometria da areia natural modificada.

$\Phi$ Máx. (mm)	Módulo De finura	Massa específica			Absorção (%)	Pulverulento (%)	Matéria orgânica
		S.s.s. (g/cm <sup>3</sup> )	Seca (g/cm <sup>3</sup> )	Real (g/cm <sup>3</sup> )			
2,360	2,530	2,688	2,675	2,700	0,36	0,34	+ clara

TAB. 6.3 Proporções de areia para a areia natural modificada.

Peneira	Abertura da malha (mm)	Amostra em massa de areia natural
n° 8	2,36	14,62%
n° 16	1,18	12,88%
n° 30	0,6	7,00%
n° 4*	4,75	65,50%

\* porcentagem fixa da areia natural, as outras frações foram adicionadas para a curva granulométrica modificada.

## 6.2 CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO

Os valores mostrados na pela tabela 6.4 são típicos de cimentos de alta resistência do tipo CP V ARI.

TAB. 6.4 Massa específica absoluta, área específica e diâmetro médio da partícula do cimento CP V ARI.

Cimento	$\rho$ Ab. (g/cm <sup>3</sup> )	A. esp. (cm <sup>2</sup> /g)	$\Phi$ <sub>médio</sub> (μm)
	3,14	4377	4,29

## 6.3 CARACTERIZAÇÃO DA CLE

### 6.3.1 CALCINAÇÃO DA CLE

A temperatura máxima atingida na calcinação foi de 774°C. Nos estudos de FONTES (2003) e GEYER (2001), as temperaturas de calcinação foram de 650 e 800°C, respectivamente. Mostra-se na figura 6.3 a curva de calcinação da CLE. Os valores da temperatura (°C) durante a autocombustão são mostrados na tabela 10.1 no capítulo “Apêndice”

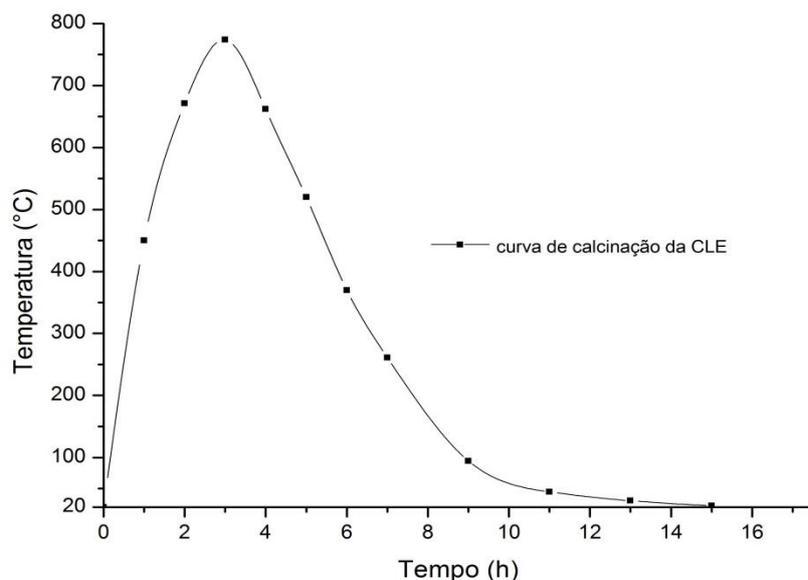


FIG. 6.3 Ação da temperatura em função do tempo durante a calcinação da CLE por autocombustão.

A máxima temperatura obtida no gráfico da figura 6.3 está dentro da faixa de temperatura usualmente comentada por MEHTA & MONTEIRO (1994) para promover a atividade pozolânica em materiais com características argilosas.

### 6.3.2 MASSA ESPECÍFICA ABSOLUTA E APARENTE, ÁREA SUPERFICIAL E DIÂMETRO MÉDIO DA CLE

Os resultados obtidos mostraram que a eficiência da moagem da CLE foi maior que a verificada por LIN et. al. (2008), Os dados obtidos no presente trabalho são mostrados na tabela 6.5 para com 50 minutos de moagem. No presente trabalho o diâmetro médio das partículas foi de 3,10  $\mu\text{m}$  área superficial de 6962  $\text{cm}^2/\text{g}$ , estes valores são equivalentes à 7 ou 8 horas de moagem dos autores citados. Este resultado representa apenas uma eficiência do equipamento utilizado no presente trabalho.

Verificou-se também que o tamanho médio da partícula de CLE é menor que a do cimento (4,29  $\mu\text{m}$ ), conforme mostrado na tabela 6.5.

TAB 6.5 Massa específica absoluta e aparente, área específica e diâmetro médio das partículas da CLE.

CLE	$\rho$ Ab. (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho$ Ap. solta (g/cm <sup>3</sup> )	A. esp. (cm <sup>2</sup> /g)	$\Phi$ <sub>médio</sub> ( $\mu$ m)
	2,78	0,84	6962,00	3,10

Onde:

$\rho$ . Ap.: massa específica aparente (kg/cm<sup>3</sup>).

$\rho$ . Ab.: massa específica absoluta (g/cm<sup>3</sup>).

A. esp.: área específica pelo método Blaine (cm<sup>2</sup>/g).

$\Phi$  médio: diâmetro médio da partícula ( $\mu$ m)

Por meio da figura 6.4 retirada do MEV é possível visualizar o tamanho da partícula de CLE.

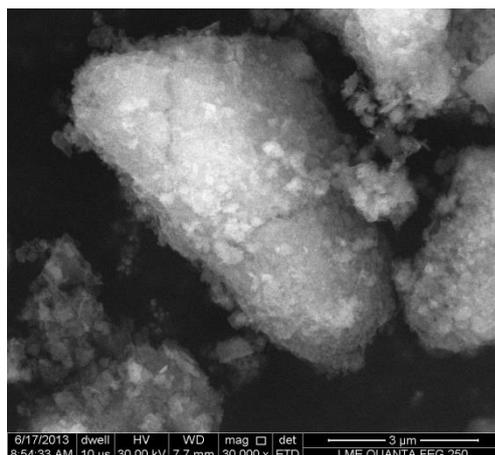


FIG. 6.4 Partícula de CLE observada no MEV com aumento de 30000x.

### 6.3.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DA CLE

Os valores obtidos neste ensaio mostram que a atividade pozolânica da CLE não se enquadra nos limites prescritos pela NBR 12653 (ABNT, 2012), visto que a quantidade de SO<sub>3</sub> (9,4%) é superior aos 4% recomendados. Todavia, ainda pela referida norma, a CLE se enquadra nas prescrições de Na<sub>2</sub>O (0,72%) que é menor que 1,5% do somatório de SiO<sub>2</sub> +

$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  (76,17%), cuja norma estabelece valores mínimos de 50 a 70%. Os resultados do presente trabalho são mostrados na tabela 6.6.

TAB. 6.6 Percentuais de óxidos presentes na CLE.

<b>Fórmula química</b>	<b>Porcentagem (%) de óxidos presentes</b>
$\text{Na}_2\text{O}$	0,72
$\text{MgO}$	2,24
$\text{Al}_2\text{O}_3$	26,56
$\text{SiO}_2$	41,54
$\text{P}_2\text{O}_5$	4,95
<b><math>\text{SO}_3</math></b>	<b>9,4</b>
$\text{K}_2\text{O}$	0,33
$\text{CaO}$	2,74
$\text{TiO}_2$	1,72
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0,17
$\text{MnO}$	0,04
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	8,07
$\text{NiO}$	0,06
$\text{CuO}$	0,19
$\text{ZnO}_2$	1,06
$\text{ZrO}_2$	0,06
$\text{CeO}_2$	0,09
$\text{Cl}$	0,07
Total	100

#### 6.3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DA CLE

Com base no difratograma mostrado na figura 6.5 pode-se verificar que os cristais mais comuns encontrados nas amostras da cinza do lodo de esgoto são dos óxidos de alumínio (caulita), silício (quartzo), ferro (hematita) e moscovita.

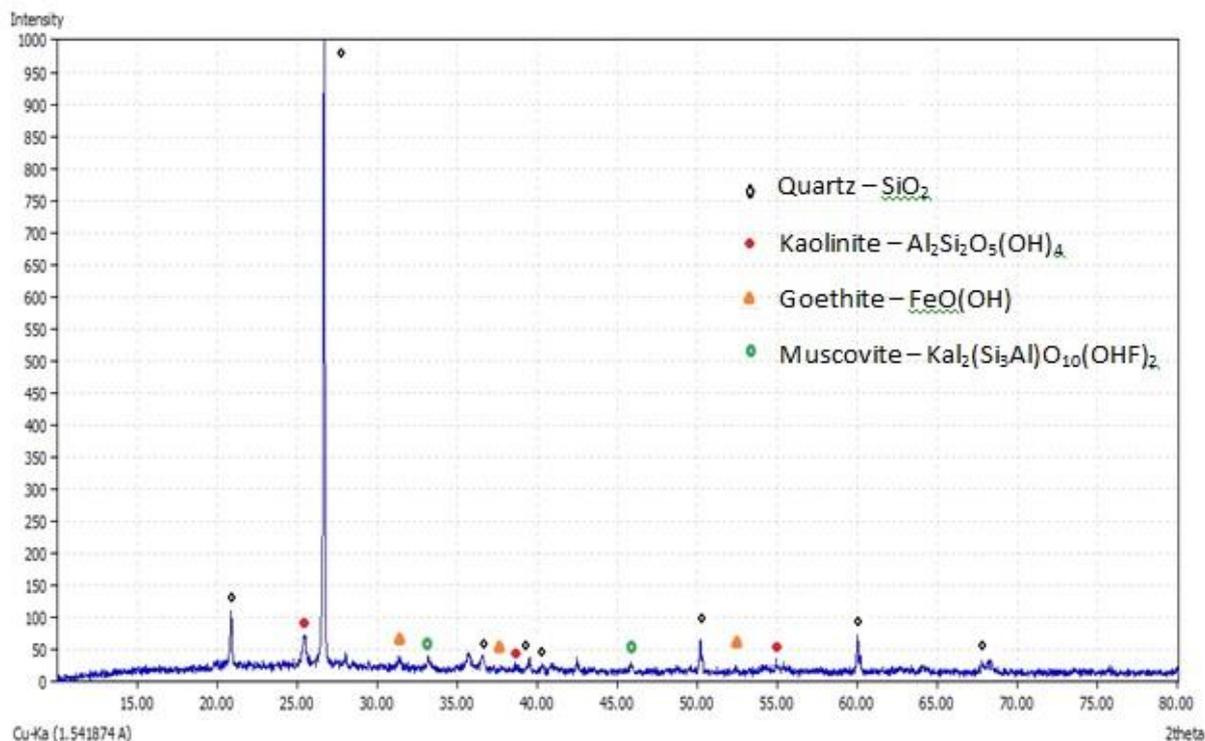


FIG. 6.5 Difratoograma das amostras de CLE mostrando-se os principais minerais.

## 6.4 ADITIVOS

### 6.4.1 FLUIDEZ E VIDA ÚTIL

O ensaio de fluidez e vida útil foi importante para auxiliar na escolha do aditivo no preparo das argamassas e pastas. Com base nesses resultados foi possível identificar o aditivo que apresenta a maior eficiência para o cimento escolhido.

Com base nos dados da tabela 6.7 verificou-se que o aditivo com maior fluidez e vida útil foi o aditivo “b”. Porém, quando adicionado aos nanomateriais o aditivo que melhor se adequou as necessidades de consistência foi o aditivo “a”.

TAB. 6.7 Resultados da fluidez e vida útil dos aditivos.

Tempo em repouso (min.)	Aditivos			
	Aditivo a	Aditivo b	Aditivo c	Aditivo d
	Tempo de escoamento (s)			
5	10,32	9,8	10,33	10,64
30	13,63	12,4	12,41	17,16
60	15,41	13,4	16,51	24,6
90	17,91	14,83	22,72	31,4

## 6.5 CARACTERIZAÇÃO DOS NANOTUBOS

Os valores apresentados na tabela 6.8 são referentes a dados fornecidos pelo fabricante Nanocyl™ espécie NC 7000.

TAB. 6.8 Caracterização dos NTCPM, resultados fornecidos pelo fornecedor. Fonte: Nanocyl™.

Φ Médio (nm)	Comprimento (L) médio (µm)	Pureza (%)	Óxido metálico (%)	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)	ρ média (g/cm <sup>3</sup> )	Relação L/Φ
9,5	1,5	90	10	250-300	0,06	158

A figura 6.6 ilustra os NTCPM funcionalizados em solução de 1% com 150 ml em cada proveta. Os nanotubos foram sonicados por período de uma hora e deixados em repouso por seis meses. A figura 6.6 “C” é dos nanotubos não funcionalizados, porém, foram sonicados, os demais foram tratados com Ca(OH)<sub>2</sub> (figura 6.6 “A”) e Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Figura 6.6 “B”). Desta forma, percebe-se que os NTCPM tiveram uma excelente dispersão com a funcionalização, ou seja, praticamente não houve sedimentação.

Apesar de o fabricante citar que o diâmetro médio dos NTCPM é de 9,5 nm, não foi verificado isto por meio de visualizações no MEV, constatou-se que o diâmetro situa-se entre 30 e 60 nanômetros.

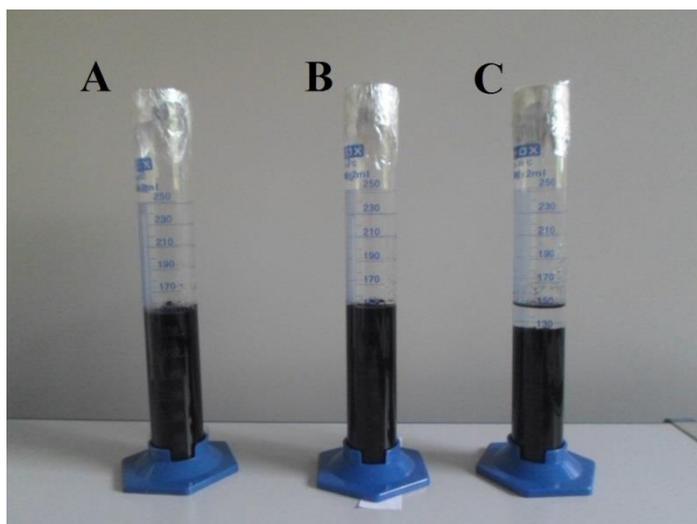


FIG. 6.6 A) NTCPM com 1% em solução aquosa, sonificado e funcionalizado com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . B) NTCPM 1% em solução aquosa, sonificado e funcionalizado com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . C) NTCPM 1% em solução aquosa, sonificado e não funcionalizado.

#### 6.5.1 ENSAIO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X NOS NTCPM FUNCIONALIZADOS

Com os ensaios realizados nos NTCPM funcionalizados foi possível identificar algumas particularidades de cada tipo de funcionalização após neutralização. Foram feitas avaliações de três regiões diferentes em cada pastilha.

Foram pesados 150 mg de material para fazer as pastilhas com  $3 \text{ kgf/cm}^2$  de pressão no pastilhador. Mostra-se nas figuras 6.7 e 6.8 os ensaios.

Pode-se observar na tabela 6.9 que os elementos laváveis (Na e Ca) possuem porcentagens que variam o local da pastilha. O magnésio presente, possivelmente foi devido à sua associação com o Ca e não está presente na amostra lavada com compostos de Na. O Alumínio possui uma porcentagem praticamente constante nas amostras, 2,6 % quando tratadas com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  e 2,3 % quando tratadas com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

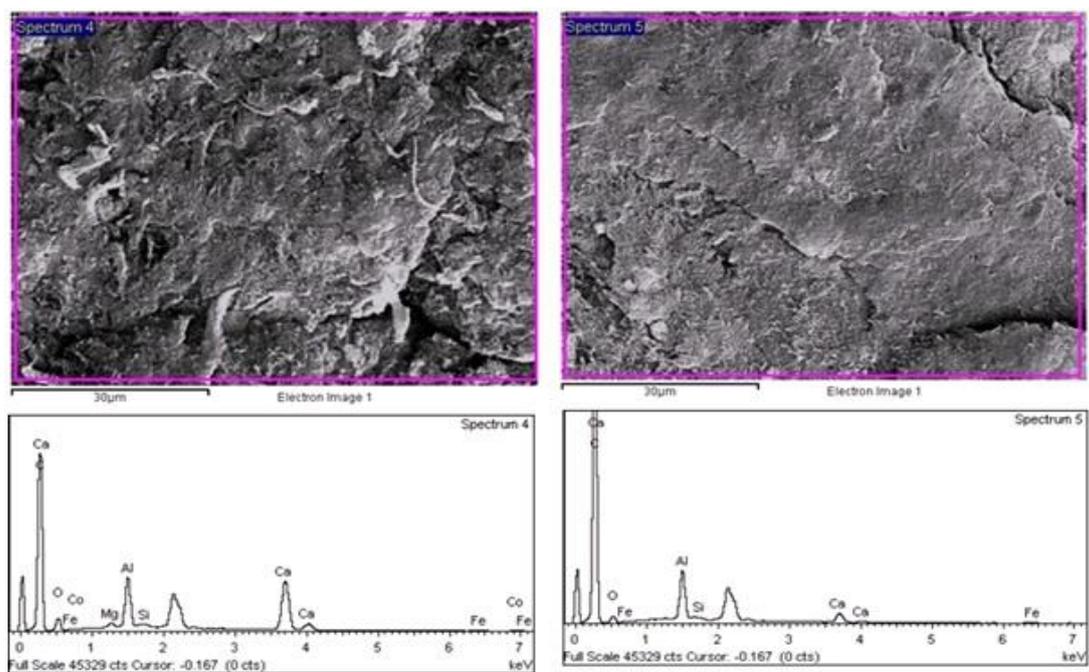


FIG. 6.7 Ensaio de fluorescência de raios-x em NTCPM funcionalizados e tratados com  $\text{Ca(OH)}_2$ , análise em duas posições diferentes.

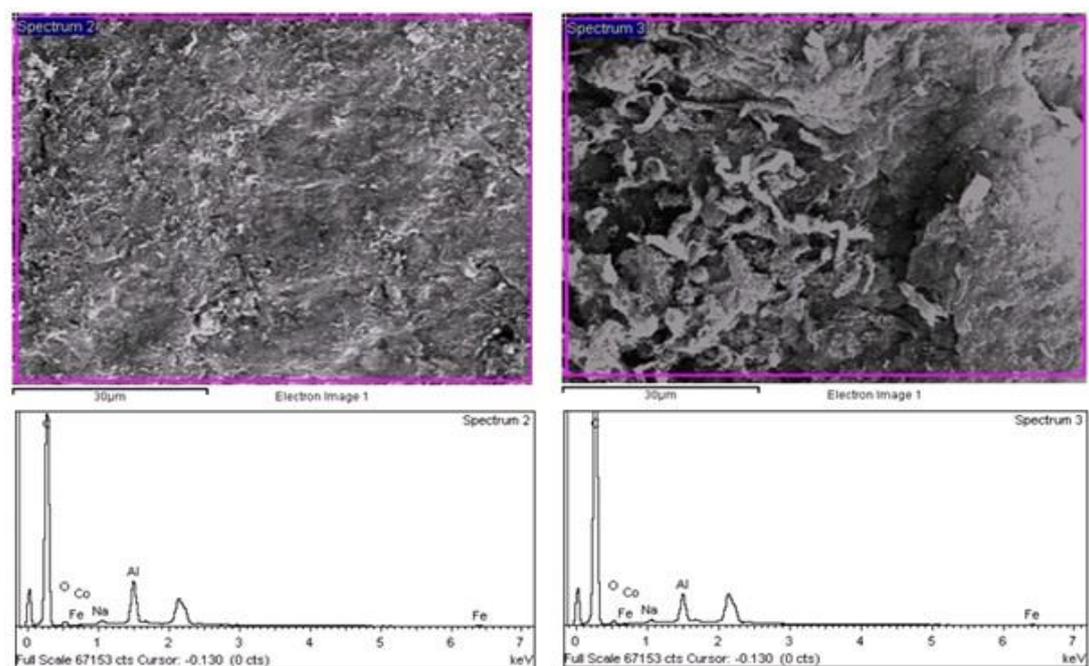


FIG. 6.8 Espectro obtido no ensaio de fluorescência de raios-x em NTCPM funcionalizados e tratados com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Análise em duas posições diferentes.

TAB. 6.9 Elementos presentes nos nanotubos funcionalizados após tratamento com  $\text{Ca(OH)}_2$  e  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Elemento	NTCPM ( $\text{Ca(OH)}_2$ )		NTCPM ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )	
	Posição 1	Posição 2	Posição 1	Posição 2
	Peso em massa %			
C	76,45	88,75	90,41	92,72
O	14,20	7,43	6,19	5,14
Na	--	--	0,33	0,24
Ca	5,51	0,91	--	--
Al	2,96	2,62	2,77	1,68
Mg	0,28	--	--	--
Si	0,14	0,08	--	--
Fe	0,33	0,21	0,20	0,13
Co	0,12	--	0,11	0,10

#### 6.5.2 ANÁLISE NO MEV NOS NTCPM FUNCIONALIZADOS E NÃO FUNCIONALIZADOS

Na figura 6.9 é possível visualizar os NTCPM funcionalizados e analisados após a metalização com ouro. Nesta figura vê-se a imagem após tratamento com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Este ensaio foi realizado na UNESP/Ilha Solteira – SP, nota-se também que o diâmetro próximo de 30 a 60 nanômetros é comum em várias outras imagens obtidas no MEV.

Na figura 6.10 verificam-se os NTCPM não funcionalizados e metalizados com platina, a imagem é do MEV do laboratório de microestrutura do IME-RJ. Em ambas as imagens é possível verificar que o comprimento e o diâmetro dos nanotubos são maiores que o informado pelo fabricante.

