



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS

FRANCISCO ARISTIDES DOS SANTOS NETO

**Parâmetros de fratura de pastas de cimento
fabricado com nanotubos de carbono**

Dissertação de Mestrado

Departamento de Engenharia Civil

Belo Horizonte, abril de 2018

FRANCISCO ARISTIDES DOS SANTOS NETO

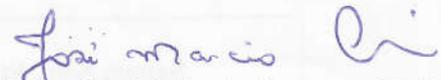
**PARÂMETROS DE FRATURA DE PASTAS DE CIMENTO
FABRICADO COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil do CEFET-MG como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil



Prof. Dr. Péter Ludvig
Orientador

Departamento de Engenharia Civil, CEFET-MG



Prof. Dr. José Márcio Fonseca Calixto
Co-Orientador

Departamento de Engenharia de Estruturas, UFMG



Prof. Dr. Roberto Braga Figueiredo
Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais, UFMG



Prof.ª Dr.ª Júnia Nunes de Paula
Departamento de Engenharia Civil, CEFET-MG

Belo Horizonte, 25 de Abril de 2018

S237p

Santos Neto, Francisco Aristides dos

Parâmetros de fratura de pastas de cimento fabricado com nanotubos de carbono / Francisco Aristides dos Santos. – 2018. 134 f. : il., gráfs, tabs., fotos.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Civil.

Orientador: Péter Ludvig.

Coorientador: José Márcio Fonseca Calixto.

Bibliografia: f. 102-105.

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Departamento de Engenharia Civil.

1. Nanotubos de carbono – Teses. 2. Cimento – Teses. 3. Clínter cimento Portland – Teses. 4. Resistência à flexão – Teses. 5. Fraturas – Fixação – Teses. 6. Mecânica da fratura – Teses. 7. Correlação de imagem digital – Teses. I. Ludvig, Péter. II. Calixto, José Márcio Fonseca. III. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Civil. IV. Título.

CDD 620.193

Dedico esse trabalho aos meus amados pais, Ana e Emerson, à minha querida irmã Ana Clara e à minha doce namorada Gabriela.

Agradecimentos

Nada nessa vida se conquista sozinho, é necessário reconhecer o valor das interações entre os humanos e, portanto, reconhecer a contribuição de cada pessoa que cruzou o seu caminho antes e durante alguma empreitada na vida. Algumas contribuições acabam marcando mais que outras, mas faça um teste, retire as que são consideradas menos marcantes e veja se as dificuldades não se acentuariam. Um mestrado acadêmico não se constrói somente nos ambientes escolares e profissionais, pois ele também é construído nos ambientes familiares, com os amigos, colegas, conhecidos, etc. São nesses ambientes que, na maioria das vezes, encontramos refúgio psicológico, espiritual e sentimental. Portanto, agradeço a todas as pessoas que contribuíram comigo, em algum momento, até aqui.

Em especial...

Agradeço a Deus, amigo inseparável que me deu todas as condições, apoio e suporte para concluir esse ciclo. Sempre carinhoso, bondoso e companheiro suporta as minhas dúvidas, aflições e nunca desiste de mim.

Aos meus amados e maravilhosos pais, Ana e Emerson, por me amarem e respeitarem como eu sou, entendendo as minhas qualidades e defeitos. Agradeço também por toda a minha caminhada cristã, escolar e educacional para chegar até aqui. Essa conquista é de vocês também.

À minha querida e exemplar irmã Ana Clara, por todo o carinho, apoio, amor, confiança e exemplos diários de determinação e perseverança.

À minha doce e bela namorada Gabriela, por sua empatia, cumplicidade, ternura, amor e perdão.

Ao meu orientador Prof. Péter Ludvig, peça fundamental na realização desse trabalho. Obrigado pela paciência, incentivo, apoio técnico, solicitude e disponibilidade. É extremamente confortante ter um orientador que confia em você e com quem você pode contar.

Ao meu coorientador Prof. Calixto, pela disponibilidade, apoio técnico e prazer em compartilhar os conhecimentos. Isso é fundamental em um docente e levarei como exemplo a sua humildade em ensinar.

Ao Tarcizo e Victor, por toda a disponibilidade, paciência, confiança, convivência, interesse e compartilhamentos de conhecimentos. Os dois contribuíram muito para a minha pesquisa e para o meu crescimento pessoal e profissional.

À minha família Santos, por todo amor, afeto e respeito. Não só comigo, mas também com aqueles que mais amo. Em especial gostaria de agradecer ao meu Padrinho, por estar sempre disponível e pelo suporte em informática que ele me concedeu.

À minha família Barros, em especial ao meu tio Zezé, por todo o amor, respeito, carinho e disponibilidade.

À minha madrasta Tata, ao meu sogro Silvano, à minha sogra Cristina e à minha cunhadinha Ana Clara, por todo o carinho, respeito, incentivo e confiança.

Agradeço às minhas afilhadas, Laura e Milenna, por todo amor espontâneo que me transmitem. Isso me dá uma energia muito boa para seguir em frente.

À minha amiga Matilde, pela oportunidade que me concedeu no âmbito profissional, por sempre acreditar no meu trabalho e no meu caráter, pelo carinho, afeto, incentivo e companheirismo.

Ao meu irmão de vida, Léo, por todos os conselhos, diálogos, incentivo e parceria de sempre.

Aos meus amigos, todos eles. É um orgulho e uma alegria para mim saber que esse parágrafo ficaria grande se eu fosse citar todos. Não faltarão oportunidades para agradecê-los. Obrigado por toda a convivência, ensinamentos e carinho. Vocês são demais.

Aos meus avôs e avós, Francisco, Irany, Fia e Cândido, que já se encontram no céu, por toda intercessão que com certeza ainda fazem por mim.

Ao CEFET e todas as pessoas, sem exceção, que compõe o seu dia a dia. Tenho enorme carinho e gratidão por essa instituição. Agradeço muito pela bolsa-auxílio também.

A todas as pessoas que trabalham no CTNano, fui muito bem recebido e tratado por todos. É muito importante para um pesquisador iniciante receber carinho e notar o

respeito das pessoas. Agradeço, de coração, a confiança em mim depositada para ter livre acesso à estrutura e convivência do local.

Ao Henrique, que se voluntariou em ajudar e foi determinante em um momento muito especial da pesquisa. Obrigado pela convivência, disponibilidade e troca de conhecimentos.

Aos meus colegas de mestrado, por me acolherem nas dúvidas, nas conversas, na convivência e por tornarem essa jornada especial.

Aos professores Eliene e Weber, obrigado por todas as contribuições durante a etapa de qualificação. À professora Eliene gostaria de deixar um agradecimento especial por sempre me receber bem em sua sala para conversar sobre os mais diversos assuntos.

Aos professores, Roberto Figueiredo e Júnia de Paula, que compuseram a banca avaliadora na defesa dessa dissertação, por todas as críticas construtivas e sugestões dadas.

Ao PPGEC e todos os seus colaboradores, sem exceção. Obrigado por todo o suporte, carinho e confiança. Espaços de convivência e circulação sadios favorecem o nosso desenvolvimento pessoal e acadêmico.

Ao grupo de estudo “NanoCEFET” por sempre estarem disponíveis em ajudar quando eu precisei. Vocês me ajudaram muito.

Ao meu novo amigo Ricardo (Bigode), por sempre valorizar as nossas conversas, muitas vezes nos intervalos entre as minhas atividades, e me mostrar que o prazer em adquirir conhecimento está muito além do que os olhos podem ver.

À Escola Municipal João do Patrocínio, em especial à Neide, Gema e Cristina, por me receberem tão bem e nunca colocarem nenhum empecilho para que eu realizasse a minha pesquisa.

Ao professor Sidney Nicodemos, por toda a solicitude, troca de ideias e ensinamentos.

À empresa Grace, por contribuir prontamente com os aditivos necessários para essa pesquisa quando eu pedi auxílio.

À empresa InterCement, por contribuir com o fornecimento do cimento necessário para a realização dessa pesquisa.

"Na natureza nada se cria, nada se perde, tudo se transforma".

Antoine Lavoisier

RESUMO

Os compósitos cimentícios se caracterizam pela baixa resistência à tração e capacidade de absorção de energia. Essas características são consideradas deficiências críticas que além de gerarem limitações ao projeto estrutural podem afetar a durabilidade das estruturas. Para superar essas deficiências o reforço através da aplicação de micro- ou macrofibras é comumente empregado. Contudo, os compósitos cimentícios apresentam falhas em escala nanométrica, na qual esse reforço tradicional não é eficiente. Devido às suas excelentes propriedades mecânicas, como a alta resistência à tração e capacidade de deformação, os nanotubos de carbono são ótimos candidatos para reforçar os materiais cimentícios. No presente trabalho, utilizou-se um clínquer nanoestruturado com nanotubos e nanofibras de carbono (NTC/NFC), sintetizado *in situ* e de maneira contínua, para preparar compósitos de pastas de cimento e investigar os comportamentos mecânicos de fratura dessas pastas avaliando os resultados de resistência à tração na flexão, a energia de fratura e a tenacidade à fratura. Além da pasta de cimento referência, foram fabricadas pastas de cimento com 0,10%, 0,20% e 0,30% de NTC/NFC em relação ao peso do cimento. O ensaio de flexão em três pontos e o método de Correlação Digital de Imagem (CDI) foram empregados simultaneamente durante o ensaio das pastas de cimento nanoestruturadas – aos 7, 28 e 120 dias de idade – para colher os dados para análise. Os testes estatísticos ANOVA e Tukey foram empregados para auxiliar na avaliação dos resultados, os quais mostraram, juntamente com os gráficos e tabelas, que a incorporação do clínquer nanoestruturado nas pastas de cimento proporcionou ganhos nas propriedades mecânicas de fratura avaliadas, especialmente aos 7 dias de idade das pastas. A análise dos resultados mostrou também, que nessa idade, as pastas de cimento com adição de 0,20% de NTC e 25x25x150 mm³ apresentaram ganhos médios em todas as propriedades mecânicas de fratura investigadas e as pastas com 0,30% de NTC/NFC e 40x40x160 mm³ apresentaram ganhos significativos em todas as propriedades mecânicas investigadas.

Palavras-chave: nanotubos de carbono, clínquer nanoestruturado, pasta de cimento, resistência à tração na flexão, energia de fratura, tenacidade à fratura, Correlação Digital de Imagem (CDI).

ABSTRACT

Cementitious composites are characterized by low tensile strength and energy absorption. These characteristics are considered critical deficiencies that, in addition to generating limitations to the structural design, may affect the durability of the structures. To overcome these deficiencies the reinforcement applying micro- or macrofibres in the cementitious matrix is commonly employed. However, cementitious composites exhibit failures at nanometric scale in which this traditional reinforcement is not efficient. Carbon nanotubes are excellent candidates to reinforce cementitious materials, inhibiting the initiation and propagation of these defects and improving the mechanical properties of cementitious composites. In this study, a nanostructured clinker with carbon nanotubes and nanofibers (CNT/CNF), synthesized in situ and continuously, was used to prepare cement paste composites and investigate the mechanical fracture behavior of these pastes evaluating the results of flexural tensile strength, fracture energy and fracture toughness. Besides the reference cement paste, nanostructured cement pastes with 0.10%, 0.20% and 0.30% of CNT/CNF by weight of cement were produced. The three-point flexural test and the Digital Image Correlation (DIC) method were used simultaneously during the tests of the nanostructured cement pastes - at 7, 28 and 120 days of age - to collect the data for analysis. The ANOVA and Tukey statistical tests, graphics and tables were used to support in the evaluation of the results, which showed that the incorporation of the nanostructured clinker in the cement pastes provided gains in the mechanical properties that were evaluated, especially at 7 days of age. The analysis of the results also showed that, at 7 days of age, cement pastes with 0.20% of CNT/CNF and 25x25x150 mm³ showed average gains in all fracture mechanical properties investigated and pastes with 0.30% CNT/CNF and 40x40x160 mm³ presented significant gains in all mechanical properties investigated.

Keywords: carbon nanotubes, nanostructured clinker, cement paste, flexural tensile strength, fracture energy, fracture toughness, Digital Image Correlation (CDI).

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2-1 – Esquema simplificado do processo de fabricação do cimento Portland (via seca).....	26
Figura 2-2 – Representação esquemática das estruturas de alguns alótropos do carbono atualmente conhecidos: (a) diamante, (b) grafite, (c) nanotubos e (d) fulereno.	27
Figura 2-3 – Representação esquemática da estrutura do: (a) NTCPS, (b) NTCPM e (c) do grafeno.	29
Figura 2-4 – Os três NTC típicos que podem ser obtidos a partir do enrolamento da folha de grafeno em diferentes direções: <i>zigzag</i> , <i>armchair</i> e <i>chiral</i>	29
Figura 2-5 – Esquema do reator para a síntese de NTC em clínquer pelo processo de DQV.	32
Figura 2-6 – Forno estacionário utilizado por Ludvig (2012).	33
Figura 2-7 – Esquema ilustrativo com as principais partes do reator para o processo de síntese contínua.	33
Figura 2-8 – Imagens do clínquer com NTC obtidas pela microscopia eletrônica de varredura: (a) partícula de clínquer com NTC dispersos sobre a superfície e (b) partícula de clínquer com NTC dispersos uniformemente nas pontas.	34
Figura 2-9 – Desenho esquemático de um ensaio de flexão em três pontos, no qual uma força F é aplicada no centro do corpo de prova prismático que está sobre dois apoios.....	45
Figura 2-10 – Modos de deslocamento de trincas. Da esquerda para a direita: Modo I – de tração; Modo II – de deslizamento; Modo III – de rasgamento.....	48
Figura 2-11 – Demonstração das situações de trincas que podem ser abordadas na equação de tenacidade à fratura. Na placa da esquerda considera-se a metade do comprimento da trinca interna e na placa da direita considera-se o comprimento total da trinca superficial.	48
Figura 2-12 – Indicação da área abaixo da curva carga-deslocamento obtida no ensaio de flexão em três pontos.....	49

Figura 2-13 – Sistema típico de captura de imagens para utilização do método de CDI.....	51
Figura 2-14 – Exemplos de padrão aleatório em nível de cinza para superfícies que serão analisadas pelo método de CDI.	51
Figura 2-15 – Ilustração da detecção de subconjuntos de pixels coincidentes para cálculo do deslocamento.....	52
Figura 3-1 – Clínquer nanoestruturado utilizado na pesquisa.	54
Figura 3-2 – Análise Termogravimétrica do clínquer nanoestruturado utilizado.....	55
Figura 3-3 – Imagem de uma amostra do clínquer nanoestruturado, utilizado na pesquisa, obtida por MEV. Nessa imagem constata-se a partícula de clínquer recoberta com NTC de modo homogêneo.	56
Figura 3-4 – Desenho esquemáticos dos dois tipos de corpos de prova prismáticos utilizados na pesquisa. As medidas estão em mm.....	59
Figura 3-3-5 – Câmara fechada com presença de vapor d’água para cura dos corpos de prova.	63
Figura 3-6 – À esquerda: aparato da câmera industrial de alta qualidade e corpo de prova a ser ensaiado; À direita: imagem que a câmera gera.	64
Figura 3-7 – Acima: aparato utilizado para adaptar a <i>webcam</i> ao monitor; Abaixo: aparato conectado ao monitor e imagem que a <i>webcam</i> gera.....	64
Figura 3-8 – Caminho percorrido pela trinca nos corpos de prova com entalhe após o ensaio de flexão em três pontos. Os corpos de prova da foto foram ensaiados nessa pesquisa experimental.	65
Figura 3-9 – Desenho esquemático dos corpos de prova com os entalhes. As medidas estão em mm.	66
Figura 3-10 – Pintura aplicada ao corpo de prova para realização do padrão aleatório em nível de cinza. Primeiro, realizou-se a pintura branca. Depois, a pintura com tinta preta para criar o padrão aleatório em nível de cinza.	66

Figura 3-11 - Pontos de medição nas faces maiores dos corpos de prova. Nesse desenho considera-se uma das faces maiores que representa a altura do corpo de prova, mas os pontos de medição da seção transversal foram iguais em todas as quatro faces maiores.....	67
Figura 3-12 – Área transversal de ruptura: H1 e H2 são as alturas, B1 e B2 são as bases e D é a diagonal.....	69
Figura 3-13 – Deflectômetros 1 e 2 criados próximos a face mais tracionada do corpo de prova durante o ensaio de flexão em três pontos, sendo um do lado esquerdo do entalhe e outro do lado direito.	71
Gráfico 4-1 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7 dias de idade.....	83
Gráfico 4-2 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 28 dias de idade.....	84
Gráfico 4-3 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 120 dias de idade.....	85
Gráfico 4-4 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.....	86
Gráfico 4-5 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 7 dias de idade.....	87
Gráfico 4-6 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 28 dias de idade.....	88
Gráfico 4-7 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 120 dias de idade.....	89
Gráfico 4-8 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.....	90
Gráfico 4-9 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7 dias de idade.....	91
Gráfico 4-10 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 28 dias de idade.....	92

Gráfico 4-11 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 120 dias de idade.....93

Gráfico 4-12 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.....94

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 - Propriedades dos nanotubos de carbono	31
Tabela 2-2 – Ganhos de propriedades mecânicas, em relação às amostras de referência, dos compósitos obtidos a partir da mistura física dos nanotubos de carbono na matriz cimentícia.....	42
Tabela 2-3 – Ganhos de propriedades mecânicas, em relação às amostras de referência, dos compósitos obtidos a partir da síntese <i>in situ</i> de nanotubos e nanofibras de carbono sobre o clínquer de cimento Portland.	43
Tabela 3-1 – Valores aproximados de óxidos na amostra do cimento utilizado.....	54
Tabela 3-2 – Dosagens utilizadas na pesquisa.....	59
Tabela 3-3 – Identificação dos corpos de prova.....	60
Tabela 3-4 – Dados técnicos dos ensaios de flexão em três pontos.....	68
Tabela 4-1 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 7 dias de idade de idade.	75
Tabela 4-2 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 28 dias de idade de idade.	76
Tabela 4-3 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 120 dias de idade de idade.	77
Tabela 4-4 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7 dias de idade de idade.	79
Tabela 4-5 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 28 dias de idade de idade.	80
Tabela 4-6 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 120 dias de idade de idade.	81
Tabela 4-7 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7 dias de idade de idade.	83

Tabela 4-8 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 28 dias de idade de idade.	84
Tabela 4-9 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 120 dias de idade de idade.	85
Tabela 4-10 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 7 dias de idade.	87
Tabela 4-11 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 28 dias de idade.	88
Tabela 4-12 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 25x25x150mm ³ aos 120 dias de idade.	89
Tabela 4-13 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 7 dias de idade.	91
Tabela 4-14 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 28 dias de idade.	92
Tabela 4-15 – Resultados para as tenacidades à fratura, em <i>MPa.mm</i> , para os corpos de prova de 40x40x160mm ³ aos 120 dias de idade.	93

LISTA DE QUADROS

Quadro 3-1 – Quadro geral das formulações.	61
Quadro 3-2 – Procedimentos de moldagem da pastas de cimento nanoestruturadas.	62

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
1.1	CONTEXTUALIZAÇÃO	20
1.2	JUSTIFICATIVA	21
1.3	OBJETIVOS	22
1.3.1	Objetivo geral	22
1.3.2	Objetivos específicos.....	22
1.4	ESTRUTURA DO TRABALHO	23
2	ESTUDOS PRECEDENTES.....	24
2.1	CIMENTO PORTLAND	24
2.1.1	Composição	24
2.1.2	Fabricação.....	26
2.2	NANOTUBOS DE CARBONO.....	27
2.2.1	Introdução	27
2.2.2	Definição	28
2.2.3	Propriedades	29
2.2.4	Síntese dos nanotubos de carbono.....	31
2.2.5	Aplicações	35
2.3	COMPÓSITOS DE CIMENTO NANOESTRUTURADOS.....	36
2.3.1	Resistência à compressão	37
2.3.2	Resistência à tração na flexão	38
2.3.3	Energia de fratura.....	40
2.4	COMPORTAMENTOS MECÂNICOS NA FRATURA.....	44

2.4.1	O ensaio de flexão em três pontos para o cálculo das propriedades mecânicas de fratura.....	44
2.5	MÉTODO DE CORRELAÇÃO DIGITAL DE IMAGEM (CDI).....	50
3	MATERIAIS E MÉTODOS	53
3.1	MATERIAIS	53
3.1.1	Composição da pasta.....	53
3.1.2	Formulações das pastas de cimento nanoestruturadas	57
3.1.3	Moldagens das pastas de cimento nanoestruturadas	62
3.2	ENSAIOS DE FLEXÃO EM TRÊS PONTOS	63
3.2.1	Aspectos gerais.....	63
3.2.2	Preparação dos corpos de prova	65
3.2.3	Configuração dos ensaios.....	67
3.3	OBTENÇÃO E TRATAMENTO DOS DADOS	68
3.3.1	Área transversal de ruptura (A_t)	69
3.3.2	Deslocamentos verticais.....	70
3.3.3	Forças do carregamento vertical	71
3.4	CÁLCULO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FRATURA.....	72
3.4.1	Resistência à tração na flexão (σ_f)	72
3.4.2	Energia de fratura (G_f)	72
3.4.3	Tenacidade à fratura (K_{IC}).....	73
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	74
4.1	Resistência à tração na flexão (σ_f)	74
4.1.1	Corpos de prova de 25x25x150mm ³	75
4.1.2	Corpos de prova de 40x40x160mm ³	79

4.2	Energia de fratura (<i>Gf</i>)	83
4.2.1	Corpos de prova de 25x25x150mm ³	83
4.2.2	Corpos de prova de 40x40x160mm ³	83
4.3	Tenacidade à fratura (<i>KIC</i>).....	87
4.3.1	Corpos de prova de 25x25x150mm ³	87
4.3.2	Corpos de prova de 40x40x160mm ³	91
4.4	Abordagem geral.....	95
5	CONCLUSÕES.....	97
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	100
	REFERÊNCIAS	102
	APÊNDICES	106

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

O cimento Portland é o material de construção mais comum e utilizado no mundo. Essa utilização ocorre devido ao seu baixo custo, à sua trabalhabilidade em temperatura ambiente, à sua ampla disponibilidade e a adequada documentação existente sobre suas propriedades. No entanto, apesar dos materiais cimentícios apresentarem valores de resistência à compressão relativamente elevados, sua resistência à flexão e capacidade de deformação são baixas, caracterizando-os como um material frágil (WANG; HAN; LIU, 2013). Essas características são sérias deficiências que não só impõem restrições aos projetos estruturais, mas afetam a durabilidade em longo prazo das estruturas (KONSTA-GDOUTOS et al., 2010).

Usualmente, o reforço dos materiais cimentícios através do emprego de fibras é utilizado para superar essas deficiências. As fibras frequentemente utilizadas são as fibras orgânicas, celulósicas e as fibras inorgânicas. No entanto, as macrofibras e as microfibras apenas dificultam o desenvolvimento de microtrincas nos materiais cimentícios, mas não impedem a sua formação (HU et al., 2014). Segundo Konsta-Gdoutos et al. (2010), isso ocorre porque as matrizes cimentícias apresentam falhas em escalas nanométricas, na qual o reforço tradicional não é efetivo. Conforme Sun et al. (2015), a adição de nanotubos de carbono (NTC) e nanofibras de carbono (NFC) possibilitam a resolução desse problema, pois esses materiais apresentam ótimas propriedades mecânicas excepcionais e podem reforçar e modificar o comportamento dos materiais cimentícios na nanoescala. No entanto, uma questão chave na fabricação desses nanocompósitos é a dispersão homogênea dos NTC na matriz cimentícia, pois a má dispersão pode gerar a formação de defeitos na matriz e limitar o efeito positivo da adição.

Atualmente, a nanotecnologia ligada aos materiais cimentícios apresenta dois segmentos de pesquisa. Um lida com a medição e a caracterização da microescala e da nanoescala da estrutura desses materiais, buscando uma melhor compreensão de como essas estruturas afetam as propriedades macroscópicas e o desempenho dos materiais cimentícios. O outro engloba as técnicas de manipulação em escala nanométrica para desenvolver uma nova geração de compósitos cimentícios com desempenho mecânico e potencial de durabilidade superior, desenvolvendo uma

variedade de novas propriedades como, por exemplo, a alta ductilidade e o autocontrole de fissuras (SANCHEZ; SOBOLEV, 2010).

Han et al. (2015) destaca que durante a última década muitas pesquisas foram direcionadas para o desenvolvimento de compósitos cimentícios com NTC e muitas conquistas foram alcançadas, como, por exemplo, os ganhos em propriedades mecânicas e a possibilidade de se dispersar o material na matriz cimentícia com menor custo, de modo mais eficaz e em larga escala, através de um processo de crescimento *in situ* de nanotubos e nanofibras de carbono sobre partículas minerais da mistura do cimento.

O uso dos NTC em matrizes cimentícias ganhou o interesse da comunidade científica e direciona o reforço do nível macroscópico para o nível nanoscópico. Suas notáveis propriedades, como por exemplo, a alta resistência e comportamento elástico, podem inibir o crescimento e propagação das fissuras nas primeiras idades e proporcionar uma interface melhor entre a pasta de cimento e os agregados nos materiais cimentícios, oferecendo a possibilidade de desenvolver uma geração de compósitos cimentícios multifuncionais e de alto desempenho. (RAKI et al., 2010).

Nesse cenário, o presente trabalho irá abordar o comportamento mecânico de fratura de pastas de cimento produzidas com a incorporação de clínquer nanoestruturado, o qual foi obtido através do crescimento *in situ* de nanotubos e nanofibras de carbono sobre sua superfície.

1.2 JUSTIFICATIVA

A nanotecnologia se apresenta com uma área de pesquisa bastante ativa no mundo atual e pode ser usada para a criação de novos materiais, dispositivos e sistemas a níveis moleculares. Os fenômenos que estão associados às interações atômicas e moleculares dos materiais influenciam fortemente as suas propriedades macroscópicas e, recentemente, pesquisadores têm investigado a aplicação da nanotecnologia nos compósitos de cimento Portland (BALANGURU, 2005).

Os nanotubos de carbono apresentam vantagens distintas quando considerada a sua aplicabilidade como material de reforço para compósitos cimentícios de alto desempenho e resistência. Como exemplo, pode-se citar que os NTC apresentam propriedades físicas extraordinárias que podem melhorar o

comportamento mecânico geral do compósito no qual estão inseridos e que sua alta relação de aspecto pode proporcionar uma efetiva ação contra as nanofissuras, exigindo uma maior energia para a propagação das trincas na matriz. Os nanocompósitos podem auxiliar no desenvolvimento de infra-estruturas com excelentes desempenhos estruturais, alta durabilidade e capacidade multifuncional, melhorando a segurança, a manutenção e a confiabilidade das estruturas (HAN et al., 2015; KONSTA-GDOUTOS et al., 2010; MAKAR, BEAUDOIN, 2004).

De acordo com Han et al (2015), a dispersão dos nanomateriais nos compósitos cimentícios ainda é um problema crítico, sendo necessário encontrar um método mais simples, repetível em larga-escala e que consuma menos energia para distribuir os nanomateriais na matriz cimentícia. Todavia, a síntese contínua *in situ* de nanotubos e nanofibras de carbono sobre o clínquer de cimento Portland pode preencher essa lacuna.

Deste modo, considerando os limites de deformação das matrizes cimentícias e o potencial dos nanomateriais para solucionar essa insuficiência, justifica-se a investigação experimental do efeito da adição do clínquer nanoestruturado, sintetizado *in situ*, no comportamento mecânico de fratura de pastas de cimento.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo geral

Investigar, experimentalmente, o efeito da incorporação do clínquer nanoestruturado com nanotubos e nanofibras de carbono, o qual foi obtido a partir da síntese contínua *in situ*, no comportamento mecânico de fratura de pastas de cimento.

1.3.2 Objetivos específicos

- Avaliar a influência de diferentes teores de adição de nanotubos e nanofibras de carbono nas seguintes propriedades mecânicas de fratura das pastas de cimento nanoestruturadas:
 - Resistência à tração na flexão;
 - Energia de fratura;
 - Tenacidade à fratura.

- Utilizar o método de Correlação Digital de Imagem durante a aplicação do ensaio de flexão em três pontos para obter os deslocamentos dos corpos de prova.

1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho foi estruturado em seis capítulos, além das referências e apêndices. No primeiro capítulo, introdutório, apresenta-se o contexto que justifica o trabalho e seus objetivos principais.

No segundo capítulo, apresentam-se os estudos que precedem a realização da pesquisa, com a fundamentação teórica que auxilia no entendimento do desenvolvimento do trabalho e o estado da arte que aborda os materiais e as propriedades mecânicas propostas.

No terceiro capítulo, apresenta-se a estrutura metodológica da pesquisa, explicitando os materiais e os métodos de ensaios e análises que foram utilizados.

No quarto capítulo, apresentam-se os resultados que foram obtidos nos ensaios e suas respectivas discussões.

No quinto capítulo, apresentam-se as conclusões obtidas ao final da investigação experimental.

No sexto capítulo, apresentam-se as sugestões para a continuidade dos estudos acerca do tema.

Nas referências se encontram todos os artigos, livros, normas e sites consultados para poder fundamentar e executar essa pesquisa.

Por fim, os Apêndices apresentam as tabelas e gráficos elaborados para obter os resultados e complementar as análises.

2 ESTUDOS PRECEDENTES

2.1 CIMENTO PORTLAND

O cimento Portland (CP) foi desenvolvido por um construtor inglês chamado Joseph Aspdin, o qual patenteou o produto desenvolvido em 1824. Nesse período da história era comum construir na Inglaterra utilizando uma pedra encontrada em uma ilha no sul do país que se chamava Portland. Devido à semelhança na cor e na dureza entre o produto desenvolvido por Joseph Aspdin e a pedra originária dessa ilha, ele registrou o produto com esse nome em sua patente (ABCP, 2002).

Pode-se definir o cimento Portland como um aglomerante hidráulico de pó fino. Isto é, ele não só endurece através de reações com a água, mas também forma um produto resistente a água depois de endurecido (MEHTA; MONTEIRO, 1994).

2.1.1 Composição

2.1.1.1 Constituintes

O cimento Portland é constituído fundamentalmente pela cal (CaO), sílica (SiO₂), alumina (Al₂O₃), óxido de ferro (Fe₂O₃), certa proporção de óxido de magnésio (MgO) e um pequeno teor de anidrido sulfúrico (SO₃), que é adicionado após a calcinação para retardar o tempo de pega do produto. Possui também como constituintes menores: as impurezas, o óxido de sódio (Na₂O), o óxido de potássio (K₂O), o óxido de titânio (TiO₂) e outras substâncias menos importantes. Os óxidos de potássio e sódio constituem os denominados álcalis do cimento. Quando finamente pulverizada e homogeneizada e, posteriormente, submetida à ação de altas temperaturas no forno produtor do cimento, a mistura das matérias-primas, que contêm em proporções convenientes esses constituintes, formam o clínquer (BAUER, 2008).

Segundo Mehta e Monteiro (1994), durante o processo de obtenção do clínquer, que ocorre dentro do forno produtor de cimento, ocorrem reações químicas, especialmente no estado sólido, que resultam na formação dos seguintes compostos:

- Silicato tricálcico ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 = \text{C}_3\text{S}$);
- Silicato dicálcico ($2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 = \text{C}_2\text{S}$);

- Aluminato tricálcico ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 = \text{C}_3\text{A}$);
- Ferro aluminato tetracálcico ($4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 = \text{C}_4\text{AFe}$).

Para Bauer (2008), é muito importante conhecer as propriedades e as proporções desses compostos, visto que existe uma correlação entre estes e as propriedades finais do cimento e do concreto. Por exemplo, sucintamente, acerca da resistência, pode-se dizer que: o C_3S é o maior responsável pela resistência em todas as idades, principalmente até o final do primeiro mês de cura; o C_2S possui maior importância no processo de endurecimento em idades mais avançadas, sendo o maior responsável pelos ganhos de resistência após um ano ou mais; o C_3A contribui para a resistência também, especialmente no primeiro dia; e o C_4AFe não contribui significativamente para a resistência.

2.1.1.2 Matérias-primas

Segundo Bauer (2008), o cimento Portland é um produto obtido através da mistura do clínquer pulverizado e de sulfatos de cálcio em pequenas proporções. Eventualmente, pode receber a adição de certas substâncias que modificam suas propriedades ou facilitam a sua utilização.

O clínquer é um produto de natureza granulosa que tem como matérias-primas o calcário e a argila. O clínquer em pó tem a característica de desenvolver uma reação química na presença da água na qual ele, em um primeiro momento, se torna pastoso e, posteriormente, endurecido. Com isso, o clínquer é capaz de adquirir elevada resistência e durabilidade e, por consequência, é o principal componente na fabricação do cimento Portland. Junto ao clínquer, adiciona-se o sulfato de cálcio em todos os tipos de cimento também, tendo como função básica controlar o tempo de pega do clínquer moído quando misturado com água (ABCP, 2002).

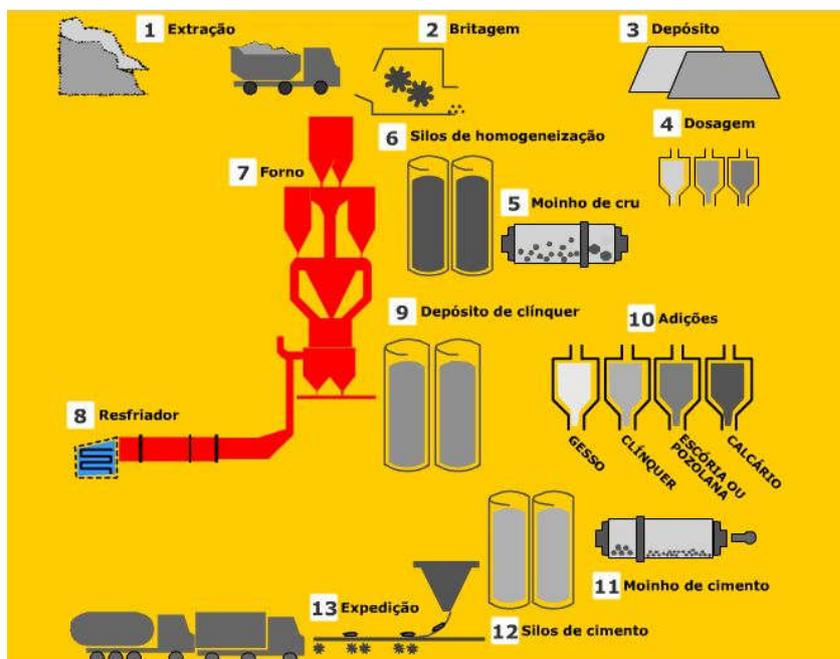
As adições são matérias-primas que quando misturadas ao clínquer durante a moagem são capazes de melhorar algumas características do cimento. As adições geram um efeito positivo na preservação do meio ambiente devido ao aproveitamento de resíduos, o qual resulta em uma diminuição da extração de matéria-prima natural.

2.1.2 Fabricação

Atualmente o cimento Portland é produzido em instalações industriais de grande porte que estão localizadas próximas às jazidas que se encontram numa situação favorável para transportar o produto acabado aos centros consumidores. A fabricação do cimento pode ser compreendida em seis operações principais: extração da matéria-prima, britagem, moagem e mistura, queima, moagem do clínquer e expedição (BAUER, 2008).

Primeiramente, a rocha calcária é britada. Em seguida, é moída e misturada em proporções adequadas com a argila moída. A mistura formada é levada ao forno e aquecida a altas temperaturas, podendo alcançar até 1450°C. Esse intenso calor transforma a mistura em clínquer, que se apresenta sob a forma de pelotas. Ao sair do forno, o clínquer ainda incandescente é bruscamente resfriado para depois ser finamente pulverizado. Em seguida, o clínquer em pó recebe as adições próprias ao cimento que se deseja fabricar e essa mistura é levada ao moinho de cimento, para produzir o produto final (ABCP, 2002). A Figura 2-1 apresenta um esquema simplificado do processo de fabricação do cimento.

Figura 2-1 – Esquema simplificado do processo de fabricação do cimento Portland (via seca).



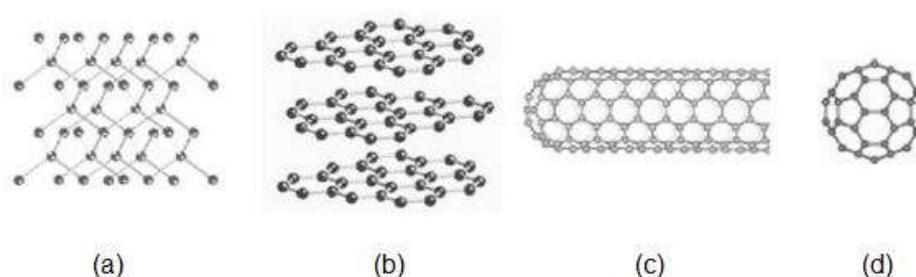
Fonte: <<http://www.abcp.org.br/cms/basico-sobre-cimento/fabricacao/fabricacao/>>. Acesso em: Janeiro de 2018.

2.2 NANOTUBOS DE CARBONO

2.2.1 Introdução

Até meados da década de 1980, acreditava-se que existiam apenas dois alótropos do carbono sólido puro, a grafite e o diamante, os quais apresentam átomos dispostos em redes por meio de ligações covalentes, porém com estruturas físicas e propriedades diferentes. No ano de 1985, um grupo de pesquisadores liderados por Richard Smalley e Robert Curl da *Rice University*, em Houston (EUA), e Harry Kroto da *University of Sussex*, na Inglaterra, sintetizaram um novo alótropo do carbono, o fulereno, molécula que se caracteriza por ser composta por átomos de carbono em um arranjo similar ao de uma bola de futebol, sendo o C_{60} sua forma mais conhecida. Essa síntese estimulou o interesse do meio científico e as investigações acerca do novo alótropo evoluíram, de modo que foi constatado, posteriormente, que os átomos do carbono podem formar longos tubos cilíndricos também. Esses tubos foram originalmente chamados de *buckytubes*, mas agora são mais conhecidos como nanotubos de carbono (SIDDIQUE; MEHTA, 2014). A Figura 2-2 apresenta representações esquemáticas de algumas das formas alotrópicas do carbono atualmente conhecidas.

Figura 2-2 – Representação esquemática das estruturas de alguns alótropos do carbono atualmente conhecidos: (a) diamante, (b) grafite, (c) nanotubos e (d) fulereno..



Fonte: Meyyappan, 2004.

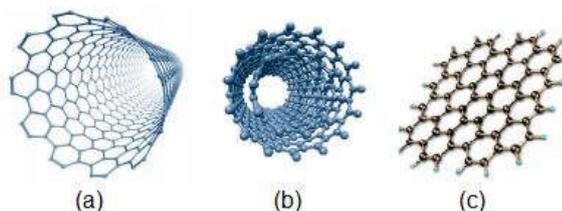
Os NTC possuem um papel importante como objetos de estudos submetidos a muitas revistas científicas em quase todos os campos de pesquisa e tecnologia. Inclusive, os créditos referentes à sua descoberta são motivo de investigação acerca do tema. Entretanto, não há dúvidas que o estudo publicado pelo japonês Sumio Iijima na revista *Nature* em 1991, gerou um impacto indubitável na área da ciência e da tecnologia, fazendo com que os NTC ganhassem foco dentro dos temas de

pesquisa da comunidade científica. Esse impacto resultou da combinação adequada de fatores muito favoráveis, tais como: uma publicação de alta qualidade, uma revista de alto impacto lida por todos os tipos de cientistas, um impulso recebido pela relação com um tema de sucesso em nível de pesquisa mundial e anteriormente publicado – no caso, os fulerenos – e um público de cientistas maduros e prontos para “surfear na onda nano” (MONTHIOUX, KUZNETSOV, 2006).

2.2.2 Definição

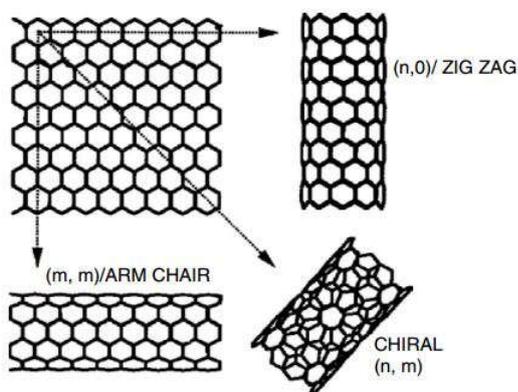
Os NTC são alótropos do carbono com uma nanoestrutura cilíndrica oca formada a partir do enrolamento de folhas de grafeno, geralmente possuindo um diâmetro nanométrico e um comprimento micrométrico. Em um primeiro momento, eles podem ser categorizados em dois grupos principais: os nanotubos de carbono de paredes simples (NTCPS) e os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM). Os NTCPS se apresentam como uma única folha de grafeno enrolada, enquanto que os NTCPM podem se constituir de vários NTCPS coaxiais, como está representado na Figura 2-3. Embora seja mais fácil produzir quantidades significativas de NTCPM do que NTCPS, suas estruturas são menos conhecidas devido à sua grande complexidade e variedade. Cada parede de um NTC é distinguida de acordo com a quiralidade da sua estrutura atômica, a qual define a direção de enrolamento da folha de grafeno para a formação dos NTC. Enrolando-se as folhas de grafeno em diferentes direções, três NTC típicos podem ser obtidos (Figura 2-4): o *zigzag*, o *armchair* e o *chiral*. Essas definições além de caracterizar uma parede de um NTC caracterizam um NTCPS como um todo, entretanto, não se pode dizer o mesmo de NTCPM, pois como esse tipo de NTC possui múltiplas paredes eles apresentam diferentes quiralidades em sua estrutura (HAN et al., 2015; IJIMA, 1991; MEYYAPPAN, 2004; SIDDIQUE, MEHTA, 2014).

Figura 2-3 – Representação esquemática da estrutura do: (a) NTCPs, (b) NTCPM e (c) do grafeno.



Fonte: Zarbin e Oliveira, 2013.

Figura 2-4 – Os três NTC típicos que podem ser obtidos a partir do enrolamento da folha de grafeno em diferentes direções: *zigzag*, *armchair* e *chiral*.



Fonte: Meyyappan, 2004.

Na prática, as estruturas dos NTC não são perfeitas, pois elas apresentam defeitos topológicos e deformações. Os defeitos aparecem quando pentágonos ou heptágonos são encontrados na rede hexagonal da folha de grafeno substituindo um hexágono, ou podem ser resultantes da presença de impurezas. Os NTCPM são mais defeituosos do que os NTCPs e isso diminui as suas desejadas propriedades. Contudo, a adição controlada de diferentes materiais e partículas podem fazer com que esses defeitos resultem em importantes características para os NTC, como a funcionalização dos mesmos para melhorar a interação com a matriz cimentícia – devido à sua hidrofobia – e a melhora nas suas propriedades mecânicas e comportamento elétrico e térmico (LUDVIG, 2012; MEYYAPPAN, 2004).

2.2.3 Propriedades

O estudo dos materiais está relacionado à geração de conhecimento básico sobre a estrutura interna, propriedades e processamento de materiais. Também possui como objetivo, compreender a natureza dos mesmos, estabelecendo

conceitos e teorias que permitam relacionar a sua estrutura com suas propriedades e comportamento (CARAM JÚNIOR, 2000). A compreensão dessas propriedades é fundamental para o entendimento de como o material pode ser aplicado, seja sozinho ou interagindo com outros materiais, buscando potencializar suas propriedades, quando matriz, ou as dos materiais com os quais interage, quando reforço. As propriedades atrativas dos NTC fazem com que eles sejam potenciais candidatos a serem utilizados numa ampla gama de aplicações, como, por exemplo, nos recipientes de hidrogênio, nos super condensadores, nos sensores moleculares e como materiais de reforço estrutural (WANG; HAN; LIU, 2013). De acordo com Han et al. (2015), os NTC possuem propriedades elétricas, térmicas e mecânicas notáveis, excelentes efeitos em escala nanométrica, baixa densidade e ótimas estabilidades química e térmica.

Em relação às propriedades mecânicas dos NTC, pode-se dizer que elas são bastante imperativas. A estrutura dos NTC é constituída da ligação sp^2 entre os carbonos e essa estrutura confere aos NTC ótima resistência à tração e módulo de elasticidade (SIDDIQUE; MEHTA, 2014; ZARBIN; OLIVEIRA, 2013). Segundo Siddique e Mehta (2014), os NTC são as fibras mais rígidas já conhecidas, possuindo um módulo de Young com valores na ordem do Terapascal (TPa) e um alongamento à falha entre 20% e 30%, que pode projetar uma resistência à tração com valores próximos a 100 Gigapascals (GPa). Por exemplo, após testar dezenove NCTPM, Yu et al. (2000) conseguiram obter resistências à tração entre 11-63 GPa e módulo de Young entre 270-950 GPa e Peng et al. (2008) ao investigar seis amostras de NTCPM obtiveram valores entre 35-110 GPa para resistências à tração e 590-1105 GPa para módulos de elasticidade. Para efeito de comparação, Siddique e Mehta (2014) citam que o aço de alta resistência possui módulo de Young por volta de 200 GPa e resistência à tração entre 1-2 GPa. Essa resistência está associada a uma rara propriedade de flexibilidade que concede aos NTC a capacidade de serem dobrados, tensionados e flexionados sob grandes tensões sem que haja destruição da sua estrutura (ZARBIN; OLIVEIRA, 2013).

Em seu trabalho de revisão sobre compósitos cimentícios multifuncionais estruturados com NTC, Han et al. (2015) investigaram algumas pesquisas e compilaram algumas propriedades representativas dos NTC, conforme pode ser observado na Tabela 2-1, a seguir.

Tabela 2-1 - Propriedades dos nanotubos de carbono

Propriedade	Nanotubos de carbono (NTC)	
	NTCPM	NTCPS
Módulo de Elasticidade (TPa)	0,3 – 1	1
Resistência (GPa)	10 – 60	50 – 500
Resistividade elétrica ($\Omega\mu\text{cm}$)	5 – 50	Não fornecido
Diâmetro (nm)	2 – 30	0,75 – 3
Comprimento (μm)	0,1 – 50	1 – 50
Área Superficial (m^2/g)	> 400	Não fornecido
Relação de Aspecto	~ 1000	Não fornecido

Fonte: Adaptado Han et al. (2015).

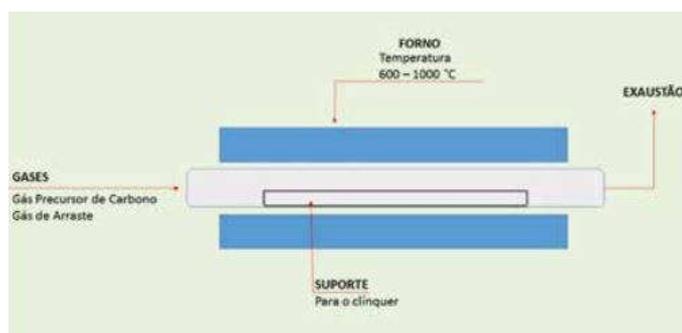
2.2.4 Síntese dos nanotubos de carbono

Atualmente, técnicas de síntese como o método de descarga por arco, ablação a laser e deposição química da fase vapor (DQV) têm sido empregadas para produzir NTC em quantidades consideráveis. Destes, o método DQV mostrou-se como o mais promissor, devido a sua relação preço/unidade (SIDDIQUE; MEHTA, 2014).

Os NTC resultantes da síntese pelos métodos de descarga por arco e ablação a laser possuem a vantagem de ter uma qualidade estrutural melhor quando comparados com os que são produtos da técnica de deposição química da fase vapor. No entanto, as restrições operacionais desses dois métodos geram limitações para se produzir os NTC em grande escala. Por exemplo, são necessárias condições de vácuo para prevenir a formação de íons indesejados na alta temperatura utilizada na descarga por arco. Tais condições operacionais são difíceis e caras para se obter em escalas maiores que a escala laboratorial. Outro ponto a ser destacado é a substituição contínua do alvo e dos eletrodos de grafite devido aos diversos ciclos de produção, situação que impede a operação de forma contínua dos dois métodos. A produção de NTC utilizando-se dessas técnicas com certo teor de pureza torna necessária a realização de etapas de purificação do produto, visto que os NTC gerados contêm impurezas como fulerenos, carbono amorfo e partículas metálicas. Essas etapas de purificação podem causar defeitos nos NTC (OLIVEIRA, B. 2009).

O método de deposição química da fase vapor demonstrou ser um método promissor para a produção em larga escala dos NTC. Com este método é possível sintetizar NTC com alta pureza utilizando uma técnica relativamente econômica. O método consiste na pirólise de hidrocarbonetos (precursor de carbono) sobre catalisadores de metal de transição apoiados num material estável a temperaturas entre 500-1000°C, conforme pode ser visto no esquema mostrado na Figura 2-5. Os NTC são gerados a partir da decomposição do hidrocarboneto. Normalmente, os hidrocarbonetos utilizados como fonte de carbono são o metano, acetileno, etileno e etanol, porém o monóxido de carbono ou hidrocarbonetos mais pesados podem ser uma alternativa. Os metais de transição mais utilizados são o cobalto, níquel, ferro ou uma combinação desses (LUDVIG, 2012; SIDDIQUE; MEHTA, 2014).

Figura 2-5 – Esquema do reator para a síntese de NTC em clínquer pelo processo de DQV.



Fonte: Souza et al. (2015).

Empregando o processo de deposição química da fase vapor, Ludvig (2012) investigou a aplicação do processo de síntese *in situ* de NTC/NFC utilizando como materiais de suporte o clínquer de cimento Portland e a sílica ativa. Além disso, como partículas catalisadoras utilizou o próprio teor de ferro contido nesses materiais ou adicionou resíduos da siderurgia, como a carepa de laminação de aço e o pó de aciaria. Como precursor de carbono utilizou o etileno ou o acetileno com auxílio de um gás de arraste (nitrogênio ou argônio). Todo o processo foi conduzido em um forno estacionário (Figura 2-6). A adição de resíduos siderúrgicos ao clínquer resultou no crescimento dos NTC/NFC com as melhores morfologias, enquanto que a utilização da sílica ativa como material de apoio resultou nas maiores quantidades produzidas. A síntese *in situ* dos NTC/NFC empregando o método DQV foi um sucesso, se afirmando como um processo menos complexo e mais barato do que as

sínteses de alta qualidade. Entre os seus resultados, destaca-se a obtenção do clínquer de cimento Portland nanoestruturado com NTC/NFC.

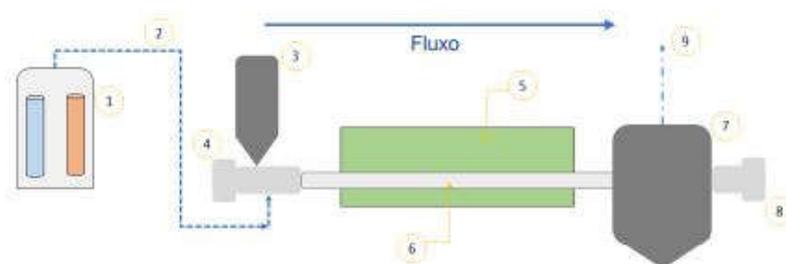
Figura 2-6 – Forno estacionário utilizado por Ludvig (2012).



Fonte: Ludvig (2012).

Também baseado na técnica de deposição química da fase vapor, Souza, T. (2015) estudou um processo diferente de síntese de NTC diretamente sobre o clínquer, denominado síntese em sistema contínuo. Esse sistema se constitui num reator que possui: um silo para armazenar o insumo utilizado (clínquer mais catalisador), um forno elétrico, um tubo rotativo para conduzir os insumos durante o processo e um silo de armazenamento do produto final. A estrutura que compõe a produção ainda conta uma central que permite o controle dos gases precursores utilizados no processo, um sistema de exaustão dos gases após a síntese e um sistema de segurança que propicia uma atmosfera redutora e segura, conforme esquema ilustrativo apresentado na Figura 2-7 a seguir.

Figura 2-7 – Esquema ilustrativo com as principais partes do reator para o processo de síntese contínua.



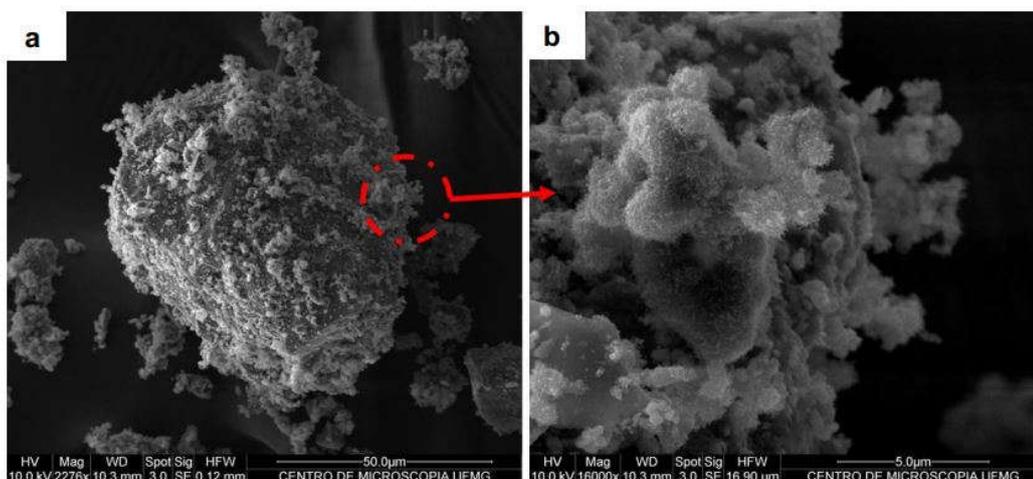
Fonte: Souza, T. (2015).

Segundo Souza, T. (2015), na Figura 2-7, os itens numerados referem-se a:

1. Central de gases;
2. Tubulação de condução dos gases até o ponto de alimentação do reator;
3. Silo para armazenar o clínquer e o catalisador;
4. Motor com controle de rotação e sistema parafuso condutor de pó;
5. Forno elétrico com controle de temperatura;
6. Tubo de quartzo para condução do clínquer;
7. Silo para armazenamento e coleta do material produzido (clínquer nanoestruturado);
8. Motor com controle de rotação que gira o tubo de quartzo;
9. Sistema de exaustão dos gases após o processo.

Em sua investigação, Souza, T. (2015) utilizou como gases precursores o acetileno e o argônio, uma temperatura de síntese entre 600-750°C e o ferro como catalisador. O autor concluiu que os resultados da síntese contínua de NTC sobre o clínquer de cimento Portland apresentou potencial e viabilidade para que o produto final seja produzido em escala industrial. A Figura 2-8 a seguir apresenta o clínquer nanoestruturado com NTC obtido por Souza, T. (2015).

Figura 2-8 – Imagens do clínquer com NTC obtidas pela microscopia eletrônica de varredura: (a) partícula de clínquer com NTC dispersos sobre a superfície e (b) partícula de clínquer com NTC dispersos uniformemente nas pontas.



Fonte: Souza, T. (2015).

A diferença básica dos trabalhos desenvolvidos por Ludvig (2012) e Souza, T. (2015) está no reator utilizado. No primeiro, fez-se uso de um reator estático para acomodar o clínquer utilizado, resultando num processo manual de fabricação. No segundo fez-se uso de uma aparelhagem que permite uma alimentação automatizada do tubo rotativo, o qual conduz o material pela zona de síntese dentro do forno elétrico e depois para o silo de armazenamento. Ressalta-se, também, que dentro de um mesmo período de tempo a quantidade de clínquer nanoestruturado produzido pelo sistema contínuo é maior que a quantidade produzida pelo sistema com forno estacionário.

2.2.5 Aplicações

Atualmente, a busca pela literatura que aborda os nanotubos de carbono evidencia o potencial e a ampla variedade de aplicações do produto. Os NTC podem ser aplicados em diversas áreas, tais como o setor energético, a medicina, o meio ambiente, a eletrônica e as engenharias.

Em seu artigo, Zarbin e Oliveira (2013) levantaram algumas aplicações dos NTC em diversas áreas. Por exemplo, a utilização de NTCPM permite o aumento da condutividade elétrica e da resistência mecânica em baterias de íons-lítio, muito utilizadas em notebooks e celulares, aumentando o ciclo de vida das mesmas. Os NTC podem ser utilizados na preparação de eletrodos transparentes condutores que serão empregados na produção de *touchscreens*, *LED's* e células solares flexíveis. Também podem ser empregados nos filtros e membranas utilizados em processos de purificação e descontaminação de águas.

Conforme mencionado no item 2.2.3, os nanotubos de carbono possuem propriedades mecânicas notáveis e muito imperativas. Em relação a esse ótimo comportamento mecânico, Siddique e Mehta (2014) destacam que a mais importante aplicação dos NTC será na sua utilização para reforçar os materiais compósitos. Por exemplo, uma das maiores possibilidades de aplicação dos NTCPM se encontra na sua inserção em matrizes poliméricas, propiciando aumento de resistência mecânica e química, condutividade elétrica e propriedades térmicas (ZARBIN; OLIVEIRA, 2013).

Os NTC também possuem um ótimo potencial de aplicações em matrizes cimentícias, atuando como um nanoreforço. Alguns pesquisadores mostraram que os NTC podem preencher os vazios que ocorrem durante o processo de produção desses materiais, pois a sua inserção na fabricação do material cimentício pode inibir a propagação das trincas que são causadas pela entrada de água nesses vazios. Devido às suas excelentes propriedades intrínsecas e o seu potencial de combinação com outros materiais, a aplicação dos NTC pode melhorar as propriedades mecânicas, funcionais e a durabilidade dos compósitos cimentícios (HAN et al., 2015).

2.3 COMPÓSITOS DE CIMENTO NANOESTRUTURADOS

É importante ressaltar que os NTC se aglomeram com facilidade devido à sua alta energia superficial específica. Por isso, são necessários métodos efetivos para dispersar os NTC nas matrizes cimentícias, objetivando aproveitar ao máximo o efeito que os NTC podem gerar nessas matrizes. Para resolver esses desafios, alguns pesquisadores realizaram muitos estudos e obtiveram métodos eficazes, como a dispersão física (incluindo dispersão de alta velocidade e ultrassônica), a dispersão química (alterando a superfície dos NTC abordando modificações covalentes ou não-covalentes) e a combinação entre os dois métodos. Contudo, esses métodos possuem desvantagens como o alto consumo de energia e a diminuição da razão de aspecto dos NTC. Atualmente, uma abordagem para dispersar de maneira mais eficiente os NTC em matrizes de cimento é o crescimento *in situ* dos NTC em partículas de cimento ou de adições minerais (SUN et al., 2015), conforme exemplificado no item 2.2.4, através de uma síntese dos NTC sobre o clínquer de cimento Portland.

Devido às excelentes propriedades mecânicas dos NTC, algumas tentativas de incorporação desse material em matrizes cimentícias foram realizadas, objetivando avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios gerados. Nos subitens a seguir algumas propriedades mecânicas que já foram investigadas serão apresentadas. Cada propriedade será apresentada considerando-se dois tipos de dispersão dos nanomateriais nas matrizes cimentícias: os compósitos resultantes das misturas físicas e os resultantes das sínteses *in situ*.

2.3.1 Resistência à compressão

Uma das propriedades mecânicas avaliadas foi a resistência à compressão, que é a capacidade de um material ou estrutura de suportar carregamentos. Geralmente, a resistência à compressão é obtida experimentalmente aplicando-se um teste de compressão no qual um carregamento uniaxial é aplicado sobre o corpo de prova até a sua falha e a máxima resistência à compressão desse corpo de prova é o valor atingido quando ele falha completamente (SIDDIQUE; MEHTA, 2014).

2.3.1.1 Mistura física

Danoglidis et al. (2016) investigaram a resistência à compressão aos 28 dias de uma argamassa de referência e de quatro argamassas reforçadas com NTCPM. As incorporações de NTCPM em relação ao peso do cimento foram de 0,08%, 0,10%, 0,30% e 0,50%. Os pesquisadores observaram que houve um pequeno ganho de resistência à compressão – variando de 6,0% a 11,0% - em relação à argamassa de referência, no qual o maior ganho foi obtido através da incorporação de 0,50% de NTC à matriz cimentícia.

Hu et al. (2014) avaliaram a resistência a compressão de pastas de cimento nanoestruturadas com 0,10% e 0,05% de NTCPM em relação ao peso do cimento. Ao compararem os resultados obtidos aos 28 dias de idade entre a pasta de cimento de referência e as pastas de cimento nanoestruturadas verificaram que não ocorreram acréscimos significativos na resistência à compressão.