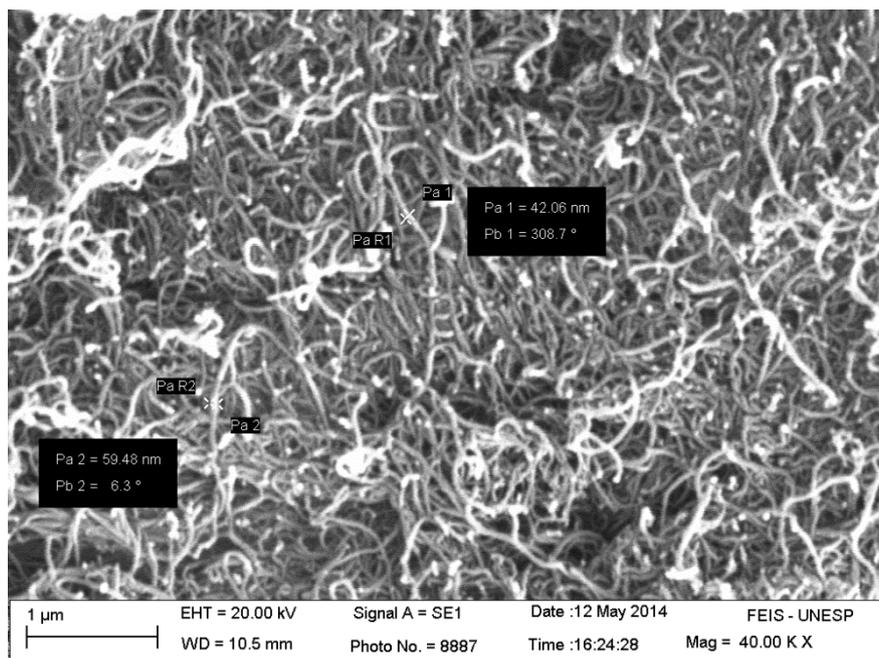


FIG. 6.9 Morfologia do NTCPM funcionalizados e visualizados no MEV.

Por meio da figura 6.9, verifica-se que os diâmetros não estão conforme especificação do fabricante, ou seja, em torno de 9,5 nm. Foi verificado por meio do MEV que os diâmetros dos nanotubos apresentam valores entre 30 e 60 nanômetros.

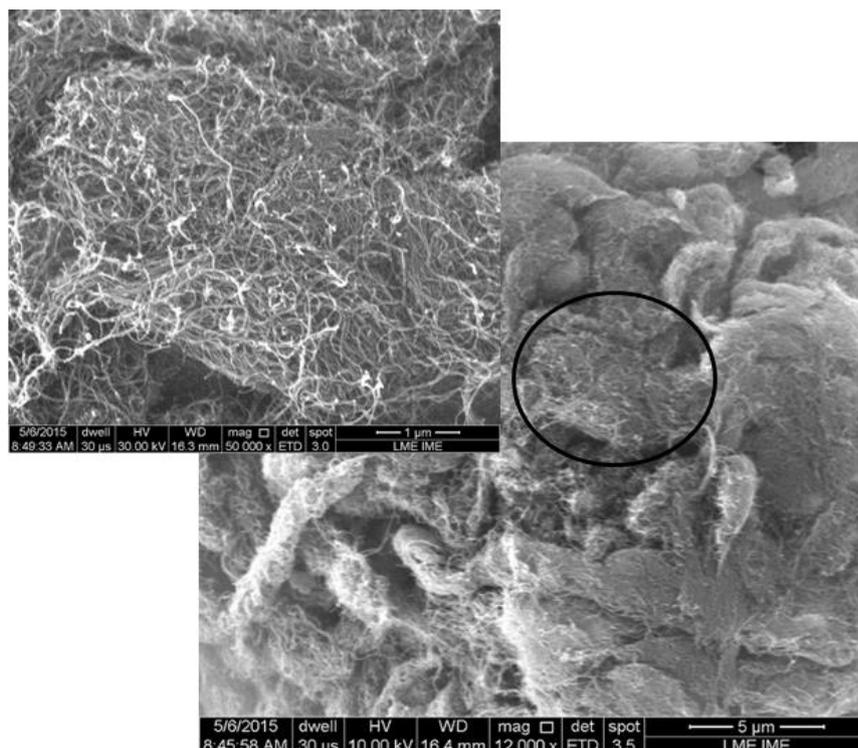


FIG. 6.10 Morfologia do NTCPM não funcionalizados e visualizados no MEV

## 6.6 CONSISTÊNCIAS DAS ARGAMASSAS

As consistências das composições das argamassas estudadas são mostradas na tabela 6.10.

TAB. 6.10 Índices de consistência das amostras de CLE.

Aditivo	Adições em massa	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média (cm)	Índice de consistência (mm)
	0% CLE	28	28,2	28,5	28,23	<b>283</b>
	5% CLE	26,8	26,8	26,8	26,80	268
	10% CLE	25,4	25,4	25,4	25,40	254
	15% CLE	25	24,8	24,8	24,87	<b>249</b>
2,80%	0% CLE + NS (Ca)	28,7	29,3	29,5	29,17	292
2,80%	10% CLE + NS (Ca)	25	25,2	25,5	25,23	253
2,80%	0% CLE + NS (Na)	29	29,3	29,7	29,33	294
2,80%	10% CLE + NS (Na)	25,9	24,9	25,33	25,38	254
1,25%	0% CLE + S	28,5	28,3	27,8	28,20	282
1,25%	10% CLE + S	26,5	26,5	26,3	26,43	265

No presente trabalho adotou-se como critério da consistência foi estabelecida entre os valores máximo e mínimo, respectivamente à composição 0% CLE e 15% CLE. Portanto, os demais valores para as argamassas com nanomateriais deveriam situar-se nesta faixa.

Após diversos testes, foi necessário adotar valores diferentes de aditivos, com 2,80 e 1,25% em relação à massa de cimento das argamassas, respectivamente. O percentual de aditivos foi fixo para o NTCPM e nano-SiO<sub>2</sub> e para aquelas com somente nano-SiO<sub>2</sub>.

Segundo o fabricante, o consumo recomendado de aditivo é de 0,40 a 1,20% da massa de cimento. Porém, devido à grande área específica da combinação de nanomateriais, foi necessário realizar aumento até 2,80%.

## 6.7 VARIAÇÃO DIMENSIONAL (RETRAÇÃO LINEAR) DA ARGAMASSA

Neste ensaio foi possível verificar a variação dimensional e de massa das argamassas. Os resultados são mostrados na tabela 6.11 para cada uma das idades estudadas. O sinal negativo indica que houve perda de massa e retração.

TAB. 6.11 Variação dimensional e de massa para as composições estudadas após diferentes tempos de cura.

Composição	1 dia de cura		7 dias de cura		28 dias de cura	
	$\Delta m_{m\acute{e}dia}$ (%)	$\epsilon_{m\acute{e}dia}$ (mm/m)	$\Delta m_{m\acute{e}dia}$ (%)	$\epsilon_{m\acute{e}dia}$ (mm/m)	$\Delta m_{m\acute{e}dia}$ (%)	$\epsilon_{m\acute{e}dia}$ (mm/m)
0% CLE	-0,66	-0,14	-1,60	-0,55	-3,02	-0,73
10% CLE	-0,61	-0,13	-1,80	-0,35	-3,05	-0,62
0% CLE + NS (Ca)	-0,47	-0,10	-0,60	-0,48	-2,79	-0,88
10% CLE + NS (Ca)	-0,64	-0,13	-1,40	-0,20	-3,08	-0,95
0% CLE + NS (Na)	-0,45	-0,17	-1,80	-0,54	-3,03	-0,89
10% CLE + NS (Na)	-0,69	-0,20	-2,00	-0,49	-3,42	-0,96
0% CLE + S	-0,57	-0,09	-1,80	-0,55	-2,52	-0,66
10% CLE + S	-0,53	-0,13	-2,00	-0,56	-2,74	-0,74

Os resultados mostraram que aos 28 dias de idade, as composições que apresentaram maiores variações dimensionais foram as que continham nanotubos de carbono, indicando que a alta condutividade térmica deste material influenciou no processo de retração da argamassa, possibilitando uma maior troca de calor com o meio externo.

## 6.8 DETERMINAÇÕES DA ABSORÇÃO POR IMERSÃO E CAPILARIDADE, ÍNDICE DE VAZIOS E MASSAS ESPECÍFICAS.

Os valores para as massas específicas seca, saturada e real das composições de argamassa estudadas, assim como, os valores para o índice de vazios e absorção são mostrados na tabela 6.12.

TAB. 6.12 Massa específica seca, saturada e real; índice de vazios e absorção de água por imersão da argamassa aos 28 dias de idade.

Composição	Ps	psat	pr	Iv	A
0% CLE	2,10	2,26	2,50	16,23	7,75
10% CLE	2,08	2,24	2,49	16,57	7,98
0% CLE + NS (Ca)	2,11	2,28	2,54	16,98	8,05
10% CLE + NS (Ca)	2,07	2,24	2,51	17,47	8,44
0% CLE + NS (Na)	2,08	2,25	2,52	17,61	8,47
10% CLE + NS (Na)	2,06	2,23	2,49	17,39	8,44
0% CLE + S	2,11	2,28	2,54	17,04	8,09
10% CLE + S	2,10	2,26	2,50	16,34	7,80

Na tabela 6.12 verifica-se que as composições com adições de NTCPM apresentaram maiores valores de absorção de água e índice de vazios do que os demais. Isto significa que as argamassas com adições de NTCPM tiveram uma maior conectividade entre os macro poros, em especial quando funcionalizados com carbonato de sódio.

TAB. 6.13 Absorção por capilaridade da argamassa.

Composição	m <sub>o</sub>	m <sub>10</sub>	m <sub>90</sub>	At <sub>10</sub> (g/cm <sup>2</sup> )	At <sub>90</sub> (g/cm <sup>2</sup> )
0% CLE	572,73	572,97	573,47	0,01	0,05
10% CLE	575,30	575,47	575,57	0,01	0,02
0% CLE + NS (Ca)	583,23	583,33	583,50	0,01	0,02
10% CLE + NS (Ca)	582,90	583,00	583,27	0,01	0,02
0% CLE + NS (Na)	583,20	583,33	583,63	0,01	0,03
10% CLE + NS (Na)	582,53	582,70	583,17	0,01	0,04
0% CLE + S	582,30	582,43	582,67	0,01	0,02
10% CLE + S	582,13	582,27	582,50	0,01	0,02

Os dados da tabela 6.13 mostram que houve menores absorções capilares para as argamassas com adições de nanomateriais, em especial aquelas com somente nano-SiO<sub>2</sub>. Este fenômeno pode ser explicado pelo maior refinamento dos micros poros. Porém, para a idade de 28 dias, as adições de nanomateriais não resultaram em ganhos em relação a composição com somente 10% de CLE.

## 6.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND

Por meio do difratograma de raios-x, procurou-se verificar o consumo de Ca(OH)<sub>2</sub> ao longo das idades de 7 dias de cura normal e 28 dias com cura térmica a 50°C, imersas em “banho maria”. Na figura 6.11 há um destaque para o pico referente à portlandita em torno de 18°. Na mesma figura são mostradas as intensidades dos picos para todas as composições estudadas. A letra “P” representa o Ca(OH)<sub>2</sub>.

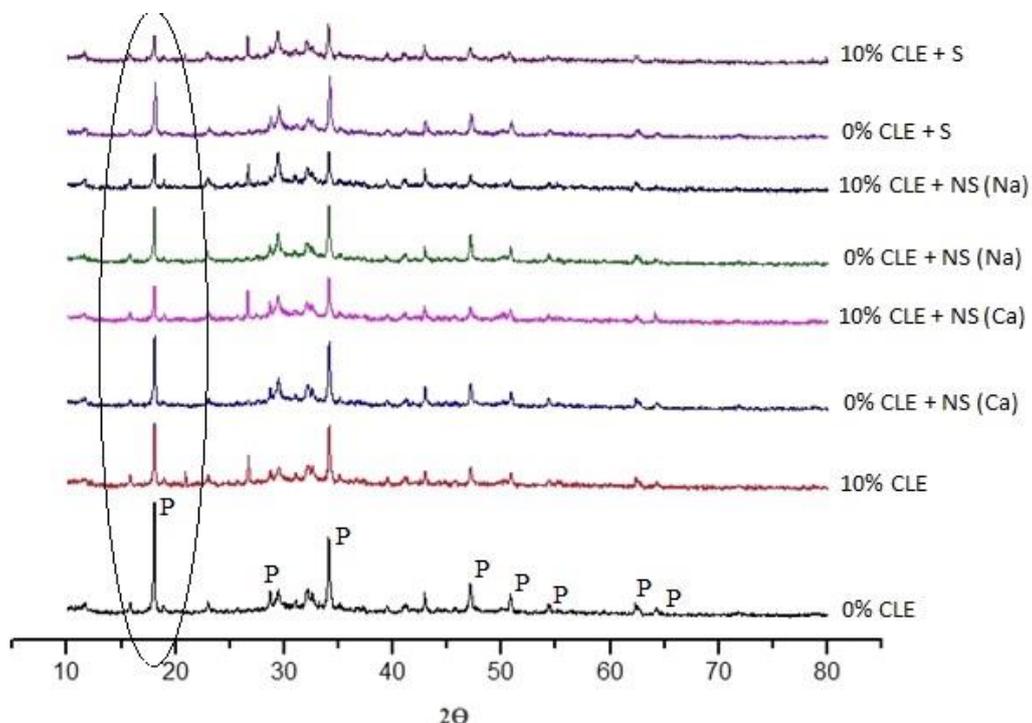


FIG. 6.11 Difratogramas de raios-x de todas as composições estudadas para a idade de 7 dias. Detalhe para o pico de portlandita em torno de 18°.

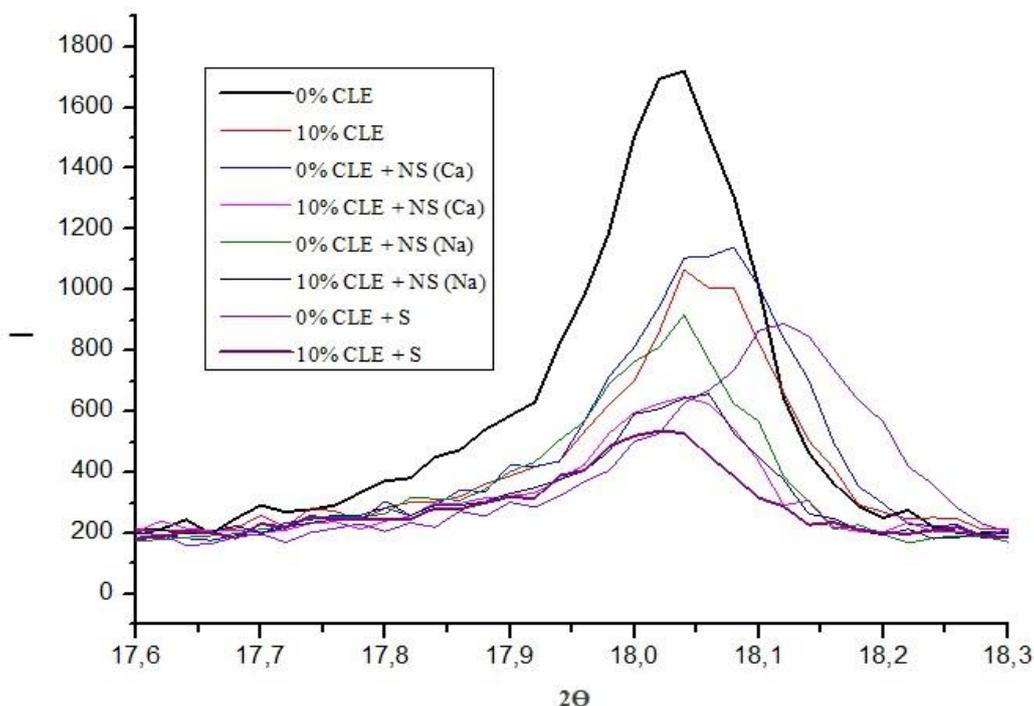


FIG. 6.12 Difratoograma de raios-x com destaque em escala maior para as proximidades do pico localizado em  $18^\circ$  na posição  $2\theta$ .

Pode-se encontrar na figura 6.12 que a composição de referência (0% CLE) é o que apresenta maior pico para os cristais de portlandita, e que a composição de 10% CLE + S é o que apresenta menor intensidade. Segundo afirmações de WHITTIG & ALLARDICE (1986), as intensidades dos picos mostrados nos difratograma refletem a cristalinidade e a quantidade dos minerais. Desta forma, implica-se que as composições citadas na ordem, apresentam menores e maiores consumos de portlandita, configurando um possível aumento de C-S-H na matriz da pasta.

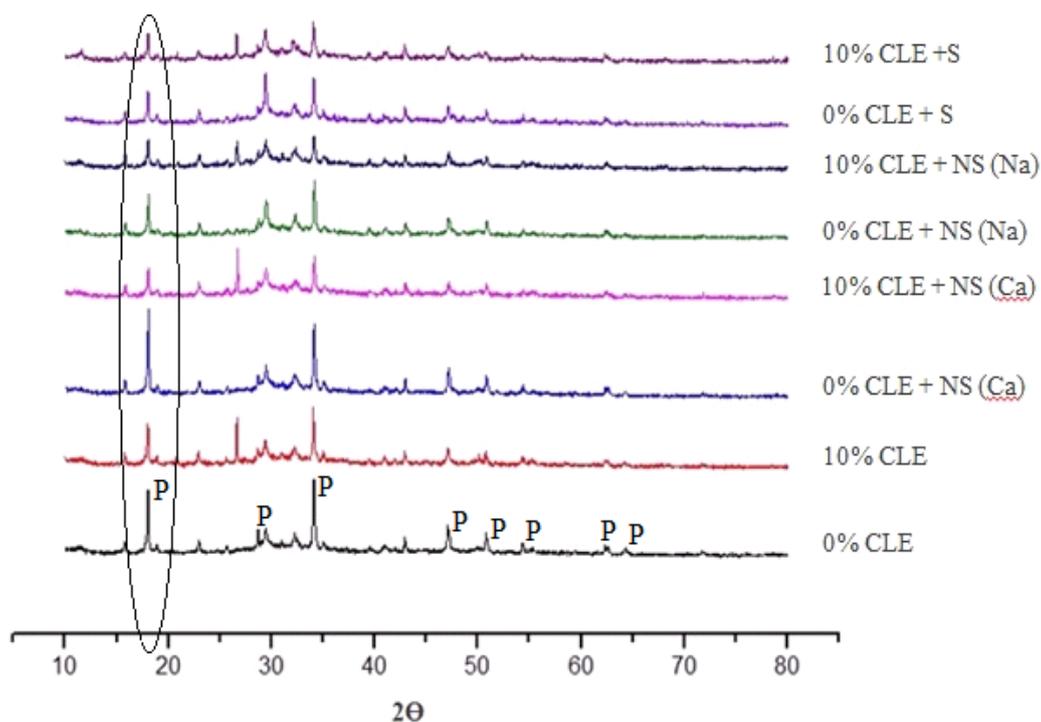


FIG. 6.13 Difratogramas de raios-x das composições estudadas para a idade de 28 dias com cura térmica envelhecida a 50°C. Detalhe para o pico de portlandita em torno de 18°.

É possível verificar na figura 6.13 que as intensidades dos picos são menores. Este resultado pode ser associado ao consumo progressivo de portlandita com o decorrer do tempo. Isto fica mais evidente na figura 6.14, onde as intensidades estão quantificadas nas ordenadas.

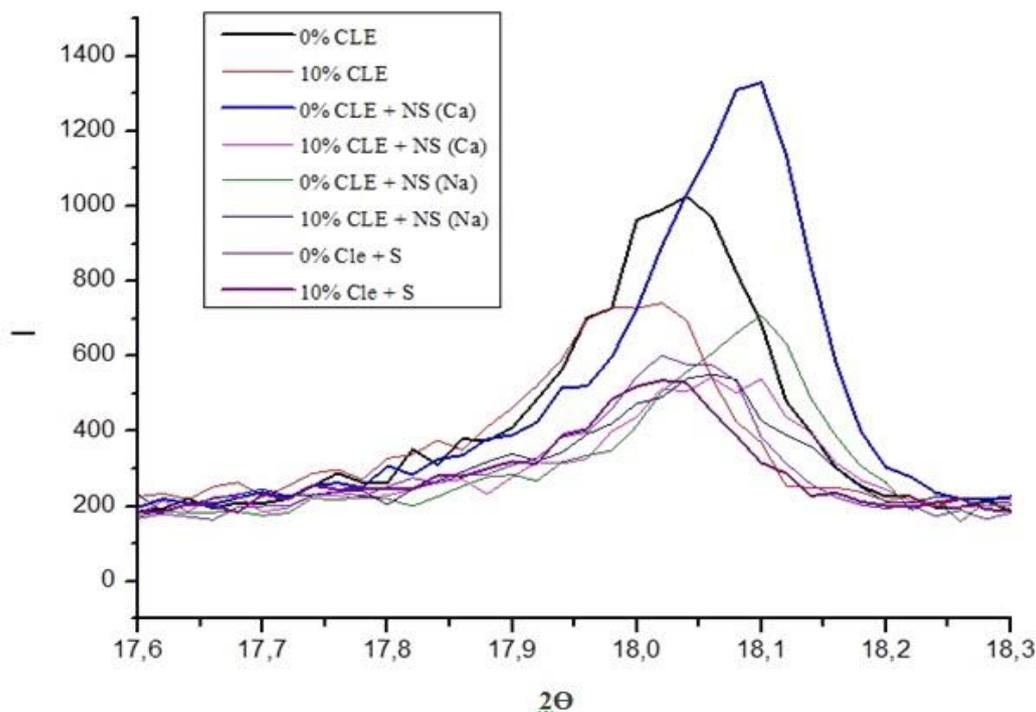


FIG. 6.14 Difratoograma de raios-x das amostras com idade de 28 dias com cura térmica. A maior intensidade para o pico localizado em  $18^\circ$  na posição  $2\theta$ .

É possível constatar na figura 6.14 que o menor consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  foi para a composição de “0% CLE + NS (Ca)” e que quando adicionado 10% de CLE (composição 10% CLE + NS (Ca)) ocorre maior consumo de portlandita. Este resultado indica que a CLE apresenta características pozolânicas e que de fato foram verificadas nas idades mais avançadas. Porém, por apresentar alto teor de  $\text{SO}_3$  a CLE pode estar formando também uma parcela  $\text{CaSO}_4$ , substância presente na formação da etringita.

## 6.10 CALOR DE HIDRATAÇÃO NAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND

Neste ensaio foram verificados os efeitos da hidratação do cimento em função do tempo. Por meio da variação da temperatura foi possível acompanhar como a produção de alguns produtos do cimento pode ser estimada. Neste ensaio foi possível identificar as fases temporais, tais como a região de dissolução do C3A, a região de dormência e a região de formação dos elementos enrijecedores (C-S-H).

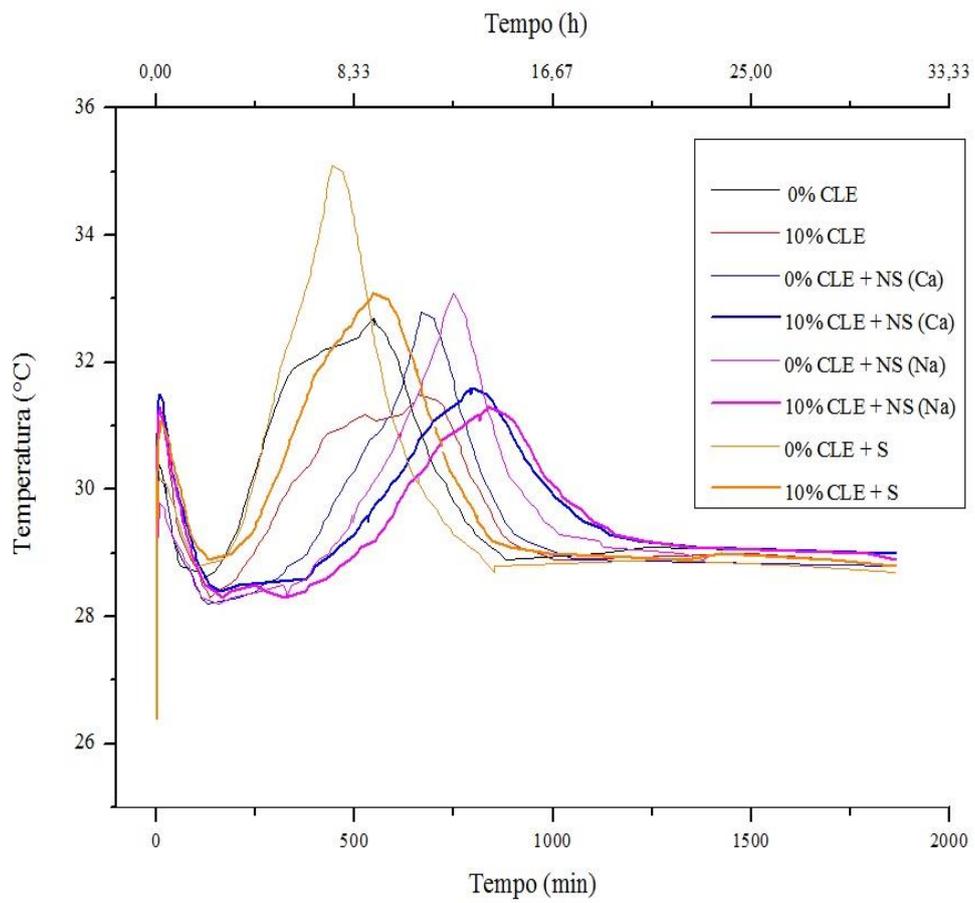


FIG. 6.15 Curvas representativas da variação da temperatura com o tempo. As curvas possuem semelhança com as curvas da energia liberada em relação ao tempo.

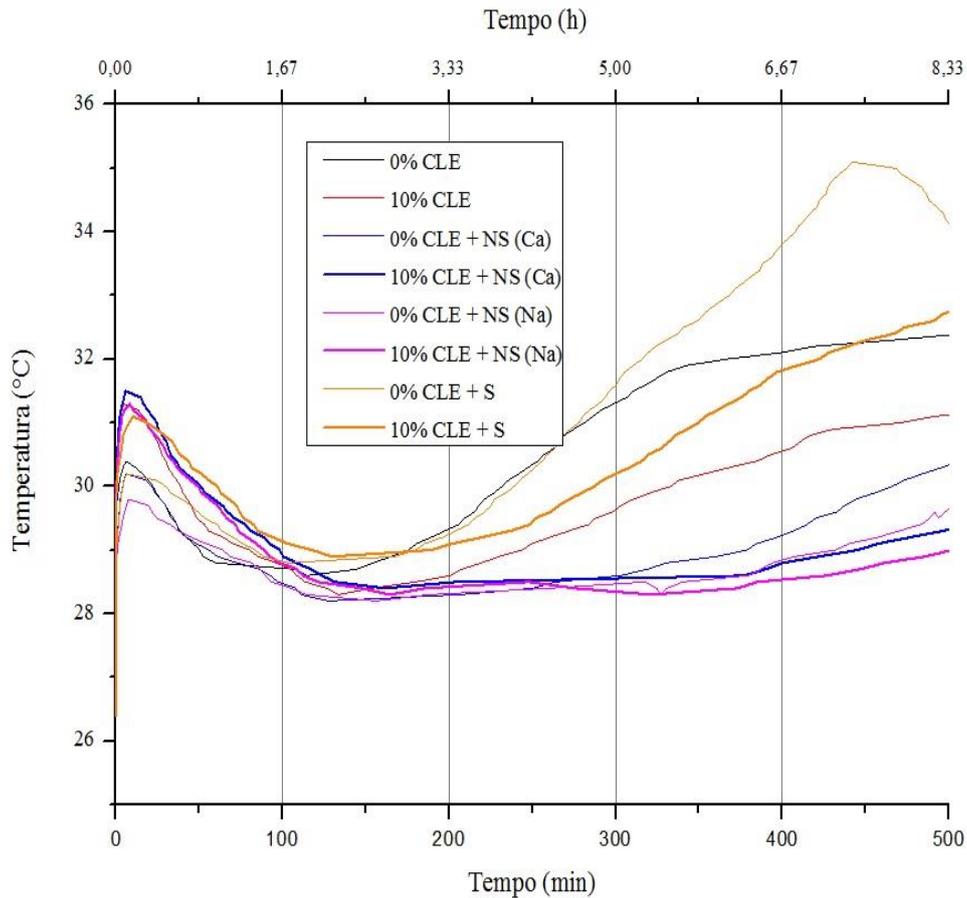


FIG. 6.16 Curvas da variação da temperatura com o tempo das composições estudadas, com enfoque para a região de dormência.

Por meio da figura 6.16 verifica-se que a região de dormência das pastas estudadas (primeiro vale), a que mais se prolongou foi as que tiveram maior quantidade de aditivo empregado e especialmente para os com adição de NTCPM, visto que foram as misturas com maior adição de superplastificante.

Na composição com somente adição de CLE, verifica-se que a o tempo de dormência torna-se maior, isto pode indicar uma maior formação de  $\text{CaSO}_4$  (substância formadora da etringita), com isto, o maior consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  pode não ser exclusivamente de reações pozolânicas, como verificado no item 6.9

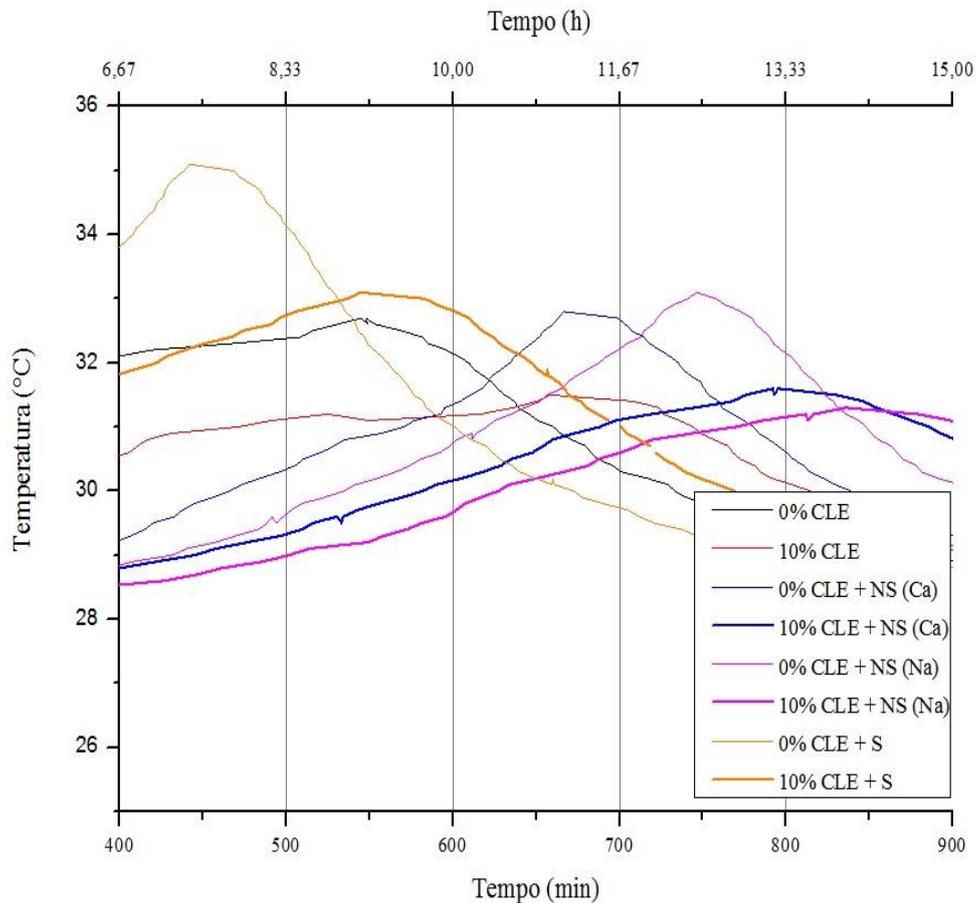


FIG. 6.17 Curvas da variação do tempo das composições estudadas com enfoque para a região de formação dos elementos enrijecedores.

Por meio da figura 6.17, foi possível verificar que a composição com 10% CLE + S foi o que apresentou maior energia liberada para formação dos elementos enrijecedores da pasta de cimento e que a composição 10% CLE + NS (Na) foi o que apresentou menor energia liberada para formação destes elementos. No entanto, os fatores determinantes foram as concentrações de aditivos empregados, visto que os melhores resultados acompanharam as menores concentrações de aditivos.

Segundo MELO (2000) para cimentos do tipo V, e quando submetidos a altos teores de superplastificantes, pode-se ter uma excessiva adsorção destes aditivos no processo de hidratação, desta forma, isto pode acarretar em menores resistências a compressão, pois a reação de hidratação com a alita e a belita pode ser retardada. Ainda segundo o autor, produtos de forma cúbica, originários pelo retardamento da formação da etringita podem aparecer, conforme a figura 6.18.

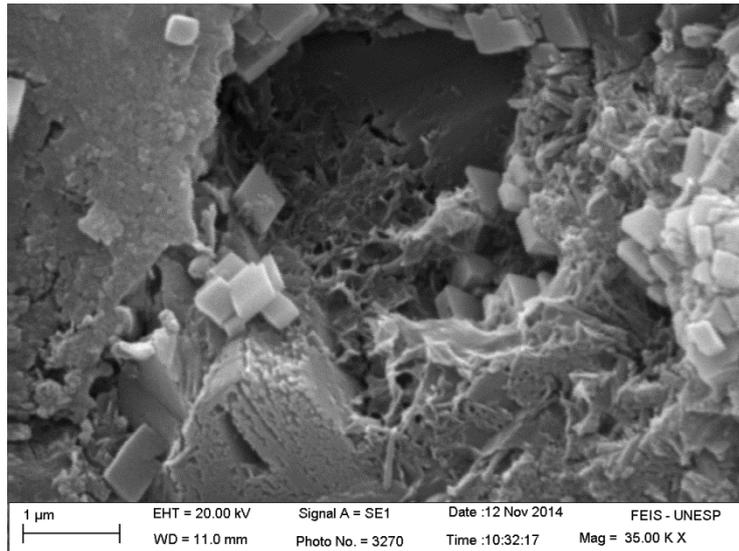
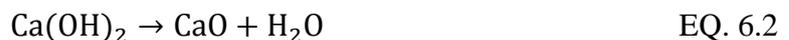


FIG. 6.18 Pequenas partículas cúbicas formadas devido a ação do superplastificante na hidratação do cimento na pasta com 10% CLE + NS (Na) e 7 dias de cura.

## 6.11 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

Neste ensaio foi realizado o estudo em pastas com 7 dias de idade. Com base nos dados apresentados na tabela 6.14 e nas figuras 6.19 e 6.21 foi possível verificar os consumos de  $\text{Ca(OH)}_2$  e de  $\text{CaCO}_3$ . Também se identificou os picos correspondentes às perdas de massa na decomposição do C-S-H, aluminatos e etringita (evidente nos picos entre 130 e 140°C).

As equações 6.1 e 6.2 representam a decomposição da portlandita e do carbonato de cálcio. A quantificação diretamente nos gráficos pode ser acompanhada pelas figuras 6.20 e 6.22 no capítulo apêndice.



Por meio da tabela 6.14, verifica-se que todas as adições consumiram a  $\text{Ca(OH)}_2$  e promoveram um aumento de  $\text{CaCO}_3$  principalmente nas composições com incorporação de aditivo superplastificante.

TAB. 6.14 Consumos de portlandita e carbonato de cálcio em pastas de cimento com 7 dias de idade.

Composição	Perda de massa %	
	Ca(OH) <sub>2</sub>	CaCO <sub>3</sub>
0% CLE	4,31	1,20
10% CLE	3,13	1,29
0% CLE + NS (Ca)	3,11	2,04
10% CLE + NS (Ca)	2,05	2,78
0% CLE + NS (Na)	2,98	2,07
10% CLE + NS (Na)	2,08	4,03
0% CLE + S	3,22	2,27
10% CLE + S	2,11	2,42

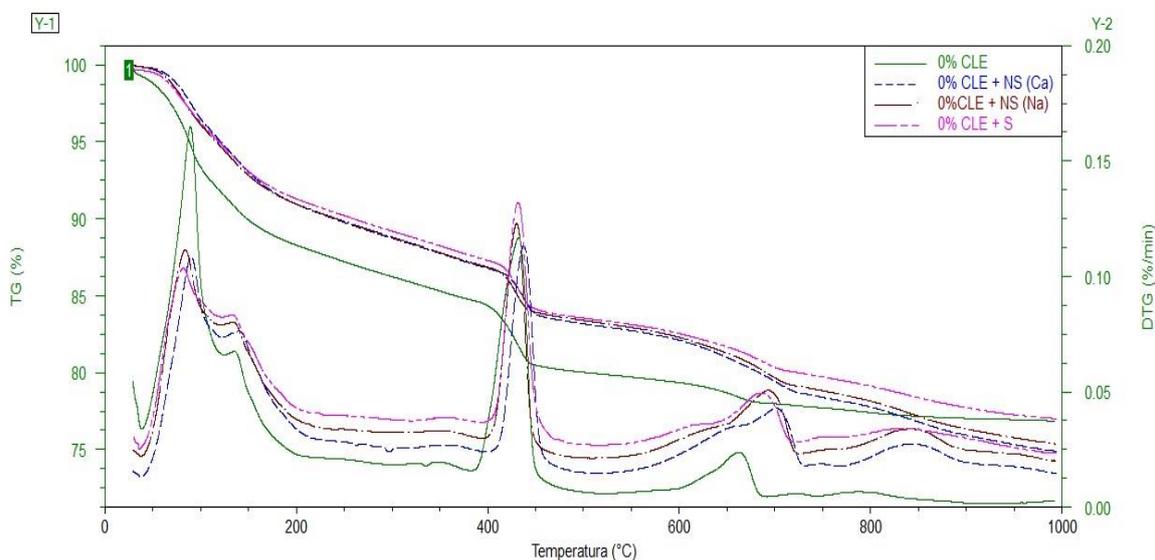


FIG. 6.19 Curvas de TG e DTG em pastas com 7 dias de idade, sem adição de CLE.

Os picos de decomposição da portlandita situaram-se entre 410 e 450 °C para todas as composições, enquanto que os picos da decomposição do carbonato de cálcio foram identificados entre as faixas de temperaturas de 640 a 720 °C e no intervalo de temperatura de 800 a 900°C. O motivo para a ocorrência de dois picos distintos para o carbonato de cálcio é o polimorfismo apresentado nas formas de calcita, aragonita e vaterita, MEDEIROS (2007).

As curvas correspondentes à termogravimetria com os respectivos valores referentes à perda de massa para as composições que não continham a adição das cinzas do lodo de esgoto estão indicadas na figura 6.19.

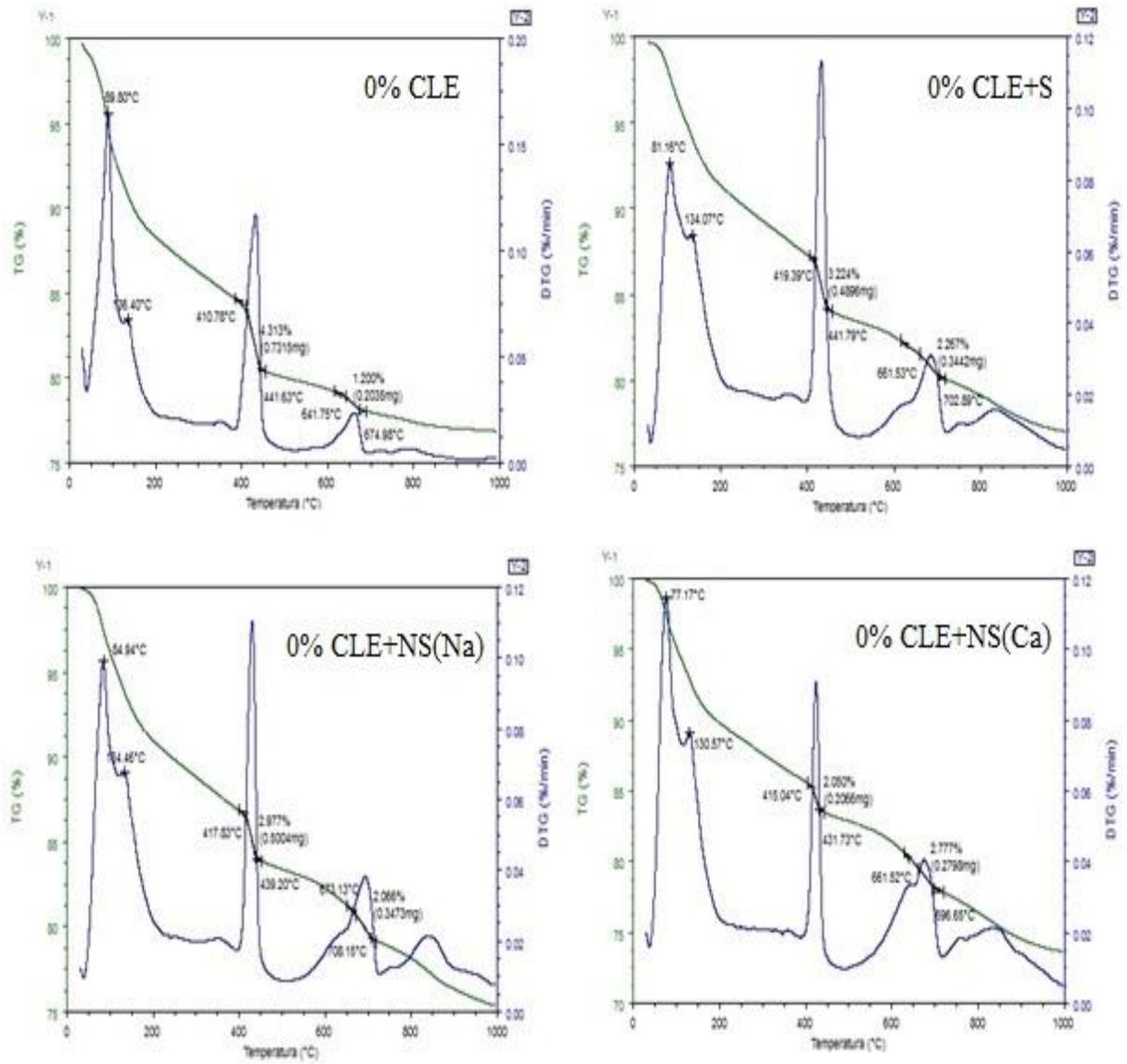


FIG. 6.20 Curvas da análise térmica por TG e DTG em pastas de cimento Portland com 7 dias de cura e sem adições de CLE.

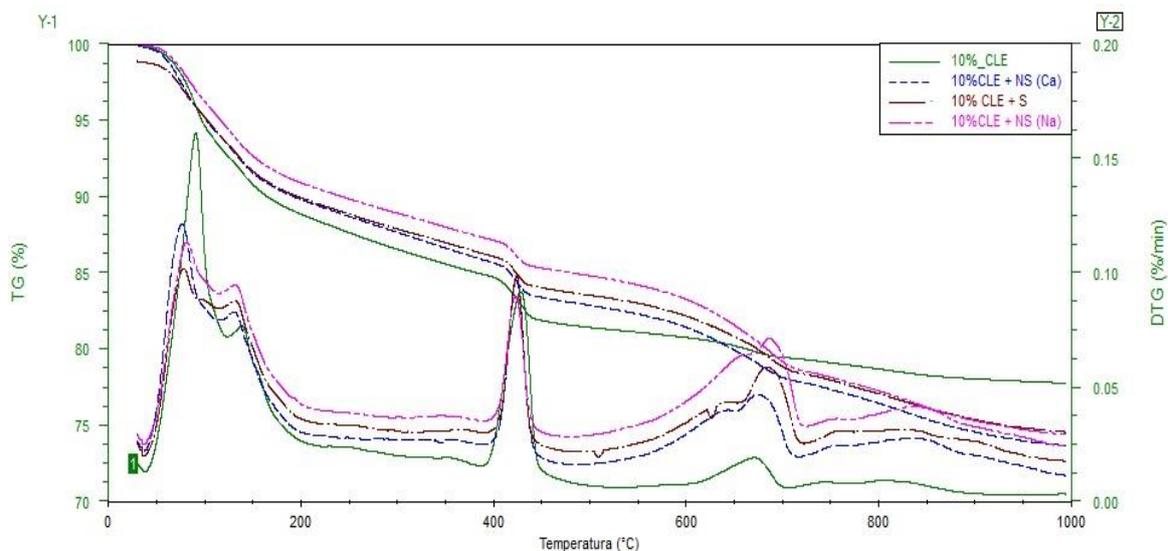


FIG. 6.21 Curvas de TG e DTG em pastas com 7 dias de idade, com adição de 10% adição de CLE.