2.3.1.2 Síntese *in situ*

Ludvig (2012) analisou a resistência à compressão de argamassas produzidas utilizando o clínquer nanoestruturado com NTC/NFC em um teor de 0,30% em relação ao peso do cimento. O autor realizou os ensaios de compressão aos 28 dias de idade e os corpos de prova eram cúbicos (40 x 40 x 40 mm³). Segundo o pesquisador, as argamassas nanoestruturadas apresentaram um ganho de 43,0% na resistência à compressão em relação às argamassas de referência.

Paula (2014) investigou a resistência à compressão de pastas de cimento Classe G nanoestruturadas aos 7 e aos 28 dias de idade, utilizando corpos de prova cilíndricos de 25,4 mm de diâmetro e 50,8 mm de altura. A pesquisadora produziu

pastas de cimento com 0,10% e 0,30% de NTC inteiros e picotados, além das pastas de cimento referência. Aos 7 dias de idade as pastas com 0,10% de NTC inteiros alcançaram o melhor resultado, registrando ganho de 8%. Aos 28 dias de idade as pastas com 0,10% de NTC picotados registraram o maior ganho, sendo este de 23%.

Souza, T. (2015) investigou a resistência à compressão de pastas de cimento nanoestruturadas com teores de 0,10% e 0,30% de NTC em relação ao peso do cimento. As amostras foram cilíndricas e possuíam 26 mm de diâmetro e 51 mm de altura. Os ensaios realizados aos 28 dias de idade mostraram que as pastas de cimento apresentaram ganhos de 13,7% (para 0,1% de NTC) e 12,5% (para 0,3% de NTC).

2.3.2 Resistência à tração na flexão

De acordo com Siddique e Mehta (2014), a resistência à tração na flexão é um parâmetro mecânico para materiais frágeis e se define como a capacidade do material de resistir às deformações quando submetido a carregamentos. Quando um objeto formado por um material é curvado, ele experimenta uma série de tensões em toda a sua profundidade. A maioria dos materiais submetidos a esse tipo de situação falha por tensões de tração antes de falharem por tensões de compressão. Comumente utiliza-se a denominação de resistência à flexão também, a qual representa o valor máximo de tensão de tração que pode ser mantido antes do material falhar.

2.3.2.1 Mistura física

Danoglidis et al. (2016) utilizaram o teste de flexão em três pontos para avaliar a resistência à tração na flexão de amostras de argamassas nanoestruturadas com NTCPM. Os ensaios foram realizados em cinco tipos de amostras diferentes, das quais quatro amostras foram reforçadas, variando-se a quantidade de NTCPM em 0,08%, 0,10%, 0,30% e 0,50% em relação ao peso do cimento, e uma amostra de referência foi produzida sem reforço. As argamassas nanoestruturadas apresentaram uma resistência à flexão maior do que a argamassa de referência em todas as três idades consideradas (3, 7 e 28 dias). Aos 28 dias, os maiores ganhos de resistência à flexão ocorreram com os menores acréscimos de

NTCPM, sendo 73,0% para a amostra com 0,08% e 87,0% para a amostra com 0,10%.

Konsta-Gdoutos et al. (2010) investigaram a resistência à flexão de pastas de cimento reforçadas com dois NTCPM diferentes, os curtos e os longos, em diversos teores de adição em relação ao peso do cimento. Os corpos de prova prismáticos e entalhados foram submetidos ao ensaio de flexão em três pontos nas idades de 3, 7 e 28 dias. Para os NTCPM longos, utilizaram uma pasta de cimento referência, e três teores de adição em relação ao peso do cimento: 0,025%, 0,048% e 0,080%. Para os curtos, utilizaram a pasta de cimento referência e três teores de adição também: 0,048%, 0,080% e 0,100%. Em todos os casos, as amostras reforçadas apresentaram um comportamento mecânico melhor que a pasta de cimento referência, sendo que as pastas com 0,080% de NTCPM curtos e as pastas com 0,025% e 0,048% de NTCPM longos apresentaram os melhores comportamentos mecânicos aos 28 dias de idade.

2.3.2.2 Síntese *in situ*

Ludvig (2012) investigou a resistência à tração na flexão de argamassas de cimento nanoestruturado com NTC/NFC em um teor 0,30% em relação ao peso do cimento. As formulações utilizadas se diferenciavam em relação aos aditivos utilizados, objetivando analisar a influência dos mesmos nas argamassas. Os corpos de provas possuíam 25x25x150 mm³ como dimensões e foram ensaiados aos 7 e 28 dias de idade no teste de flexão em três pontos. As argamassas com os melhores resultados possuíam o lignosulfonato como aditivo e apresentaram ganhos de 15% na resistência à tração aos 28 dias de idade.

Apesar de Paula (2014) e Souza, T. (2015) terem avaliado a resistência à tração de pastas de cimento nanoestruturadas com NTC a partir do ensaio de tração por compressão diametral, suas investigações foram incluídas nesse item porque as pastas foram fabricadas com clínquer nanoestruturado a partir da síntese *in situ* e, portanto, fornecem informação de relevância acerca da influência dos NTC na resistência à tração das pastas de cimento.

Paula (2014) investigou pastas de cimento produzidas com clínquer nanoestruturado e cimento de Classe G utilizando teores de adição de 0,10% e

0,30% de dois tipos de NTC, os inteiros e os picotados. Aplicando o ensaio de tração por compressão diametral aos 7 e aos 28 dias de idade, a pesquisadora verificou que todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos de resistência à tração em relação à pasta de cimento referência. Aos 7 dias de idade o maior ganho foi de 31% para a pasta cimento contendo 0,10% de NTC picotados e aos 28 dias o maior ganho foi de 65% para a pasta de cimento contendo 0,10% de NTC inteiros.

Souza, T. (2015) utilizou teores de 0,10% e 0,30% de NTC em relação ao peso do cimento e uma pasta de referência. Utilizando o ensaio de compressão diametral das amostras cilíndricas com idades de 7 e 28 dias, o pesquisador verificou ganhos de 25,9% (para 0,10% de NTC) e 10,7% (para 0,30% de NTC) na resistência à tração.

2.3.3 Energia de fratura

Segundo Zhao et al. (2008), a energia de fratura é um parâmetro de fratura fundamental que representa a resistência à fissuração dos materiais cimentícios e que, geralmente, é considerada uma propriedade do material nas análises de mecânica da fratura do concreto. No entanto, Zhao et al. (2008) também destaca que há controvérsias do quanto (ou não) a energia de fratura é dependente do tamanho do corpo de prova.

2.3.3.1 Mistura física

Hu et al. (2014) investigaram a energia de fratura de pastas de cimento contendo 0,05% e 0,10% de NTCPM, em relação ao peso do cimento. Utilizando corpos de prova de 40 x 40 x 160 mm³ com entalhe, os pesquisadores concluíram que os corpos de prova tiveram, respectivamente, 21% e 26% de ganhos de energia de fratura aos 28 dias de idade em comparação à pasta referência.

Danoglidis et al. (2016), investigaram a energia de fratura de argamassas nanoestruturadas produzidas em corpos de prova de 20 x 20 x 80 mm³. Utilizando teores de adição de NTCPM de 0,08%, 0,10%, 0,30% e 0,50%, em relação ao peso do cimento, os pesquisadores observaram ganhos de 80%, 83%, 70% e 56% em relação à pasta referência, respectivamente.

Wang et al. (2013) investigaram a energia de fratura de corpos de prova de pastas de cimento nanoestruturadas com medidas de 40x40x160 mm³. As adições de NTCPM utilizadas pelos autores da investigação foram de 0,05%, 0,08%, 0,10%, 0,12% e 0,15% em relação ao peso do cimento. Aos 28 dias de idade, os pesquisadores constataram ganhos de 4,8%, 501%, 347%, 191% e 34%, em relação à pasta referência, respectivamente.

2.3.3.2 Síntese *in situ*

Em sua pesquisa experimental, Ludvig et al. (2015) investigaram a energia de fratura de pastas de cimento contendo 0,10% de nanotubos e nanofibras de carbono em relação ao peso do cimento. Após o ensaio de flexão em três pontos nos corpos de prova de 40x40x40mm³, os pesquisadores constataram que as pastas nanoestruturadas tiveram um ganho de 34% em relação às pastas sem adição de nanomateriais.

A Tabela 2-2 e a Tabela 2-3 apresentam, de maneira sucinta, as informações supracitadas e outras extraídas das mesmas fontes durante a leitura do estado da arte. A primeira tabela diz respeito aos trabalhos envolvendo os compósitos cimentícios gerados a partir da mistura física e a segunda tabela os compósitos gerados a partir da síntese *in situ*.

Tabela 2-2 – Ganhos de propriedades mecânicas, em relação às amostras de referência, dos compósitos obtidos a partir da mistura física dos nanotubos de carbono na matriz cimentícia.

Pesquisadores	Teores de NTC (%)	Diâmetro dos NTC (nm)	Comprimento dos NTC (μm)	Material Cimentício Ensaiado	Idade dos corpos de prova (dias)	Ganhos obtidos (%) em relação às amostras de referência			
						Resistência à Tração	Energia de Fratura	Tenacidade à Fratura	Resistência à Compressão
Danoglidis et al. (2016)	0,08 – 0,50	20 – 45	≥ 10	Argamassa	28 dias	46 – 73%	56 – 83%	-	6 – 11%
Hu et al. (2014)	0,05 e 0,10	10 – 20	20 – 30	Pasta	28 dias	-	21 e 26%	6 e 9%	Sem ganho
Konsta-Gdoutos et al. (2010)	0,048 – 0,10	20 – 40	10 – 30	Pasta	7 dias	19 – 35%	-	-	-
Konsta-Gdoutos et al. (2010)	0,048 – 0,10	20 – 40	10 – 30	Pasta	28 dias	17 – 37%	-	-	-
Konsta-Gdoutos et al. (2010)	0,048 – 0,10	20 – 40	10 – 100	Pasta	7 dias	8 – 24%	-	-	-
Konsta-Gdoutos et al. (2010)	0,048 – 0,10	20 – 40	10 – 100	Pasta	28 dias	9 – 25%	-	-	-
Wang et al. (2013)	0,05 – 0,15	20 – 40	5 – 15	Pasta	28 dias	-	4 – 501%	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor, 2018, através das informações extraídas dos trabalhos lidos e citados neste item.

Tabela 2-3 – Ganhos de propriedades mecânicas, em relação às amostras de referência, dos compósitos obtidos a partir da síntese *in situ* de nanotubos e nanofibras de carbono sobre o clínquer de cimento Portland.

Pesquisadores	Teores de NTC (%)	Diâmetro dos NTC (nm)	Comprimento dos NTC (μm)	Material Cimentício Ensaiado	Idade dos corpos de prova (dias)	Ganhos obtidos (%) em relação às amostras de referência			
						Resistência à Tração	Energia de Fratura	Tenacidade à Fratura	Resistência à Compressão
Ludvig (2012)	0,30	80 – 120	~10	Argamassa	28 dias	15%	-	-	43%
Ludvig et al. (2015)	0,10	Não fornecido	Não fornecido	Pasta	28 dias	-	34%	6%	-
Paula (2014)	0,10	50 – 80	Não fornecido	Pasta	7 dias	28 e 31%*	-	-	2 e 8%
Paula (2014)	0,10	50 – 80	Não fornecido	Pasta	28 dias	56 e 65%*	-	-	16 e 23%
Paula (2014)	0,30	50 – 80	Não fornecido	Pasta	7 dias	17 e 21%*	-	-	-
Paula (2014)	0,30	50 – 80	Não fornecido	Pasta	28 dias	45 e 55%*	-	-	16 e 20%
Souza, T. (2015)	0,10	21 – 45	Não fornecido	Pasta	7 dias	25,9%*	-	-	13,7%
Souza, T. (2015)	0,30	21 – 45	Não fornecido	Pasta	28 dias	10,7%*	-	-	12,5%

Fonte: Elaborado pelo autor, 2018, através das informações extraídas dos trabalhos lidos e citados neste item.

Nota: *ensaio de compressão diametral.

2.4 COMPORTAMENTOS MECÂNICOS NA FRATURA

A fratura simples pode ser definida como a separação de um corpo em duas ou mais partes em resposta à aplicação de uma tensão de natureza estática, isto é, que é constante ou que possui uma variação lenta ao longo do tempo. A tensão aplicada pode ser proveniente da tração, compressão, cisalhamento ou torção. Para os materiais de engenharia, são possíveis dois tipos de fratura, a dúctil e a frágil, as quais envolvem a formação e a propagação de trincas. Na fratura dúctil existirá uma evidência de deformação plástica generalizada na superfície da fratura, com trincas estáveis e uma fratura não catastrófica. No caso das fraturas frágeis, não há nenhuma deformação apreciável e as trincas se propagam rapidamente (CALLISTER, 2008). A fratura frágil é uma característica dos materiais cerâmicos e limitam a sua aplicabilidade devido à fratura catastrófica que pode ocorrer, a qual é resultante da sua baixa capacidade de absorção de energia.

De acordo com Callister (2008), as resistências às fraturas que são medidas para a maioria dos materiais considerados frágeis são expressivamente menores do que as resistências teóricas calculadas com base nas energias de ligações atômicas. Para o autor, essa discrepância entre os valores é explicada em função dos defeitos ou trincas microscópicas que sempre existem em condições normais na superfície e no interior do corpo dos materiais, os quais representam um fator negativo para a resistência à fratura, pois propiciam o aumento ou concentração de uma tensão aplicada nas suas extremidades.

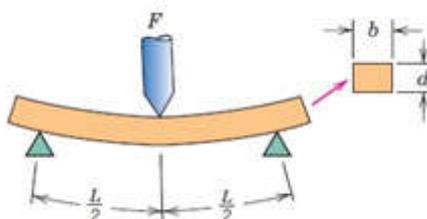
A análise da falha de materiais estruturais com defeitos preexistentes é denominada mecânica da fratura. Essa área de estudo permite a quantificação das relações entre as propriedades dos materiais, o nível de tensão, a presença de defeitos geradores de trinca e os mecanismos de propagação de trincas (CALLISTER, 2008; SHACKELFORD, 2010).

2.4.1 O ensaio de flexão em três pontos para o cálculo das propriedades mecânicas de fratura

Geralmente, o comportamento tensão-deformação dos materiais frágeis não é avaliado a partir de um ensaio de tração cuja carga é aplicada de modo axial ao longo do eixo maior do corpo de prova. Dessa forma, é empregado um ensaio de

flexão transversal, no qual o corpo de prova na forma de prisma ou cilindro é flexionado até a fratura, utilizando um método de carregamento de três ou quatro pontos (CALLISTER, 2008). Na Figura 2-9 apresenta-se um desenho esquemático do ensaio de flexão em três pontos. Nesse ensaio, a superfície superior do corpo de prova está submetida a um estado de compressão, enquanto a superfície inferior está submetida a um estado de tração. Como os limites de resistência à tração dos materiais cerâmicos são muito inferiores aos limites de resistência à compressão e o ponto de fratura está localizado na face do corpo de prova que está submetida à tração, o ensaio de flexão se caracteriza como um substituto razoável para o ensaio de tração comum (CALLISTER, 2008; SHACKELFORD, 2010).

Figura 2-9 – Desenho esquemático de um ensaio de flexão em três pontos, no qual uma força F é aplicada no centro do corpo de prova prismático que está sobre dois apoios.



Fonte: Adaptado Callister (2008).

As propriedades mecânicas discutidas para os metais são igualmente importantes para as cerâmicas que são utilizadas em aplicações estruturais. Assim sendo, a partir da realização do ensaio de flexão em três pontos, pode-se avaliar, entre outras propriedades, a resistência à flexão, a tenacidade à fratura e a energia de fratura.

2.4.1.1 Resistência à flexão

De acordo com Callister (2008) e Shackelford (2010), ao empregar o ensaio de flexão em três pontos sobre um corpo de prova, a tensão no momento de fratura é chamada de resistência à flexão, módulo de ruptura, resistência à fratura, ou resistência à tração na flexão. Essa tensão se caracteriza como um parâmetro mecânico importante para os materiais cerâmicos frágeis e pode ser calculada aplicando a seguinte expressão:

$$\sigma = \frac{Mc}{I} \quad (2.1)$$

Onde:

σ = tensão;

M = momento fletor máximo;

c = distância do centro do corpo de prova até as fibras mais externas;

I = momento de inércia da seção transversal.

Entretanto, considerando o caso específico de um prisma, o qual possui seção transversal retangular, sendo submetido ao ensaio de flexão em três pontos, a resistência à flexão é igual a:

$$\sigma_f = \frac{3P_{m\acute{a}x}L}{2bh^2} \quad (2.2)^1$$

Onde:

σ_f = resistência à flexão;

P = força máxima no momento da fratura;

L = vão útil no ensaio;

b = base da seção transversal;

h = altura da seção transversal.

Contudo, ressalta-se que, se o ensaio de flexão em três pontos é aplicado a um corpo de prova em forma de prisma no qual um entalhe foi realizado no meio do seu vão útil, a expressão 2.2 acima é alterada no denominador, ficando da seguinte forma:

$$\sigma_f = \frac{3P_{m\acute{a}x}L}{2b(h-a)^2} \quad (2.3)^2$$

Onde:

P = força máxima no momento da fratura;

L = vão útil no ensaio;

b = base da seção transversal;

h = altura da seção transversal;

¹ Callister (2008) e Shackelford (2010).

² Danoglidis et al. (2016).

a = altura do entalhe.

2.4.1.2 Tenacidade à fratura

Segundo Shackelford (2010), a tenacidade à fratura é o parâmetro mais utilizado pela mecânica da fratura e representa um fator de concentração de tensões que possui um valor crítico no qual uma trinca presente no material pode produzir uma falha catastrófica quando este material é submetido a um carregamento uniaxial. Para Callister (2008), a tenacidade à fratura é uma propriedade mecânica que mede a resistência de um material a uma fratura frágil quando uma trinca está presente.

A tenacidade à fratura é representada pelo símbolo K_{IC} . O índice subscrito I , isto é, o número romano um, indica que, neste caso, a tenacidade à fratura se aplica ao modo I de deslocamento de trincas, conforme ilustrado na Figura 2-10. Este modo de fratura pode ser obtido para corpos de prova prismáticos quando se aplica o ensaio de flexão em três pontos para essas amostras. Já o índice subscrito C representa o conceito de crítico. Geralmente, a expressão abaixo é a utilizada para calcular a tenacidade à fratura. Ressalta-se que a tenacidade à fratura não possui uma unidade muito usual, sendo frequentemente, utilizada a unidade de $MPa\sqrt{m}$. (CALLISTER, 2008; SHACKELFORD, 2010).

$$K_{IC} = Y\sigma_f\sqrt{\pi a} \quad (2.4)^3$$

Onde:

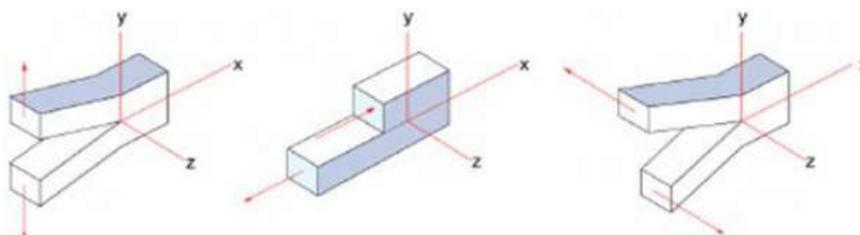
Y = fator geométrico adimensional que depende tanto do tamanho quanto da geometria da trinca e da amostra;

σ_f = tensão aplicada no momento da fratura;

a = comprimento de uma trinca superficial ou a metade do comprimento de uma trinca interna (Figura 2-11).

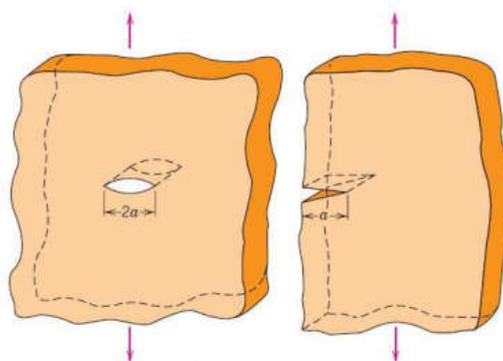
³ Callister (2008) e Shackelford (2010).

Figura 2-10 – Modos de deslocamento de trincas. Da esquerda para a direita: Modo I – de tração; Modo II – de deslizamento; Modo III – de rasgamento.



Fonte: <<http://slideplayer.com.br/slide/3275507/>>. Acesso em: Janeiro de 2018.

Figura 2-11 – Demonstração das situações de trincas que podem ser abordadas na equação de tenacidade à fratura. Na placa da esquerda considera-se a metade do comprimento da trinca interna e na placa da direita considera-se o comprimento total da trinca superficial.



Fonte: <<http://sites.poli.usp.br/d/pmr2202/arquivos/aulas/PMR2202-AULA%20E2.PDF>>. Acesso em Janeiro de 2018.

Callister (2008) e Shackelford (2010) destacam a importância em se conhecer os valores de tenacidade à fratura dos materiais definindo-a como uma propriedade fundamental no estudo da mecânica da fratura dos materiais. Por exemplo, supondo-se que o valor do fator geométrico adimensional tenha sido calculado, a tenacidade à fratura, a tensão imposta ao material e o tamanho do defeito são as três variáveis que devem ser consideradas em relação à possibilidade de fratura de um componente estrutural. Portanto, ao se restringir, por exemplo, a tenacidade à fratura e magnitude do defeito, pode-se calcular a tensão crítica no projeto. Como segunda possibilidade, pode-se restringir a tenacidade à fratura e o nível de tensão e, então, o tamanho máximo admissível para um defeito no componente estrutural pode ser calculado.

2.4.1.3 Energia de Fratura

Para Danoglidis et al. (2016), a energia de fratura representa a quantidade de energia requerida pelos materiais cimentícios para que eles falhem. De acordo com RILEM 50-FMC (1985), a energia de fratura do concreto pode ser calculada através da obtenção da área abaixo da curva carga-deslocamento Figura 2-12 que é obtida no ensaio de flexão em três pontos e da aplicação da seguinte equação:

$$G_f = \frac{W_0 + mg\delta_0}{b(h - a)} \quad (2.5)^4$$

Onde:

G_f = Energia de fratura;

W_0 = área abaixo da curva carga-deslocamento;

$m = m_1 + m_2$, onde m_1 é massa do corpo de prova entre os suportes e m_2 é a massa da parte do dispositivo de carregamento que não está conectado à máquina e que segue o corpo de prova durante a falha;

g = aceleração da gravidade;

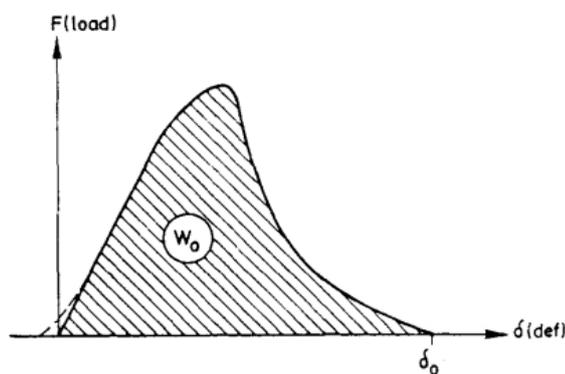
δ_0 = deslocamento no ponto final de falha do corpo de prova;

b = base da seção transversal;

h = altura da seção transversal;

a = altura do entalhe.

Figura 2-12 – Indicação da área abaixo da curva carga-deslocamento obtida no ensaio de flexão em três pontos.



Fonte: RILEM 50-FMC (1985).

⁴ RILEM 50-FMC (1985)

2.5 MÉTODO DE CORRELAÇÃO DIGITAL DE IMAGEM (CDI)

A utilização do método de Correlação Digital de Imagem (CDI) para determinar a superfície de deformação de amostras ensaiadas começou a partir dos anos 80, sendo desenvolvida por um grupo de pesquisa da Universidade da Carolina do Sul, nos Estados Unidos. Desde então, a técnica tem sido aperfeiçoada por muitos pesquisadores que buscam melhorar a resolução e a precisão do método (PAN et al, 2009; YONEYAMA; MURASAWA, 2009).

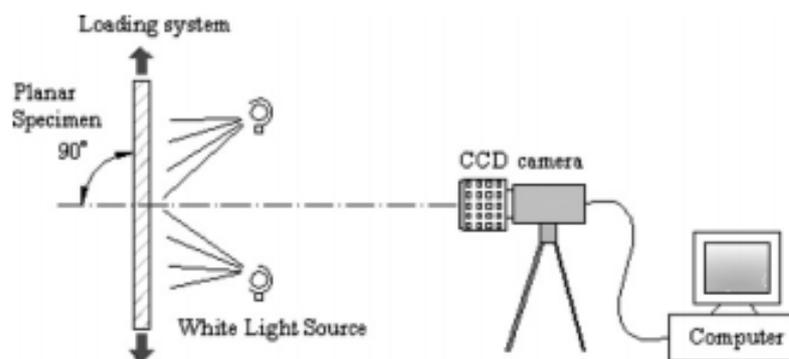
Pode-se definir o sistema de CDI como uma técnica de medição de deformações baseada em um processamento de imagens digitais e computação numérica. Essa medição ocorre ao se comparar as imagens digitais da superfície da amostra no estado não-deformado com as do estado deformado (PAN et al, 2008; PAN et al, 2009; YONEYAMA; MURASAWA, 2009).

De acordo com Pan et al. (2009) e Yoneyama e Murasawa (2009), a implementação do método de CDI compreende três etapas em sequência: (a) preparação das amostras e do experimento; (b) captura e gravação das imagens da superfície plana da amostra durante o ensaio; e (c) processamento das imagens capturadas usando um *software* para obter as informações de deslocamento e deformações desejadas.

A Figura 2-13 apresenta uma ilustração esquemática de uma típica configuração experimental usando um dispositivo de imagem ótica para aplicação do método de CDI. As imagens da superfície plana do objeto em observação são capturadas pela câmera durante o ensaio. Em seguida, as imagens são adicionadas ao *software* responsável pela correlação das imagens para detectar os deslocamentos ocasionados na superfície após os carregamentos. Essa detecção ocorre através da busca por pontos coincidentes que, possivelmente, trocaram de posição de uma imagem para a outra. Como é praticamente impossível procurar pontos coincidentes usando um único pixel, define-se uma área com múltiplos pixels para executar esse processo de busca. Esses pequenos subconjuntos de pixels são distinguidos de uma imagem para a outra através da aplicação de um padrão aleatório em nível de cinza na superfície em análise, conforme pode ser visto na Figura 2-14. Uma vez que a localização desse subconjunto na imagem deformada é

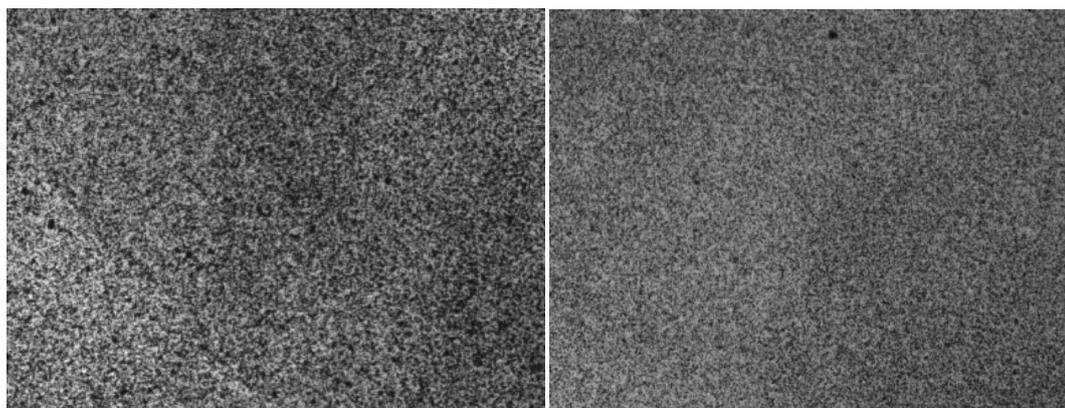
encontrada, seu deslocamento é determinado pelo *software*, conforme ilustra a Figura 2-15 (PAN et al., 2009; YONEYAMA; MURASAWA, 2009).

Figura 2-13 – Sistema típico de captura de imagens para utilização do método de CDI.



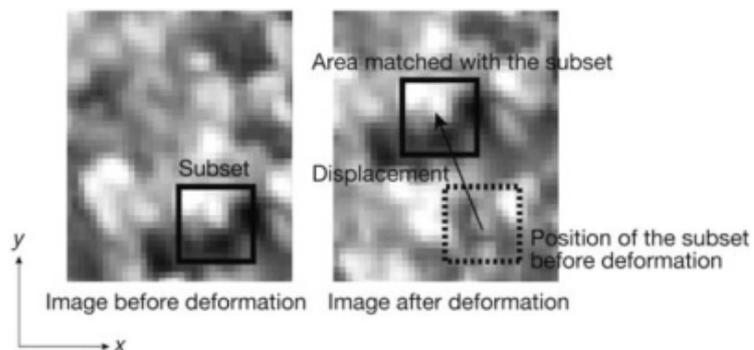
Fonte: Pan et al. (2009).

Figura 2-14 – Exemplos de padrão aleatório em nível de cinza para superfícies que serão analisadas pelo método de CDI.



Fonte: Fotografia produzida pelo autor (2018).

Figura 2-15 – Ilustração da detecção de subconjuntos de pixels coincidentes para cálculo do deslocamento.



Fonte: Yoneyama e Murasawa (2009).

Nota: À esquerda (imagem antes da deformação): subconjunto de pixels selecionado. À direita (imagem depois da deformação): subconjunto de pixels selecionado na imagem anterior encontrado em outra posição na superfície e indicação do vetor deslocamento.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este estudo consiste numa pesquisa de natureza aplicada, com abordagem quantitativa e objetivo explicativo, no qual se adota procedimentos técnicos bibliográficos e experimentais para o desenvolvimento do trabalho (SILVA; MENEZES, 2005; KAUARK et al., 2010).

A metodologia de trabalho pode ser dividida em quatro etapas principais. A primeira etapa abrange a definição dos materiais que serão utilizados, as formulações e os procedimentos para a produção das pastas de cimento que serão fabricadas. A segunda etapa compreende a realização do ensaio de flexão em três pontos. A terceira etapa envolve a obtenção e o tratamento dos dados para calcular as propriedades mecânicas de fratura e a última etapa abrange o cálculo dessas propriedades. Essas etapas estão descritas detalhadamente nos itens a seguir.