Verificou-se que as composições com maiores consumos de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , foram os “10%CLE + NS (Ca)” e o “10%CLE + NS (Na)”, indicando que a adição de 10% de CLE favoreceu a maior incorporação da portlandita.

Por meio da tabela 6.14, verifica-se que as composições com nanomateriais e sem adição das cinzas do lodo de esgoto apresentam consumo de portlandita praticamente iguais. O motivo para tal fenômeno é a reação lenta da pozolana (promovido pelos nanomateriais). A adição da CLE nas composições com nanomateriais proporciona maior formação de  $\text{CaSO}_4$  visto que a cinza do lodo apresenta quantidade relativamente alta de enxofre para os padrões normativos da NBR 12653 (ABNT, 2012), favorecendo o consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  para formação também da etringita.

As curvas correspondentes à termogravimetria com os respectivos valores referentes à perda de massa para as composições que continham a adição das cinzas do lodo de esgoto estão indicadas na figura 6.21.

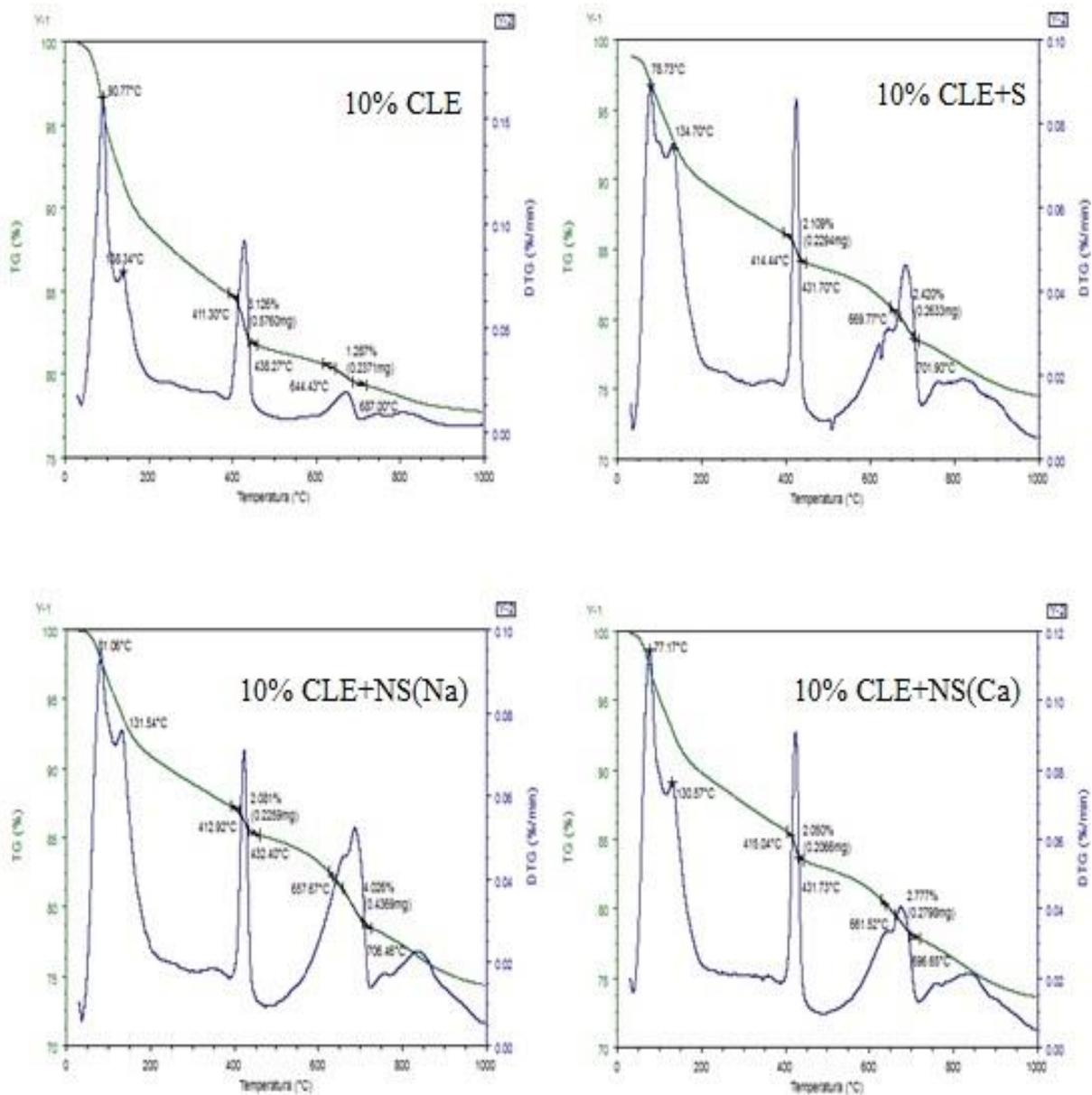


FIG. 6.22 Curvas da análise térmica por TG e DTG em pastas de cimento Portland com 7 dias de cura e com adições de 10% CLE.

## 6.12 CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND POR MEIO DO MÉTODO DAS DUAS PONTAS.

Os valores para as condutividades elétricas das pastas de cimento Portland com 28 dias de idade são mostrados na tabela 6.15. Verifica-se que os maiores valores são para as pastas que tiveram adição de nanotubos funcionalizados e com utilização de  $\text{Ca(OH)}_2$  para

neutralização da solução. Destaca-se que o maior valor de condutividade elétrica foi para a composição “0% CLE + NS (Ca)”.

TAB. 6.15 Condutividade elétrica em pastas de cimento Portland com 28 dias de idade.

Composição	A (m <sup>2</sup> )	L (m)	V (V)	I (A)	Cd (Ω.m) <sup>-1</sup>
0% CLE	3,85E-05	4,75E-03	100,00	2,27E-05	2,80E-05
10% CLE	3,85E-05	4,25E-03	100,00	7,00E-06	7,73E-06
0% CLE + NS (Ca)	3,85E-05	3,55E-03	100,00	1,38E-03	<b>1,27E-03</b>
10% CLE + NS (Ca)	3,85E-05	3,65E-03	100,00	1,26E-04	1,19E-04
0% CLE + NS (Na)	3,85E-05	2,70E-03	100,00	1,26E-05	8,84E-06
10% CLE + NS (Na)	3,85E-05	3,85E-03	100,00	2,05E-05	2,05E-05

As pontes (ligações) formadas pelo íon Ca<sup>++</sup> podem ser responsáveis pela maior condutividade destas pastas, pois é um elemento bivalente e estão mais propícios a ligarem com outro nanotubo funcionalizado (figura 6.23 “A”). Sendo o Na<sup>+</sup> um íon monovalente, esta facilidade para criar uma ponte entre dois nanotubos torna-se impossível (figura 6.23 “B”).

Outra importante constatação é que as amostras com composição “10% CLE + NS (Ca)” apresentaram menor condutividade. Este resultado pode ser explicado devido a maior participação do íon SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>. Este óxido está presente pela adição da CLE, favorecendo ligações mais complexas que reduzem as pontes entre os nanotubos (figura 6.23 “C”).

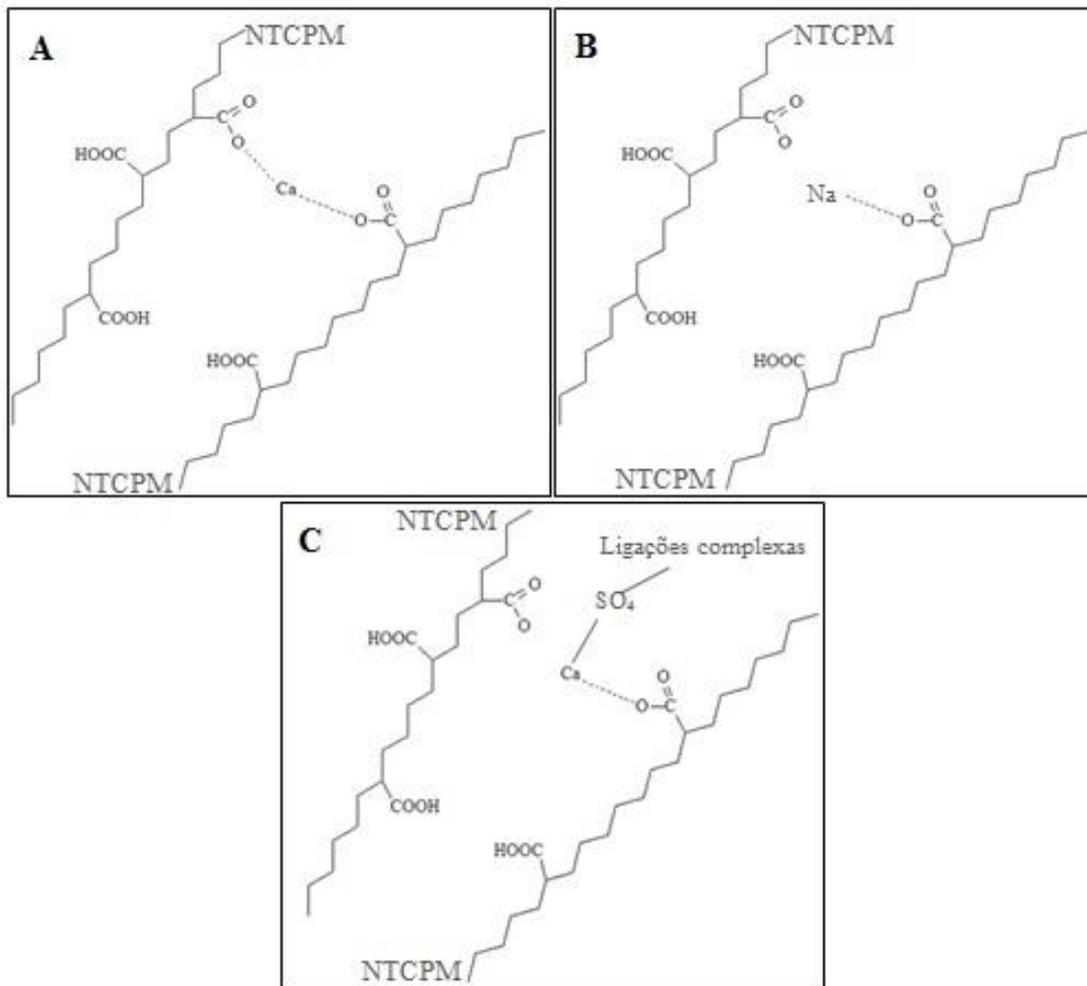


FIG. 6.23 Representação gráfica das ligações Ca, Na e SO<sub>4</sub> em nanotubos funcionalizados.

### 6.13 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E TRAÇÃO POR MEIO DA FLEXÃO

Nestes ensaios foram verificadas as resistências à compressão e à tração por meio da flexão. Para facilitar a visualização, adotou-se para todos os gráficos, como a origem do eixo das ordenadas o valor correspondente à aproximadamente 50% do valor máximo deste eixo.

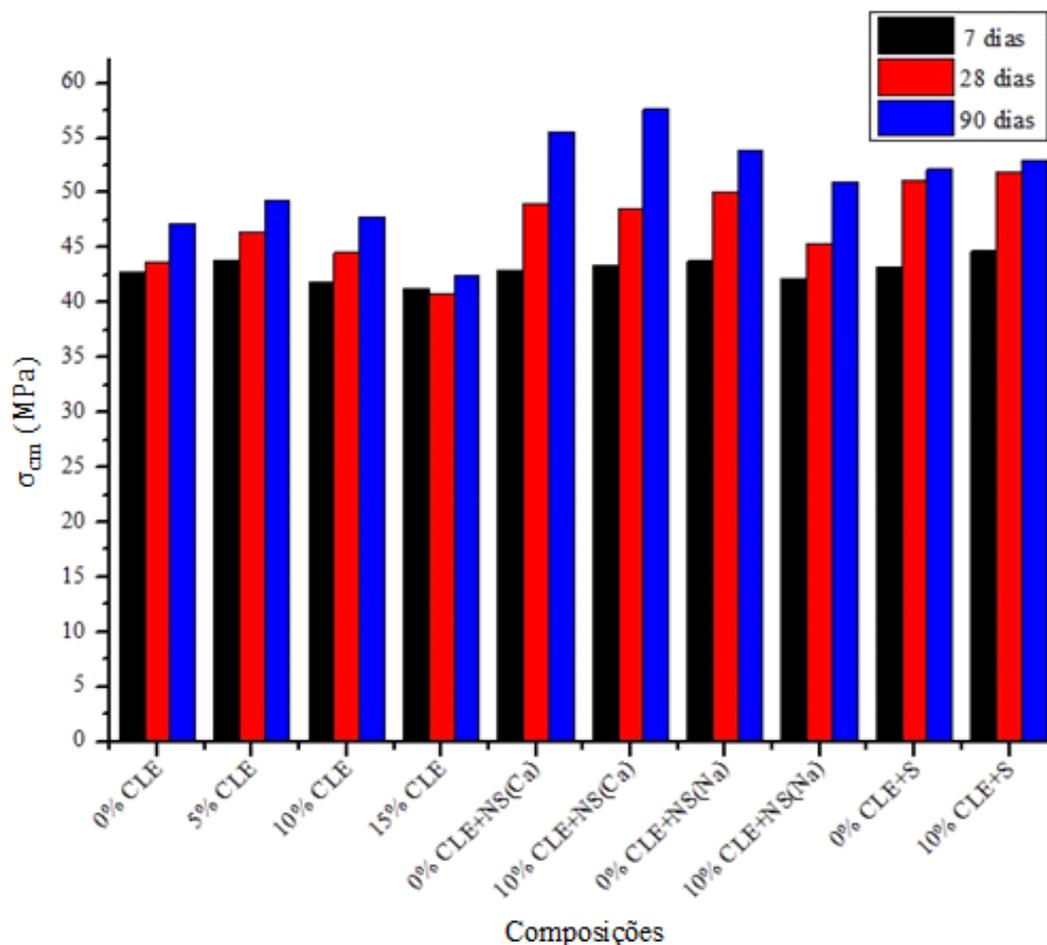


FIG. 6.24 Resistências à compressão de todas as composições estudadas, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura.

Por meio da figura 6.24, verificou-se que as composições com adições de nanomateriais o de “0% CLE + NS(Ca) atingiu maior valor da resistência à compressão aos 90 dias de cura, isto mostra que os produtos hidratados do cimento aumentaram e interagiram com os NTCPM , enquanto que a composição com “10% CLE + NS(Na)” apresentou menor valor, já as composições com somente adições de nano-SiO<sub>2</sub>, praticamente alcançaram os mesmos resultados quando tiveram a incorporação de CLE. A tabela 6.16 mostra os valores e os ganhos de resistência em comparação com a composição de referência (0% CLE).

Os resultados da resistência à tração mostraram que os valores de resistência para as composições com adições de NTCPM tiveram ligeiro aumento em relação as composições com somente adições de nano-SiO<sub>2</sub>. Em relação as misturas sem adições de nanomateriais, o aumento foi mais expressivo, na faixa de 30% de ganho. Merece destaque para a composição “0% CLE + NS(Ca)” com resistência à tração 35% maior. Contudo, nas composições com

adições de NTCPM, as resistências ficaram muito próximas, indicando que o uso de  $\text{Ca(OH)}_2$  e o  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  não diferem nas propriedades de tração.

TAB. 6.16 Ganhos de resistência à compressão e à tração na flexão nas argamassas com cura de 90 dias.

Composição	Compressão		Tração	
	$\sigma_c$ (MPa)	Ganho de resistência na compressão (%)	$\sigma_t$ (MPa)	Ganho de resistência na tração (%)
0% CLE	47,19	--	7,01	--
5% CLE	49,31	4,50	7,12	1,55
10% CLE	47,76	1,21	6,86	-2,08
15% CLE	42,42	-10,11	7,21	2,85
0% CLE+NS(Ca)	55,60	17,82	9,48	35,25
10% CLE+NS(Ca)	57,58	22,01	9,21	31,49
0% CLE+NS(Na)	53,80	14,00	9,20	31,26
10% CLE+NS(Na)	51,02	8,11	9,28	32,37
0% CLE+S	52,14	10,48	8,53	21,73
10% CLE+S	52,97	12,24	8,31	18,63

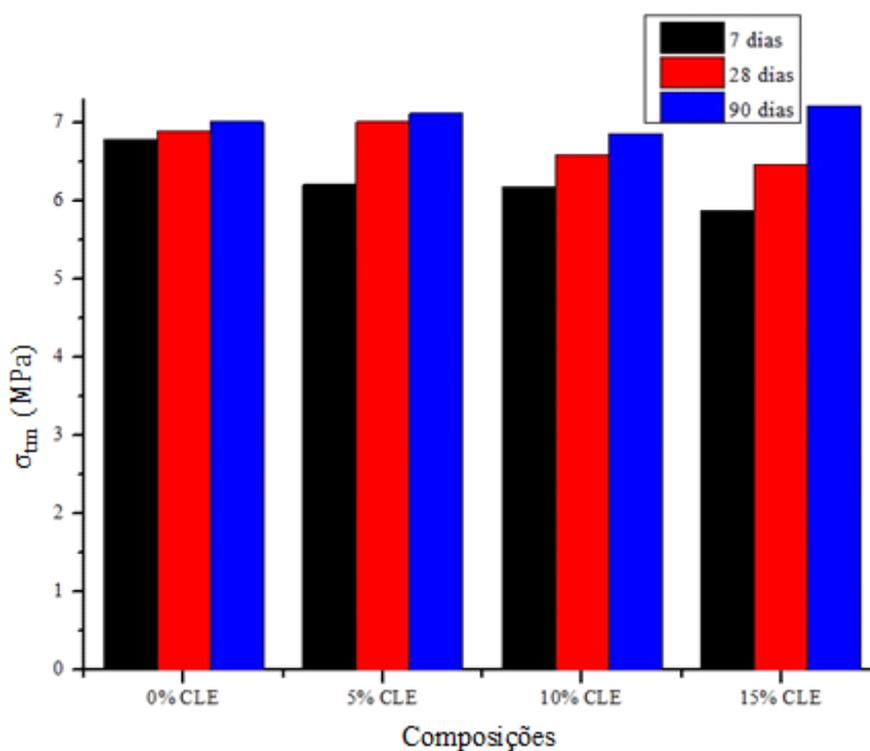


FIG. 6.25 Resistências à tração das composições com somente adição de CLE, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura.

Por meio da figura 6.25 verificou-se que os ganhos de resistência à tração na idade de 90 dias mostraram que não ocorreram significativas variações nestas composições com adição de CLE em relação à composição de referência, indicando que nesta idade ocorreu uma economia com a redução do cimento Portland.

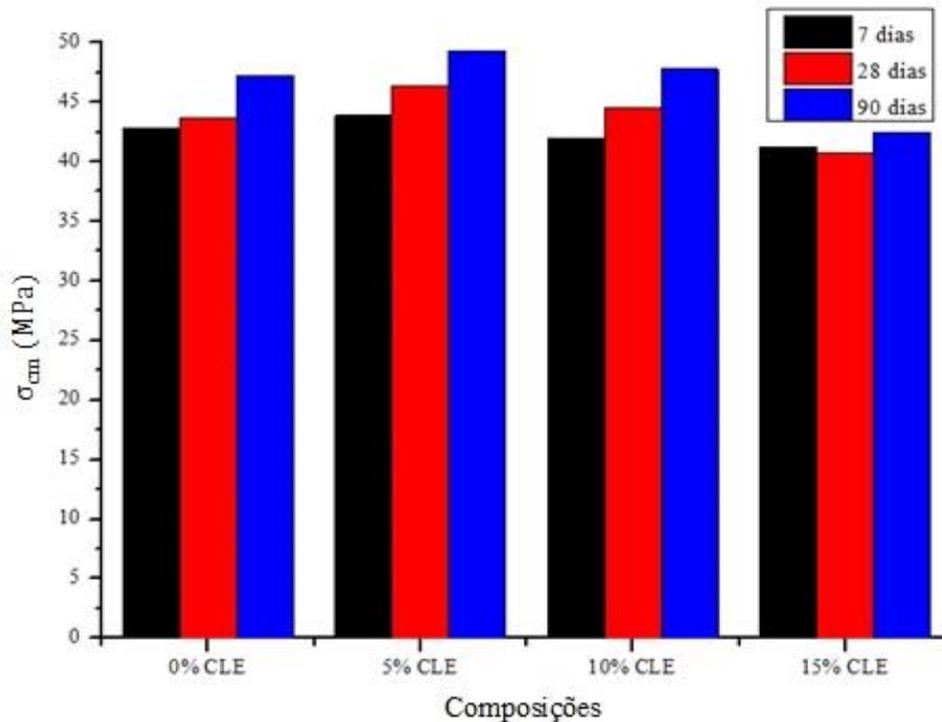


FIG. 6.26 Resistências à compressão das composições com somente adição de CLE, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura.