3.1 MATERIAIS

O objeto de estudo dessa pesquisa experimental são pastas de cimento Portland produzidas com nanotubos e nanofibras de carbono. Os materiais que compõem as pastas nanoestruturadas estão descritos abaixo.

3.1.1 Composição da pasta

3.1.1.1 Cimento Portland CPV-ARI

O cimento Portland CPV-ARI (CPV) é regulamentado pela norma brasileira NBR 5733 (1991), a qual apresenta que o teor de clínquer mais sulfatos de cálcio varia de 100-95% do total de massa do cimento produzido. Observa-se que nesse tipo de cimento não há adição de materiais pozolânicos ou escória, por exemplo. Portanto, trata-se de um cimento Portland mais puro, isto é, composto por clínquer em quase toda a sua totalidade.

O CPV utilizado nessa investigação experimental foi fornecido pela empresa InterCement® (unidade de Pedro Leopoldo-MG), a qual forneceu a porcentagem de óxidos presentes na amostra do material, conforme Tabela 3-1.

Tabela 3-1 – Valores aproximados de óxidos na amostra do cimento utilizado.

Óxidos	Quantidade (%)
SiO ₂	19,9
Al ₂ O ₃	4,78
Fe ₂ O ₃	2,72
CaO Livre	63,0
MgO	3,09
SO ₃	3,2
K ₂ O	0,77
Na ₂ O	0,08

Fonte: InterCement®

3.1.1.2 Clínquer nanoestruturado

O clínquer nanoestruturado foi produzido e fornecido pelo CTNano®, que se trata de um centro de tecnologia integrado à Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) que se destaca pela excelência em pesquisas aplicadas na área de materiais.

O processo de produção utilizado pelo laboratório para a obtenção do clínquer nanoestruturado foi a síntese *in situ* contínua, no qual o crescimento dos NTC/NFC acontece diretamente sobre o clínquer de cimento Portland, conforme apresentado no item 2.2.4 por meio do trabalho de Souza, T. (2015). A Figura 3-1 apresenta o clínquer nanoestruturado utilizado na pesquisa.

Figura 3-1 – Clínquer nanoestruturado utilizado na pesquisa.



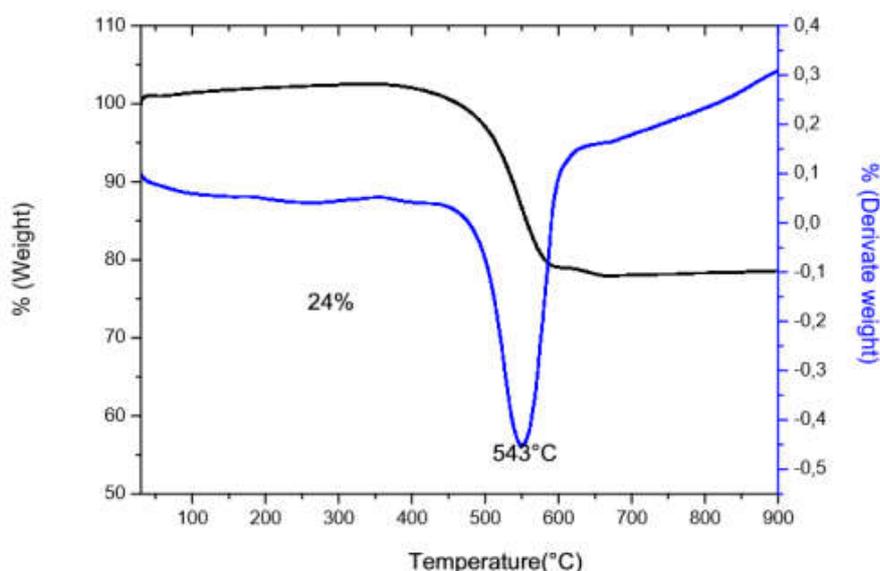
Fonte: Fotografia realizada pelo autor (2018).

Para realizar a adição do clínquer nanoestruturado no cimento Portland foi necessário conhecer o rendimento de NTC/NFC no produto. Essa informação foi obtida através da análise termogravimétrica (Figura 3-2) e da ficha de especificação técnica fornecida pelo CTNano®. O rendimento de nanomateriais no clínquer nanoestruturado utilizado foi de 24%. No entanto, como o rendimento específico dos NTC/NFC é de aproximadamente 80%, cerca de $19\pm 2\%$ correspondiam aos NTC/NFC e $5\pm 2\%$ às outras estruturas de carbono.

Nessa investigação foi adotado o valor de 18% para o rendimento de NTC/NFC no clínquer nanoestruturado, isto é, em 100 g de clínquer nanoestruturado 76 g são de clínquer puro, 18 g são de NTC/NFC e 6 g de outras estruturas de carbono.

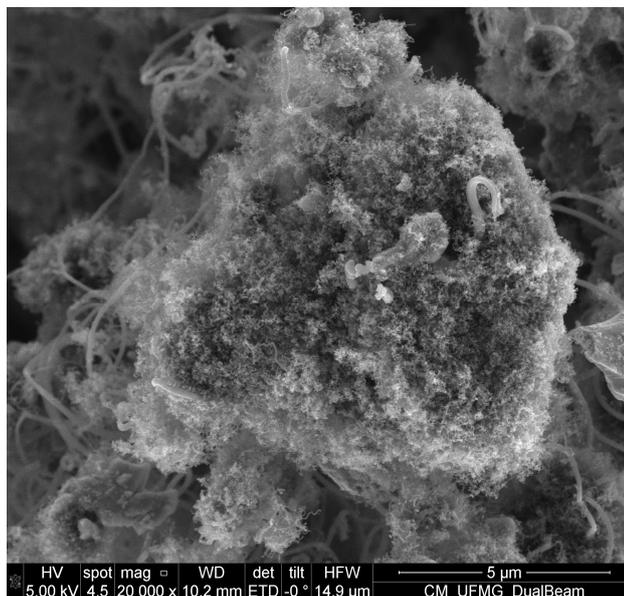
Os NTC/NFC crescidos sobre o clínquer de cimento Portland possuem diâmetros que estão entre 18 e 35 nm, sendo que a média é de 25 nm. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) fornecida pelo CTNano® evidencia a homogeneidade na dispersão dos NTC/NFC sobre a partícula de clínquer, recobrando toda a superfície das partículas, conforme a Figura 3-3 abaixo.

Figura 3-2 – Análise Termogravimétrica do clínquer nanoestruturado utilizado.



Fonte: CTNano®

Figura 3-3 – Imagem de uma amostra do clínquer nanoestruturado, utilizado na pesquisa, obtida por MEV. Nessa imagem constata-se a partícula de clínquer recoberta com NTC de modo homogêneo.



Fonte: CTNano®

3.1.1.3 Aditivos

Para a fabricação das pastas de cimento nanoestruturadas foram utilizados três tipos de aditivos comerciais produzidos e fornecidos pela Grace®, os quais estão descritos abaixo de acordo com os manuais da empresa. Esses aditivos e seus teores de adição foram escolhidos seguindo-se as orientações do grupo de pesquisa do CEFET-MG, pois este grupo já trabalhara com os mesmos aditivos em pastas de cimento nanoestruturadas e obtivera bons resultados quanto à reologia das pastas e à dispersão dos nanomateriais de carbono na mesma.

- TEC-MULT 829 SPX: aditivo plastificante polifuncional que propicia uma dispersão de alta eficácia e uma prolongada manutenção do abatimento do composto cimentício mesmo às altas temperaturas;
- ADVA CAST 525: aditivo superplastificante que permite a redução da quantidade de água das misturas com altíssima eficiência;
- DENSIL 10: aditivo desincorporador de ar que possui um excelente poder de redução do teor de ar incorporado ao composto cimentício.

3.1.1.4 Água

A água utilizada durante a pesquisa foi a fornecida diretamente pela empresa responsável pela concessão em Belo Horizonte/MG, local no qual o trabalho foi realizado.

3.1.2 Formulações das pastas de cimento nanoestruturadas

Para elaborar as formulações foram considerados alguns aspectos, tais como os teores de adição de NTC/NFC e aditivos nas pastas de cimento, o fator água/cimento, os tipos de corpos de prova, a idade dos corpos de prova para ensaio e a quantidade de corpos de prova por idade que foram ensaiados. Esses aspectos estão explicados nos itens a seguir.

3.1.2.1 Dosagem das pastas de cimento

A dosagem determina a proporção de massa entre os materiais necessários para fabricar as pastas de cimento. As pastas de cimento utilizadas nesse trabalho experimental foram fabricadas com CPV, aditivos, clínquer nanoestruturado e água, conforme apresentado no item 3.1.1. Como o CPV é o principal composto da pasta cimentícia, os outros materiais foram adicionados em relação ao seu peso, como pode ser visto na Tabela 3-2 abaixo. Foi determinado que apenas a proporção de adição de NTC/NFC seria variável, isto é, as proporções de aditivos e água em relação ao peso do cimento seriam as mesmas. Todos os materiais foram pesados em uma balança eletrônica com resolução de 0,01 g.

Foram utilizados três teores de adição de NTC/NFC nas pastas de cimento e foram produzidas pastas de cimento referência, isto é, sem a adição de NTC/NFC. Os teores de adição de NTC/NFC nas pastas de cimento foram de 0,10%, 0,20% e 0,30% em relação ao peso do cimento.

Conforme explicado no item 3.1.1.2, os NTC/NFC constituem o clínquer nanoestruturado em um rendimento de 18%, sendo ainda 6% de outras estruturas de carbono e 76% de clínquer puro. Esse clínquer puro teve sua massa considerada no cálculo do cimento utilizado para fabricar as pastas, devido à composição do CPV abordada no item 3.1.1.1.

Para elucidar esse contexto, considere uma situação hipotética na qual uma batelada para fabricar pastas de cimento com adição de 0,1% de NTC/NFC deve conter 1000g de cimento no total. Portanto, é necessário adicionar 1g de NTC/NFC aos 1000g de cimento. Sabendo-se que o rendimento dos NTC/NFC no clínquer nanoestruturado é de 18%, chega-se a conclusão que são necessários 5,55g de clínquer nanoestruturado. Portanto, de acordo com os rendimentos acima mencionados, desses 5,55g de clínquer nanoestruturado, 1g corresponde aos NTC/NFC, 0,33g a outras estruturas de carbono e 4,22g ao clínquer puro. Por fim, considere esses 4,22g de clínquer puro como parte da massa de cimento a ser utilizada na batelada e adicione o restante para completar os 1000g iniciais desejados. Isto é, dos 1000g de cimento no total, 995,78g são provenientes do CPV fornecido pela InterCement® e 4,22g do clínquer nanoestruturado.

Conforme supracitado nesse item, os teores de adição dos aditivos utilizados para fabricar as pastas de cimento foram os mesmos para todas as moldagens. Em cada batelada realizada foram adicionados, em relação ao peso do cimento, 0,40% do TEC-MULT 829 SPX, 0,60% do ADVA CAST 525 e 0,10% do DENSIL 10.

Também inalterável entre as moldagens, o fator água/cimento de 0,3 foi utilizado para a fabricação das pastas de CP-NTC/NFC. Assim como os teores de aditivos, a relação água/cimento de 0,3 foi utilizada pelo grupo de pesquisa do CEFET-MG em outros trabalhos, nos quais se notou que os comportamentos reológicos das pastas foram satisfatórios para se realizar as moldagens das mesmas.

Tabela 3-2 – Dosagens utilizadas na pesquisa.

	Teor NTC/NFC	Fator água/cimento	Teores de aditivos		
			TEC-MULT 829 SPX	ADVA CAST 525	DENSIL 10
Dosagem 00	0,00%	0,3	0,40%	0,60%	0,10%
Dosagem 01	0,10%	0,3	0,40%	0,60%	0,10%
Dosagem 02	0,20%	0,3	0,40%	0,60%	0,10%
Dosagem 03	0,30%	0,3	0,40%	0,60%	0,10%

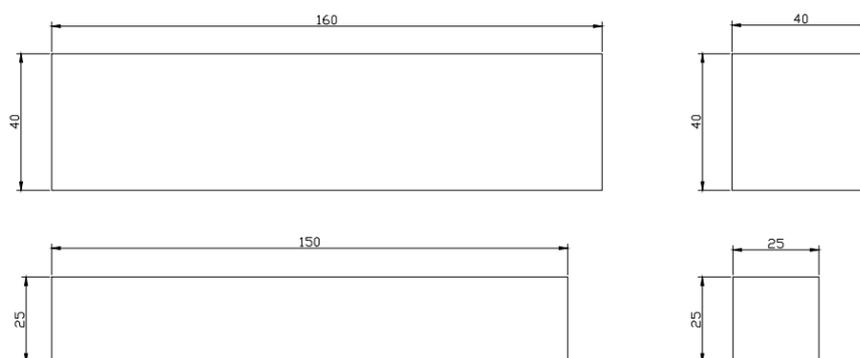
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: Todos os teores são em relação ao peso do cimento.

3.1.2.2 Corpos de prova

Nessa investigação foram moldados dois tipos de corpos de prova prismáticos que se diferenciam tanto nas medidas da seção transversal quanto nas suas medidas longitudinais. Alguns corpos de prova possuíam dimensões de 40x40x160mm³ e os outros 25x25x150mm², conforme pode ser visto no desenho esquemático apresentado na Figura 3-4.

Figura 3-4 – Desenho esquemáticos dos dois tipos de corpos de prova prismáticos utilizados na pesquisa. As medidas estão em mm.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Os corpos de prova foram ensaiados aos 7, 28 e 120 dias de idade, sendo sete corpos de prova para cada idade. Ou seja, para cada dosagem são produzidos 42 corpos de prova, sendo 21 corpos de prova de 40x40x160mm³ e 21 corpos de

prova de 25x25x150mm³. Como a pesquisa possui quatro tipos de dosagens foram produzidos 168 corpos de prova para os ensaios.

3.1.2.3 Quadro geral das formulações

Dada as informações dos itens anteriores pôde-se elaborar um quadro geral das formulações. Contudo, primeiramente foi necessário definir uma identificação para os corpos de prova, a fim de evitar confusão no seu armazenamento e ensaio. A identificação levou em consideração quatro aspectos, que foram a ordem, as dimensões da seção transversal, a idade e a dosagem dos corpos de prova, conforme a Tabela 3-3 abaixo.

Tabela 3-3 – Identificação dos corpos de prova.

	Ordem	Seção transversal	Idade	Dosagem
CP	1, 2, 3, 4, 5, 6, ou 7	25 ou 40	7, 28 ou 120	00, 01, 02 ou 03

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Para exemplificar, o CP2.25.7.02 foi o segundo corpo de prova de seção transversal 25x25mm² que foi ensaiado aos 7 dias de idade e fabricado segundo a dosagem 02. Após a definição de como os corpos de prova seriam identificados foi elaborado o Quadro 3-1 com as formulações a serem moldadas.

Quadro 3-1 – Quadro geral das formulações.

Tipo de forma	Idade	Dosagem	Quantidade de corpos de prova	Identificação
25x25x150mm ³	7 dias	00	7	CPX.25.7.00
		01	7	CPX.25.7.01
		02	7	CPX.25.7.02
		03	7	CPX.25.7.03
	28 dias	00	7	CPX.25.28.00
		01	7	CPX.25.28.01
		02	7	CPX.25.28.02
		03	7	CPX.25.28.03
	120 dias	00	7	CPX.25.120.00
		01	7	CPX.25.120.01
		02	7	CPX.25.120.02
		03	7	CPX.25.120.03
40x40x160mm ³	7 dias	00	7	CPX.40.7.00
		01	7	CPX.40.7.01
		02	7	CPX.40.7.02
		03	7	CPX.40.7.03
	28 dias	00	7	CPX.40.28.00
		01	7	CPX.40.28.01
		02	7	CPX.40.28.02
		03	7	CPX.40.28.03
	120 dias	00	7	CPX.40.120.00
		01	7	CPX.40.120.01
		02	7	CPX.40.120.02
		03	7	CPX.40.120.03

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: A letra "X" na coluna de identificação varia de acordo com a ordem dos corpos de prova.

3.1.3 Moldagens das pastas de cimento nanoestruturadas

As moldagens das pastas de cimento nanoestruturadas utilizadas nessa pesquisa aconteceram no laboratório do CTNano®.

Os corpos de prova foram moldados em formas de aço untadas com óleo para auxiliar na desmoldagem. O preparo das pastas de cimento nanoestruturadas ocorreu em uma argamassadeira padrão seguindo-se os procedimentos de moldagem descritos no Quadro 3-2. Após o preparo das pastas de cimento nanoestruturadas as fôrmas de aço foram preenchidas e levadas para vibração durante 25 segundos. Após a vibração elas foram colocadas em uma câmara fechada, que contém vapor de água, durante 24 horas (Figura 3-3-5). Dado esse tempo de cura na câmara fechada, foram realizadas as desmoldagens, a identificação dos corpos de prova e a colocação dos mesmos para uma cura submersa em água saturada com cal e à temperatura ambiente até o dia do ensaio.

Quadro 3-2 – Procedimentos de moldagem da pastas de cimento nanoestruturadas.

Ação	Velocidade de agitação	Tempo de agitação
Pesar e separar todos os materiais que serão utilizados	-	-
Adicionar 70% da água necessária + todo o TEC-MULT 829 SPX	Baixa	30 segundos
Adicionar todo o clínquer nanoestruturado	Baixa	60 segundos
Adicionar metade da quantidade necessária do cimento	Baixa	30 segundos
Adicionar 30% da água da água necessária + todo o ADVA CAST 525 + todo o DENSIL 10	Baixa	30 segundos
Adicionar o restante da quantidade do cimento	Baixa e Alta	15 segundos e 30 segundos

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: Após adicionar o cimento e agitar a pasta, desligar a argamassadeira e raspar as beiradas da cuba fazendo com que toda a pasta fique no fundo para a próxima etapa.

Figura 3-3-5 – Câmara fechada com presença de vapor d'água para cura dos corpos de prova.



Fonte: Fotografia realizada pelo autor (2018).

3.2 ENSAIOS DE FLEXÃO EM TRÊS PONTOS

3.2.1 Aspectos gerais

Os ensaios de flexão em três pontos foram realizados no laboratório de ensaios do CTNano® utilizando-se uma adaptação da norma ASTM C293-10 e o método de Correlação Digital de Imagem (CDI) através do guia desenvolvido por Souza, V. (2017) para utilização do método nesse local.

O laboratório possui um *software* denominado *Grab Manager*® que é capaz de operar, simultaneamente, duas câmeras conectadas ao computador. Dessa forma, conseguiu-se obter imagens dos corpos de prova sob carregamento vertical e as imagens do indicador digital do *software Tesc*® da máquina universal de ensaios mecânicos utilizada durante todo o ensaio, isto é, desde o início do carregamento até a ruptura da peça. Essas capturas de imagens se dão através da utilização de uma câmera industrial de alta qualidade para capturar as imagens dos corpos de prova e uma *webcam* padrão para capturar as imagens do indicador digital na tela do computador que opera a máquina universal de ensaios mecânicos. Dessa forma, pode-se concluir que para cada estágio (foto) do corpo de prova ensaiado há o registro da força que ele estava sendo submetido. A Figura 3-6 e a Figura 3-7 apresentam os aparatos utilizados para realizar a captura dessas imagens e as imagens obtidas pelas duas câmeras utilizadas durante o ensaio.

Figura 3-6 – À esquerda: aparato da câmera industrial de alta qualidade e corpo de prova a ser ensaiado; À direita: imagem que a câmera gera.



Fonte: Fotografias produzidas pelo autor (2018).

Figura 3-7 – Acima: aparato utilizado para adaptar a *webcam* ao monitor; Abaixo: aparato conectado ao monitor e imagem que a *webcam* gera.



Fonte: Souza, V. (2017).

Como explicado no item 502.5, com o método de CDI é possível medir os deslocamentos de uma superfície plana a partir da correlação de imagens digitais obtidas durante um ensaio. Nessa pesquisa o método foi utilizado para medir o deslocamento vertical do corpo de prova no mesmo sentido da aplicação do carregamento utilizando-se as fotos obtidas pela câmera industrial de alta qualidade. Portanto, para cada estágio dos corpos de prova teve-se a força a qual ele estava submetido e o deslocamento vertical causado por essa força.

Como abordado no item 3.1.2.3 os ensaios de flexão em três pontos foram realizados quando os corpos de prova estavam com 7, 28 e 120 dias de idade e os procedimentos e definições de ensaios adotados foram os mesmos para todas as amostras em todas as idades. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos da marca EMIC®, modelo DL-10000.

3.2.2 Preparação dos corpos de prova

A preparação dos corpos de prova objetivou atender as condições de estudo da mecânica da fratura e de aplicação do método de CDI. Dado o dia de execução dos ensaios de flexão em três pontos, os corpos de prova eram retirados do tanque de cura e preparados logo em seguida.

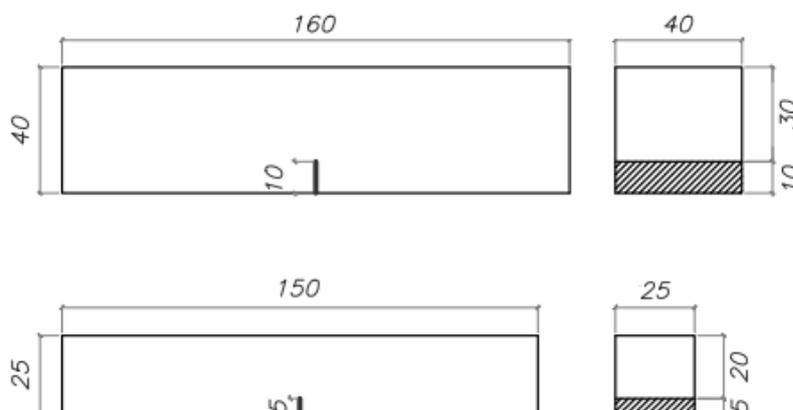
Primeiramente, realizou-se o entalhe nos corpos de prova. O entalhe serve para gerar uma falha preliminar na peça para estudar as suas propriedades mecânicas sob condição de fratura e para direcionar a trinca que ocorrerá durante o carregamento, conforme apresenta a Figura 3-8. O entalhe foi realizado utilizando-se uma lâmina de serra manual da marca Starret®. A altura dos entalhes variou de acordo com a altura dos dois tipos de corpos de prova utilizados. Para os corpos de prova de seção transversal de 40x40mm² a altura do entalhe foi de 1/4 (um quarto) da sua altura e para os de seção transversal de 25x25mm² a altura do entalhe foi de 1/5 (um quinto) da sua altura. A Figura 3-9 apresenta o desenho esquemático dos corpos de prova considerando-se os entalhes.

Figura 3-8 – Caminho percorrido pela trinca nos corpos de prova com entalhe após o ensaio de flexão em três pontos. Os corpos de prova da foto foram ensaiados nessa pesquisa experimental.



Fonte: Fotografia produzida pelo autor (2018).

Figura 3-9 – Desenho esquemático dos corpos de prova com os entalhes. As medidas estão em mm.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Após a realização dos entalhes, os corpos de prova foram pintados para se criar o padrão aleatório em nível de cinza abordado no item 2.5. Para realizar a pintura foram utilizadas duas tintas foscas em spray, sendo uma branca e a outra preta. No primeiro momento utilizou-se a tinta branca para preencher toda a face que foi analisada, depois a tinta preta foi aplicada de modo a criar o padrão aleatório desejado, como apresentado na Figura 3-10.

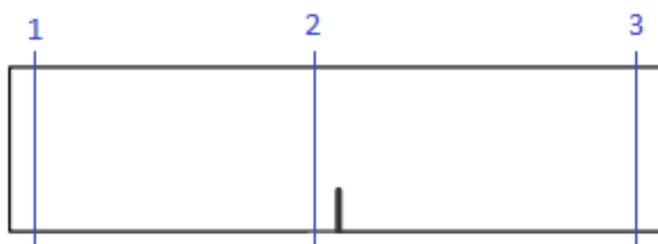
Figura 3-10 – Pintura aplicada ao corpo de prova para realização do padrão aleatório em nível de cinza. Primeiro, realizou-se a pintura branca. Depois, a pintura com tinta preta para criar o padrão aleatório em nível de cinza.



Fonte: Souza, V. (2017).

Após estarem com o entalhe e a pintura realizados, os corpos de prova tiveram as suas dimensões medidas com o auxílio de um paquímetro digital com resolução de 0,01 mm. As quatro faces maiores dos corpos de prova (duas bases e duas alturas) foram medidas em três pontos, sendo dois pontos nas extremidades e um ponto central. As medições ocorreram na direção transversal dos corpos de prova. Também foram medidas as alturas dos entalhes nas duas faces que ele ultrapassa. A Figura 3-11 ilustra os pontos de medição das alturas nas duas faces maiores, sendo esses pontos os mesmos considerados para se medir as bases das outras duas faces maiores.

Figura 3-11 - Pontos de medição nas faces maiores dos corpos de prova. Nesse desenho considera-se uma das faces maiores que representa a altura do corpo de prova, mas os pontos de medição da seção transversal foram iguais em todas as quatro faces maiores.



Fonte: Produzido pelo autor (2018).

3.2.3 Configuração dos ensaios

Dada a montagem da aparelhagem e a preparação dos corpos de prova, os *softwares* necessários à execução dos ensaios foram configurados. Algumas configurações são comuns para os dois tipos de corpos de prova utilizados, no entanto, outras configurações são específicas.

Os ensaios dos dois tipos de corpos de prova foram realizados na mesma máquina universal de ensaios mecânicos. Porém, a célula de carga para os ensaios dos corpos de prova de seção transversal de 40x40mm² possuía capacidade de 20 kN e a célula de carga para os de seção transversal de 25x25mm² tinha 500 N.

Os vãos úteis utilizados no ensaio de cada peça foram diferentes também, sendo eles 150 mm para o de seção transversal 40x40mm² e 140 mm para o de 25x25mm².

A velocidade de ensaio de 0,25mm/min e o intervalo de 250 ms para captura das imagens (isto é, quatro fotos por segundo) foram iguais para os dois tipos de corpo de prova.

Antes de iniciar o carregamento do corpo de prova até a sua ruptura, realizou-se um procedimento de pré-carga sobre a peça que iria ser ensaiada. Esse procedimento objetivou iniciar o processo de contato entre os apoios/corpo de prova e o cutelo/corpo de prova, objetivando diminuir as variações nas leituras dos deslocamentos e das forças no início do ensaio, visto que após a pré-carga existiria uma aderência melhor entre os elementos supracitados. Para a pré-carga definiu-se um valor padrão de força para os dois tipos de corpos de prova que, após ser alcançado, fez com que a máquina interrompesse o carregamento e mantivesse esse valor durante um tempo determinado. Para os corpos de prova de seção transversal de 40x40mm² foi aplicada uma pré-carga de 30N e para os de seção transversal de 25x25mm² uma pré-carga de 15N. Ambas durante 5 minutos. Após esse tempo, o cutelo foi descarregado, o indicador de valor da força foi zerado e iniciou-se tipicamente o ensaio. Isto é, os corpos de prova foram submetidos ao carregamento vertical até a sua ruptura.

A Tabela 3-4 apresenta os dados técnicos descritos acima.

Tabela 3-4 – Dados técnicos dos ensaios de flexão em três pontos.

Corpo de prova	Célula de carga	Vão útil	Velocidade de ensaio	Intervalo de captura	Força na pré-carga	Tempo de pré-carga
40x40x160 mm ³	20 kN	150 mm	0,25 mm/min	250 ms	30 N	5 minutos
25x25x150 mm ³	500 N	140 mm	0,25 mm/min	250 ms	15 N	5 minutos

Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

3.3 OBTENÇÃO E TRATAMENTO DOS DADOS

A obtenção e tratamento dos dados foram realizados para calcular três propriedades mecânicas de fratura dos corpos de prova ensaiados: a resistência à

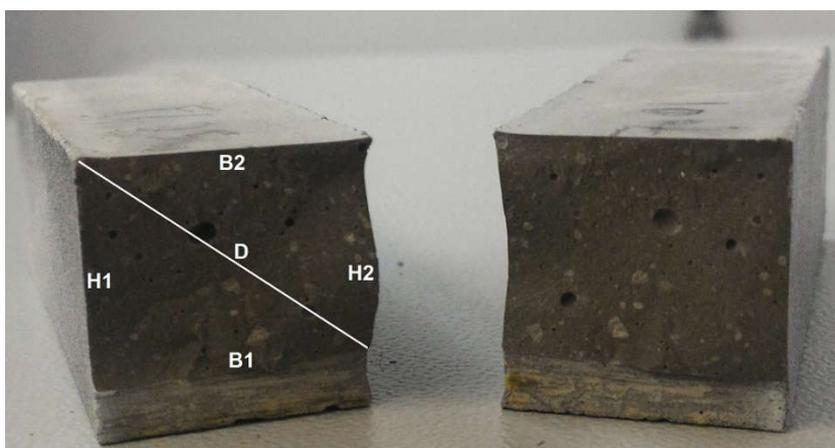
tração na flexão, a energia de fratura e a tenacidade à fratura. Os dados foram obtidos através de medições *in loco* e do método de CDI.

3.3.1 Área transversal de ruptura (A_t)

Nessa pesquisa experimental realizou-se uma estimativa da área da seção transversal após o rompimento dos corpos de prova. Cada corpo de prova teve a sua área de ruptura medida e, portanto, um valor específico de área.

Para calcular as áreas transversais de ruptura, os corpos de prova foram medidos logo após a finalização dos seus respectivos ensaios. Utilizando-se um paquímetro digital foram medidas, de maneira aproximada, suas duas alturas (H1 e H2), suas duas bases (B1 e B2) e uma de suas diagonais (D), conforme demonstrado na Figura 3-12.

Figura 3-12 – Área transversal de ruptura: H1 e H2 são as alturas, B1 e B2 são as bases e D é a diagonal.



Fonte: Produzido pelo autor (2018)

Após a medição calculou-se a área transversal de ruptura através da aplicação da fórmula do Teorema de Heron, na qual a área de um triângulo ABC qualquer pode ser calculada apenas conhecendo-se as medidas dos seus lados (OLIVEIRA, C. 2014).

$$S_{ABC} = \sqrt{p(p-a)(p-b)(p-c)} \quad (3.1)^5$$

⁵ Oliveira, C. (2014).