Por meio da figura 6.26 nota-se que na idade de 90 dias a composição com 15% de CLE foi a que teve maior queda relativa (10,11%) de resistência à compressão em relação à composição de referência e que a composição com 5% de CLE apresentou leve aumento de 4,50%. Contudo a equivalência desta resistência é verificada para a composição com adição de 10% de CLE, indicando que esta é a adição que proporciona uma equivalência na resistência mecânica de uma composição sem adições.

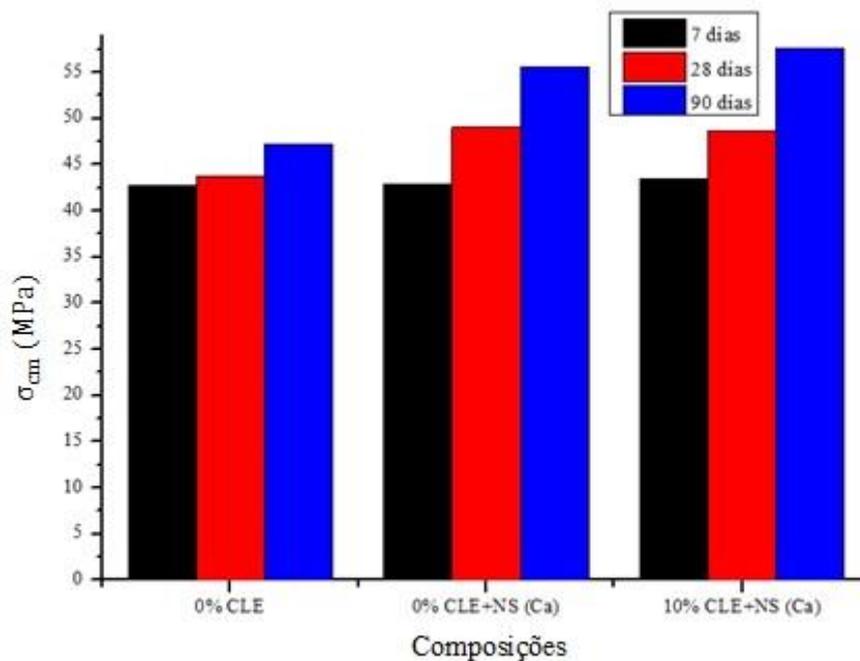


FIG. 6.27 Resistência à compressão da composição com tratamento de  $\text{Ca(OH)}_2$  durante o processo de funcionalização dos NTCPM.

Na figura 6.27 verifica-se que as amplitudes das resistências à compressão tanto nos 28 quanto nos 90 dias de idade se aproximaram para as composições que tiveram a combinação de nanomateriais e onde os NTCPM sofreram tratamento de  $\text{Ca(OH)}_2$  pós-funcionalização. A participação da CLE indica que não alterou o ganho de resistência ao longo do período analisado.

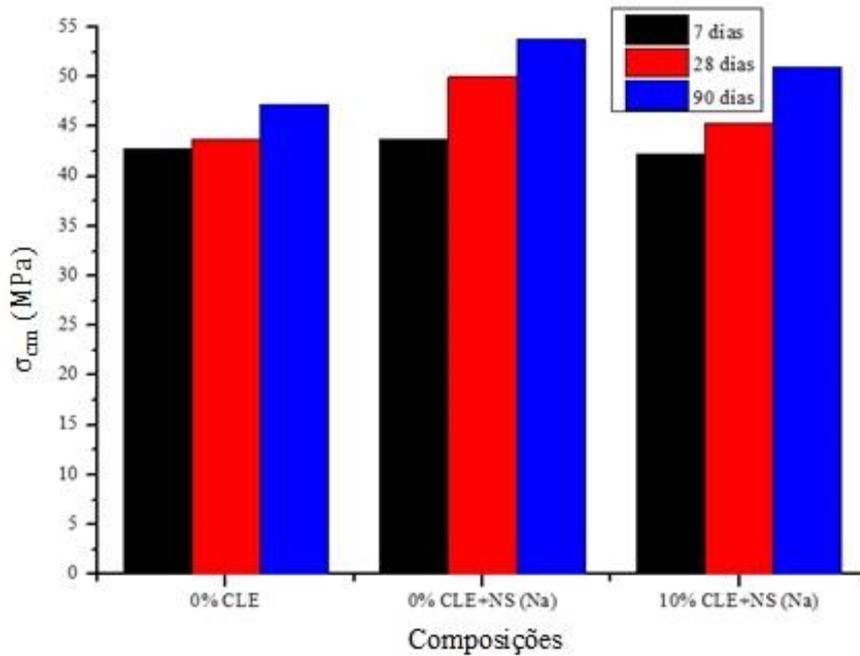


FIG. 6.28 Resistência à compressão da composição com tratamento de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  durante o processo de funcionalização dos NTCPM.

Por meio da figura 6.28 verifica-se que ocorreu um aumento da resistência à compressão em todas as idades, porém, com a adição da CLE nas argamassas confeccionadas com nanomateriais, onde os NTCPM tratados com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pós-funcionalização, tiveram uma leve queda na resistência à compressão em todas as idades, isto indica que o sódio ou a combinação deste com a CLE esteja reagindo com os produtos alcalinos ou formando elementos expansivos no interior da argamassa.

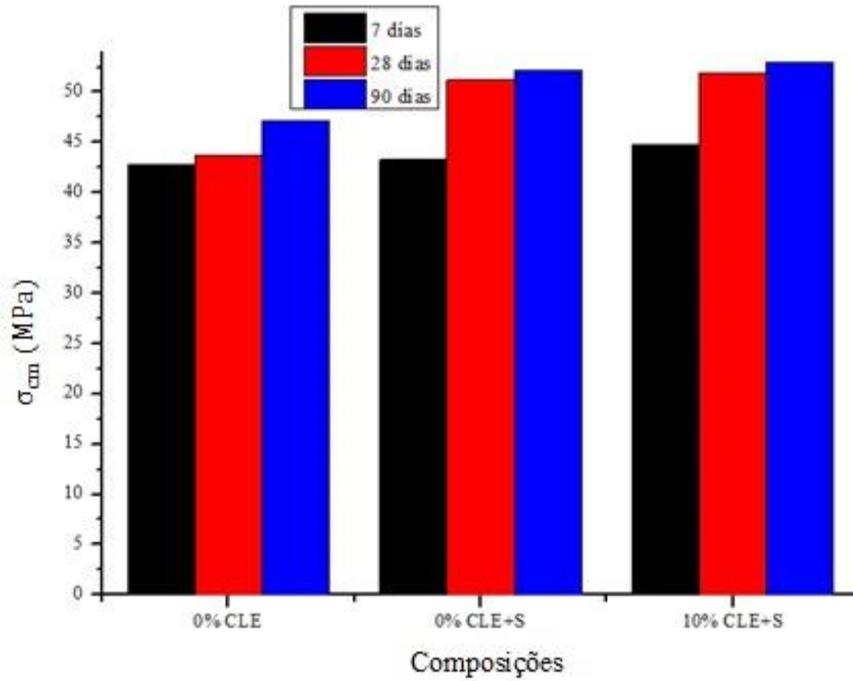


FIG. 6.29 Resistência à compressão da composição com tratamento de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  durante o processo de funcionalização dos NTCPM.

Na figura 6.29 verifica-se que houve pouca variação nas resistências à compressão para as composições que continham nanosílica sem adição de CLE e as que apresentam nano- $\text{SiO}_2$  mas sem CLE, isto indica que a CLE em até 90 dias de cura promoveu um leve aumento na resistência à compressão promovido pelo efeito filler.

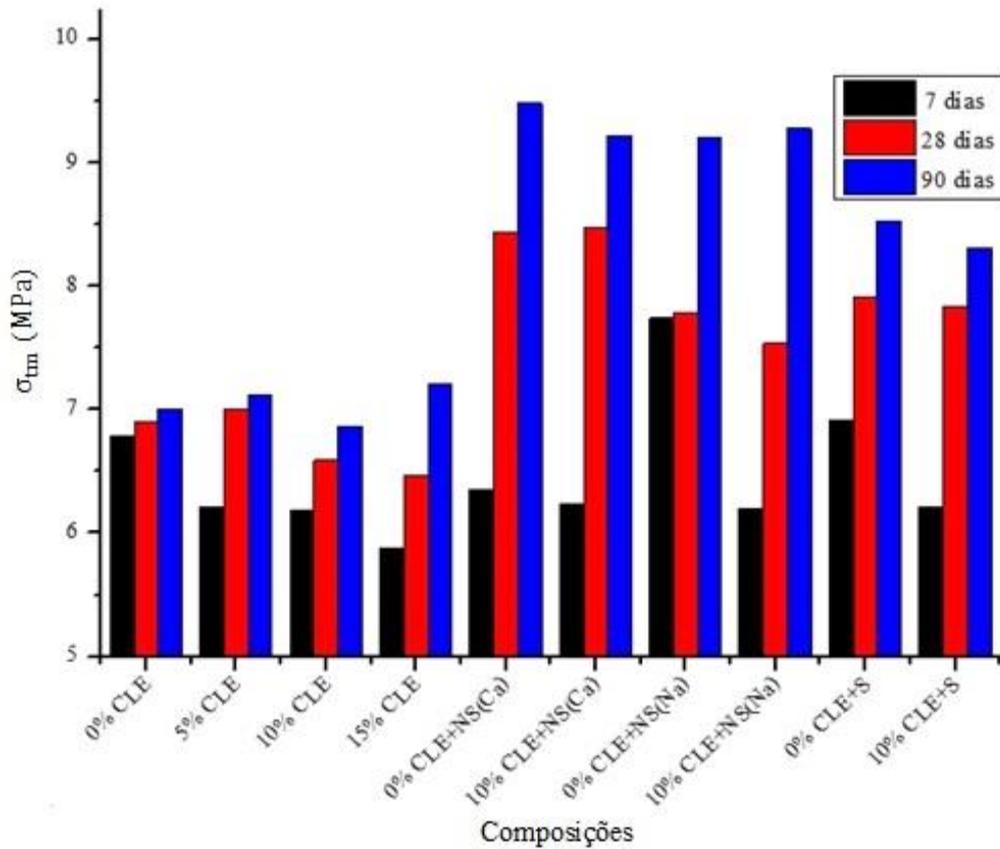


FIG. 6.30 Resistências à tração de todas as composições estudadas, nas idades de 7, 28 e 90 dias de cura.

Na figura 6.30 verifica-se que as composições que apresentaram maiores valores de resistência à tração foram as que continham nanomateriais, seguidas por aquelas que continham apenas nanosílica e por último as que continham somente adição de CLE. Isto indica que a participação de pequenas partículas é favorável ao ganho de resistência e que os NTCPM pela geometria favoreceram as distribuições das tensões internas.

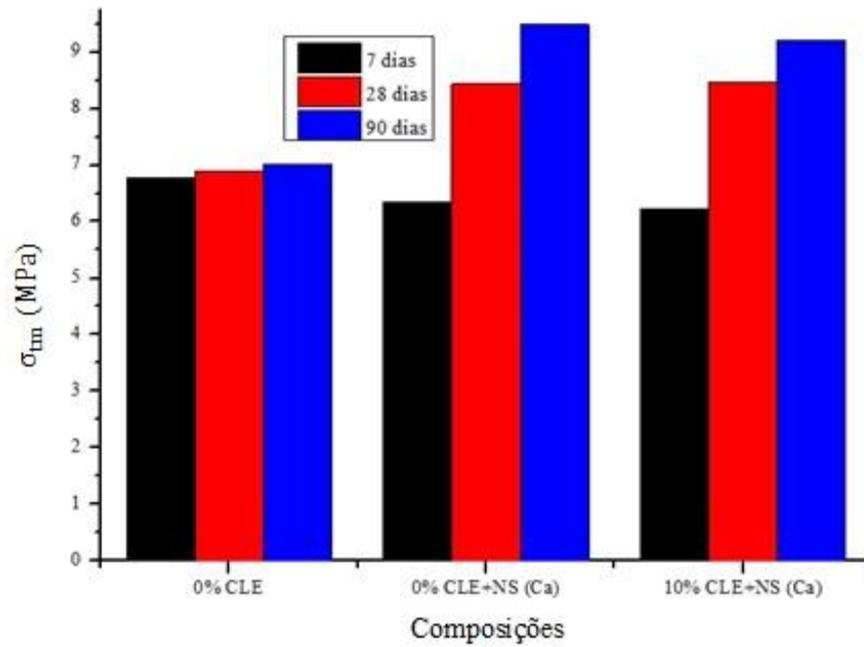


FIG. 6.31 Resistência à tração da composição com tratamento de  $\text{Ca(OH)}_2$  durante o processo de funcionalização dos NTCPM.

Verifica-se na figura 6.31 que ocorreu uma leve queda na resistência à tração para a idade de 90 dias de cura se comparada com a idade de 28 dias para a composição com adição de CLE, porém, pela pequena proporção das tensões de tração em relação às de compressão, este fato pode estar vinculado às possíveis pequenas alterações nas disposições de ensaio.

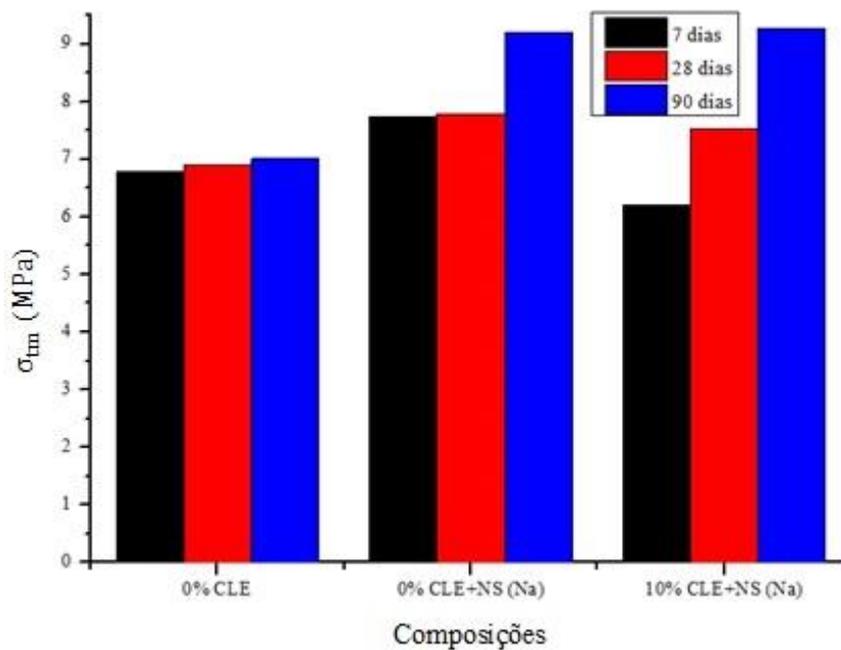


FIG. 6.32 Resistência à tração da composição com tratamento de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  durante o processo de funcionalização dos NTCPM.

Pela figura 6.32, nota-se uma queda mais acentuada aos 90 dias de cura para a composição sem adições de nanomateriais e com 15% de CLE na idade de 7 dias. Nas demais idades, seguindo o padrão da composição com adição de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , não apresentaram alterações significativas nas tensões de ruptura.

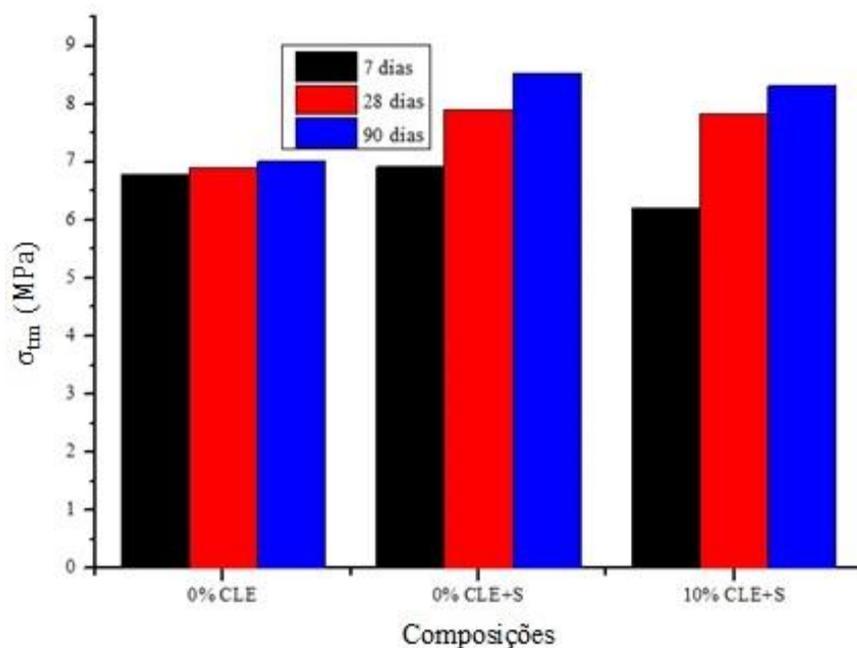


FIG. 6.33 Resistência à tração da composição com adição da CLE e SiO<sub>2</sub>.

Na composição com adição de CLE e nano-SiO<sub>2</sub> na figura 6.33, notou-se uma semelhança nas compressões nas idades de 7, 28 e 90 dias. Contudo, as composições que continham nanosfílica praticamente apresentaram os mesmos resultados de resistência à tração nas idades de 28 e 90 dias.

TAB. 6.17 Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 7 dias.

	Adição	σ <sub>cm</sub> (MPa)	(sd <sub>c</sub> ; cv <sub>c</sub> )	σ <sub>tm</sub> (MPa)	(sd <sub>t</sub> ; cv <sub>t</sub> )
7 dias de cura	0% CLE	42,79	(0,57; 1,34%)	6,78	(0,12; 1,72%)
	5% CLE	43,90	(1,42; 3,23%)	6,21	(0,07; 1,09%)
	10% CLE	41,91	(0,86; 2,05%)	6,18	(0,07; 1,14%)
	15% CLE	41,27	(0,79; 1,91%)	5,88	(0,12; 2,00%)
	0% CLE+NS(Ca)	42,92	(1,67; 3,88%)	6,35	(0,16; 2,47%)
	10% CLE+NS(Ca)	43,41	(1,46; 3,36%)	6,23	(0,12; 1,94%)
	0% CLE+NS(Na)	43,75	(1,67; 3,82%)	7,74	(0,21; 2,74%)
	10% CLE+NS(Na)	42,24	(1,69; 4,01%)	6,20	(0,08; 1,29%)
	0% CLE+S	43,27	(2,47; 5,71%)	6,91	(0,20; 2,90%)
	10% CLE+S	44,71	(2,09; 4,67%)	6,21	(0,09; 1,49%)

Na tabela 6.17, verifica-se que as tensões de ruptura na compressão não tiveram significativas alterações com o tempo de cura. Na idade de 7 dias resultou pouca melhoria da

atividade pozolânica, a maior parte é pelo efeito das partículas de menor tamanho (nanomateriais) que refinarem os poros existentes.

TAB. 6.18 Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 28 dias.

	Adição	$\sigma_{cm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
28 dias de cura	0% CLE	43,68	(1,87; 4,29%)	6,90	(0,16; 2,34%)
	5% CLE	46,34	(1,52; 3,29%)	7,01	(0,21; 3,00%)
	10% CLE	44,54	(1,67; 3,76%)	6,59	(0,27; 4,15%)
	15% CLE	40,77	(2,09; 5,12%)	6,46	(0,19; 2,91%)
	0% CLE+NS(Ca)	49,03	(2,01; 4,10%)	8,44	(0,19; 2,27%)
	10% CLE+NS(Ca)	48,57	(1,81; 3,73%)	8,47	(0,06; 0,76%)
	0% CLE+NS(Na)	50,01	(2,08; 4,15%)	7,78	(0,12; 1,49%)
	10% CLE+NS(Na)	45,39	(2,14; 4,71%)	7,54	(0,20; 2,71%)
	0% CLE+S	51,19	(1,67; 3,26%)	7,91	(0,13; 1,68%)
	10% CLE+S	51,91	(2,32; 4,47%)	7,83	(0,23; 2,97%)

TAB. 6.19 Resistência à tração e compressão média das argamassas na idade de 90 dias.

	Adição	$\sigma_{cm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
90 dias de cura	0% CLE	47,19	(1,61; 3,41%)	7,01	(0,13; 1,92%)
	5% CLE	49,31	(1,59; 3,22%)	7,12	(0,14; 2,00%)
	10% CLE	47,76	(2,16; 4,52%)	6,86	(0,24; 3,51%)
	15% CLE	42,42	(1,78; 4,20%)	7,21	(0,19; 2,66%)
	0% CLE+NS(Ca)	55,60	(1,95; 3,51%)	9,48	(0,22; 2,32%)
	10% CLE+NS(Ca)	57,58	(2,16; 3,76%)	9,21	(0,07; 0,77%)
	0% CLE+NS(Na)	53,80	(2,15; 4,00%)	9,20	(0,22; 2,40%)
	10% CLE+NS(Na)	51,02	(1,08; 2,12%)	9,28	(0,09; 1,01%)
	0% CLE+S	52,14	(1,39; 2,66%)	8,53	(0,24; 2,84%)
	10% CLE+S	52,97	(1,67; 3,15%)	8,31	(0,10; 1,17%)

#### 6.14 TRATAMENTO ESTATÍSTICO

Foram analisados neste item os tratamentos estatísticos nas resistências à compressão e tração nas idades de 28 e 90 dias. Os métodos utilizados nas resistências à compressão foram

o método fatorial e por meio da ferramenta estatística ANOVA combinada com o teste TUKEY. Na resistência à tração foi realizado a análise fatorial.

No tratamento fatorial foi estudado dois níveis de valores (inferior e superior) onde se obteve 8 ensaios e que o planejamento dos experimentos seguiram da seguinte maneira:

- a,b,c,d são os símbolos que representam os experimentos cuja variáveis A,B,C,D indicam os estados de nível superior, respectivamente.
- no momento em que uma variável estiver no seu nível inferior, não existirá um símbolo que a represente.
- (1) é o símbolo na condição em que todas as variáveis estão no seu nível inferior.
- ab representa a condição em que as variáveis A e B estão no nível superior, sendo que as demais estão no nível inferior, assim fica representada a interação entre as variáveis A e B.

Desta forma, é possível avaliar os efeitos de cada variável por meio da comparação das médias dos resultados, respectivamente aos seus níveis. As tabelas 6.20 e 6.21 representam a organização das variáveis e níveis.

TAB. 6.20 Variáveis e níveis escolhidos para a resistência à compressão e tração em argamassas com NTCPM funcionalizados.

Código	Variável	Nível inferior	Nível superior
A	Adição do filler	0% CLE	10% CLE
B	Cura	28 dias	90 dias
C	Pós-funcionalização	Na	Ca

TAB. 6.21 Variáveis e níveis escolhidos para a resistência à compressão e tração em argamassas com adição de NTCPM funcionalizados e não-funcionalizados.

Código	Variável	Nível inferior	Nível superior
A	Adição do filler	0% CLE	10% CLE
B	Cura	28 dias	90 dias
C	Adições de NTCPM	0%	0.30%

### 6.14.1 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DAS RESISTÊNCIAS À COMPRESSÃO EM ARGAMASSAS COM 90 DIAS DE IDADE.

Por meio da tabela 6.22 verifica-se que o efeito da adição de CLE foi maior quando não ocorreu adição das cinzas do lodo de esgoto, indicando que a adição deste material promoveu uma redução na resistência à compressão. Sobre o efeito da cura, naturalmente espera-se que com o decorrer do tempo mais produtos hidratados são formados, o que comprova por meio deste teste o aumento de resistência. Sobre os efeitos do tratamento pós-funcionalização, verifica-se que o tratamento com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  promoveu o aumento de resistência à compressão quando comparado ao outro tratamento ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

TAB. 6.22 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e tratamento pós funcionalização nos NTCPM adicionados em argamassas e submetidas à compressão.

Ensaio	Sequência	Código	A	B	C	Resistência à compressão (MPa)
0% CLE + NS(Na)	1	(1)	0% CLE	28 dias	Na	50,01
10% CLE + NS(Na)	2	A	10% CLE	28 dias	Na	45,39
0% CLE + NS(Na)	3	B	0% CLE	90 dias	Na	53,80
10% CLE + NS(Na)	4	Ab	10% CLE	90 dias	Na	51,02
0% CLE + NS(Ca)	5	C	0% CLE	28 dias	Ca	49,03
10% CLE + NS(Ca)	6	Ac	10% CLE	28 dias	Ca	48,57
0% CLE + NS(Ca)	7	Bc	0% CLE	90 dias	Ca	55,60
10% CLE + NS(Ca)	8	Abc	10% CLE	90 dias	Ca	57,58
<b>Resistência à compressão</b>						<b>Média (MPa)</b>
Efeito da CLE	0% CLE	50,01	53,80	49,03	55,60	52,11
	10% CLE	45,39	51,02	48,57	57,58	50,64
Efeito da cura	28 dias	50,01	45,39	49,03	48,57	48,25
	90 dias	53,80	51,02	55,60	57,58	54,50
Efeito do tratamento pós-funcionalização	Na	50,01	45,39	53,80	51,02	50,06
	Ca	49,03	48,57	55,60	57,58	52,70

Na tabela 6.23 verifica-se por meio da ferramenta estatística Anova e do teste TUKEY que as composições que mais diferem em relação à média são respectivamente aquelas com adição de 10% CLE e NTCPM (Ca) indicando que a CLE em combinação com NTCPM

promovem mais influência no ganho de resistência que as demais composições, verifica-se também que os NTCPM (Na) são menos eficientes para o ganho de resistência à compressão.

TAB. 6.23 Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com adição de NTCPM e CLE na idade de 90 dias.

RESUMO Anova: fator único

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
0%CLE + NS(Na)	6	322,8	53,80	4,64614
10%CLE + NS(Na)	6	306,1	51,02	1,16875
0%CLE + NS(Ca)	6	333,6	55,60	3,80636
10%CLE + NS(Ca)	6	345,5	57,58	4,681507

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	Valor-P	F crítico
Entre grupos	139,81	3	46,603615	13,0335	6,06E-05	3,0984
Dentro dos grupos	71,51	20	3,5756875			
Total	211,32	23				

Fontes de variação	GL	SQ	QM
Tratamentos	3	152,5	50,819
F=	13,643		
(p)	0,0001		
(1) média (0%CLE + NS(Na))	53,17		
(2) média (10%CLE + NS(Na))	50,50		
(3) média (0%CLE + NS(Ca))	55,17		
(4) média (10%CLE + NS(Ca))	57,33		

Teste TUKEY	Dif.	Q	(p)
Médias (1 a 2)	2,6667	3,384	ns
Médias (1 a 3)	2,000	2,538	ns
Médias (1 a 4)	4,1667	5,288	<0,01
Médias (2 a 3)	4,6667	5,922	<0,01
Médias (2 a 4)	6,8333	8,672	<0,01
Médias (3 a 4)	2,1667	2,749	ns

Por meio da tabela 6.24, nota-se que a adição de CLE com 10% em substituição parcial do cimento Portland influenciou menos no ganho de resistência que a argamassa sem adição deste material. Sobre o efeito da cura o ganho de resistência é de acordo com o esperado. Para o efeito da adição de NTCPM tratados com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  em argamassas, verifica-se que este

tratamento reduziu o ganho de resistência quando comparado às composições sem adição de NTCPM, indicando que seu uso não se faz necessário.

TAB. 6.24 Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com e sem adição de NTCPM (Na) aos 90 dias de idade.

Ensaio	Sequência	Código	A	B	C	Resistência à compressão (MPa)
0% CLE+S	1	(1)	0% CLE	28 dias	0	51,19
10% CLE+S	2	A	10% CLE	28 dias	0	51,91
0% CLE+S	3	B	0% CLE	90 dias	0	52,14
10% CLE+S	4	Ab	10% CLE	90 dias	0	52,97
0% CLE + NS (Na)	5	C	0% CLE	28 dias	0,30%	50,01
10% CLE + NS (Na)	6	Ac	10% CLE	28 dias	0,30%	45,39
0% CLE + NS (Na)	7	Bc	0% CLE	90 dias	0,30%	53,8
10% CLE + NS (Na)	8	Abc	10% CLE	90 dias	0,30%	51,02

	Resistência à compressão					Média (MPa)
Efeito da CLE	0% CLE	51,19	52,14	50,01	53,80	51,79
	10% CLE	51,91	52,97	45,39	51,02	50,32
Efeito da cura	28 dias	51,19	51,91	50,01	45,39	49,63
	90 dias	52,14	52,97	53,80	51,02	52,48
Adições de NTCPM (Na)	0%	51,19	51,91	52,14	52,97	52,05
	0,30%	50,01	45,39	53,80	51,02	50,06

Por meio da tabela 6.25, nota-se que o fator “F” está abaixo do “F crítico” implicando que os valores não diferem significativamente em relação à média no tratamento estatístico de grupo a grupo. Entretanto, somente com a abordagem fatorial não se consegue realizar a abordagem individual como acontece no teste TUKEY.

TAB. 6.25 Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com ou sem adição de NTCPM (Na) na idade de 90 dias.

RESUMO Anova: fator único

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
0% CLE+S	6	312,82	52,1367	1,92799
10% CLE+S	6	317,8	52,965	2,78559
0% CLE + NS (Na)	6	322,8	53,79833	4,64614
10% CLE + NS (Na)	6	306,1	51,01667	1,16875

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	25,39468	3	8,46489	3,2160	0,0448	3,0984
Dentro dos grupos	52,6423	20	2,6321			
Total	78,03698	23				

Na tabela 6.26 verifica-se que o efeito da adição de CLE em 10% proporcionou um ganho de resistência à compressão maior que as argamassas sem adições deste material. Sobre o efeito da cura, o resultado mostra um ganho natural de resistência na idade de 90 dias. Sobre o efeito da adição de NTCPM, verifica-se que este promoveu um ganho de resistência maior que as argamassas que não continham este material, tornando válido seu uso desde que seja com tratamento de  $\text{Ca(OH)}_2$  pós-funcionalização.

TAB. 6.26 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com  $\text{Ca(OH)}_2$  e adicionados em argamassas submetidas à compressão.

Ensaio	Seqüência	Código	A	B	C	Resistência à compressão (MPa)
0% CLE+S	1	(1)	0% CLE	28 dias	0	51,19
10% CLE+S	2	a	10% CLE	28 dias	0	51,91
0% CLE+S	3	b	0% CLE	90 dias	0	52,14
10% CLE+S	4	ab	10% CLE	90 dias	0	52,97
0% CLE + NS (Ca)	5	c	0% CLE	28 dias	0,30%	49,03
10% CLE + NS (Ca)	6	ac	10% CLE	28 dias	0,30%	48,57
0% CLE + NS (Ca)	7	bc	0% CLE	90 dias	0,30%	55,6
10% CLE + NS (Ca)	8	abc	10% CLE	90 dias	0,30%	57,58
<b>Resistência à compressão</b>						<b>Média (MPa)</b>
Efeito da CLE	0% CLE	51,19	52,14	49,03	55,60	51,99
	10% CLE	51,91	52,97	48,57	57,58	52,76
Efeito da cura	28 dias	51,19	51,91	49,03	48,57	50,18
	90 dias	52,14	52,97	55,60	57,58	54,57
Adições de NTCPM (Ca)	0%	51,19	51,91	52,14	52,97	52,05
	0,30%	49,03	48,57	55,60	57,58	52,70

No tratamento de grupo a grupo na tabela 6.27 por meio da ferramenta estatística Anova combinada com o teste TUKEY, verifica-se que as médias se diferem em maior intensidade para aquelas composições com adição de 10% de CLE e NTCPM (Ca) (médias 1 a 4), em seguida nota-se uma maior influencia na resistência à compressão para a composição

(0% CLE + NS (Ca)) em relação a que não continha CLE e NTCPM (Ca) (médias 1 e 3) e por último para as médias 2 e 4. Desta forma, verifica-se que a adição de CLE combinada com NTCPM (Ca) promoveram ganhos de resistências à compressão maiores em relação às argamassas sem a presença destes materiais.

TAB. 6.27 Análise da resistência à compressão pelo teste TUKEY e Anova para argamassas com ou sem adição de NTCPM (Ca) na idade de 90 dias.

RESUMO Anova: fator único

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
0% CLE+S	6	312,82	52,13667	1,928
10% CLE+S	6	317,79	52,965	2,78559
0% CLE + NS (Ca)	6	333,6	55,6	3,80636
10% CLE + NS (Ca)	6	345,46	57,57667	4,68151

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	111,5885	3	37,1962	11,2730	0,0001	3,0980
Dentro dos grupos	66,00722	20	3,30036			
Total	177,5957	23				

Fontes de variação	GL	SQ	QM
Tratamentos	3	125,458	41,819
F=	12,4524		
(p)	0,0002		
(1) média (0% CLE+S)	51,5		
(2) média (10% CLE+S)	52,50		
(3) média (0% CLE + NS (Ca))	55,17		
(4) média (10% CLE + NS (Ca))	57,33		

Teste TUKEY	Diferença	Q	(p)
Médias (1 a 2)	1	1,3366	ns
Médias (1 a 3)	3,667	4,901	<0,05
Médias (1 a 4)	5,8333	7,7971	<0,01
Médias (2 a 3)	2,6667	3,5644	ns
Médias (2 a 4)	4,8333	6,4604	<0,01
Médias (3 a 4)	2,1667	2,896	ns

#### 6.14.2 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DAS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO EM ARGAMASSAS COM 90 DIAS DE IDADE.

Por meio da análise fatorial, verifica-se na tabela 6.28 que o efeito da CLE é insignificante quando combinada junta com NTCPM (Na), indicando que o emprego deste material é desnecessário. Para o efeito da cura, nota-se um ganho natural de resistência à tração em idades mais avançadas. Sobre o efeito do tipo de tratamento pós-funcionalização, verifica-se que ocorreu um leve aumento no ganho de resistência quando empregado o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

TAB. 6.28 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e tratamento pós funcionalização nos NTCPM adicionados em argamassas e submetidas à tração.

Ensaio	Sequência	Código	A	B	C	Resistência à tração (MPa)
0% CLE + NS(Na)	1	(1)	0% CLE	28 dias	Na	7,78
10% CLE + NS(Na)	2	A	10% CLE	28 dias	Na	7,54
0% CLE + NS(Na)	3	B	0% CLE	90 dias	Na	9,2
10% CLE + NS(Na)	4	Ab	10% CLE	90 dias	Na	9,28
0% CLE + NS(Ca)	5	C	0% CLE	28 dias	Ca	8,44
10% CLE + NS(Ca)	6	Ac	10% CLE	28 dias	Ca	8,47
0% CLE + NS(Ca)	7	Bc	0% CLE	90 dias	Ca	9,48
10% CLE + NS(Ca)	8	Abc	10% CLE	90 dias	Ca	9,21
<b>Resistência à tração</b>						<b>Média (MPa)</b>
Efeito da CLE	0% CLE	7,78	9,20	8,44	9,48	8,73
	10% CLE	7,54	9,28	8,47	9,21	8,63
Efeito da cura	28 dias	7,78	7,54	8,44	8,47	8,06
	90 dias	9,20	9,28	9,48	9,21	9,29
Efeito do tratamento pós-funcionalização	Na	7,78	7,54	9,20	9,28	8,45
	Ca	8,44	8,47	9,48	9,21	8,90

Na tabela 6.29 nota-se que tanto o efeito da adição de CLE quanto da adição de NTCPM (Na) mostrou um leve ganho de resistência quando estes materiais não foram empregados, indicando a pouca significância de seus usos combinados. Sobre o efeito da cura o ganho é natural para 90 dias em relação aos 28 dias devido a maior formação de produtos hidratados.

TAB. 6.29 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e adicionados em argamassas submetidas à tração.

Ensaio	Sequência	Código	A	B	C	Resistência à tração (MPa)
0% CLE+S	1	(1)	0% CLE	28 dias	0	7,91
10% CLE+S	2	A	10% CLE	28 dias	0	7,83
0% CLE+S	3	B	0% CLE	90 dias	0	8,53
10% CLE+S	4	Ab	10% CLE	90 dias	0	8,31
0% CLE + NS (Na)	5	C	0% CLE	28 dias	0,30%	7,78
10% CLE + NS (Na)	6	Ac	10% CLE	28 dias	0,30%	7,54
0% CLE + NS (Na)	7	Bc	0% CLE	90 dias	0,30%	8,53
10% CLE + NS (Na)	8	Abc	10% CLE	90 dias	0,30%	8,31
<b>Resistência à tração</b>						<b>Média (MPa)</b>
Efeito da CLE	0% CLE	7,91	8,53	7,78	8,53	8,19
	10% CLE	7,83	8,31	7,54	8,31	8,00
Efeito da cura	28 dias	7,91	7,83	7,78	7,54	7,77
	90 dias	8,53	8,31	8,53	8,31	8,42
Adições de NTCPM (Na)	0%	7,91	7,83	8,53	8,31	8,15
	0,30%	7,78	7,54	8,53	8,31	8,04

Na tabela 6.30 verifica-se que o efeito da CLE tem pouca significância em argamassas com esta adição combinada com NTCPM (Ca), porém, o efeito da adição de NTCPM (Ca) promove levemente o ganho de resistência à tração nas argamassas que não apresentam este material. Sobre o efeito da cura, o ganho de resistência é natural em idades mais avançadas.

TAB. 6.30 Tratamento fatorial para os efeitos da adição de CLE, cura e adições de NTCPM tratados com Ca(OH)<sub>2</sub> e adicionados em argamassas submetidas à tração.

Ensaio	Sequência	Código	A	B	C	Resistência à tração (MPa)
0% CLE+S	1	(1)	0% CLE	28 dias	0	7,91
10% CLE+S	2	a	10% CLE	28 dias	0	7,83
0% CLE+S	3	b	0% CLE	90 dias	0	8,53
10% CLE+S	4	ab	10% CLE	90 dias	0	8,31
0% CLE + NS (Ca)	5	c	0% CLE	28 dias	0,30%	8,44
10% CLE + NS (Ca)	6	ac	10% CLE	28 dias	0,30%	8,47
0% CLE + NS (Ca)	7	bc	0% CLE	90 dias	0,30%	9,48

10% CLE + NS (Ca)	8	abc	10% CLE	90 dias	0,30%	9,21
Resistência à tração						Média (MPa)
Efeito da CLE	0% CLE	7,91	8,53	8,44	9,48	8,59
	10% CLE	7,83	8,31	8,47	9,21	8,46
Efeito da cura	28 dias	7,91	7,83	8,44	8,47	8,16
	90 dias	8,53	8,31	9,48	9,21	8,88
Adições de NTCPM (Ca)	0%	7,91	7,83	8,53	8,31	8,15
	0,30%	8,44	8,47	9,48	9,21	8,90

### 6.15 AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL NAS PASTAS E ARGAMASSAS POR MEIO DO MEV.

Neste item, foram verificadas por meio do MEV algumas imagens relevantes sobre as microfraturas em argamassas e pastas, assim como, a conexão dos NTCPM na matriz cimentícia e outros aspectos.

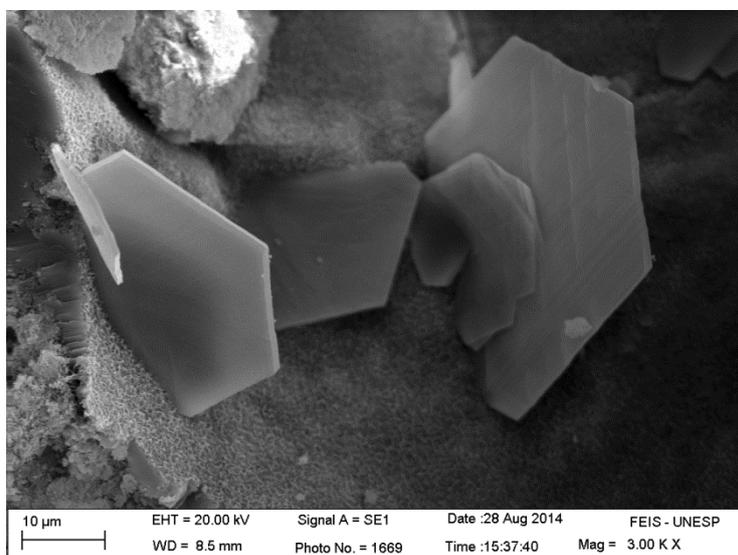


FIG. 6.34 Portlandita envolto por monossulfoaluminatos na pasta 0% CLE com 7 dias de idade.

Por meio da figura 6.34, nota-se o formato esbelto das portlandita, aspecto geométrico na qual favorece a baixa densidade em regiões de transição no interior de pastas e argamassas.

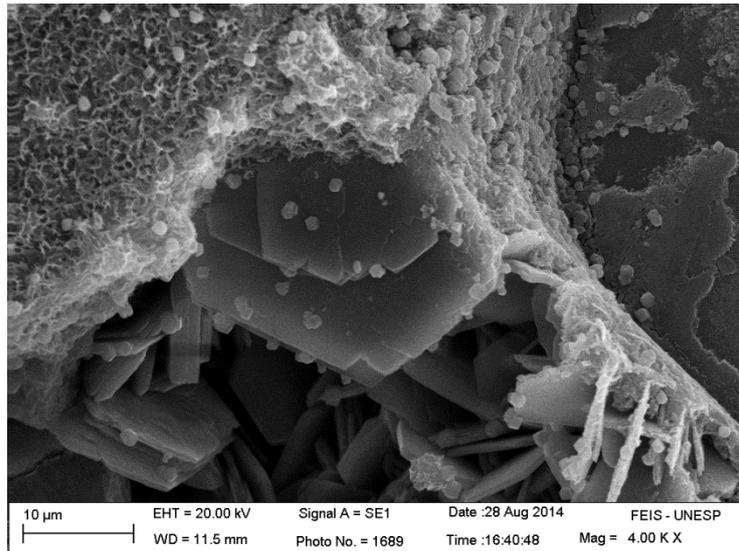


FIG. 6.35 Grande concentração de portlandita envolta por monossulfoaluminatos na pasta 10% CLE na região de transição com 7 dias de idade.

Na figura 6.35 verifica-se um grande número de portlandita envoltos por monossulfoaluminatos numa região de transição de uma pasta de cimento Portland, este elemento hexagonal ao longo do tempo é consumido pela reação de hidratação de forma mais eficiente quando houver adições minerais com propriedades pozolânicas, porém, a CLE é uma espécie de adição com baixa atividade pozolânica, mas que pode promover um efeito fíller pelo reduzido tamanho.

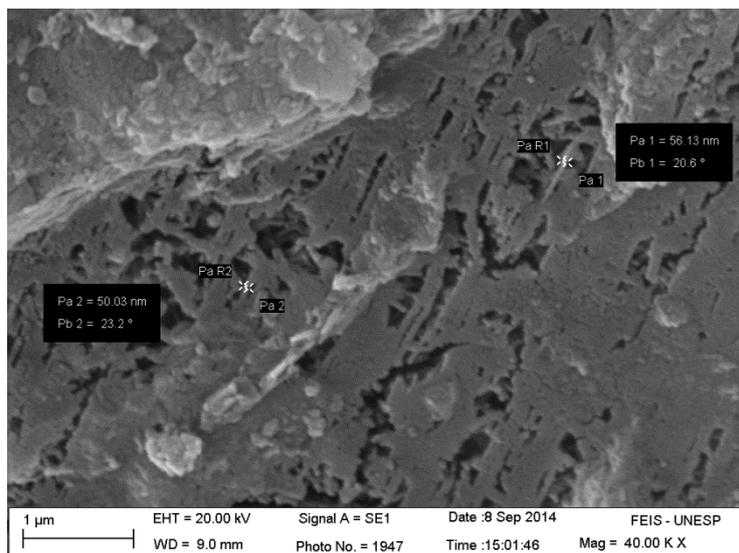


FIG. 6.36 Grande concentração de nanotubos na argamassa com 10% CLE + NS (Ca) com 28 dias de idade.