Onde:

S_{ABC} = área de um triângulo ABC qualquer (mm^2);

p = semiperímetro do triângulo ABC = $\frac{a+b+c}{2}$ (mm);

a, b e c = medidas dos lados do triângulo ABC (mm).

Considerando-se que a diagonal escolhida no momento da medição da área transversal de ruptura divide essa área em dois triângulos, a área transversal de ruptura é igual à soma das áreas dos dois triângulos, sendo um formado pelos lados H1, B1 e D e o outro formado pelos lados H2, B2 e D.

Ressalta-se que após o ensaio de flexão em três pontos os corpos de prova são divididos em duas partes, porém, calculou-se a área transversal de ruptura considerando-se apenas uma delas.

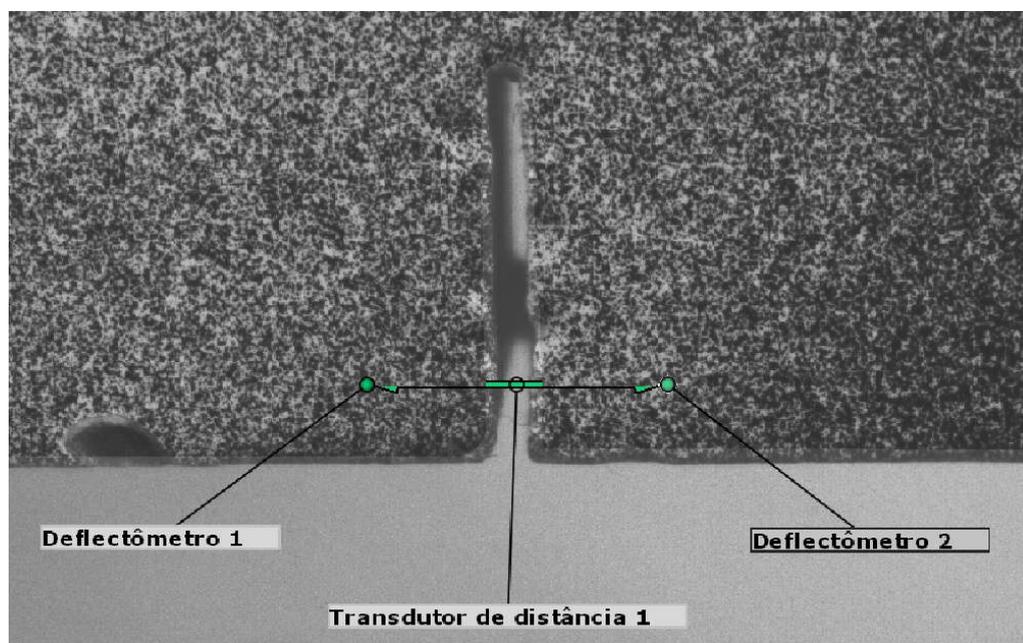
3.3.2 Deslocamentos verticais

O método de CDI foi utilizado para se obter os deslocamentos verticais dos corpos de prova ensaiados. Após a finalização do ensaio e da captura das imagens da face plana que seria analisada, as imagens foram importadas para o *software GOM Correlate*®, que é capaz de executar a correlação digital das imagens.

Como o *GOM Correlate*® mede os deslocamentos verticais utilizando-se valores reais, é necessário definir uma medida padrão para o programa reconhecer e calcular as distâncias desejadas. Nessa pesquisa utilizou-se uma régua com escala de 1:100, na qual foi demarcada uma reta de 10mm e esse valor foi informado para o programa. Dessa forma, o programa passa a conhecer o que é considerado uma distância de 10mm “no real” e pode processar os cálculos das distâncias e deformações desejadas. Essa régua pode ser visualizada na Figura 3-6.

Após a configuração da escala, foram definidos dois pontos para serem criados dois deflectômetros virtuais, um a esquerda do entalhe e outro a direita do entalhe. Ambos próximos à face mais tracionada durante o ensaio, conforme Figura 3-13. Observa-se que nessa figura há um transdutor de distância que foi criado para se obter um ponto de referência para a colocação dos deflectômetros. Dessa forma, todos os deflectômetros criados nos corpos de prova foram localizados na ponta dos transdutores de distância.

Figura 3-13 – Deflectômetros 1 e 2 criados próximos a face mais tracionada do corpo de prova durante o ensaio de flexão em três pontos, sendo um do lado esquerdo do entalhe e outro do lado direito.



Fonte: Produzido pelo autor (2018).

Posteriormente à definição dos dois deflectômetros, realizou-se a leitura de cada deslocamento vertical em cada um dos estágios (fotos) do corpo de prova durante o ensaio. Foi decidido que as leituras seriam feitas desde início do carregamento até a iminência de ruptura do corpo de prova, ou seja, desde a primeira imagem até a imagem anterior à imagem de ruptura da peça. Por exemplo, se foi verificado que no estágio 213 o corpo de prova rompeu, a leitura dos deslocamentos verticais ocorreu do estágio 1 ao estágio 212.

Como foram escolhidos dois deflectômetros, tiveram-se, então, dois valores de deslocamento vertical para cada imagem. Com isso, optou-se por exportar os dados das leituras de cada corpo de prova para o *Microsoft Excel*® e realizou-se a média dos dois valores. Esse valor médio foi o utilizado posteriormente na pesquisa.

3.3.3 Forças do carregamento vertical

Conforme abordado no item 3.2.1, o programa *Grab Manager*® realiza a captura das imagens das duas câmeras utilizadas para a aplicação do método de CDI juntamente ao ensaio de flexão em três pontos. Essas imagens já foram apresentadas na Figura 3-6 e na Figura 3-7.

Além disso, o programa também possui a capacidade de converter uma imagem em texto. Isto é, se na foto do indicador digital o campo “Força (kN)” apresenta um valor de “0.050” o programa captura esse valor na imagem e fornece um arquivo de texto contendo o mesmo numeral. Sendo assim, para cada corpo de prova ensaiado, obteve-se a anotação da leitura das forças de cada estágio através do *Grab Manager*[®].

3.4 CÁLCULO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE FRATURA

Após a obtenção dos dados necessários, realizou-se o cálculo das propriedades mecânicas de fratura que foram investigadas. Todas as propriedades foram calculadas a partir do ensaio de flexão em três pontos abordado no item 3.2.

3.4.1 Resistência à tração na flexão (σ_f)

A resistência à tração na flexão de cada corpo de prova foi calculada aplicando-se uma adaptação à equação 2.3 abordada no item 2.4.1.1. Essa adaptação consistiu em incluir a área transversal de ruptura de cada corpo de prova (item 3.3.1) na equação, como apresentado abaixo.

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot P_{m\acute{a}x} \cdot L}{2 \cdot A_t \cdot h_m} \quad (3.2)^6$$

Onde:

σ_f = resistência à tração na flexão (MPa);

$P_{m\acute{a}x}$ = força registrada no momento da fratura(N);

L = vão útil do corpo de prova no ensaio (mm);

A_t = Área transversal de ruptura de cada corpo de prova (mm²);

h_m = média das alturas H1 e H2 da seção transversal de ruptura (mm).

3.4.2 Energia de fratura (G_f)

Para calcular a energia de fratura foram utilizados os dados obtidos nos itens 3.3.2 e 3.3.3 para construir os gráficos de força (kN) versus deslocamento vertical (mm) dos corpos de prova, os quais serão apresentados no capítulo referente aos resultados.

⁶ Adaptação de Callister (2008) e Shackelford (2010).

Em seguida, aplicou-se a seguinte equação para calcular a energia de fratura nesta investigação.

$$G_f = \frac{W}{A_t} \quad (3.3)^7$$

Onde:

G_f = energia de fratura (J/m^2 ou N/m);

W = Trabalho representado pela área abaixo do gráfico Força x Deslocamento Vertical (J);

A_t = Área transversal de ruptura (m^2);

3.4.3 Tenacidade à fratura (K_{IC})

A tenacidade à fratura dos corpos de prova foi calculada aplicando-se as seguintes equações:

$$K_{IC} = \frac{P_{m\acute{a}x} \cdot L}{b \cdot h^{\frac{3}{2}}} f\left(\frac{a}{h}\right) \quad (3.4)^8$$

$$f\left(\frac{a}{h}\right) = 2.9\left(\frac{a}{h}\right)^{1/2} - 4.6\left(\frac{a}{h}\right)^{3/2} + 21.8\left(\frac{a}{h}\right)^{5/2} - 37.6\left(\frac{a}{h}\right)^{7/2} + 38.7\left(\frac{a}{h}\right)^{9/2} \quad (3.5)^9$$

Onde:

K_{IC} = tenacidade à fratura ($MPa\sqrt{mm}$);

$P_{m\acute{a}x}$ = força registrada no momento da fratura durante o ensaio de flexão em três pontos (N);

L = vão útil do corpo de prova no ensaio (mm);

b = média das medidas das duas bases do corpo de prova no ponto de medição central (ponto 2 da Figura 3-11) (mm);

h = média das medidas das duas alturas do corpo de prova no ponto de medição central (ponto 2 da Figura 3-11) (mm);

a_m = média das medidas das duas aberturas do entalhe no corpo de prova (mm);

$f\left(\frac{a}{h}\right)$ = fator geométrico adimensional.

⁷ Adaptação de Hu et al. (2014).

⁸ Hu et al. (2014).

⁹ Hu et al. (2014).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Dada a realização dos ensaios de flexão em três pontos juntamente com a aplicação do método de correlação digital de imagem, foi possível obter as forças do carregamento vertical (Apêndice A) e os deslocamentos verticais e a área transversal de ruptura dos corpos de prova ensaiados (Apêndice B), conforme abordado no item 3.3. Utilizando as forças do carregamento vertical e os deslocamentos verticais obtidos, foram gerados, utilizando o software *Origin®*, os gráficos com as curvas de força-deslocamento de cada um dos corpos de prova (Apêndice C). De posse dos dados supracitados as propriedades mecânicas de fratura desejadas foram calculadas.

As médias e os desvios-padrão foram calculados utilizando-se cinco corpos de prova. Para eliminar os corpos de prova dentro das séries de sete ou seis amostras, utilizou-se como critério o desvio de cada valor em relação à média da série de corpos de prova. Os mais distantes foram eliminados.

Os resultados de cada propriedade mecânica de fratura são apresentados em tabelas e gráficos e, para auxiliar na análise desses resultados, dois métodos estatísticos foram aplicados, o procedimento ANOVA¹⁰ e o Teste de Tukey¹¹. Os Apêndices D e E apresentam os valores obtidos nos ensaios dos corpos de prova e as análises estatísticas, respectivamente.

4.1 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO (σ_f)

A resistência à tração na flexão foi calculada de acordo com o item 3.4.1 e os resultados obtidos e suas respectivas discussões estão descritos abaixo.

¹⁰ A análise de Variância (ANOVA) é um procedimento estatístico realizado para verificar se há diferença entre a distribuição de uma variável entre três ou mais grupos, através da aceitação ou da rejeição da hipótese nula, na qual não existe diferença entre as médias de cada grupo.

¹¹ O ANOVA evidencia que a distribuição de pelo menos um dos grupos é diferente dos demais, no entanto, o procedimento não indica quais grupos possuem diferenças significativas. O Teste de Tukey é um teste de comparações múltiplas capaz de identificar esses grupos.

4.1.1 Corpos de prova de 25x25x150mm³

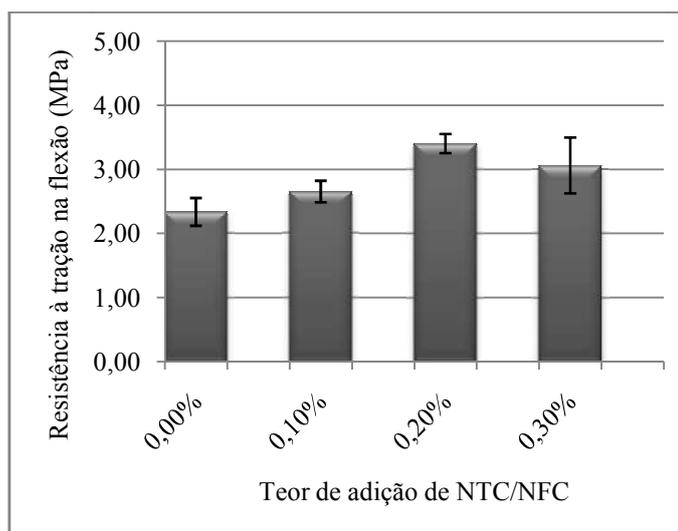
- Resistência à tração na flexão aos 7 dias de idade

Tabela 4-1 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	2,34	2,65	3,40	3,06
Desvio Padrão	0,22	0,17	0,15	0,44
Coeficiente de Variação	9,25%	6,36%	4,40%	14,24%
Alteração em relação à pasta referência	-	+13,25%	+45,30%	+30,77%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-1 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de resistência à tração na flexão em relação à pasta de cimento referência, sendo que os melhores resultados ocorreram ao se adicionar 0,20% e 0,30% de NTC/NFC, alcançando ganhos médios de 45,30% e 30,77%, respectivamente. O teste ANOVA indicou que houve uma diferença estatística entre as pastas de cimento e o teste de Tukey identificou os pares de pastas 0,00%-0,20% e 0,10%-0,20% como sendo os pares de grupos significativamente diferentes. Portanto, a influência da adição de 0,20% de NTC/NFC no aumento da resistência à tração na flexão das pastas de cimento foi confirmada estatisticamente.

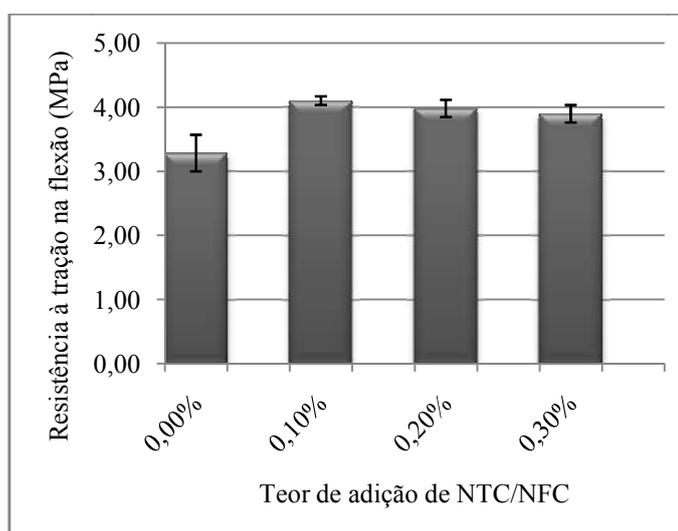
- Resistência à tração na flexão aos 28 dias de idade

Tabela 4-2 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 28 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	3,28	4,10	3,98	3,90
Desvio Padrão	0,29	0,07	0,13	0,14
Coefficiente de Variação	8,69%	1,63%	3,39%	3,47%
Alteração em relação à pasta referência	-	+25,00%	+21,34%	+18,90%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-2 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 28 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 28 dias de idade todas pastas de cimento nanoestruturadas continuaram a apresentar ganhos médios de resistência à tração na flexão em relação às pastas de cimento referência, indicando que NTC/NFC estão atuando positivamente nas pastas de cimento. As pastas de cimento com 0,10% e 0,20% apresentaram os melhores ganhos médios, sendo eles 25,00% e 21,34% respectivamente. Ressalta-se que apesar dos grupos terem apresentado ganhos médios de resistência à flexão muito interessantes e valores baixos de coeficiente de variação, a aplicação do procedimento ANOVA demonstrou que os resultados das pastas nanoestruturadas não foram significativamente diferentes da pasta de cimento referência.

- Resistência à tração na flexão aos 120 dias de idade

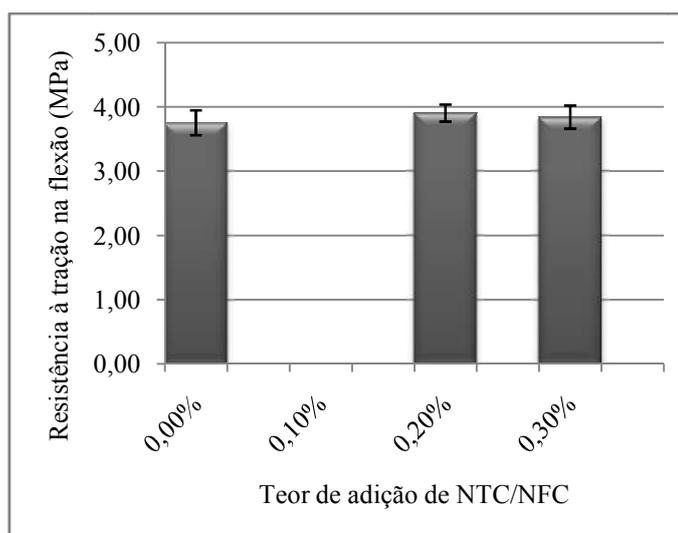
Tabela 4-3 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 120 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	3,76	-	3,91	3,84
Desvio Padrão	0,19	-	0,13	0,18
Coefficiente de Variação	5,15%	-	3,39%	4,69%
Alteração em relação à pasta referênci	-	-	+3,99%	+2,13%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: Os corpos de prova com 0,10% de NTC/NFC foram eliminados, pois seus resultados apresentaram uma irregularidade que impossibilita análises seguras.

Gráfico 4-3 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 120 dias de idade.

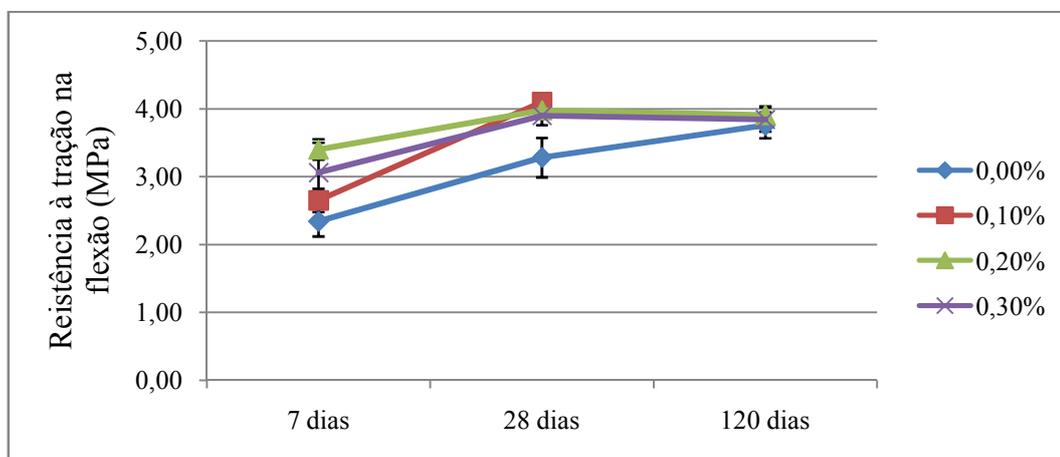


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 120 dias de idade as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de resistência à flexão ínfimos em relação à pasta de cimento referênci, sendo eles de 3,99% para as pastas com 0,20% de NTC/NFC e 2,13% para as pastas com 0,30% de NTC/NFC. Essa avaliação foi corroborada pelo procedimento ANOVA que não identificou nenhuma média estatisticamente diferente entre os grupos de teor de adição de NTC/NFC. O resultado das pastas nanoestruturadas com 0,10% de NTC/NFC foram eliminados porque apresentaram uma irregularidade que impossibilitou análises seguras.

- Evolução da resistência à tração na flexão nas três idades

Gráfico 4-4 – Resultados das médias para a resistência à tração na flexão dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

A partir do gráfico de evolução e dos gráficos anteriores, pode-se verificar que aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de resistência à tração na flexão em comparação à pasta de cimento referência, sendo que o maior ganho ocorreu quando se adicionou 0,20% de NTC/NFC. Os ganhos aos 7 dias de idade representaram os maiores ganhos entre as três idades ensaiadas, sugerindo que os NTC/NFC possam ter acelerado a formação dos produtos de hidratação do cimento. Aos 28 dias, a evolução ocorreu conforme o esperado e os valores de resistência à flexão foram maiores do que os apresentados aos 7 dias de idade. Verifica-se, também, aos 28 dias, que todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de resistência à flexão maiores do que a pasta referência, contudo, os resultados não apresentaram um teor de adição de NTC/NFC que se destacasse nessa idade. Aos 120 dias de idade era esperado que os valores de resistência à flexão se mantivessem ou continuassem aumentando um pouco, comportamento esse que pode ser verificado na reta que representa a pasta sem adição de NTC/NFC. No entanto, graficamente, as retas que representam as pastas nanoestruturadas não tiveram o mesmo comportamento e apresentaram um leve declínio que, avaliando os desvios-padrão dos grupos, está dentro de um intervalo no qual se pode considerar que não houve alteração relevante de 28 dias para 120 dias.

4.1.2 Corpos de prova de 40x40x160mm³

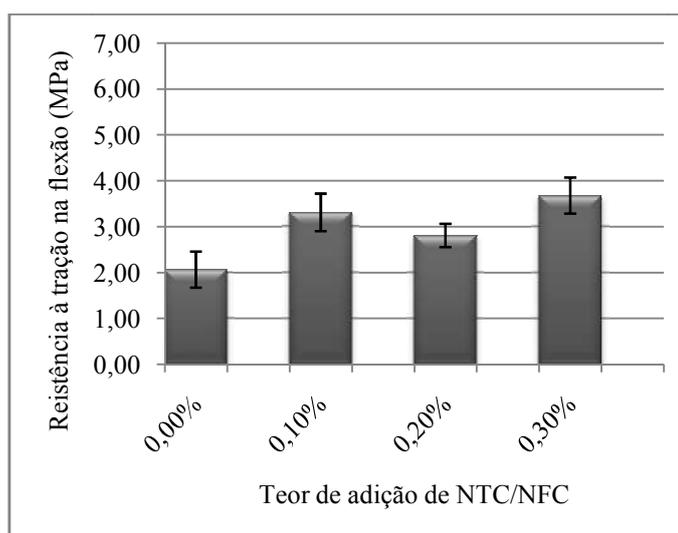
- Resistência à tração na flexão aos 7 dias de idade

Tabela 4-4 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	2,07	3,31	2,81	3,68
Desvio Padrão	0,39	0,41	0,25	0,40
Coeficiente de Variação	19,09%	12,32%	9,06%	10,74%
Alteração em relação à pasta referência	-	+59,90%	+35,75%	+77,78%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-5 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de resistência à tração na flexão em relação à pasta de cimento referência. Ao se adicionar 0,30% e 0,10% de NTC/NFC os melhores resultados foram obtidos, sendo eles 77,78% e 59,90%, respectivamente. O teste ANOVA demonstrou que houve uma diferença significativa entre os grupos e o teste Tukey apresentou os pares 0,00%-0,10%, 0,00%-0,20% e 0,00%-0,30% como sendo os pares estatisticamente diferentes, ressaltando que os NTC/NFC estão atuando positivamente nas pastas de cimento.

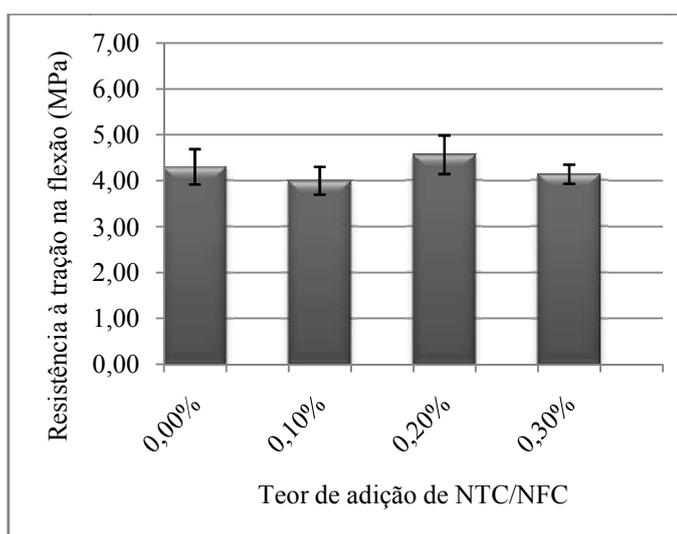
- Resistência à tração na flexão aos 28 dias de idade

Tabela 4-5 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 28 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	4,30	4,00	4,57	4,14
Desvio Padrão	0,39	0,30	0,42	0,21
Coefficiente de Variação	8,95%	7,55%	9,20%	5,03%
Alteração em relação à pasta referência	-	-6,98%	+6,27%	-3,72%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-6 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 28 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 28 dias de idade apenas as pastas de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC em sua matriz cimentícia apresentaram ganhos médios de resistência à flexão em relação à pasta de cimento referência, o qual foi pequeno e igual a 6,27%. O teste ANOVA foi realizado e não mostrou nenhuma diferença significativa entre as médias de resistência à tração na flexão dos grupos, evidenciando que os NTC/NFC, nesse caso, não atuaram negativa ou positivamente nas pastas de cimento de forma significativa.

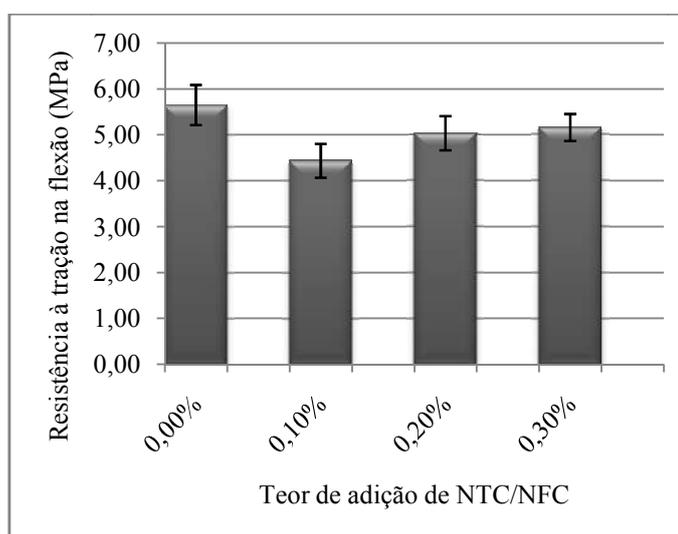
- Resistência à tração na flexão aos 120 dias de idade

Tabela 4-6 – Resultados para as resistências à tração na flexão, em MPa, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 120 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	5,65	4,43	5,03	5,16
Desvio Padrão	0,44	0,37	0,37	0,29
Coefficiente de Variação	7,71%	8,36%	7,39%	5,70%
Alteração em relação à pasta referência	-	-21,59%	-10,97%	-8,67%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-7 – Resultados da resistência à tração na flexão para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 120 dias de idade.

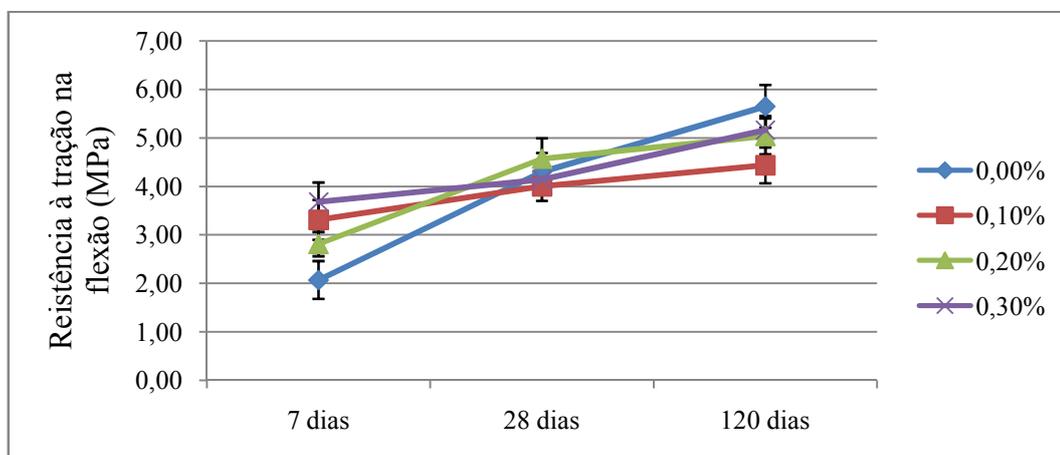


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 120 dias de idade nenhuma pasta com adição de NTC/NFC apresentou ganho de resistência à flexão em relação à pasta de cimento referência. O procedimento ANOVA foi realizado e demonstrou que havia uma diferença significativa entre os grupos. Em seguida, através do teste Tukey, verificou-se que o par 0,00%-0,10% era estatisticamente diferente, indicando que, nesse caso, a concentração de 0,10% de NTC/NFC atuou significativamente negativo nas pastas de cimento.

- Evolução da resistência à tração na flexão nas três idades

Gráfico 4-8 – Resultados das médias para a resistência à tração na flexão dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Observando o gráfico de evolução e os gráficos anteriores pode-se verificar que aos 7 dias todas as pastas de cimento com adição de NTC/NFC apresentaram ganhos médios de resistência à flexão em relação à pasta de cimento referência, sendo o melhor resultado obtido pela pasta de cimento nanoestruturada com 0,30% de NTC/NFC. Ressalta-se que, somente nessa idade, foram constatados ganhos significativos na resistência à flexão das pastas nanoestruturadas, sugerindo, mais uma vez, que os NTC/NFC possam ter atuado na aceleração da formação de produtos de hidratação no cimento. Aos 28 dias de idade as resistências à flexão continuaram a crescer, o que era esperado, no entanto, somente as pastas de cimento com 0,20% de NTC/NFC apresentaram um ganho médio em relação a pasta de cimento referência. Aos 120 dias de idade, os valores médios das resistências à flexão mantiveram o crescimento, porém todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram valores médios de resistência à flexão menores que a pasta de cimento referência.

4.2 ENERGIA DE FRATURA (G_f)

A energia de fratura foi calculada de acordo com o item 3.4.2 e os resultados obtidos e suas respectivas discussões estão descritos abaixo.

4.2.1 Corpos de prova de 25x25x150mm³

Os resultados da energia da fratura para esses corpos de prova não serão apresentados nessa pesquisa, pois os comportamentos das curvas foram muitos irregulares, podendo ser considerados umas anomalias que impossibilitam análises seguras acerca da propriedade.

4.2.2 Corpos de prova de 40x40x160mm³

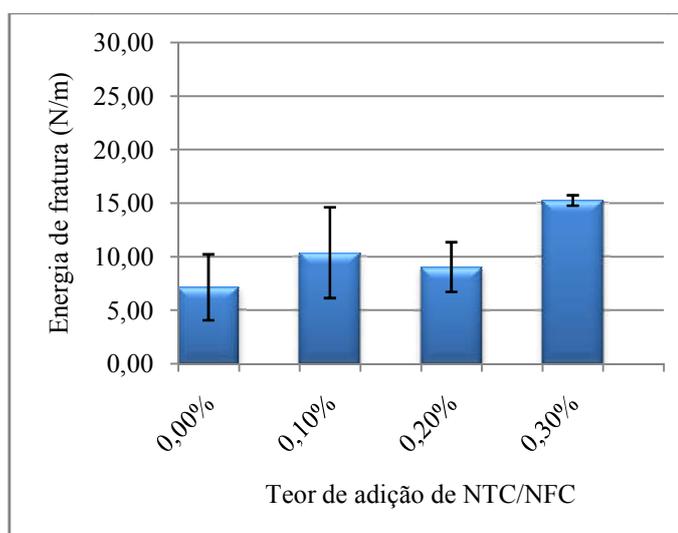
- Energia de fratura aos 7 dias de idade

Tabela 4-7 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	7,14	10,38	9,03	15,25
Desvio Padrão	3,07	4,24	2,32	0,48
Coefficiente de Variação	43,02%	40,88%	25,68%	3,15%
Alteração em relação à pasta referência	-	+45,38%	+26,47%	+113,59%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-1 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de energia de fratura em relação à pasta de cimento referência. As pastas de cimento nanoestruturadas contendo 0,10% e 0,30% apresentaram os melhores resultados, alcançando ganhos médios de 45,38% e 113,59%. Ao realizar os testes ANOVA e de Tukey foi constatado que o par de pastas 0,00%-0,30% apresenta uma diferença significativa.

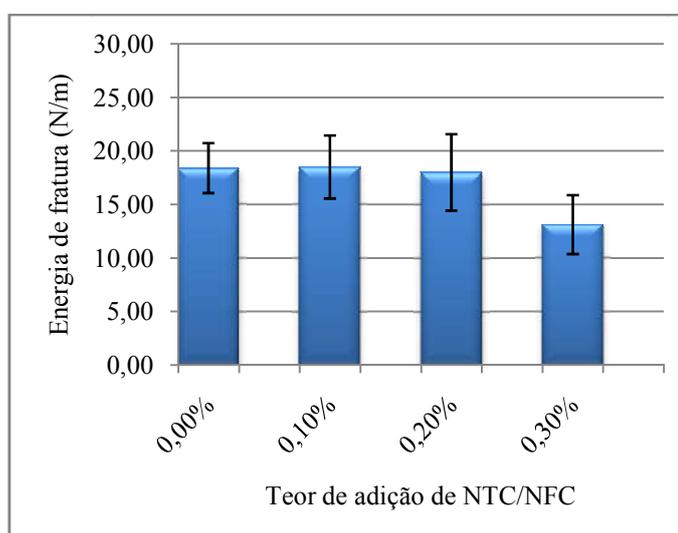
- Energia de fratura aos 28 dias de idade

Tabela 4-8 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 28 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	18,39	18,50	17,99	13,12
Desvio Padrão	2,33	2,94	3,57	2,75
Coefficiente de Variação	12,67%	15,89%	19,83%	20,96%
Alteração em relação à pasta referência	-	+0,60%	-2,18%	-28,66%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-2 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 28 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 28 dias de idade pode-se inferir que nenhuma pasta de cimento nanoestruturada apresentou ganho médio em relação à pasta de cimento referência, pelo contrário, a pasta de cimento com adição de 0,30% apresentou uma perda de

28,66% de energia de fratura. No entanto, o teste estatístico ANOVA não constatou nenhuma diferença significativa entre as pastas de cimento.

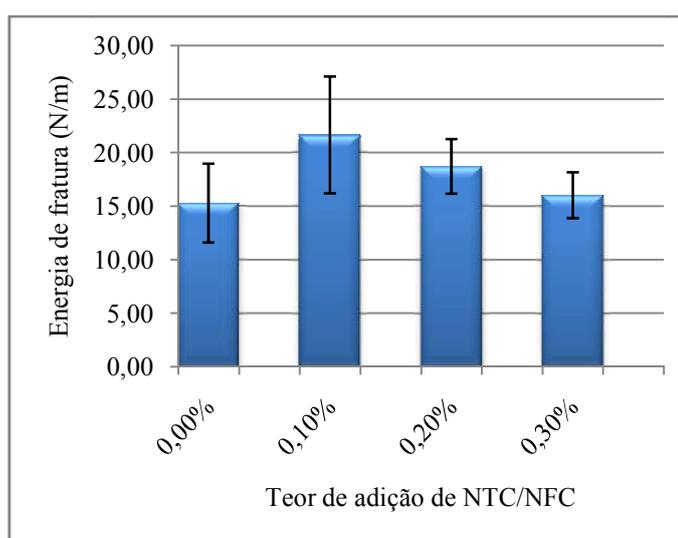
- Energia de fratura aos 120 dias de idade

Tabela 4-9 – Resultados para as energias de fratura, em N/m, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 120 dias de idade de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	15,30	21,65	18,71	16,03
Desvio Padrão	3,68	5,46	2,55	2,14
Coeficiente de Variação	24,05%	25,20%	13,63%	13,35%
Alteração em relação à pasta referência	-	+41,50%	+22,29%	+4,77%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-3 – Resultados das energias de fratura de cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 120 dias de idade.

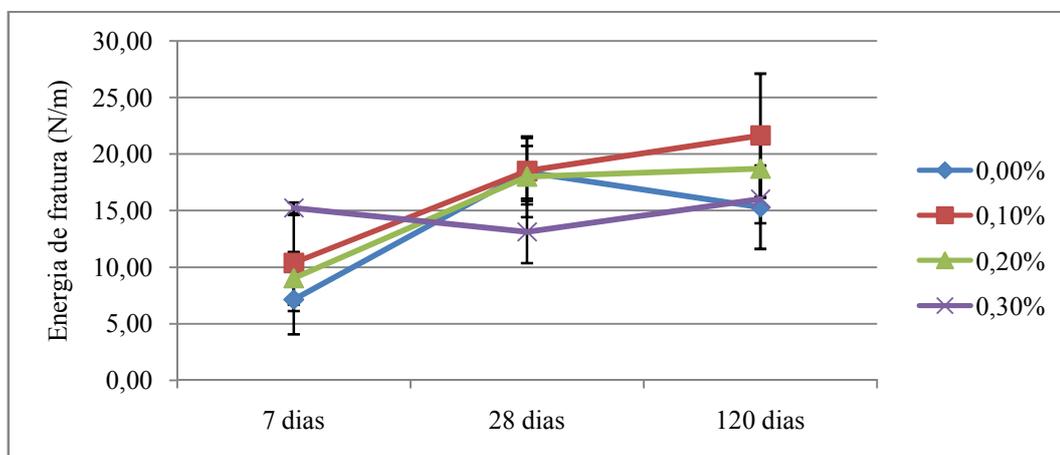


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 120 dias de idade todas as pastas nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de energia de fratura em relação à pasta de cimento referência, com as pastas de cimento contendo adições de 0,10% e 0,20% de NTC/NFC apresentando os melhores resultados, sendo eles 41,50% e 22,29%, respectivamente. No entanto, o teste ANOVA não identificou nenhuma diferença significativa entre as pastas de cimento com e sem adição de NTC/NFC.

- Evolução da energia de fratura nas três idades

Gráfico 4-4 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Avaliando os gráficos anteriores e o gráfico de evolução observa-se que aos 7 dias de idade todas as pastas nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de energia de fratura em relação à pasta de cimento referência. Nas idades posteriores isso não ocorre, reforçando a ideia de que os NTC/NFC possam atuar na aceleração da formação dos produtos de hidratação do cimento. Aos 28 dias de idade observa-se que as médias das energias de fratura das pastas de cimento continuam a crescer, excetuando-se a pasta com adição de 0,30% de NTC/NFC que apresentou uma queda no valor médio. Nessa idade, nenhuma pasta nanoestruturada se destacou positivamente em relação à pasta de cimento referência. Aos 120 dias de idade as pastas nanoestruturadas tiveram valores médios de energia de fratura superiores aos valores aos 28 dias e todas as pastas apresentaram valores superiores à pasta de cimento referência.

4.3 TENACIDADE À FRATURA (K_{IC})

A tenacidade à fratura foi calculada de acordo com o item 3.4.3 e os resultados obtidos e suas respectivas discussões estão descritos abaixo.

4.3.1 Corpos de prova de 25x25x150mm³

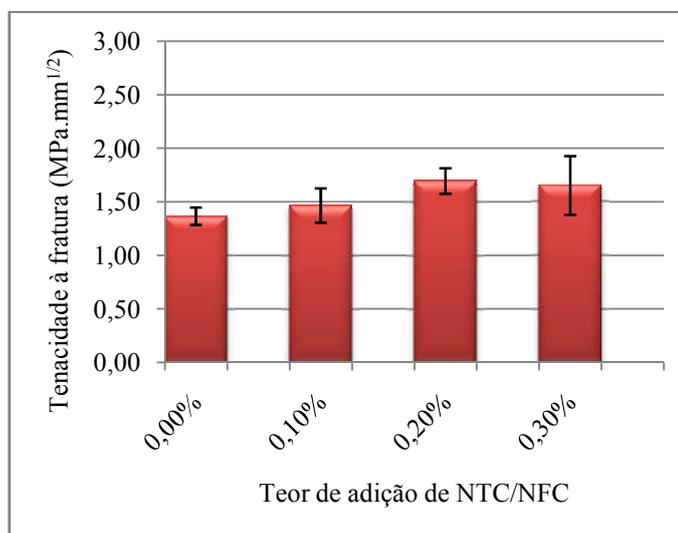
- Tenacidade à fratura aos 7 dias de idade

Tabela 4-10 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa.\sqrt{mm}$, para os corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	1,37	1,46	1,69	1,65
Desvio Padrão	0,08	0,16	0,12	0,27
Coeficiente de Variação	5,97%	10,97%	7,00%	16,61%
Alteração em relação à pasta referênci	-	+6,57%	+23,36%	+20,44%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-5 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de tenacidade à fratura em relação às pastas de cimento referência, sendo que, as pastas nanoestruturadas com 0,20% e 0,30% de NTC/NFC tiveram os melhores ganhos, sendo eles 23,36% e 20,44%, respectivamente. O teste ANOVA indicou que uma ou mais médias são

estatisticamente diferentes. No entanto, o teste de Tukey não indicou qual (is) pares são significativamente diferentes.

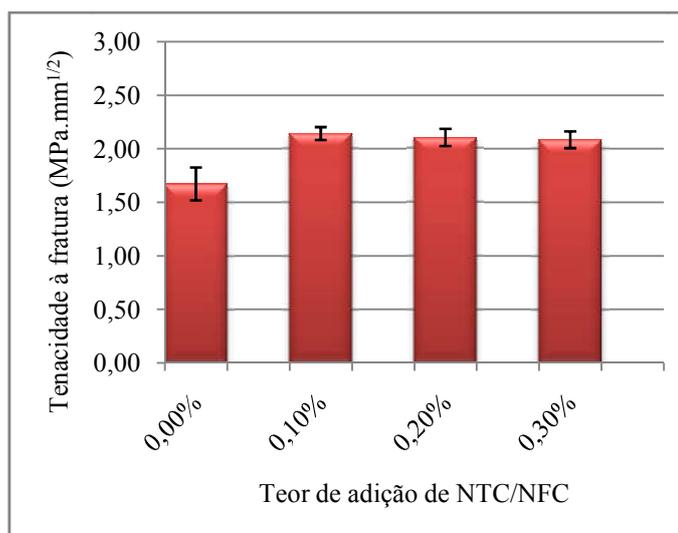
- Tenacidade à fratura aos 28 dias de idade

Tabela 4-11 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa \cdot \sqrt{mm}$, para os corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{mm}^3$ aos 28 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	1,67	2,14	2,11	2,08
Desvio Padrão	0,15	0,06	0,08	0,08
Coefficiente de Variação	9,15%	2,82%	3,83%	3,76%
Alteração em relação à pasta referência	-	+28,14%	+26,34%	+24,55%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-6 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{mm}^3$ aos 28 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 28 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas tiveram ganhos médios em relação à pasta de cimento referência. Os percentuais de ganho dos três tipos de pasta nanoestruturadas foram bem próximos, sendo 28,14%, 26,34% e 24,55% para as pastas com 0,10%, 0,20% e 0,30% de NTC/NFC, respectivamente. O procedimento ANOVA demonstrou que houve, pelo menos, uma pasta de cimento com tenacidade à fratura significativamente diferente das outras. Realizando o teste de Tukey para identificar essa pasta de cimento, verificou-se que o par 0,00%-0,10% apresentava uma diferença estatística, enfatizando o ganho de

tenacidade à fratura ao se adicionar 0,10% de NTC/NFC nas pastas de cimento produzidas.

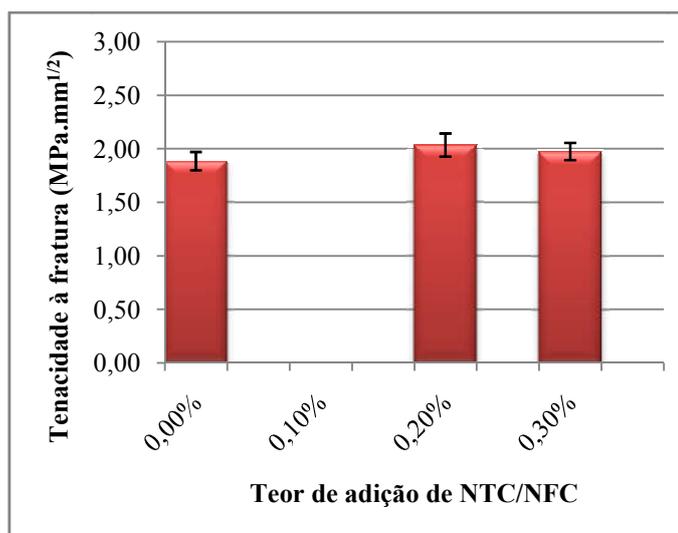
- Tenacidade à fratura aos 120 dias de idade

Tabela 4-12 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa \cdot \sqrt{mm}$, para os corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{mm}^3$ aos 120 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	1,88	-	2,03	1,97
Desvio Padrão	0,09	-	0,11	0,08
Coefficiente de Variação	4,56%	-	5,31%	4,08%
Alteração em relação à pasta referência	-	-	+7,98%	+4,79%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-7 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{mm}^3$ aos 120 dias de idade.



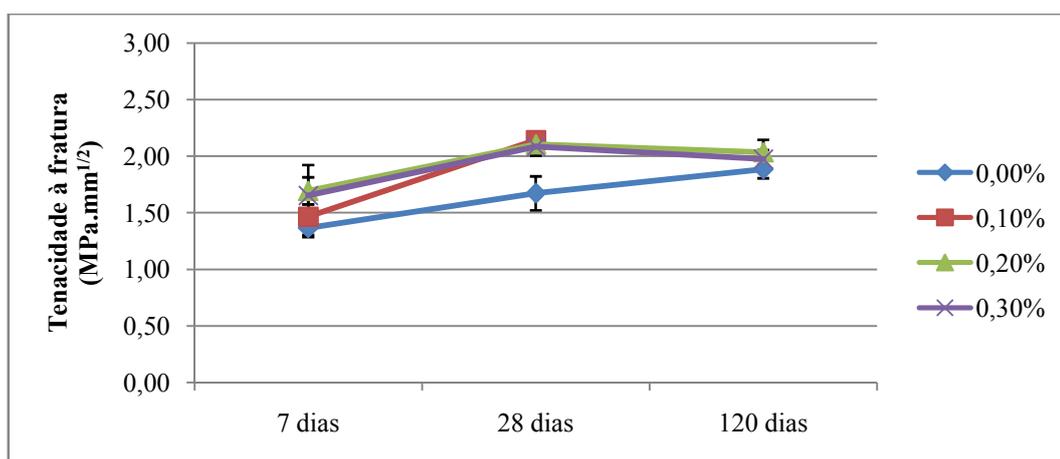
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 120 dias de idade as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de tenacidade à fratura em relação à pasta de cimento referência. No entanto, esses ganhos foram muito baixos, sendo 7,98% para as pastas com adição de 0,20% de NTC/NFC e 4,79% para as pastas com 0,30%. Ao aplicar o procedimento ANOVA verificou-se que não houve nenhuma pasta de cimento que tivesse média de tenacidade à fratura estatisticamente diferente das outras. As pastas de cimento nanoestruturadas com 0,10% NTC/NFC não apresentaram

anormalidades nos resultados que impossibilitam análises seguras e, por isso, foram eliminadas.

- Evolução da tenacidade à fratura nas três idades

Gráfico 4-8 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 25x25x150mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Analisando o gráfico de evolução e os gráficos anteriores, pode-se constatar que, aos 7 dias de idade, todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de tenacidade à fratura em relação à pasta de cimento referência. Aos 28 dias de idade, os valores de tenacidade à fratura de todas as pastas continuaram a crescer e as pastas nanoestruturadas continuaram a apresentar ganhos médios de tenacidade à fratura em relação à pasta de cimento referência. Aos 120 dias de idade, o gráfico de evolução demonstra que os valores médios da tenacidade à fratura das pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram um leve declínio, sendo um comportamento contrário ao que aconteceu com as pastas de cimento referência. No entanto, esse declínio está dentro do intervalo dos desvios-padrão e, portanto, pode-se deduzir que as mudanças nos valores de tenacidade à fratura dos 28 para os 120 dias não foram relevantes. Os ganhos obtidos aos 7 dias de idade foram os maiores, reforçando a ideia de que os NTC/NFC possam ter acelerado a formação dos produtos de hidratação do cimento.

4.3.2 Corpos de prova de 40x40x160mm³

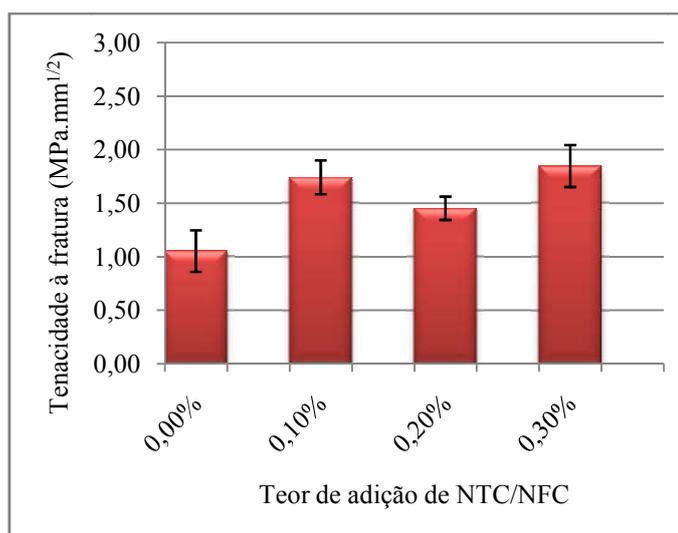
- Tenacidade à fratura aos 7 dias de idade

Tabela 4-13 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa \cdot \sqrt{mm}$, para os corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	1,05	1,74	1,45	1,85
Desvio Padrão	0,19	0,16	0,11	0,20
Coefficiente de Variação	18,44%	9,07%	7,47%	10,64%
Alteração em relação à pasta referência	-	+65,71%	+38,09%	+76,19%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-9 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 7 dias de idade, todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram valores médios de tenacidade à fratura superiores à pasta de cimento referência, sendo que as pastas com adição de 0,10% e 0,30% de NTC/NFC apresentaram ganhos de 65,71% e 76,19%, respectivamente. O teste ANOVA demonstrou que ao menos uma das médias de tenacidade à fratura das pastas de cimento eram diferentes estatisticamente. Ao executar o teste de Tukey foi verificado que os pares 0,00%-0,10%, 0,00%-0,20%, 0,00%-0,30% e 0,20%-0,30% eram significativamente diferentes, constatando a influência positiva dos NTC/NFC nas pastas de cimento.

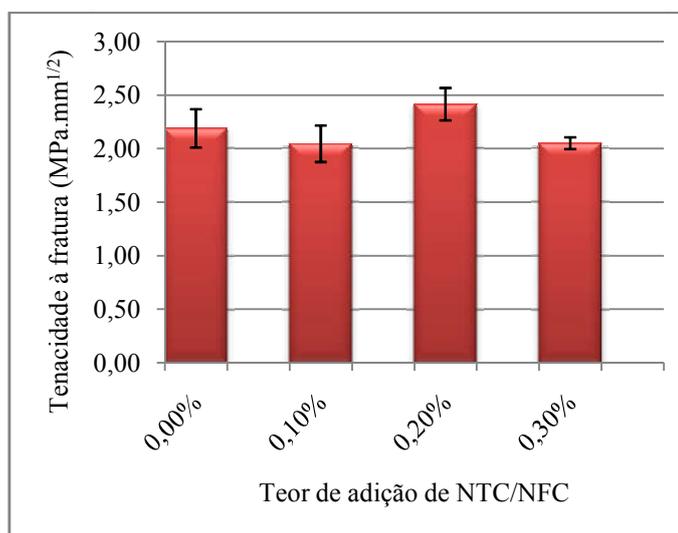
- Tenacidade à fratura aos 28 dias de idade

Tabela 4-14 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa \cdot \sqrt{mm}$, para os corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{mm}^3$ aos 28 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	2,19	2,05	2,41	2,05
Desvio Padrão	0,18	0,17	0,15	0,06
Coeficiente de Variação	8,17%	8,35%	6,28%	2,71%
Alteração em relação à pasta referênci	-	-6,39%	+10,05%	-6,39%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-10 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{mm}^3$ aos 28 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 28 dias de idade apenas a pasta de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC apresentou ganho médio de tenacidade à fratura em relação às pastas de cimento referência, sendo igual a 10,05%. O procedimento ANOVA demonstrou que nenhuma das médias de tenacidade à fratura das pastas de cimento eram diferentes, indicando que, no caso em questão, os NTC/NFC não influenciaram significativamente nem de maneira positiva nem de maneira negativa nas pastas de cimento.

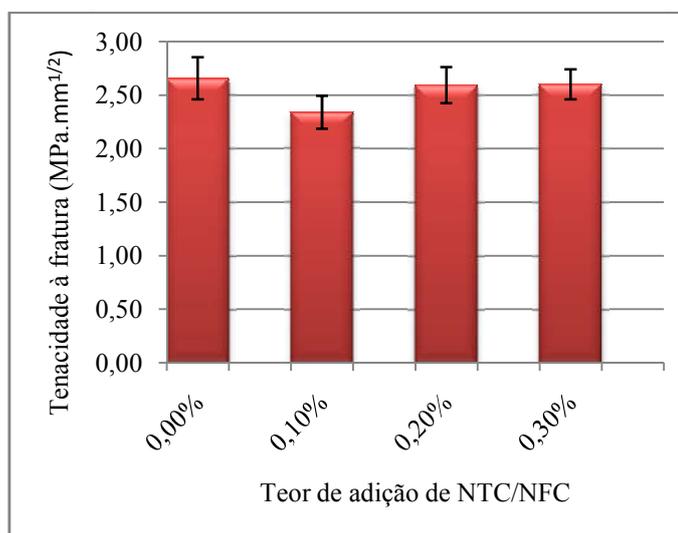
- Tenacidade à fratura aos 120 dias de idade

Tabela 4-15 – Resultados para as tenacidades à fratura, em $MPa \cdot \sqrt{mm}$, para os corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ aos 120 dias de idade.

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
Média	2,66	2,34	2,59	2,60
Desvio Padrão	0,20	0,15	0,17	0,14
Coeficiente de Variação	7,42%	6,55%	6,50%	5,36%
Alteração em relação à pasta referênci	-	-12,03%	-2,63%	-2,26%

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Gráfico 4-11 – Resultados para a tenacidade à fratura para cada teor de adição de NTC/NFC dos corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ aos 120 dias de idade.

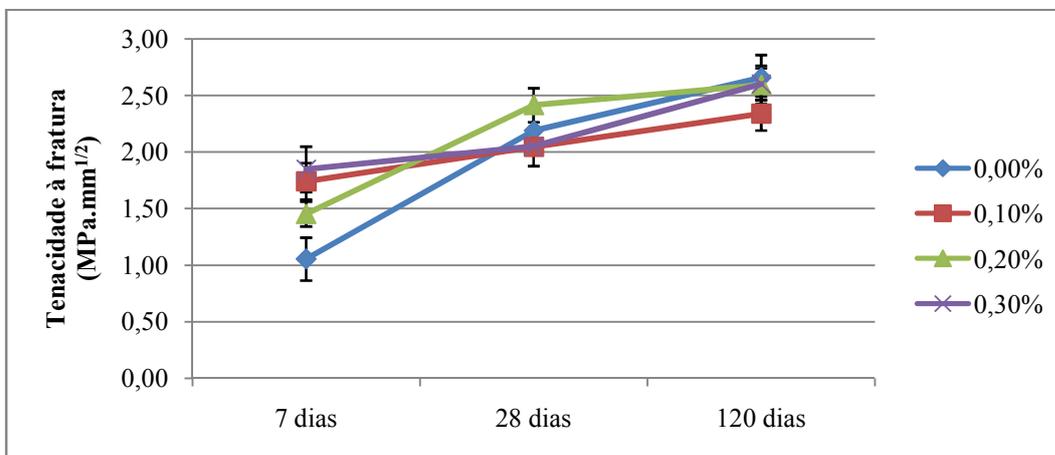


Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Aos 120 dias de idade nenhuma pasta de cimento nanoestruturada apresentou uma tenacidade à fratura melhor que a pasta de cimento referênci. O procedimento ANOVA demonstrou que nenhuma das médias eram estatisticamente diferentes. Portanto, os NTC/NFC não estão influenciando significativamente no comportamento das pastas de cimento nesse caso.

- Evolução da tenacidade à fratura nas três idades

Gráfico 4-12 – Resultados das médias para a tenacidade à fratura dos corpos de prova de 40x40x160mm³ aos 7, 28 e 120 dias de idade.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Ao analisar o gráfico de evolução e os gráficos anteriores, verificou-se que aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos médios de tenacidade à fratura em relação à pasta de cimento referência, sendo que as pastas com adição de 0,30% e 0,10% apresentaram, respectivamente, os melhores resultados. Verificou-se, também, que nessa idade é que foram constatados os melhores ganhos de tenacidade à fratura, corroborando com a hipótese já abordada nas análises anteriores, na qual os NTC/NFC ajudam a acelerar a formação dos produtos de hidratação. Aos 28 dias de idade os valores médios das tenacidades à fratura cresceram, no entanto, apenas a pasta de cimento nanoestruturada com 0,20% de NTC/NFC continuou com um valor superior ao da pasta referência. Aos 120 dias de idade as médias das tenacidades à fratura cresceram novamente, porém, nenhuma pasta nanoestruturada apresentou ganho em relação à pasta de cimento referência.

4.4 ABORDAGEM GERAL

Em relação aos resultados obtidos pelos pesquisadores que utilizaram a mistura física para incorporar os NTC à matriz dos compósitos cimentícios, os quais foram apresentados no capítulo referente aos estudos precedentes, os resultados dessa pesquisa se mostraram análogos quando comparados com a resistência à tração e a energia de fratura e se mostraram superiores quando comparados com a tenacidade à fratura. Essas constatações são bastante positivas, pois a produção dos compósitos cimentícios a partir da utilização do clínquer nanoestruturado é menos trabalhosa que a utilizada pelos pesquisadores em questão, visto que a união dos nanomateriais com o cimento se dá de uma forma repetível e contínua, que permite a produção em larga escala e um menor consumo de energia.

Quando comparados com os resultados dos pesquisadores que também utilizaram o clínquer nanoestruturado para fabricar os compósitos cimentícios, os quais também foram apresentados no capítulo referente aos estudos precedentes, os resultados obtidos para a resistência à tração neste trabalho foram superiores aos alcançados por Ludvig (2012) e Souza, T. (2015) e análogos aos alcançados por Paula (2014). Ressalta-se, também, que os resultados obtidos em relação à tenacidade à fratura foram superiores aos alcançados por Ludvig (2012). Essas constatações são positivas não pela comparação dos resultados entre si, mesmo porque cada trabalho possui uma formulação específica para os materiais cimentícios e isso deve ser considerado, mas sim porque a evolução positiva dos resultados destaca o enriquecimento das pesquisas sobre o tema, visto que desde as primeiras investigações algumas melhorias na produção do clínquer nanoestruturado com NTC/NFC têm sido realizadas e a expectativa é sempre de uma evolução positiva nos resultados referentes ao comportamento mecânico.

Avaliando os resultados para a energia de fratura é possível identificar uma grande variabilidade nos valores obtidos. O método de Correlação Digital de Imagem (CDI) é um procedimento muito interessante para se realizar as investigações experimentais acerca dos materiais utilizados na construção civil. Como exemplo, pode-se citar que o método permite as análises dos corpos de prova em pontos que são difíceis de analisar através dos métodos tradicionais e permite uma diminuição de moldagens de corpos de prova e uma conseqüente economia de materiais.

Conforme abordado anteriormente, a energia de fratura foi calculada utilizando-se o método de CDI para calcular os deslocamentos verticais dos corpos de prova e acredita-se que os altos valores para os desvios-padrão possam estar relacionados às dificuldades encontradas durante a aplicação do método. Todas essas dificuldades em conjunto podem provocar uma aleatoriedade na leitura dos dados desejados. Entre as dificuldades encontradas, destacam-se a variação da luminosidade natural durante a execução dos ensaios, a não fixação da câmera digital de alta definição em um único ponto, isto é, todos os dias a câmera foi colocada e retirada do lugar e o processo de pintura dos corpos de prova, que por mais que fosse averiguada a qualidade da pintura no *software* de análise, ela pode estar aquém do esperado bem no local de leitura desejado. Ressalta-se, também, a limitação quanto ao número de fotos que podem ser tiradas durante o ensaio devido ao armazenamento e processamento das fotos pelo computador, pois se uma velocidade de ensaio mais lenta fosse usada o número de fotos seria muito maior, no entanto, talvez os deslocamentos fossem mais homogêneos e conseqüentemente as curvas de força-deslocamento também.