Por meio da figura 6.36 verifica-se a presença de nanotubos de carbono tratados com hidróxido de cálcio uma argamassa com composição de 10% CLE em combinação com nanosférica. Nota-se que o diâmetro destes nanotubos situa-se próximos dos 30 nanômetros.

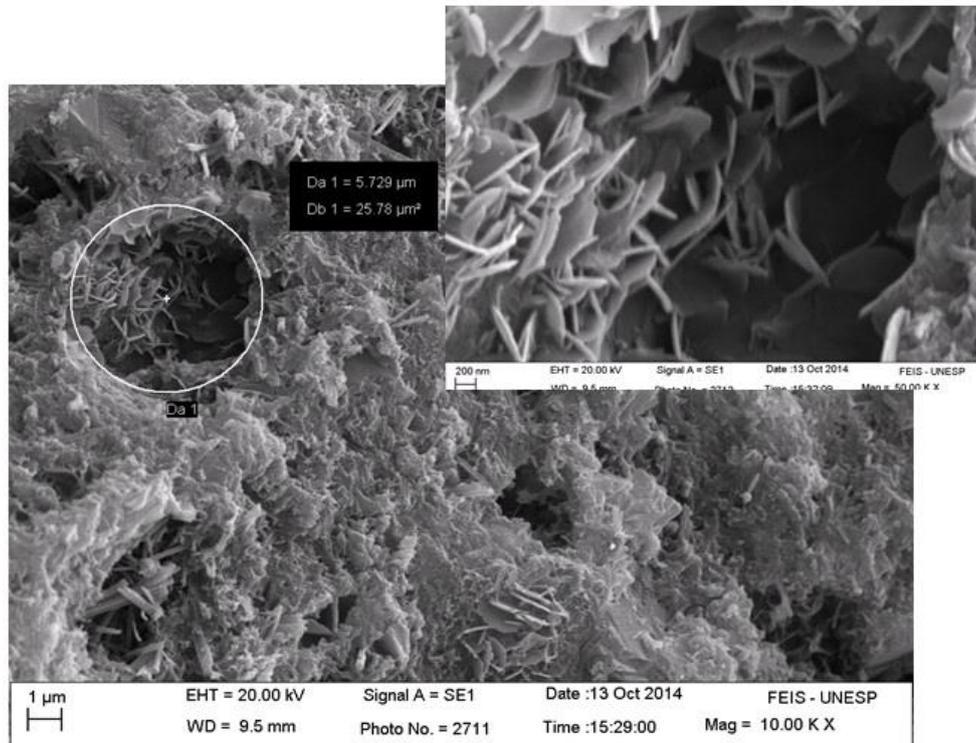


FIG. 6.37 Grande concentração de monossulfoaluminatos em argamassa de 10% CLE aos 28 dias de idade.

Na figura 6.37 verifica-se uma grande concentração de monossulfoaluminatos em uma argamassa com 10% CLE e sem adições de nanomateriais, estes compostos apresentam em sua fórmula química enxofre, elemento relativamente alto na CLE.

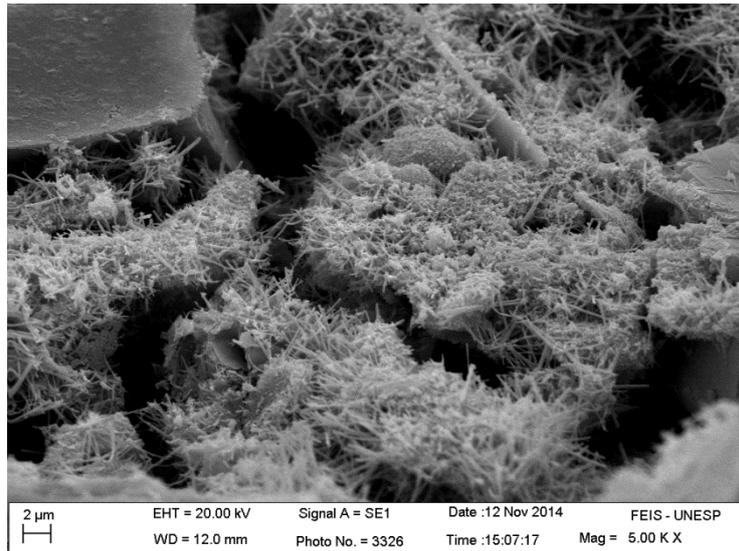


FIG. 6.38 Região de transição na argamassa com 0% CLE + NS (Ca) aos 7 dias de idade.

Por meio da figura 6.38 verifica-se uma grande concentração de agulhas (etringitas) numa região de transição, nota-se que existe neste local um grande número de vazios, o papel das adições minerais com alta atividade pozolânica é ao longo do tempo reduzir esta porosidade por meio de reações lentas de hidratação.

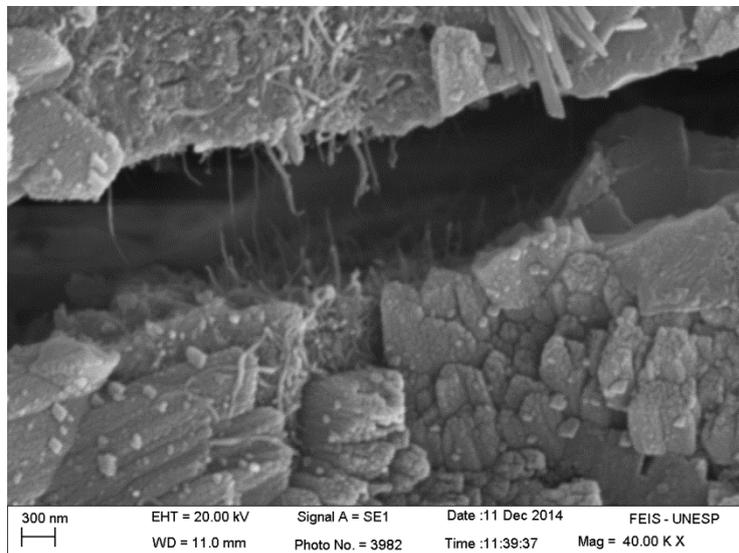


FIG. 6.39 Microfratura na região submetida à tração, detalhe para o engastamento dos NTCPM na argamassa com 10% CLE + NS (Ca) aos 90 dias de idade.

Na figura 6.39 percebe-se que os NTCPM ficaram engastados na matriz cimentícia de uma argamassa submetida à flexão. A imagem é de um local na qual a região de microfratura estava submetida à tração no ensaio de flexão, isto reflete a maior resistência à compressão e

principalmente à tração quando este material é empregado, pois promove a distribuição de tensões devido a sua resistência e aspecto geométrico.

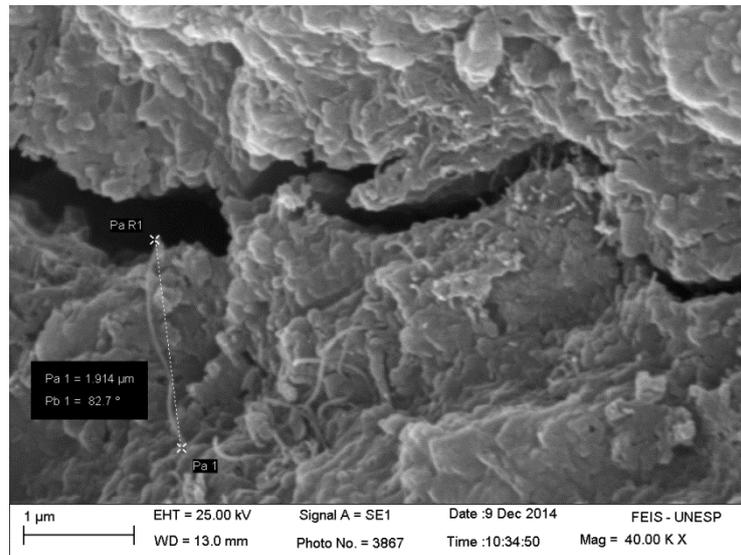


FIG. 6.40 Destaque numa região de fratura por tração e do comprimento de um NTCPM engastado na argamassa de 10% CLE + NS (Ca) aos 90 dias de idade.

Na figura 6.40 verifica-se que o comprimento do nanotubo (1,914 μm) não corresponde com o comprimento informado pelo fabricante (1,5 μm), considera-se também que o comprimento obtido pela presente figura não é o total, visto que uma parte deste nanotubo está engastado na matriz cimentícia.

## 7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que:

As amostras após 90 dias de cura e com substituições parciais do cimento Portland por nanomateriais apresentaram maiores resistências à tração, na ordem de 30 a 35% quando empregado em conjunto com a nano-SiO<sub>2</sub>, na ausência dos nanotubos na composição a resistência alcança valores próximos de 20%. Nas composições com somente adição de CLE não houve alterações significativas em relação a composição referência.

Os resultados dos ensaios de compressão mostraram que as substituições parciais do cimento Portland pelos nanomateriais e na idade de 90 dias mostraram que a resistência aumenta 22% para composições com NTCPM tratados com Ca(OH)<sub>2</sub> na ordem de 22 e 18% respectivamente as composições “10% CLE + NS (Ca)” e “0% CLE + NS (Ca)”, indicando que a adição da CLE proporcionou um efeito fíller e a mistura de nanotubos e nanosílica tornou-se favorável para os ganhos de resistência, pois na composição com somente nano-SiO<sub>2</sub> a resistência foi ligeiramente menor, na ordem de 10%. A adição de CLE na composição com somente nanosílica não trouxe significativos aumentos.

Não foi observada variação de massa e dimensional significativa, já na variação dimensional (retração), as composições com NTCPM atingiram maiores valores devido à troca de calor com o meio externo influenciado pela condutividade térmica dos nanotubos de carbono. Quanto à absorção de água por imersão, as composições com NTCPM mostraram ser ligeiramente maiores indicando uma maior conectividade entre os macro poros. Quanto à absorção por capilaridade, todas as composições com adições tiveram redução, mostrando um refinamento dos micro poros.

A análise térmica e os espectros da difração de raios-x, mostraram que o consumo de portlandita variaram com o tempo e as TG refletiram os consumos na idade de 7 dias indicando que tanto a CLE quanto os nanomateriais tiveram a função de materiais pozolânicos. Quanto ao calor de hidratação, percebeu-se o atraso na formação de produtos hidratados nas composições que fizeram uso de aditivos, em especial, aos que continham NTCPM, devido à necessidade de maior consumo do superplastificante.

Quanto ao uso da CLE, o consumo de portlandita está relacionado também à formação de etringita nos primeiros minutos após contato com a água, ou seja, o enxofre pode estar

consumindo mais cálcio, visto a maior formação de etringita na fase de dormência, desta forma, deve-se realizar uma leitura criteriosa quanto ao consumo de portlandita por esta adição mineral.

A condutividade elétrica das pastas mostraram que o tratamento com  $\text{Ca(OH)}_2$  tornaram possíveis a criação de ligações (pontes) entre dois nanotubos distintos, refletindo numa maior condutividade. A incorporação de CLE proporciona a redução desta condutividade devido a participação também do  $\text{SO}_4$ , já nas composições com tratamento de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estas pontes não podem ser formadas devido ao íon  $\text{Na}^+$  ser monovalente.

## 8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar estudos com outras substâncias alcalinas após funcionalização dos NTCPM, conferindo se os íons caso sejam bivalentes mantenham a maior condutividade por meio da ligação entre dois ou mais nanotubos.

Desenvolver um estudo com diferentes aditivos e que estes sejam capazes de aumentar a fluidez em argamassas com adições de nano-SiO<sub>2</sub> e NTCPM sem contudo houver necessidade de ultrapassar os limites estabelecidos pelo fabricante.

Conferir se o desligamento do nanotubo no interior da argamassa/pasta é causado pela ruptura do NTCPM ou pela própria matriz.

Realizar estudos com outras adições minerais que contenham menos SO<sub>3</sub> e com os mesmos nanomateriais empregados neste estudo, analisar os efeitos quanto à condutividade elétrica, consumo de portlandita e resistência mecânica.

Realizar estudos de durabilidade nas argamassas com as adições propostas neste trabalho, assim como, verificar as resistências mecânicas em idades mais avançadas (acima de 360 dias).

## 9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLEMAN, J.E. ; BERMAN, N.A. **Constructive sludge management: biobrick**. Journal of Environmental Engineering, Vol.110, n. 2, pp.301-311. April 1984.

AL-RUB, Rashid K. Abu, **Nanotechnology-based system for damage-resistant concret pavements**, Master's thesis. College Station, TX, Texas A&M University, Pg 110. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR NM 76: **Cimento Portland: determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de blaine)**. Rio de Janeiro, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR NM 248: **Agregados - determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 6508: **Grãos de solos que passam na peneira de 4,8 mm - determinação da massa específica**. Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 7211: **Agregados para concreto – especificação**. Emenda 1:2009. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 7681-2: **Calda de cimento para injeção, parte 2: determinação do índice de fluidez e vida útil – método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos - determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Versão Corrigida 2:2009. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 12653: **Materiais pozolânicos – Especificação**. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR 13276: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - preparo da mistura e determinação do índice de consistência**. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – 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.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – 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.

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

BATISTON, E.R. **Estudo exploratório dos efeitos de nanotubos de carbono em matrizes de cimento Portland.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 92 p. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

BJÖRNSTRÖM J, MARTINELLI A, MATIC A, BÖRJESSON L, PANAS I. **Accelerating effects of colloidal nano-silica for beneficial calcium–silicate–hydrate formation in cement.** Chem Phys Lett; v. 392, iss: (1–3), p. 242–248, 2004.

BROEKHUIZEN, P. V.; BROEKHUIZEN, F. V.; CORNELISSEN, R.; REIJNDERS, L.. **Use of nanomaterials in the european construction industry and some occupational health aspects thereof.** Journal of nanoparticle Research. Amsterdam, The Netherlands, vol.13, pg:447-462, January, 2011.

CAPAZ, R. B.; CHACHAM, H. **Nanotubos e a nova era do carbono.** Ciência Hoje, vol. 33, n. 198, out. 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. p. 1063–1067. 2010.

CHAVES, A. **Nanociência e nanotecnologia.** 2002. Disponível em: <<http://www.comciencia.br/reportagens/nanotecnologia/nano17.htm>>. Acesso em: 05 set., 2013.

COLLEPARDI S, BORSOI A, OGOUMAH, J.J.O., TROLI R, COLLEPARDI M, CURSIO A.Q. **Influence of nano-sized mineral additions on performance of SCC.** In:

Proceedings of the 6th international congress, global construction, ultimate concrete opportunities, Dundee, UK; 5–7 July 2005.

FONTES, A.M.C., **Potencialidades da cinza de lodo de estações de tratamento de esgotos como material suplementar para a produção de concretos com cimento Portland.** Tese de M.Sc., UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, 2003.

GEYER, A.L.B., **Contribuição ao estudo da disposição final e aproveitamento da cinza de lodo de estações de tratamento de esgotos sanitários como adição ao concreto.** Tese de D.Sc., UFRGS, Porto Alegre, RS, Brasil, 2001.

GONÇALVES, J.P., **Utilização do resíduo de corte de granito (RCG) como adição para produção de concretos.** Tese de M.Sc., UFRG, Porto Alegre, RS, Brasil, 2000.

HEWWLETT, P.C., **Lea's Chemistry of Cement and Concrete.** Fourth Edition. Ed. Arnold – 1998.

HERBST, M.H.; MACÊDO, M. I.F.; ROCCO, A.M. **Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar.** Química Nova, São Paulo, v. 27, n. 6, p. 986-992, 2004.

HU, Y.; SHENDEROVA, O.; HU, Z.; PADGETT, C. W.; BFRENNER D. W. **Carbon nanostructures for advanced composites.** Reports on Progress in Physics, n. 69, p. 1847-1895, 2006.

IBARRA, S.Y.; GAITERO, J.J.; ERKIZIA, E.; CAMPILLO, I., **Atomic force microscopy and nanoindentation of cement pastes with nanotube dispersions.** Physica Status Solidi, p. 1076–1081, 2006.

JARNIS, R.N. & VICKRIDGE, I.G. **Characterization of wastewater sludges for ultimate disposal.** Nanyang technological University, Singapore, 1984.

LIN, D.F.; TSAI, M.C., **The effects of nanomaterials on microstructures of sludge ash cement paste.** Journal of the Air e Waste Management Association, v. 56, 1146 – 1154 p., 2006.

LI H, G.H.; JIE X.; Yuan J.; Ou, J. **Microstructure of cement mortar with nanoparticles.** Compos Part B: Eng; v. 35, n.2., 2004.

- LI, G.Y.; WANG, P.M.; ZHAO, X. **Pressure-sensitive properties and microstructure of carbon nanotube reinforced cement composites**. Cement & Concrete Composites, n. 29, p. 377-382, 2007.
- LI, G.Y.; WANG, P.M.; ZHAO, X. **Mechanical behavior and microstructure of cement composites incorporating surface-treated multi-walled carbon nanotubes**. Carbon, n. 43, p. 1239-1245, 2005.
- LI, G. **Properties of high-volume fly ash concrete incorporating nano-SiO<sub>2</sub>**. Cement Concret Research, v. 34, 1ss. 6, p.1043–1049., 2004.
- LIN, K.L.; CHANG, W.C.; LIN, D.F.; LUO, H.L.; TSAI. **Effects of nano-SiO<sub>2</sub> and different ash particle sizes on sludge ash–cement mortar**, 7 pg. Journal of Environmental Management v. 88, n. 4, p. 708–714., 2008.
- MUSSE, B.L.C., **Avaliação das potencialidades da cinza de lodo de esgoto da ete goiânia como adição mineral na produção de argamassa de cimento portland**. Tese de M.Sc., UFG, Goiânia, GO, 131p., 2007.
- MAKAR, J.; MARGESON, J.; LUH, J. **Carbon nanotube / cement composites – early results and potential applications**. In: International Conference on Construction Materials: Performance, Innovations and Structural Implications, n. 3., 2005, Vancouver. Anais... Vancouver: ConMAT, 2005. Disponível em: <http://www.irc.nrc-nrc.gc.ca/ircpubs>. Acesso em: 27/03/2015.
- MARCONDES, C.G.N., **Adição de nanotubos de carbono em concretos de cimento Portland – absorção, permeabilidade, penetração de cloretos e propriedades mecânicas**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil da Universidade federal do Paraná, Curitiba, 2012.
- MEDEIROS, S.; ALBUQUERQUE, E.; CAETANO, W.; MAIA, F.; FREIRE, V. **Investigação Ab inibit das propriedades eletrônicas e ópticas dos polimorfos do CaCO<sub>3</sub>**. XXX Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada. ID:804-1 . São Lourenço, Maio de 2007.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto – estruturas, propriedades e materiais**. 2ª ed. Editora Pini, São Paulo, 1994.
- MELO, A. B., **Influência da cura térmica (vapor) sob pressão atmosférica no desenvolvimento da microestrutura dos concretos de cimento Portland**. Tese

(Doutorado) – Interunidades em Ciências e Engenharia dos Materiais IFSC – IQSC – EESC, 296 p. Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

MELO, V. S. **Nanotecnologia aplicada ao concreto: efeito da mistura física de nanotubos de carbono em matrizes de cimento portland.** Tese de Ms.c., 146 p. UFMG, Belo Horizonte, BH, Brasil, 2009.

MELO, V. S.; CALIXTO, M. J.; LADEIRA, O. L.; SILVA, A. P.; OLIVEIRA, S. **Desempenho de argamassas de cimento Portland contendo nanotubos de carbono e aditivo de melamina.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 52., 2010, Fortaleza. **Anais...** Fortaleza: IBRACON, 2010.

MORALES, G., AGOPYAN, V., **Caracterização do agregado leve obtido a partir do lodo de esgoto da cidade de Londrina,** Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, BT/PCC/64, pp. 1-20, 1992.

MUSSO S.; TULLIANI, G. FERRO; A. TAGLIAFERRO. **Influence of carbon nanotubes structure on the mechanical behavior of cement composites.** Compos. Sci. Technol., 69, 2009.

NASIBULIN, A.G.; SHANDAKOV, S.D.; NASIBULINA, L.I.; CWIRZEN, A.; MUDIMELA, P.R.; HABER-MEHL-SWIRZEN, K.; GRISHIN, D.A.; GAVRILOV, .V.; MALM, J.E.M; TAPPER, U.; TIAN, Y.; PENTALA, V.; KARPPINEN, M.J.; KAUPPINEN, E.I., **A novel cement-based hybrid material.** New Journal of Physics 11. 2009.

NEVILLE, A.M. **Properties of concrete.** 4th ed. England: ELBS with Addison Wesley Longman; 1996.

RAKI, L.; BEAUDOIM, J.; ALIZADEH, R.; MAKAR, J. **Cement and concrete nanoscience and nanotechnology,** National Research Council Canada, 918-942, 2010.

SANCHEZ, F.; SOBOLEV, K. **Nanotechnology in concrete – a review.** Construction and Building Materials, v. 24, p. 2060–2071, 2010.

SAITO, L. M. **Incorporação de resíduos em tijolos de cerâmica.** Revista CETESB de Tecnologia, vol. 8, p. 49 – 53, São Paulo, 1994.

- SEFFF, L., HOTZA D., REPETTE W. L., FERRREIRA V. M., LABRINCHA J. A., **Mortars with nano-SiO<sub>2</sub> and micro-SiO<sub>2</sub> investigated by experimental design.** Construction and Building Materials, v. 24, 1432-1437, 2010.
- SHIBATA, H.Y. **Sistema gerenciador de informações para a síntese de nanotubos de carbono.** Dissertação de mestrado em nanociências – Centro Universitário Franciscano, p.81. Santa Maria, 2011.
- TAY, J.H., **Bricks manufactured from Sludge,** Journal of Environmental Engineering, v. 113, n. 2 (Apr), pp. 278-285, 1987.
- TAY, J.H. & SHOW, K.Y., **Utilization of municipal wastewater sludge as building and construction materials.** Resources, Conservation and Recycling, v.6, n. 13, (May), pp. 191 – 204, 1992.
- THOMAZ, E.C.S. **Notas de disciplina “materiais de construção civil – tempos de pega”.** Instituto Militar de Engenharia - IME, Rio de Janeiro, p. 6. 2008.
- TSUTIYA, M.T. **Alternativas de disposição final de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos.** In: BETTIOL, W; CAMARGO, O. A. Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto. Embrapa, 312 p. 2000.
- TYSON BM. **Carbon nanotube and nanofiber reinforcement for improving the flexural strength and fracture toughness of Portland cement paste.** Master's thesis. College Station, TX, Texas A&M University, 2010.
- VAISMAN, H.D.L.; MARON, W.G., **The role of surfactants in dispersion of carbon nanotubes.** Adv. Colloid Interfaces Sci 128-130. 2006.
- WAGNER, H. D.; LOURIE, O.; FELDMAN, Y.; TENNE, R. **Stress-induced fragmentation of multi-walled carbon nanotubes in apolymer matrix.** Applied Physics Letters, n.72, p.188-190. 1998.
- WHITTIG, L.D. & ALLARDICE, W.R. **X-ray diffraction techniques.** In: KLUTE, A. Methods of soil analysis. Madison, American Society of Agronomy, n. 12, p.331-362. 1986.
- ZARBIN, A.J.G. **Química de nanomateriais.** Química Nova, São Paulo, v. 30, n. 6, p. 1469-1479, 2007.

## **10 APÉNDICE**

TAB. 10.1 Leituras da temperatura em função do tempo durante a autocombustão da CLE.

Tempo (h)	0	1	2	3	4	5	6	7	9	11	13	15
Temperatura (°C)	20	450	671	<b>774</b>	662	520	370	261	94,4	44,6	30,3	22,3

TAB. 10.2 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 7 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1	0% CLE	69535,40	42,62	42,79	3001,44	6,90	6,78	(0,57; 1,34%)	(0,12; 1,72%)
cp 2		69396,40	42,53		2900,04	6,67			
cp 3		70091,70	42,96		2960,88	6,81			
cp 4		71548,90	43,85						
cp 5		68870,00	42,21						
cp 6		69459,20	42,57						
cp 1	5% CLE	69784,40	42,77	43,90	2697,24	6,20	6,21	(1,42; 3,23%)	(0,07; 1,09%)
cp 2		72324,90	44,33		2737,80	6,29			
cp 3		73409,90	44,99		2676,96	6,15			
cp 4		68892,00	42,23						
cp 5		70390,00	43,14						
cp 6	74902,00	45,91							
cp 1	10% CLE	68979,10	42,28	41,91	2717,52	6,25	6,18	(0,86; 2,05%)	(0,07; 1,14%)
cp 2		69257,30	42,45		2656,68	6,11			
cp 3		66893,10	41,00		2697,24	6,20			
cp 4		70457,30	43,18						
cp 5		67542,90	41,40						

cp 6		67186,50	41,18						
cp 1		65512,80	40,15		2575,56	5,92			
cp 2		69003,50	42,29		2474,16	5,69	5,88		
cp 3	15% CLE	68471,10	41,97	41,27	2535,00	5,83		(0,79; 1,91%)	(0,12; 2,00%)
cp 4		67580,20	41,42						
cp 5		66625,70	40,84						
cp 6		66795,80	40,94						

TAB. 10.3 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 28 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1	0% CLE	75263,20	46,13	43,68	3042,00	6,99	6,90	(1,87; 4,29%)	(0,16; 2,34%)
cp 2		67890,30	41,61		3042,00	6,99			
cp 3		69093,20	42,35		2920,32	6,71			
cp 4		72310,00	44,32						
cp 5		74109,90	45,42						
cp 6		68925,50	42,25						
cp 1	5% CLE	78563,00	48,15	46,34	3143,40	7,22	7,01	(1,52; 3,29%)	(0,21; 3,00%)
cp 2		73414,30	45,00		2960,88	6,81			
cp 3		75486,00	46,27		3042,00	6,99			
cp 4		77806,00	47,69						
cp 5		76206,60	46,71						
cp 6		72114,70	44,20						
cp 1	10% CLE	74780,00	45,83	44,54	3001,44	6,90	6,59	(1,67; 3,76%)	(0,27; 4,15%)
cp 2		69092,30	42,35		2778,36	6,39			
cp 3		69564,40	42,64		2818,92	6,48			
cp 4		74300,20	45,54						

cp 5		75440,60	46,24						
cp 6		72797,50	44,62						
cp 1		69894,10	42,84		2900,04	6,67			
cp 2		63886,60	39,16		2737,80	6,29	6,46		
cp 3	15% CLE	65900,50	40,39	40,77	2798,64	6,43		(2,09; 5,12%)	(0,19; 2,91%)
cp 4		61390,20	37,63						
cp 5		69603,50	42,66						
cp 6		68402,10	41,92						

TAB. 10.4 Resistência à tração e compressão das argamassas com somente CLE na idade de 90 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1	0% CLE	80630,90	49,42	47,19	2981,16	6,85	7,01	(1,61; 3,41%)	(0,13; 1,92%)
cp 2		77030,00	47,21		3082,56	7,09			
cp 3		75492,10	46,27		3082,56	7,09			
cp 4		73219,00	44,88						
cp 5		76473,90	46,87						
cp 6		79112,20	48,49						
cp 1	5% CLE	78608,90	48,18	49,31	3042,00	6,99	7,12	(1,59; 3,22%)	(0,14; 2,00%)
cp 2		81209,40	49,77		3163,68	7,27			
cp 3		78577,00	48,16		3082,56	7,09			
cp 4		77830,20	47,70						
cp 5		84583,00	51,84						
cp 6		81932,70	50,22						
cp 1	10% CLE	75696,40	46,40	47,76	3082,50	7,08	6,86	(2,16; 4,52%)	(0,24; 3,51%)
cp 2		81394,40	49,89		2998,90	6,89			
cp 3		73272,00	44,91		2874,30	6,61			

cp 4		81733,30	50,10						
cp 5		79810,00	48,92						
cp 6		75623,50	46,35						
cp 1		71286,00	43,69		3047,80	7,01			
cp 2		68522,20	42,00		3214,00	7,39	7,21		
cp 3	15% CLE	65812,00	40,34	42,42	3145,40	7,23		(1,78; 4,20%)	(0,19; 2,66%)
cp 4		73050,20	44,77						
cp 5		70466,10	43,19						
cp 6		66100,00	40,51						

TAB. 10.5 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 7 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1	0% CLE-NS(Ca)	73453,10	45,02	42,92	2717,52	6,25	6,35	(1,67; 3,88%)	(0,16; 2,47%)
cp 2		66560,90	40,80		2839,20	6,53			
cp 3		70451,20	43,18		2737,80	6,29			
cp 4		70452,20	43,18						
cp 5		67100,10	41,13						
cp 6		72097,70	44,19						
cp 1	10% CLE-NS(Ca)	73246,50	44,89	43,41	2758,08	6,34	6,23	(1,46; 3,36%)	(0,12; 1,94%)
cp 2		68902,10	42,23		2656,68	6,11			
cp 3		73440,00	45,01		2717,52	6,25			
cp 4		67392,00	41,31						
cp 5		70878,50	43,44						
cp 6		71095,60	43,58						
cp 1	0% CLE-NS(Na)	67422,90	41,32	43,75	3467,88	7,97	7,74	(1,67; 3,82%)	(0,21; 2,74%)
cp 2		70230,80	43,05		3325,92	7,64			
cp 3		71595,00	43,88		3305,64	7,60			

cp 4		73263,80	44,90						
cp 5		75342,10	46,18						
cp 6		70443,70	43,18						
cp 1		66414,90	40,71		2676,96	6,15			
cp 2		69057,30	42,33		2737,80	6,29	6,20		
cp 3	10% CLE-NS(Na)	71344,30	43,73	42,24	2676,96	6,15		(1,69; 4,01%)	(0,08; 1,29%)
cp 4		68022,90	41,69						
cp 5		65789,00	40,32						
cp 6		72851,00	44,65						
cp 1		66614,90	40,83		3102,84	7,13			
cp 2		64908,40	39,78		2920,32	6,71	6,91		
cp 3	0% CLE-S	72629,40	44,52	43,27	3001,44	6,90		(2,47; 5,71%)	(0,20; 2,90%)
cp 4		70648,00	43,30						
cp 5		74293,60	45,54						
cp 6		74515,50	45,67						
cp 1		67939,50	41,64		2656,68	6,11			
cp 2		69469,30	42,58		2717,52	6,25	6,21		
cp 3	10% CLE-S	74104,10	45,42	44,71	2737,80	6,29		(2,09; 4,67%)	(0,09; 1,49%)
cp 4		75157,80	46,07						
cp 5		76382,90	46,82						
cp 6		74601,50	45,72						

TAB. 10.6 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 28 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1		75870,00	46,50		3731,52	8,58			
cp 2	0% CLE-NS(Ca)	77481,00	47,49	49,03	3569,28	8,20	8,44	(2,01; 4,10%)	(0,19; 2,27%)
cp 3		84392,60	51,73						

cp 4		82514,20	50,57					
cp 5		78330,20	48,01					
cp 6		81386,70	49,88					
cp 1		83925,40	51,44		3690,96	8,48		
cp 2		75786,50	46,45		3650,40	8,39	8,47	
cp 3	10% CLE-NS(Ca)	78993,40	48,42	48,57	3711,24	8,53		(1,81; 3,73%) (0,06; 0,76%)
cp 4		78344,80	48,02					
cp 5		77109,00	47,26					
cp 6		81343,20	49,86					
cp 1		85315,80	52,29		3346,20	7,69		
cp 2		76892,30	47,13		3366,48	7,74	7,78	
cp 3	0% CLE-NS(Na)	80926,00	49,60	50,01	3447,60	7,92		(2,08; 4,15%) (0,12; 1,49%)
cp 4		83999,00	51,48					
cp 5		78484,80	48,10					
cp 6		83941,20	51,45					
cp 1		73230,00	44,88		3386,76	7,78		
cp 2		78120,90	47,88		3224,52	7,41	7,54	
cp 3	10% CLE-NS(Na)	70212,70	43,03	45,39	3224,52	7,41		(2,14; 4,71%) (0,20; 2,71%)
cp 4		75955,10	46,55					
cp 5		76885,50	47,12					
cp 6		69912,00	42,85					
cp 1		87090,80	53,38		3407,04	7,83		
cp 2		79002,80	48,42		3508,44	8,06	7,91	
cp 3	0% CLE-S	82472,80	50,55	51,19	3407,04	7,83		(1,67; 3,26%) 0,13; 1,68%)
cp 4		84090,00	51,54					
cp 5		85108,40	52,16					
cp 6		83357,30	51,09					
cp 1		83592,00	51,23		3488,16	8,02		
cp 2	10% CLE-S	78992,10	48,42	51,91	3427,32	7,88	7,83	(2,32; 4,47%) (0,23; 2,97%)
cp 3		88394,00	54,18		3305,64	7,60		

cp 4	88151,20	54,03
cp 5	82031,10	50,28
cp 6	86984,70	53,31

TAB. 10.7 Resistência à tração e compressão das argamassas na idade de 90 dias.

Corpo-de-prova	Adição	$f_c$ (N)	$\sigma_c$ (MPa)	$\sigma_{cm}$ (MPa)	$f_t$ (N)	$\sigma_t$ (MPa)	$\sigma_{tm}$ (MPa)	( $sd_c$ ; $cv_c$ )	( $sd_t$ ; $cv_t$ )
cp 1	0% CLE-NS(Ca)	95400,00	58,47	55,60	4197,96	9,65	9,48	(1,95; 3,51%)	(0,22; 2,32%)
cp 2		87395,50	53,57		4157,40	9,56			
cp 3		90403,20	55,41		4015,44	9,23			
cp 4		93205,40	57,13						
cp 5		90542,40	55,49						
cp 6		87340,70	53,53						
cp 1	10% CLE-NS(Ca)	98560,00	60,41	57,58	4035,72	9,28	9,21	(2,16; 3,76%)	(0,07; 0,77%)
cp 2		89734,00	55,00		3974,88	9,14			
cp 3		93339,80	57,21		4015,44	9,23			
cp 4		91773,00	56,25						
cp 5		97900,80	60,00						
cp 6		92335,70	56,59						
cp 1	0% CLE-NS(Na)	87425,50	53,58	53,80	4035,72	9,28	9,20	(2,15; 4,00%)	(0,22; 2,40%)
cp 2		90845,70	55,68		3893,76	8,95			
cp 3		92452,00	56,67		4076,28	9,37			
cp 4		84955,70	52,07						
cp 5		87922,00	53,89						
cp 6		83052,40	50,90						
cp 1	10% CLE-NS(Na)	81500,20	49,95	51,02	4076,28	9,37	9,28	(1,08; 2,12%)	(0,09; 1,01%)
cp 2		81795,00	50,13		3995,16	9,18			
cp 3		82905,40	50,81		4035,72	9,28			

cp 4		82403,00	50,51					
cp 5		85710,00	52,53					
cp 6		85125,00	52,17					
cp 1		88000,00	53,94		3772,08	8,67		
cp 2		87596,20	53,69		3772,08	8,67	8,53	
cp 3	0% CLE-S	84722,10	51,93	52,14	3589,56	8,25	(1,39; 2,66%)	(0,24; 2,84%)
cp 4		82341,10	50,47					
cp 5		84122,80	51,56					
cp 6		83582,30	51,23					
cp 1		82952,30	50,84		3569,28	8,20		
cp 2		86052,40	52,74		3650,40	8,39	8,31	
cp 3	10% CLE-S	90754,10	55,62	52,97	3630,12	8,34	(1,67; 3,15%)	(0,10; 1,17%)
cp 4		84972,00	52,08					
cp 5		88240,00	54,08					
cp 6		85546,00	52,43					

TAB. 10.8 Ensaio em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 1 dia de cura.

Composição	Desmolde		1 dia de cura					
	Massa (g)	$\Delta l_0$ (mm)	Massa (g)	$\Delta l$ (mm)	$\Delta m$ (%)	$\epsilon$ (mm/m)	$\Delta m_{m\acute{e}dia}$ (%)	$\epsilon_{m\acute{e}dia}$ (mm/m)
0% CLE	423,7	3,325	421,51	3,302	-0,5	-0,09		
0% CLE	433,08	3,093	429,95	3,057	-0,7	-0,14	-0,7	-0,14
0% CLE	432,46	3,487	429,32	3,441	-0,7	-0,18		
10% CLE	417,79	3,171	415,47	3,142	-0,6	-0,12		
10% CLE	419,27	3,170	416,58	3,129	-0,6	-0,16	-0,6	-0,13
10% CLE	424,63	3,275	421,98	3,248	-0,6	-0,11		
0% CLE + NS (Ca)	417	2,809	414,89	2,785	-0,5	-0,10		
0% CLE + NS (Ca)	416,5	3,306	415,28	3,276	-0,3	-0,12	-0,5	-0,10

0% CLE + NS (Ca)	412,8	3,218	410,24	3,195	-0,6	-0,09		
10% CLE + NS (Ca)	416,85	3,091	413,57	3,043	-0,8	-0,19		
10% CLE + NS (Ca)	409,77	3,168	407,58	3,147	-0,5	-0,08	-0,6	-0,13
10% CLE + NS (Ca)	412,71	3,258	410,24	3,231	-0,6	-0,11		
0% CLE + NS (Na)	407,2	2,919	405,78	2,880	-0,3	-0,16		
0% CLE + NS (Na)	412,44	2,983	411,02	2,935	-0,3	-0,19	-0,4	-0,17
0% CLE + NS (Na)	408,67	3,142	405,99	3,101	-0,7	-0,16		
10% CLE + NS (Na)	405,82	3,361	403,57	3,322	-0,6	-0,16		
10% CLE + NS (Na)	407,11	3,101	403,58	3,029	-0,9	-0,29	-0,7	-0,20
10% CLE + NS (Na)	405,18	3,213	402,54	3,175	-0,7	-0,15		
0% CLE + S	410,09	3,209	408,04	3,174	-0,5	-0,14		
0% CLE + S	407,94	3,352	405,48	3,341	-0,6	-0,04	-0,6	-0,09
0% CLE + S	401,31	3,218	398,88	3,194	-0,6	-0,10		
10% CLE + S	408,46	3,24	406,57	3,214	-0,5	-0,10		
10% CLE + S	410,18	3,129	407,12	3,089	-0,7	-0,16	-0,5	-0,13
10% CLE + S	403,55	3,156	402,01	3,125	-0,4	-0,12		

TAB. 10.9 Ensaio em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 7 dias de cura.

Composição	Desmolde		7 dias de cura					
	Massa (g)	$\Delta l_0$ (mm)	Massa (g)	$\Delta l$ (mm)	$\Delta m$ (%)	$\epsilon$ (mm/m)	$\Delta m_{m\acute{e}dia}$ (%)	$\epsilon_{m\acute{e}dia}$ (mm/m)
0% CLE	423,7	3,325	416,93	3,181	-1,6	-0,58		
0% CLE	433,08	3,093	425,89	2,962	-1,7	-0,52	-1,6	-0,55
0% CLE	432,46	3,487	425,3	3,347	-1,7	-0,56		
10% CLE	417,79	3,171	410,7	3,083	-1,7	-0,35		
10% CLE	419,27	3,170	411,64	3,085	-1,8	-0,34	-1,8	-0,35
10% CLE	424,63	3,275	416,21	3,184	-2,0	-0,36		

0% CLE + NS (Ca)	417	2,809	414,18	2,696	-0,7	-0,45		
0% CLE + NS (Ca)	416,5	3,306	414,26	3,214	-0,5	-0,37	-0,6	-0,48
0% CLE + NS (Ca)	412,8	3,218	410,17	3,061	-0,6	-0,63		
10% CLE + NS (Ca)	416,85	3,091	410,47	3,08	-1,5	-0,04		
10% CLE + NS (Ca)	409,77	3,168	404,2	3,159	-1,4	-0,04	-1,4	-0,20
10% CLE + NS (Ca)	412,71	3,258	406,95	3,129	-1,4	-0,52		
0% CLE + NS (Na)	407,2	2,919	399,33	2,788	-1,9	-0,52		
0% CLE + NS (Na)	412,44	2,983	405,63	2,858	-1,7	-0,50	-1,8	-0,54
0% CLE + NS (Na)	408,67	3,142	401,36	2,996	-1,8	-0,58		
10% CLE + NS (Na)	405,82	3,361	396,28	3,226	-2,4	-0,54		
10% CLE + NS (Na)	407,11	3,101	398,8	2,984	-2,0	-0,47	-2,2	-0,49
10% CLE + NS (Na)	405,18	3,213	396,46	3,095	-2,2	-0,47		
0% CLE + S	410,09	3,209	402,18	3,072	-1,9	-0,55		
0% CLE + S	407,94	3,352	400,8	3,219	-1,8	-0,53	-1,8	-0,55
0% CLE + S	401,31	3,218	394,36	3,077	-1,7	-0,56		
10% CLE + S	408,46	3,24	400,4	3,1	-2,0	-0,56		
10% CLE + S	410,18	3,129	402,04	2,997	-2,0	-0,53	-2,0	-0,56
10% CLE + S	403,55	3,156	395,53	3,007	-2,0	-0,60		

TAB. 10.10 Ensaio de em argamassas para determinação da variação dimensional e de massa para 28 dias de cura.

Composição	Desmolde		28 dias de cura					
	Massa (g)	$\Delta l_0$ (mm)	Massa (g)	$\Delta l$ (mm)	$\Delta m$ (%)	$\epsilon$ (mm/m)	$\Delta m_{\text{média}}$ (%)	$\epsilon_{\text{média}}$ (mm/m)
0% CLE	423,7	3,325	410,95	3,113	-3,0	-0,85		
0% CLE	433,08	3,093	419,82	2,984	-3,1	-0,44	-3,0	-0,73
0% CLE	432,46	3,487	419,49	3,264	-3,0	-0,89		
10% CLE	417,79	3,171	405,45	2,983	-3,0	-0,75	-3,0	-0,62

10% CLE	419,27	3,170	406,24	3,053	-3,1	-0,47		
10% CLE	424,63	3,275	411,52	3,112	-3,1	-0,65		
0% CLE + NS (Ca)	417	2,809	404,93	2,560	-2,9	-1,00		
0% CLE + NS (Ca)	416,5	3,306	404,89	3,13	-2,8	-0,70	-2,8	-0,88
0% CLE + NS (Ca)	412,8	3,218	401,72	2,986	-2,7	-0,93		
10% CLE + NS (Ca)	416,85	3,091	403,43	2,853	-3,2	-0,95		
10% CLE + NS (Ca)	409,77	3,168	397,42	2,93	-3,0	-0,95	-3,1	-0,95
10% CLE + NS (Ca)	412,71	3,258	400,3	3,025	-3,0	-0,93		
0% CLE + NS (Na)	407,2	2,919	394,81	2,687	-3,0	-0,93		
0% CLE + NS (Na)	412,44	2,983	400,01	2,772	-3,0	-0,84	-3,0	-0,89
0% CLE + NS (Na)	408,67	3,142	396,28	2,914	-3,0	-0,91		
10% CLE + NS (Na)	405,82	3,361	391,53	3,116	-3,5	-0,98		
10% CLE + NS (Na)	407,11	3,101	393,44	2,868	-3,4	-0,93	-3,4	-0,96
10% CLE + NS (Na)	405,18	3,213	391,46	2,972	-3,4	-0,96		
0% CLE + S	410,09	3,209	399,76	3,048	-2,5	-0,64		
0% CLE + S	407,94	3,352	397,61	3,188	-2,5	-0,66	-2,5	-0,66
0% CLE + S	401,31	3,218	391,25	3,046	-2,5	-0,69		
10% CLE + S	408,46	3,24	397,15	3,049	-2,8	-0,76		
10% CLE + S	410,18	3,129	398,64	2,945	-2,8	-0,74	-2,7	-0,74
10% CLE + S	403,55	3,156	392,92	2,978	-2,6	-0,71		