5 CONCLUSÕES

Os materiais cimentícios geralmente apresentam um comportamento insatisfatório em relação à resistência à tração, à absorção de energia e às suas deformações plásticas, sendo suscetíveis a falhas catastróficas quando há a presença de trincas na sua estrutura. A avaliação das propriedades mecânicas de fratura dos compósitos cimentícios é uma maneira de se avaliar a interação entre os materiais utilizados para superar essas deficiências e as matrizes nas quais eles são incorporados.

Os resultados dessa investigação experimental demonstraram que a incorporação do clínquer nanoestruturado com NTC/NFC na matriz cimentícia representa um grande potencial para a resolução desse problema. Isso pode ser inferido porque foi possível verificar ganhos das pastas de cimento nanoestruturadas em relação às pastas de cimento referência nas propriedades mecânicas de fratura investigadas, conforme já foi discutido detalhadamente no capítulo anterior.

Todas as pastas de cimento nanoestruturadas moldadas em corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{mm}^3$ apresentaram ganhos médios, mesmos que pequenos, em todas as idades e propriedades investigadas quando comparadas com a pasta de cimento referência. Em relação à resistência à tração na flexão, aos 7 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC, sendo esse ganho igual a 45,30%. Aos 28 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento com adição de 0,10% de NTC/NFC e esse ganho foi igual a 25,00%. Aos 120 dias de idade o maior ganho também foi da pasta de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC, sendo esse ganho de 3,99%. Em relação à tenacidade à fratura, aos 7 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento nanoestruturada com 0,20% de NTC/NFC e esse ganho foi igual a 23,36%. Aos 28 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento com adição de 0,10% de NTC/NFC, sendo esse ganho igual a 28,14%. Aos 120 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC e esse ganho foi igual a 7,98%.

O fato supracitado, ganhos médios em relação à pasta de cimento referência, mesmo que pequenos, em todas as idades e propriedades, não se repetiu para as pastas de cimento nanoestruturadas que foram moldadas nos corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{mm}^3$. Em relação à resistência à tração na flexão, aos 28 dias de idade

foram registrados decréscimos médios nas pastas de cimento com adições de 0,10% e 0,30% de NTC/NFC e aos 120 dias de idade foram registrados decréscimos em todas as pastas de cimento nanoestruturadas e, em relação à energia de fratura, foram registrados decréscimos aos 28 dias nas pastas de cimento com adição de 0,20% e 0,30% de NTC/NFC. No entanto, ganhos médios em relação às pastas de cimento referência também foram constatados. Em relação à resistência à tração na flexão, aos 7 dias de idade o maior ganho médio foi da pasta de cimento com adição de 0,30% de NTC/NFC e esse ganho foi igual a 77,78% e, aos 28 dias de idade o maior ganho foi da pasta de cimento nanoestruturada com 0,20%, sendo esse ganho igual a 6,27%. Quando avaliada a energia de fratura, aos 7 dias de idade registrou-se o maior ganho médio das pastas de cimento nanoestruturadas com 0,30% de NTC/NFC, o qual foi igual a 113,59% e, aos 120 dias de idade, o maior ganho médio foi da pasta de cimento com adição de 0,10%, sendo esse ganho igual a 41,50%. Em relação à tenacidade à fratura, aos 7 dias de idade registrou-se o maior ganho médio das pastas de cimento nanoestruturadas com 0,30% de NTC/NFC, o qual foi igual a 76,19% e, aos 28 dias de idade, o maior ganho médio foi da pasta de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC, sendo esse ganho de 10,05%.

Os testes estatísticos ANOVA e de Tukey mostraram que, em relação à pasta de cimento referência, existiram ganhos significativos nas propriedades mecânicas investigadas. Quando avaliada a resistência à tração na flexão, o ganho significativo das pastas de cimento moldadas com 25x25x150 mm³ ocorreu para as pastas de cimento com adição de 0,20% de NTC/NFC e 7 dias de idade. Para as pastas de cimento moldadas com 40x40x160 mm³ os ganhos significativos ocorreram também aos 7 dias, porém, para todas as pastas nanoestruturadas. Em relação à energia de fratura, o ganho significativo ocorreu para a pasta de cimento com adição de 0,30% de NTC/NFC e com 7 dias de idade. Quando avaliada a tenacidade à fratura, para as pastas de cimento moldadas com 25x25x150 mm³ o ganho significativo ocorreu aos 7 dias de idade, porém o teste de Tukey não conseguiu identificar qual (is) pares eram significativamente diferentes e, aos 28 dias de idade, o ganho significativo ocorreu para a pasta de cimento com adição de 0,10% de NTC/NFC. Para as pastas moldadas com 40x40x160 mm³, aos 7 dias de idade todas as pastas de cimento nanoestruturadas apresentaram ganhos significativos.

Os resultados mostraram que a adição de NTC/NFC nas pastas de cimento alteraram de forma positiva o comportamento mecânico de fratura das pastas de cimento, especialmente aos 7 dias de idade. Esse comportamento especial nas primeiras idades sugere que os nanomateriais possam ter atuado como pontos de nucleação para a formação dos produtos de hidratação do cimento, conforme foi destacado por Makar e Chan (2009).

Observou-se que, aos 7 dias de idade, para os corpos de prova de $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$, todas as três propriedades mecânicas investigadas apresentaram os maiores ganhos significativos para as pastas de cimento com adição de 0,30% de NTC/NFC. Observou-se, também, que para os corpos de prova de $25 \times 25 \times 150 \text{ mm}^3$, nessa mesma idade, as duas propriedades mecânicas investigadas – resistência à flexão e tenacidade à fratura – apresentaram os maiores ganhos médios nas pastas de cimento nanoestruturadas com 0,20% de NTC/NFC.

O método de Correlação Digital de Imagem foi aplicado com êxito na pesquisa, porém algumas dificuldades encontradas devem ser ajustadas para pesquisas futuras, tais como a variação da luminosidade natural durante o ensaio, a alteração da posição da câmera entre os ensaios e a padronização da pintura. Esses ajustes podem melhorar as leituras dos deslocamentos verticais dos corpos de prova, que diminuem a variação das áreas sob essas curvas e, conseqüentemente, ocasionam uma menor variabilidade no cálculo das energias de fratura.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Durante a última década muitas pesquisas foram realizadas acerca da incorporação de nanotubos de carbono nas matrizes cimentícias e muitas conquistas já foram realizadas. O crescimento *in-situ* e contínuo de nanotubos e nanofibras de carbono sobre as partículas de clínquer proporciona a produção do clínquer nanoestruturado de modo repetível e em larga escala, propiciando um aumento considerável nas investigações acerca da incorporação dos nanomateriais em matrizes cimentícias. Portanto, entre as várias possibilidades de se estudar esses compósitos, sugere-se:

- Avaliar o comportamento mecânico de fratura de pastas de cimento nanoestruturadas utilizando outros teores de adição NTC/NFC, fator água/cimento e aditivos;
- Investigar a microestrutura das pastas de cimento com clínquer nanoestruturado juntamente com uma análise dos seus comportamentos mecânicos, objetivando avaliar a influência dos nanotubos de carbono na aceleração da formação de produtos de hidratação do cimento;
- Realizar estudos de microestrutura e comportamento mecânico utilizando a incorporação do clínquer nanoestruturado para produzir outros compósitos cimentícios, como as argamassas, microconcretos e concretos;
- Investigar a influência dos nanotubos e nanofibras de carbono na durabilidade dos compósitos cimentícios;
- Realizar os ajustes sugeridos para o método de Correlação Digital de Imagem e realizar novas investigações acerca da energia de fratura dos compósitos cimentícios nanoestruturados;
- Utilizar o método de Correlação Digital de Imagem para avaliar a abertura da trinca dos compósitos cimentícios nanoestruturados;
- Avaliar a influência dos nanotubos e nanofibras de carbono na resistência à compressão dos compósitos cimentícios nanoestruturados;
- Avaliar a influência da geometria dos corpos de prova nas propriedades mecânicas calculadas nesse trabalho;
- Produzir pastas de cimento nanoestruturadas nas quais a única diferença é o processo de incorporação, sendo ele ou a partir da utilização do clínquer

nanoestruturado ou da mistura física de nanotubos de carbono e cimento, e comparar o desempenho mecânico dessas pastas;

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C293 Standard test method for flexural strength of concrete (using simple beam with center-point loading). 2010.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5733 – Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

BALAGURU, P. N. Nanotechnology and Concrete: Background, Opportunities and Challenges. *Proceedings of the International Conference – Application of Technology in Concrete Design, Scotland, UK*, p.113-122, 2005.

BAUER, L. A. F. *Materiais de construção*. Rio de Janeiro: LTC, 2008. V.1, 488 p.

CALLISTER, Jr., W. D. *Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução*. 7 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 705 p.

CARAM JÚNIOR, R. **Estrutura e Propriedades dos Materiais**. Campinas-SP, 2000. (Apostila do Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Estadual de Campinas).

DANOGLIDIS, P. A.; KONSTA-GDOUTOS, M. S.; GDOUTOS. E. E.; SHAH, S. P. Strength, energy absorption capability and self-sensing properties of multifunctional carbon nanotube reinforced mortars. *Construction and Building Materials*, v. 120, p. 265-274, 2016.

HAN, B.; SUN, S.; DING, SIQI.; ZHANG, LIQING.; YU, XUN.; OU, JINPING. Review of nanocarbon-engineered multifunctional cementitious composites. *Composites: Part A*, v. 70, p. 69-81, 2015.

HU, Y.; LUO, D.; LI, P.; LI, Q.; SUN, G. Fracture toughness enhancement of cement paste with multi-walled carbon nanotubes. *Construction and Building Materials*, v. 70, p. 332-338, 2014.

IJIMA, S. Helicoidal microtubes of graphitic carbon. *Nature*, v. 354, p. 56-58, 1991.

KAUARK, F. S.; MANHÃES, F. C.; MEDEIROS, C. H. *Metodologia da pesquisa: um guia prático*. Itabuna: Via Litterarum, 2010. 88 p.

KONSTA-GDOUTOS, M. S.; METAXA, Z. S., SURENDRA, P. S. Multi-scale mechanical and fracture characteristics and early-age strain capacity of high performance carbon nanotube/cement nanocomposites. *Cement & Concrete Composites*, v. 32, p. 110-115, 2010.

LUDVIG, P. **Synthesis and Characterization of Portland Cement Manufactured with Carbon Nanotubes**. Tese (doutorado em Engenharia de Estruturas) - Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte: 2012. 199 p.

LUDVIG, P.; SOUZA, T. C. C.; CALIXTO, J. M. F.; LADEIRA, L. O.; de PAULA, J. N. Investigation on the fracture energy of Portland cement composites incorporating in-situ synthesized carbon nanotubes and nanofibers. In: Proceedings of 11th International Symposium on Brittle Matrix Composites. Poland: Warsaw, 2015.

MAKAR, J.M; BEAUDOIN, J.J. Carbon nanotubes and their applications in the construction industry. *Proceedings of the 1st international symposium on nanotechnology in construction*. Royal Society of Chemistry. p. 331-341, 2004.

MAKAR, J.; CHAN, G. W. Growth of cement hydration products on single-walled carbon nanotubes. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 92, p. 1303-1310, 2009.

MEHTA, P. K; MONTEIRO, P. J. M.. *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: Pini, 1994. 573 p.

MEYYAPPAN, M. *Carbon nanotubes: science and applications*. Moffett Field, CA: CRC Press, 2004. 279 p.

MONTHIOUX, M.; KUZNETSOV, V. L. Who should be given the credit for the discovery of carbon nanotubes? *Carbon*, v. 44, p. 1621-1623, 2006.

OLIVEIRA, B. L. **Síntese de nanotubos de carbon (NTC) por deposição química de vapor empregando Fe/CaCO₃ e Fe/NTC como catalisador**. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: 2009. 117 p.

OLIVEIRA, C. A. M. Os teoremas de Stewart e de Heron e o cálculo da área de um triângulo em função dos lados. Dissertação (Mestrado Profissional em Rede Nacional – PROFMAT) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba: 2014. 66 p.

PAN, B.; QIAN, K.; XIE, H.; ASUNDI, A. On errors of digital image correlation due to speckle patterns. *Proc. SPIE 7375, ICEM 2008: International Conference on Experimental Mechanics*, 2008.

PAN, B.; QIAN, K.; XIE, H.; ASUNDI, A. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. *Measurement Science and Technology*. v. 20, 2009.

PAULA, J. N. **Comportamento mecânico e reológico de pastas de cimento fabricado com nanotubos de carbono crescidos em clínquer para poços de petróleo**. Tese (doutorado em Engenharia de Estruturas) - Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte: 2014, p. 125.

PENG, B.; LOCASCIO, M.; ZAPOL, P.; LI, S.; MIELKE, S. L.; SCHATZ, G. C.; ESPINOSA, H. D. Measurements of near-ultimate strength for multiwalled carbon nanotubes and irradiation-induced crosslinking improvements. *Nature*, v. 3, p. 626-631, 2008.

RAKI, L.; BEAUDOIN, J.; ALIZADEH, R.; MAKAR, J.; SATO, T. Cement and concrete nanoscience and nanotechnology. *Materials*, v. 3, p. 918-942, 2010.

RILEM TC-50 FMC (Draft Recommendation). Determination of the fracture energy of mortar and concrete by means of three point bend tests on notched beams. *Materials and Structures*, v. 18, n. 106, p. 285-290, 1985.

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

SHACKELFORD, J. F. Introduction to materials science for engineers. 7 ed. 2010. 588 p.

SIDDIQUE, R.; METHA, A. Effect of carbon nanotubes on properties of cement mortars. *Construction and Building Materials*, v. 50, p. 116-129, 2014.

SILVA, E. L.; MENEZES, E. M. Metodologia da pesquisa e elaboração de dissertação. 4 ed. Florianópolis: UFSC, 2005. 138 p.

SOUZA, T. C. C. **Síntese contínua e caracterização de cimento Portland fabricado com nanotubos de carbono.** Dissertação (mestrado em Construção Civil) – Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte: 2015. 210 p.

SOUZA, T. C. C.; SUZUKI, S.; LUDVIG, P.; CALIXTO, J. M.; LADEIRA, L. O. Nanotubos de carbono: um caminho para a sustentabilidade de materiais cimentícios. *Concreto & Construções*, a. 77, p. 20-24, 2015.

SOUZA, V. C. **Guia para a utilização do Sistema DIC.** Projeto de pesquisa (Iniciação Científica na UFMG). Versão 1.0, 2017.

SUN, S.; YU, X.; HAN, B.; OU, J. In situ growth of carbon nanotubes/carbon nanofibers on cement/mineral admixture particles: a review. *Construction and Building Materials*, v. 49, p. 835-840, 2013.

WANG, B.; HAN, YU.; LIU, S. Effect of highly dispersed carbon nanotubes on the flexural toughness of cement-based composites. *Construction and Building Materials*, v. 46, p. 8-12, 2013.

YONEYAMA S, MURASAWA G. Digital image correlation. In: Freire JL, ed. Experimental Mechanics. Encyclopedia of Life Support Systems; 2009

YU, M.; LOURIE, O.; DYER, M. J.; MOLONI, K.; KELLY, T. F.; RUOFF, R. S. Strength and breaking mechanism of multiwalled carbon nanotubes under tensile load. *Science*, v. 287, p. 637-640, 2000.

ZARBIN, A. J. G.; OLIVEIRA, M. M. Nanoestruturas de carbono (nanotubos, grafeno): Quo Vadis? *Química Nova*, v. 36, nº10, p. 1533-1539, 2013.

ZHAO, Z.; KWON, S. H.; SHAH, S. P. Effect of specimen size on fracture energy and softening curve of concrete: Part I. Experiments and fracture energy. *Cement and Concrete Research*, v. 38, p. 1049-1060, 2008.

APÊNDICES

Apêndice A - Forças máximas no carregamento vertical (N)

As forças máximas no carregamento vertical estão apresentadas conforme a ordem de execução dos ensaios dos corpos de prova e os valores estão arredondados.

- Corpos de prova de 25x25x150mm³

	0,0% NTC/NFC			0,1% NTC/NFC			0,2% NTC/NFC			0,3% NTC/NFC		
	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias
CP1	141	154	231	144	225	165	157	207	224	155	223	217
CP2	110	160	194	116	199	79	183	188	189	181	226	177
CP3	137	172	152	120	201	138	182	209	196	121	212	192
CP4	132	139	172	150	217	187	218	220	209	171	220	187
CP5	114	169	192	164	240	154	170	216	187	160	218	182
CP6	136	219	198	156	227	128	186	228	184	*	209	177
CP7	*	*	175	*	*	130	*	211	*	*	*	150

Nota: * Ocorreram problemas durante o ensaio que impossibilitaram a utilização desses corpos de prova.

- Corpos de prova de 40x40x160mm³

	0,0% NTC/NFC			0,1% NTC/NFC			0,2% NTC/NFC			0,3% NTC/NFC		
	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias
CP1	382	685	992	593	775	688	552	861	794	689	823	858
CP2	428	696	951	592	709	869	497	687	834	629	782	721
CP3	333	694	754	566	825	629	457	703	734	637	643	876
CP4	225	597	770	516	676	805	409	878	938	565	679	700
CP5	367	710	788	459	685	854	403	826	894	492	658	834
CP6	*	804	865	*	564	701	610	736	1035	716	695	853
CP7	*	848	*	*	*	*	*	652	*	*	654	819

Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: * Ocorreram problemas durante o ensaio que impossibilitaram a utilização desses corpos de prova.

Apêndice B - Áreas transversais de ruptura (mm^2)

As áreas transversais de ruptura dos corpos de prova estão apresentadas conforme a ordem de execução dos ensaios.

- Corpos de prova de 25x25x150mm³

	0,0% NTC/NFC			0,1% NTC/NFC			0,2% NTC/NFC			0,3% NTC/NFC		
	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias
CP1	463	481	542	523	539	507	520	537	511	542	526	543
CP2	517	525	523	505	514	540	525	526	490	546	551	518
CP3	524	493	488	566	508	493	541	538	517	512	544	510
CP4	528	515	517	576	509	475	564	528	552	502	575	501
CP5	511	524	518	576	578	548	513	540	492	518	554	493
CP6	589	494	524	540	560	546	529	514	502	*	563	512
CP7	*	*	519	*	*	522	*	535	*	*	*	520

Nota: * Ocorreram problemas durante o ensaio que impossibilitaram a utilização desses corpos de prova.

- Corpos de prova de 40x40x160mm³

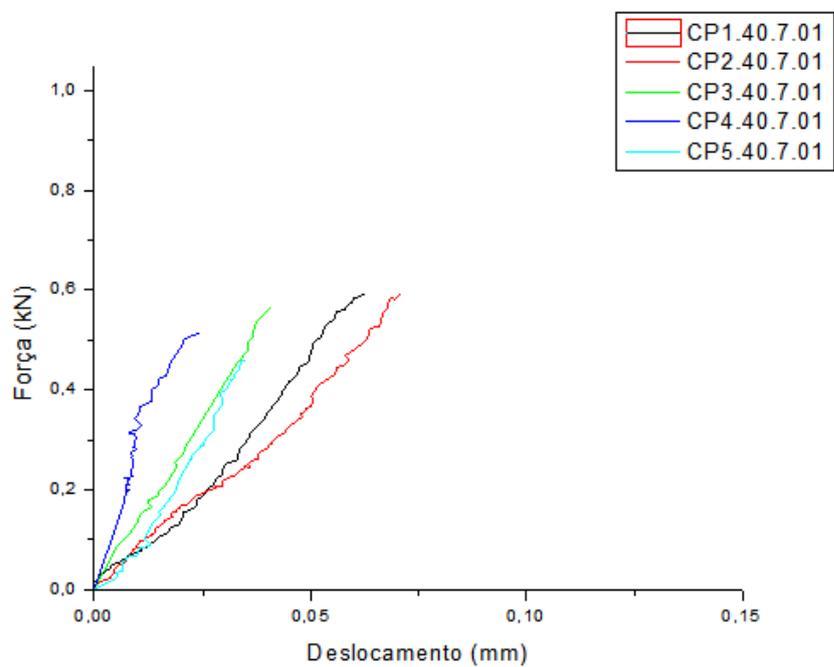
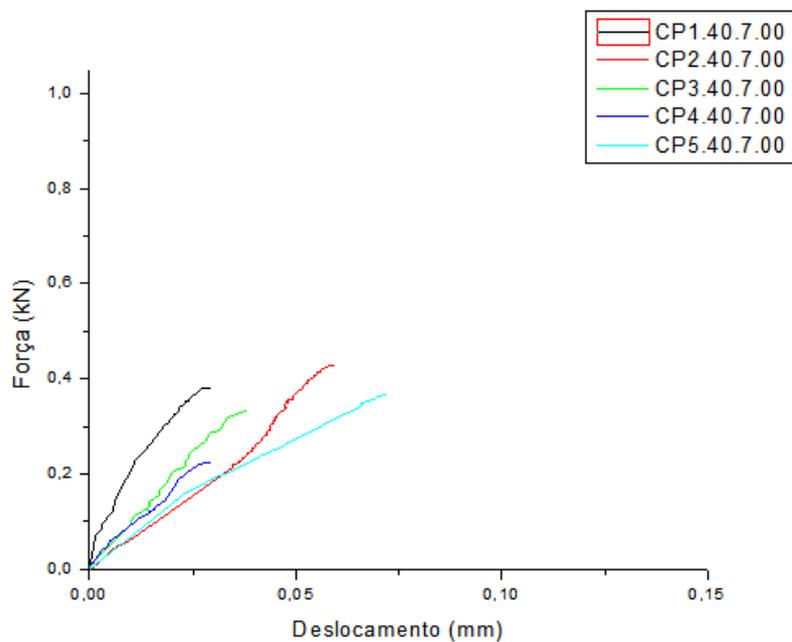
	0,0% NTC/NFC			0,1% NTC/NFC			0,2% NTC/NFC			0,3% NTC/NFC		
	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias	7 dias	28 dias	120 dias
CP1	1272	1243	1203	1242	1296	1228	1291	1245	1229	1225	1298	1190
CP2	1244	1197	1239	1186	1276	1279	1222	1245	1217	1208	1190	1159
CP3	1206	1242	1213	1238	1217	1183	1203	1241	1213	1219	1188	1199
CP4	1236	1294	1179	1202	1207	1223	1227	1264	1243	1219	1217	1179
CP5	1266	1306	1161	1255	1230	1251	1223	1219	1233	1220	1229	1184
CP6	*	1202	1147	*	1200	1235	1188	1200	1250	1164	1210	1242
CP7	*	1200	*	*	*	*	*	1222	*	*	1244	1256

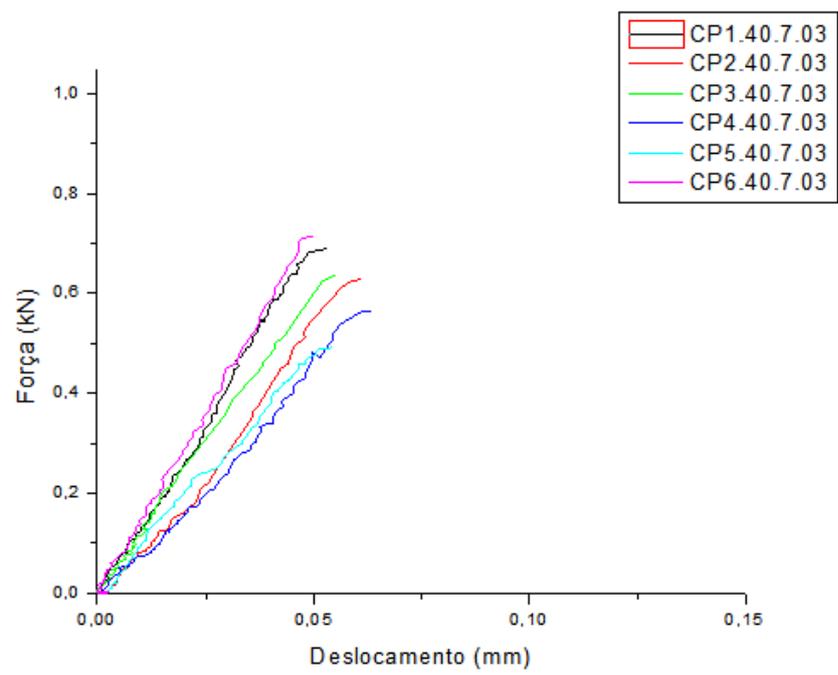
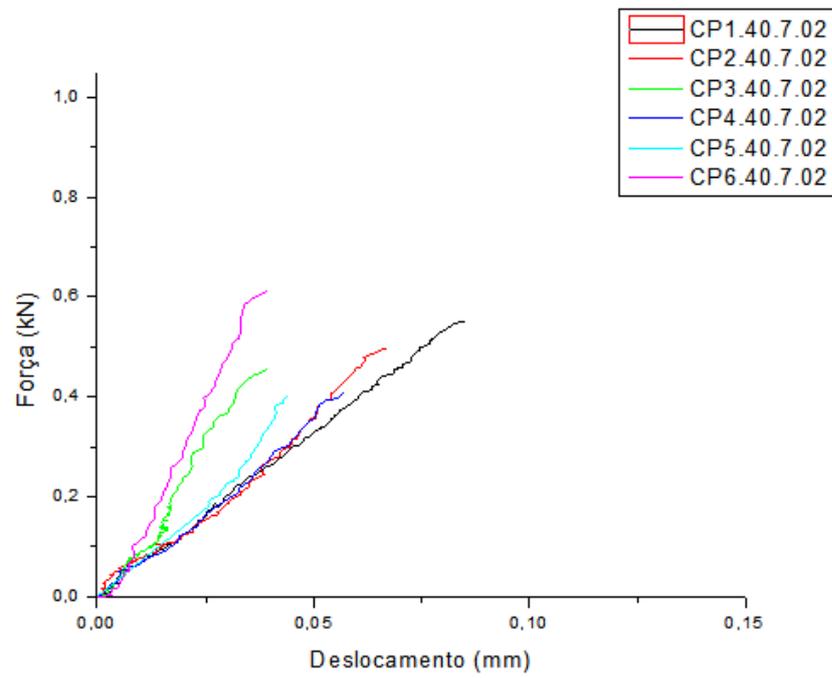
Fonte: Elaborado pelo autor (2018).

Nota: * Ocorreram problemas durante o ensaio que impossibilitaram a utilização desses corpos de prova.

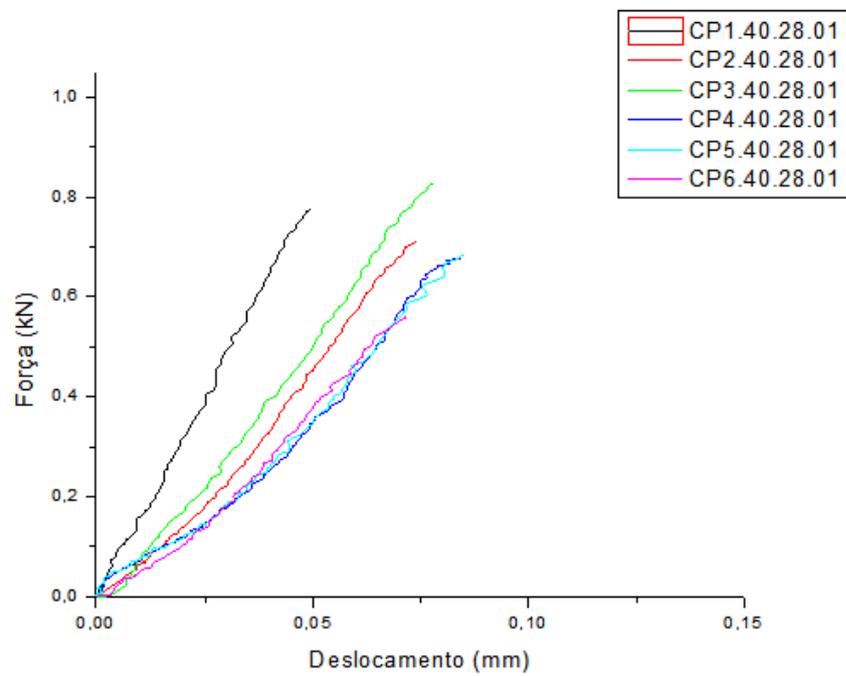
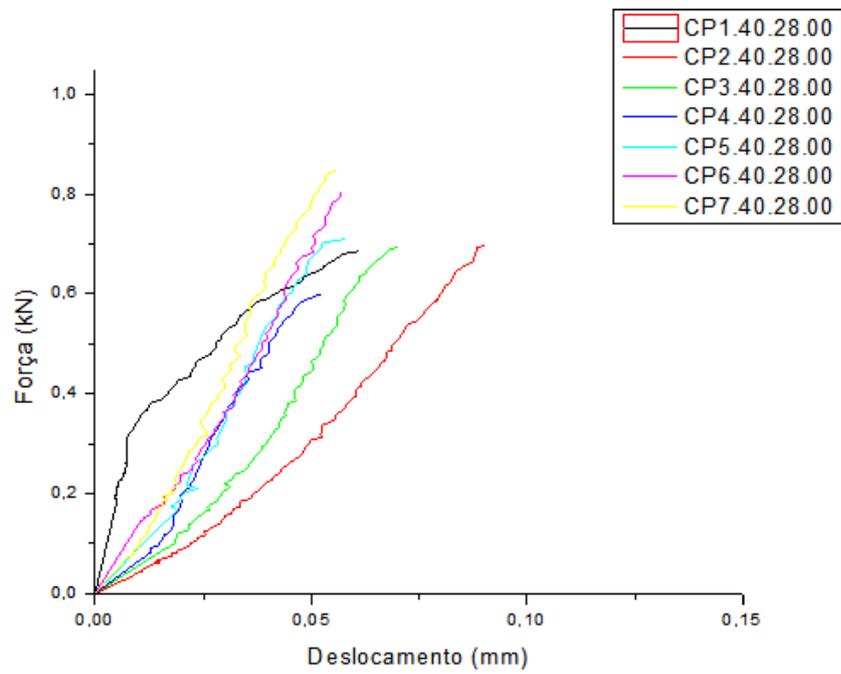
Apêndice C - Curvas de força x deslocamento (kN x mm)

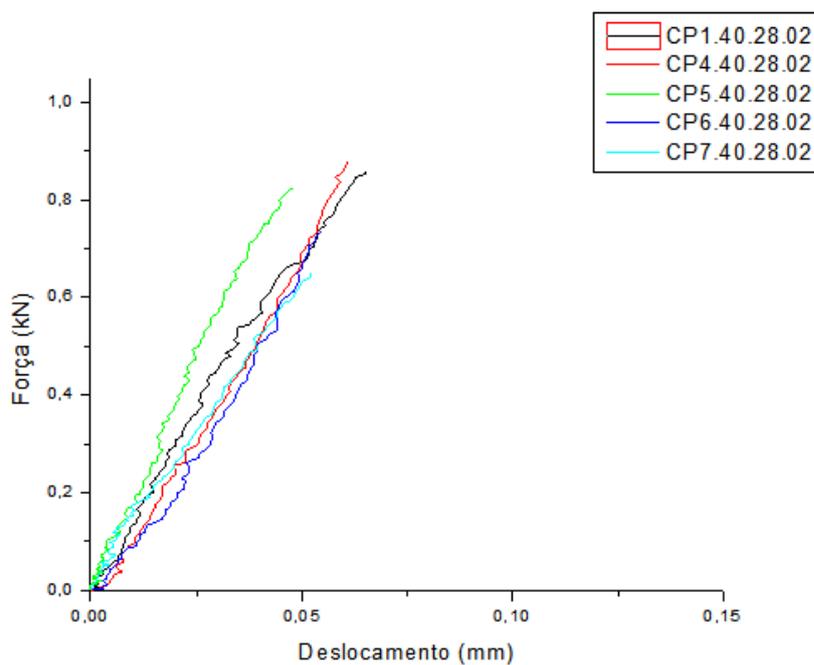
- Corpos de prova de 40x40x160mm³
 - 7 dias de idade (0,00%, 0,10%, 0,20% e 0,30% de NTC/NFC)



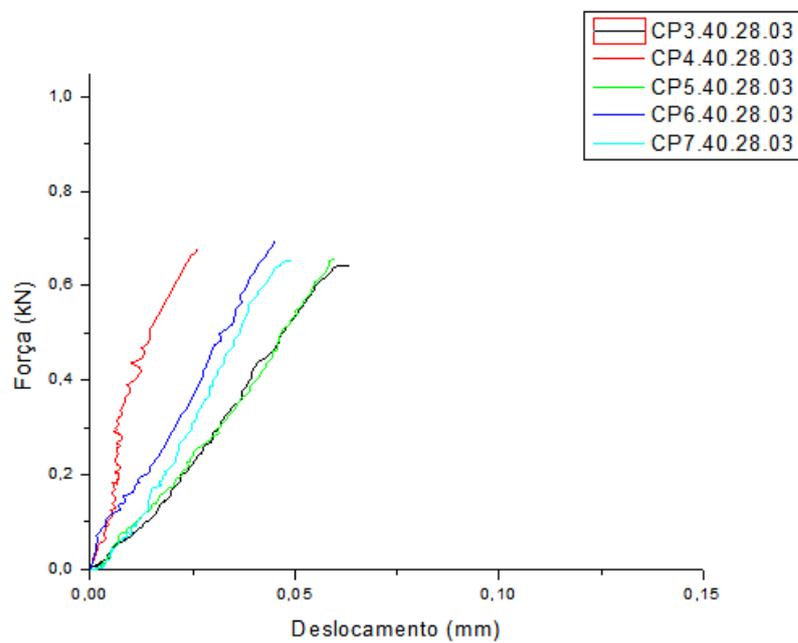


- 28 dias de idade (0,00%, 0,10%, 0,20% e 0,30% de NTC/NFC)



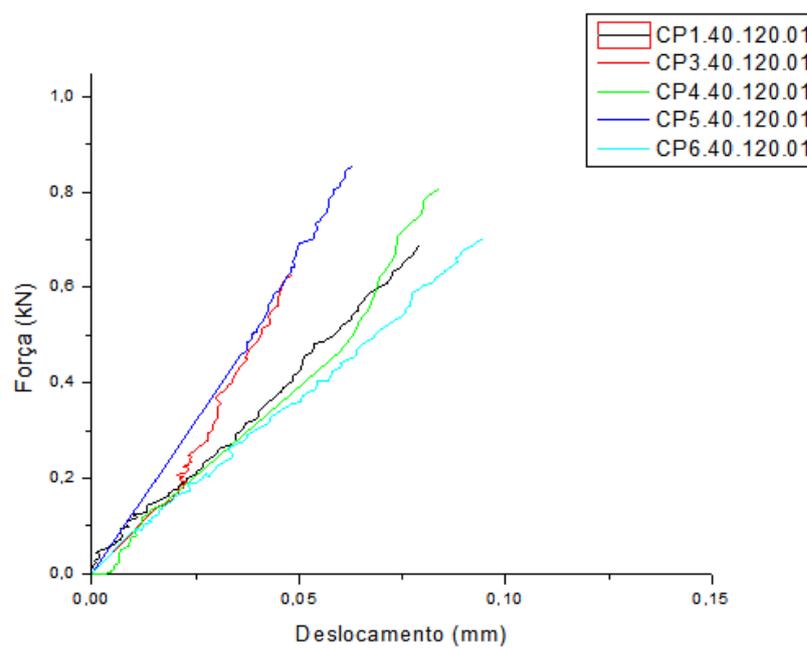
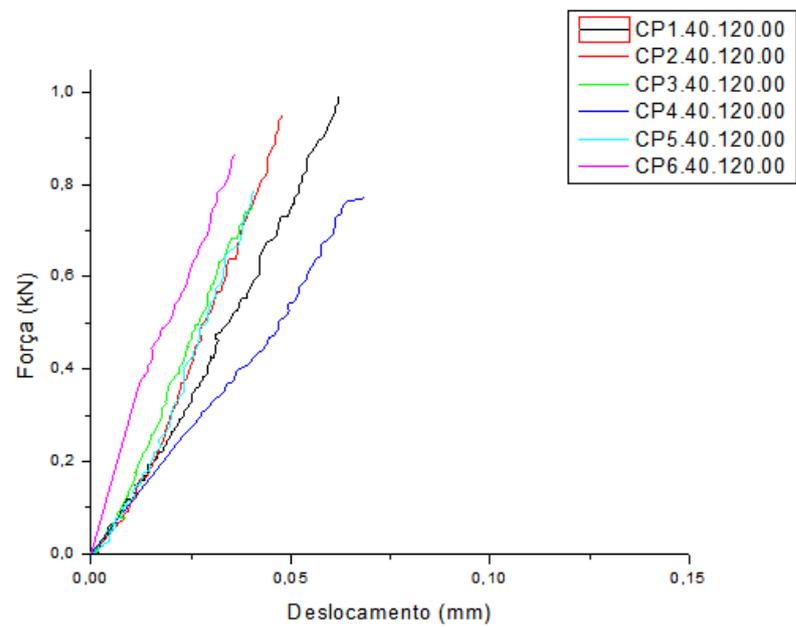


Nota: As curvas do CP2.40.28.02 e CP3.40.28.02 não apresentaram um comportamento aceitável e foram excluídas.

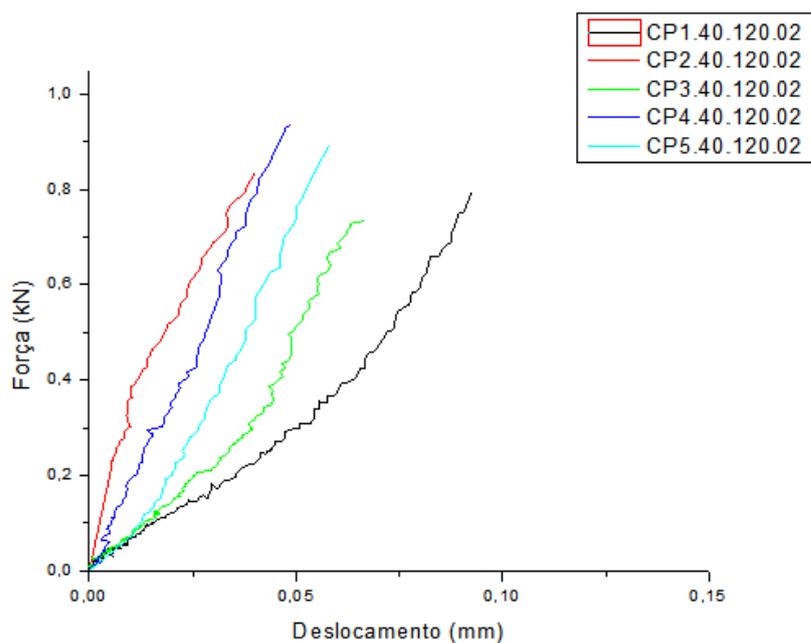


Nota: As curvas do CP1.40.28.03 e CP2.40.28.03 não apresentaram um comportamento aceitável e foram excluídas.

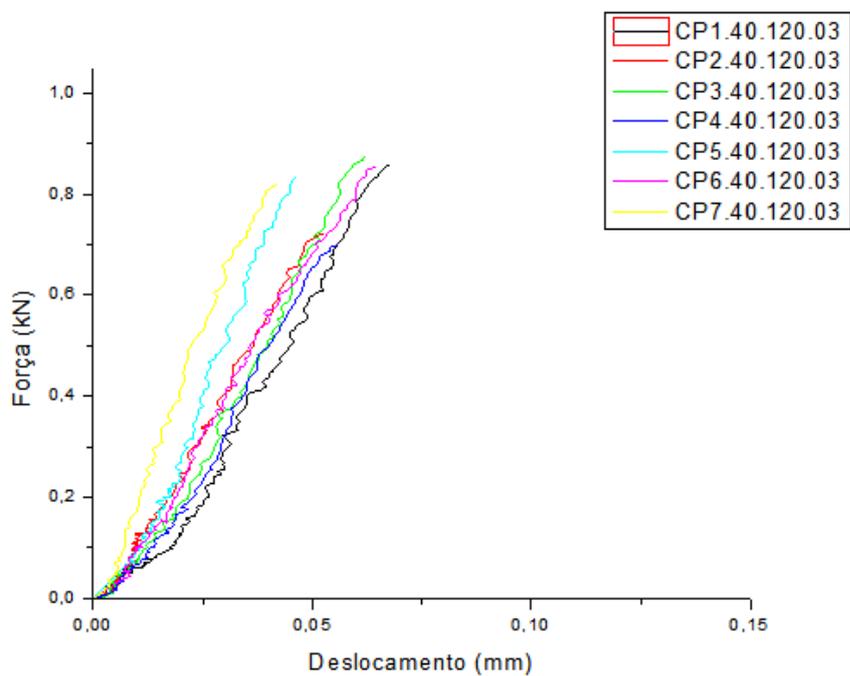
- 120 dias de idade (0,00%, 0,10%, 0,20% e 0,30% de NTC/NFC)



Nota: A curva do CP2.40.120.01 não apresentou um comportamento aceitável e foi excluída.



Nota: A curva do CP6.40.120.02 não apresentou um comportamento aceitável e foi excluída.



Apêndice D – Propriedades mecânicas de fratura

Os corpos de prova foram separados primeiramente pelo tipo, depois pela idade e em seguida pelos teores de adição de NTC/NFC. Eles não são apresentados conforme a ordem de execução dos ensaios, como ocorre nos Apêndices A, B e C. Após o cálculo da propriedade mecânica de fratura para cada corpo de prova, o desvio de cada valor em relação à média aritmética do grupo foi calculado e este valor, em módulo, foi utilizado para ordenar os corpos de prova dentro de cada teor de adição de NTC/NFC em ordem crescente, isto é, do que está mais próximo da média para o que está mais afastado.

Essa disposição dos corpos de prova em ordem crescente objetivou eliminar um ou dois corpos de prova – os mais afastados da média do grupo – dentro de cada grupo de teor de adição de NTC/NFC para que as análises fossem realizadas com base em cinco corpos de prova para todos os grupos. Os grupos cujo ensaio de flexão em três pontos ocorreu com êxito em apenas cinco corpos de prova não tiveram nenhum valor eliminado.

Resistência à tração na flexão (σ_f) - MPa

- Corpos de prova de 25x25x150mm³
 - 7 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	2,47	2,51	3,49	3,02
CP2	2,69	2,40	3,45	2,82
CP3	2,27	2,74	3,54	3,31
CP4	2,18	2,77	3,42	2,43
CP5	2,09	2,85	3,11	3,72
CP6	3,20*	2,01*	3,91*	-
CP7	-	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 28 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	3,62	4,13	3,99	3,97
CP2	3,46	4,10	4,09	3,98
CP3	3,37	4,21	4,16	4,06
CP4	3,17	4,04	3,84	3,76
CP5	2,79	4,02	3,82	3,72
CP6	4,87*	4,34*	3,63*	4,26*
CP7	-	-	4,67*	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 120 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	3,84	-	4,02	3,68
CP2	3,86	-	4,10	3,57
CP3	3,57	-	3,85	3,96
CP4	4,02	-	3,81	3,98
CP5	3,50	-	3,75	4,03
CP6	3,37*	-	4,58*	4,10*
CP7	4,36*	-	-	2,94*

- Corpos de prova de 40x40x160mm³

- 7 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	2,08	3,32	3,05	3,90
CP2	2,10	3,30	3,09	3,94
CP3	2,22	3,54	2,88	4,12
CP4	2,57	3,82	2,53	3,38
CP5	1,36	2,59	2,49	3,06
CP6	-	-	3,89*	4,64*
CP7	-	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 28 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	4,14	4,17	4,57	4,16
CP2	4,47	4,05	4,17	4,07
CP3	4,09	4,36	4,96	4,06
CP4	3,85	3,94	4,03	3,90
CP5	4,96	3,47	5,10	4,52
CP6	5,26*	5,01*	5,15*	3,83*
CP7	3,30*	-	3,94*	4,93*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.
corpos de prova.

- 120 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	5,73	4,25	5,29	5,14
CP2	5,25	4,88	5,06	4,84
CP3	5,08	4,88	5,57	4,83
CP4	5,94	4,10	4,71	5,48
CP5	6,26	4,06	4,55	5,51
CP6	4,69*	5,08*	6,08*	5,52*
CP7	-	-	-	4,46*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

Energia de fratura (G_f) – N/m

- Corpos de prova de 40x40x160mm³

- 7 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	5,73	9,35	9,58	14,44
CP2	5,72	13,98	9,07	15,00
CP3	9,60	6,49	12,98	15,39
CP4	3,03	5,55	7,37	15,70
CP5	11,64	16,50	6,16	15,71
CP6	-	-	18,43*	11,54*
CP7	-	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 28 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	17,66	18,89	17,56	12,96
CP2	19,17	21,67	19,09	12,36
CP3	16,94	21,70	14,60	14,74
CP4	15,71	15,14	14,51	16,93
CP5	22,48	15,11	24,21	8,63
CP6	23,80*	25,01*	-	-
CP7	11,93*	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 120 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	15,92	22,10	18,26	15,85
CP2	14,55	23,77	18,25	15,08
CP3	12,27	24,32	16,96	20,19
CP4	11,74	26,90	16,50	14,72
CP5	22,00	11,18	23,62	14,31
CP6	23,33*	-	-	21,03*
CP7	-	-	-	21,86*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

Tenacidade à fratura (K_{IC}) - MPa.mm^{1/2}

- Corpos de prova de 25x25x150mm³
 - 7 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	1,40	1,42	1,76	1,63
CP2	1,38	1,47	1,78	1,76
CP3	1,48	1,61	1,82	1,54
CP4	1,34	1,64	1,61	1,25
CP5	1,23	1,19	1,50	2,09
CP6	1,63*	1,19*	2,00*	-
CP7	-	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 28 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	1,78	2,19	2,11	2,03
CP2	1,85	2,14	2,12	2,03
CP3	1,66	2,22	2,08	2,00
CP4	1,65	2,10	1,99	2,16
CP5	1,41	2,05	2,24	2,19
CP6	2,46*	2,32*	2,32*	1,85*
CP7	-	-	1,87*	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 120 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	1,91	1,46	2,07	1,96
CP2	1,94	1,50	2,02	1,90
CP3	2,00	1,35	2,22	1,88
CP4	1,79	1,23	1,95	2,03
CP5	1,78	1,71	1,91	2,10
CP6	1,73*	2,07*	2,34*	2,24*
CP7	2,24*	0,78*	-	1,53*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- Corpos de prova de 40x40x160mm³

- 7 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	1,04	1,76	1,54	1,95
CP2	1,11	1,79	1,52	1,92
CP3	1,15	1,84	1,52	2,10
CP4	1,28	1,88	1,43	1,74
CP5	0,70	1,44	1,25	1,53
CP6	-	-	1,93*	2,48*
CP7	-	-	-	-

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 28 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	2,13	2,11	2,32	2,16
CP2	2,11	2,09	2,16	2,05
CP3	2,09	2,04	2,52	2,03
CP4	2,07	2,25	2,53	2,03
CP5	2,54	1,73	2,55	2,00
CP6	2,60*	2,52*	2,07*	2,32*
CP7	1,76*	-	2,04*	2,39*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

- 120 dias de idade

	0,00% NTC/NFC	0,10% NTC/NFC	0,20% NTC/NFC	0,30% NTC/NFC
CP1	2,65	2,18	2,66	2,57
CP2	2,86	2,46	2,60	2,47
CP3	2,88	2,13	2,47	2,44
CP4	2,54	2,46	2,86	2,74
CP5	2,36	2,47	2,37	2,79
CP6	3,13*	2,06*	2,97*	2,79*
CP7	-	-	-	2,22*

Nota¹: (*) Valores que foram eliminados para se calcular as médias e os desvios padrão para cinco corpos de prova.

Nota²: (-) Corpos de prova que apresentaram problema durante o ensaio.

Apêndice E – Análises estatísticas dos ensaios realizados

Para a realização dos testes ANOVA e de Tukey em um nível de significância de 95%, utilizou-se o software *Origin 8.1* e considerou-se que as amostras são independentes e possuem uma distribuição normal.

Resistência à tração na flexão (σ_f) – Mpa

ANOVAOneWay CPX.25.7

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	2,48229	0,41455	0,16924
0,10%	6	2,54672	0,31321	0,12787
0,20%	6	3,48808	0,25575	0,10441
0,30%	5	3,06128	0,48742	0,21798

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	3,99711	1,33237	9,63603	4,42075E-4
Error	19	2,62712	0,13827		
Total	22	6,62423			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,60341	0,12878	0,37185	2,88735

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	0,06443	0,21469	0,42443	0,9903	0,05	0	-0,53923	0,66809
0,2% 0,0%	1,00579	0,21469	6,6255	8,53322E-4	0,05	1	0,40213	1,60945
0,2% 0,1%	0,94136	0,21469	6,20108	0,00166	0,05	1	0,3377	1,54502
0,3% 0,0%	0,57898	0,22516	3,6365	0,08035	0,05	0	-0,05414	1,21211
0,3% 0,1%	0,51455	0,22516	3,23182	0,13685	0,05	0	-0,11857	1,14768
0,3% 0,2%	-0,4268	0,22516	2,68067	0,26294	0,05	0	-1,05993	0,20632

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVAOneWay CPX.25.28

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	3,54843	0,70788	0,28899
0,10%	6	4,14111	0,11735	0,04791
0,20%	7	4,02756	0,33459	0,12646
0,30%	6	3,95806	0,20155	0,08228

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	1,21116	0,40372	2,45806	0,0911
Error	21	3,4491	0,16424		
Total	24	4,66026			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,25989	0,1033	0,40527	3,92314

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	0,59268	0,23398	3,58222	0,08349	0,05	0	-0,0595	1,24487
0,2% 0,0%	0,47913	0,22547	3,00525	0,17778	0,05	0	-0,14933	1,10759
0,2% 0,1%	-0,11355	0,22547	0,7122	0,95732	0,05	0	-0,74201	0,51491
0,3% 0,0%	0,40963	0,23398	2,47587	0,32396	0,05	0	-0,24255	1,06182
0,3% 0,1%	-0,18305	0,23398	1,10635	0,8616	0,05	0	-0,83523	0,46914
0,3% 0,2%	-0,0695	0,22547	0,43591	0,98954	0,05	0	-0,69796	0,55896

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.25.120

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	7	3,78669	0,33925	0,12822
0,20%	6	4,01872	0,30736	0,12548
0,30%	7	3,75097	0,40653	0,15365

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	0,26673	0,13337	1,05232	0,3708
Error	17	2,15449	0,12673		
Total	19	2,42122			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,11016	0,09262	0,356	3,84379

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,2% 0,0%	0,23203	0,19806	1,65676	0,48538	0,05	0	-0,27606	0,74011
0,3% 0,0%	-0,03572	0,19029	0,26548	0,98078	0,05	0	-0,52387	0,45243
0,3% 0,2%	-0,26775	0,19806	1,91183	0,3872	0,05	0	-0,77583	0,24034

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.7

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	5	2,06537	0,44085	0,19715
0,10%	5	3,31385	0,45633	0,20408
0,20%	6	2,98879	0,50789	0,20735
0,30%	6	3,83964	0,55742	0,22757

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	8,93253	2,97751	12,03381	1,47309E-4
Error	18	4,45372	0,24743		
Total	21	13,38625			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,66729	0,16125	0,49742	3,08485

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	1,24849	0,3146	5,61234	0,00455	0,05	1	0,35934	2,13763
0,2% 0,0%	0,92343	0,3012	4,33568	0,03083	0,05	1	0,07214	1,77472
0,2% 0,1%	-0,32506	0,3012	1,52622	0,70618	0,05	0	-1,17635	0,52623
0,3% 0,0%	1,77427	0,3012	8,33056	7,67047E-5	0,05	1	0,92298	2,62556
0,3% 0,1%	0,52578	0,3012	2,46866	0,33045	0,05	0	-0,32551	1,37707
0,3% 0,2%	0,85084	0,28719	4,18986	0,03803	0,05	1	0,03917	1,66252

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA One Way CPX.40.28

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	7	4,29664	0,66663	0,25196
0,10%	6	4,16747	0,51221	0,20911
0,20%	7	4,55905	0,51902	0,19617
0,30%	7	4,21087	0,38736	0,14641

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,62571	0,20857	0,73862	0,53981
Error	23	6,49473	0,28238		
Total	26	7,12044			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,08788	0,12319	0,53139	4,31373

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	-0,12917	0,29564	0,61789	0,97145	0,05	0	-0,9473	0,68896
0,2% 0,0%	0,2624	0,28404	1,30647	0,79247	0,05	0	-0,52363	1,04843
0,2% 0,1%	0,39157	0,29564	1,87311	0,55733	0,05	0	-0,42655	1,2097
0,3% 0,0%	-0,08577	0,28404	0,42705	0,99018	0,05	0	-0,8718	0,70026
0,3% 0,1%	0,0434	0,29564	0,20759	0,99884	0,05	0	-0,77473	0,86152
0,3% 0,2%	-0,34818	0,28404	1,73353	0,61733	0,05	0	-1,13421	0,43786

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.120

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	5,48973	0,58587	0,23918
0,10%	6	4,54131	0,45375	0,18524
0,20%	6	5,20904	0,56731	0,2316
0,30%	7	5,1101	0,41382	0,15641

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	2,85285	0,95095	3,71027	0,02758
Error	21	5,38235	0,2563		
Total	24	8,2352			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,34642	0,09949	0,50626	5,08845

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	-0,94842	0,29229	4,58879	0,01875	0,05	1	-1,76313	-0,13371
0,2% 0,0%	-0,28068	0,29229	1,35805	0,77298	0,05	0	-1,09539	0,53403
0,2% 0,1%	0,66773	0,29229	3,23075	0,13379	0,05	0	-0,14698	1,48245
0,3% 0,0%	-0,37962	0,28166	1,9061	0,54423	0,05	0	-1,1647	0,40545
0,3% 0,1%	0,56879	0,28166	2,85592	0,21271	0,05	0	-0,21628	1,35387
0,3% 0,2%	-0,09894	0,28166	0,49678	0,98471	0,05	0	-0,88402	0,68613

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

Energia de fratura (G_f) – N/m

ANOVA OneWay CPX.40.7

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	5	7,14232	3,43521	1,53627
0,10%	5	10,37537	4,74254	2,12093
0,20%	6	10,59854	4,48475	1,83089
0,30%	6	14,63076	1,5869	0,64785

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	156,00166	52,00055	3,73917	0,03002
Error	18	250,32593	13,907		
Total	21	406,32759			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,38393	0,34333	3,72921	10,86201

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	3,23305	2,35856	1,93857	0,5325	0,05	0	-3,43292	9,89902
0,2% 0,0%	3,45622	2,25815	2,16453	0,4409	0,05	0	-2,92596	9,8384
0,2% 0,1%	0,22317	2,25815	0,13977	0,99964	0,05	0	-6,15901	6,60535
0,3% 0,0%	7,48843	2,25815	4,68979	0,01833	0,05	1	1,10625	13,87061
0,3% 0,1%	4,25539	2,25815	2,66503	0,26916	0,05	0	-2,12679	10,63757
0,3% 0,2%	4,03222	2,15306	2,64852	0,27399	0,05	0	-2,05296	10,11739

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVAOneWay CPX.40.28

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	7	18,24149	4,04144	1,52752
0,10%	6	19,58612	3,96329	1,618
0,20%	5	17,99424	3,98866	1,78378
0,30%	5	13,12355	3,07504	1,3752

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	126,82159	42,27386	2,88923	0,0624
Error	19	277,99879	14,63152		
Total	22	404,82037			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,31328	0,21951	3,82512	17,42592

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	1,34464	2,1281	0,89357	0,92048	0,05	0	-4,63925	7,32852
0,2% 0,0%	-0,24725	2,23976	0,15611	0,9995	0,05	0	-6,5451	6,05061
0,2% 0,1%	-1,59188	2,31622	0,97195	0,90067	0,05	0	-8,10474	4,92098
0,3% 0,0%	-5,11793	2,23976	3,23153	0,1369	0,05	0	-11,41579	1,17992
0,3% 0,1%	-6,46257	2,31622	3,94584	0,05223	0,05	0	-12,97543	0,05029
0,3% 0,2%	-4,87069	2,41922	2,84728	0,21803	0,05	0	-11,67315	1,93178

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.120

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	16,63572	4,92995	2,01264
0,10%	5	21,65453	6,10103	2,72846
0,20%	5	18,71497	2,85113	1,27507
0,30%	7	17,57897	3,29412	1,24506

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	76,75068	25,58356	1,32076	0,29693
Error	19	368,03523	19,37028		
Total	22	444,78591			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.

At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,17256	0,23834	4,40117	18,46585

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	5,01881	2,66504	2,66325	0,26799	0,05	0	-2,47487	12,51249
0,2% 0,0%	2,07924	2,66504	1,10336	0,86246	0,05	0	-5,41444	9,57292
0,2% 0,1%	-2,93956	2,78354	1,49348	0,7194	0,05	0	-10,76646	4,88733
0,3% 0,0%	0,94325	2,44858	0,54479	0,97999	0,05	0	-5,94179	7,82829
0,3% 0,1%	-4,07555	2,57706	2,23654	0,41204	0,05	0	-11,32185	3,17074
0,3% 0,2%	-1,13599	2,57706	0,6234	0,97059	0,05	0	-8,38229	6,1103

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

Tenacidade à fratura (K_{IC}) - MPa.mm^{1/2}

ANOVAOneWay CPX.25.7

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	1,41007	0,13698	0,05592
0,10%	6	1,41879	0,19609	0,08005
0,20%	6	1,7452	0,17294	0,0706
0,30%	5	1,65229	0,30688	0,13724

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,50156	0,16719	3,91049	0,02485
Error	19	0,81232	0,04275		
Total	22	1,31388			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,38174	0,13319	0,20677	1,55243

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	0,00872	0,11938	0,1033	0,99985	0,05	0	-0,32695	0,34439
0,2% 0,0%	0,33513	0,11938	3,97006	0,05046	0,05	0	-5,48163E-4	0,6708
0,2% 0,1%	0,32641	0,11938	3,86676	0,05841	0,05	0	-0,00927	0,66208
0,3% 0,0%	0,24221	0,1252	2,73586	0,24738	0,05	0	-0,10984	0,59427
0,3% 0,1%	0,2335	0,1252	2,63737	0,27562	0,05	0	-0,11856	0,58555
0,3% 0,2%	-0,09291	0,1252	1,04944	0,87887	0,05	0	-0,44497	0,25915

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.25.28

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	1,80323	0,35542	0,1451
0,10%	6	2,17242	0,09507	0,03881
0,20%	7	2,10259	0,14776	0,05585
0,30%	6	2,04477	0,12415	0,05068

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,46811	0,15604	3,70311	0,02776
Error	21	0,88487	0,04214		
Total	24	1,35299			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,34598	0,10094	0,20527	2,03363

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	0,36919	0,11851	4,40551	0,02491	0,05	1	0,03885	0,69953
0,2% 0,0%	0,29936	0,1142	3,70702	0,07011	0,05	0	-0,01897	0,61768
0,2% 0,1%	-0,06984	0,1142	0,86479	0,92728	0,05	0	-0,38816	0,24849
0,3% 0,0%	0,24154	0,11851	2,8822	0,20621	0,05	0	-0,0888	0,57187
0,3% 0,1%	-0,12766	0,11851	1,52331	0,70684	0,05	0	-0,45799	0,20268
0,3% 0,2%	-0,05782	0,1142	0,71602	0,95668	0,05	0	-0,37614	0,2605

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVAOneWay CPX.25.120

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	7	1,91286	0,17395	0,06575
0,10%	7	1,44372	0,39904	0,15082
0,20%	6	2,08554	0,16453	0,06717
0,30%	7	1,94873	0,22232	0,08403

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	1,58085	0,52695	7,72535	9,60077E-4
Error	23	1,56884	0,06821		
Total	26	3,1497			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,50191	0,14203	0,26117	1,8389

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	-0,46913	0,1396	4,75248	0,0134	0,05	1	-0,85546	-0,08281
0,2% 0,0%	0,17268	0,1453	1,68067	0,64003	0,05	0	-0,22942	0,57478
0,2% 0,1%	0,64181	0,1453	6,2467	0,00107	0,05	1	0,23972	1,04391
0,3% 0,0%	0,03587	0,1396	0,36338	0,99388	0,05	0	-0,35045	0,42219
0,3% 0,1%	0,505	0,1396	5,11586	0,00735	0,05	1	0,11868	0,89133
0,3% 0,2%	-0,13681	0,1453	1,33154	0,78303	0,05	0	-0,5389	0,26529

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.7

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	5	1,05377	0,21723	0,09715
0,10%	5	1,74158	0,1767	0,07902
0,20%	6	1,53238	0,22316	0,0911
0,30%	6	1,95256	0,32381	0,1322

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	2,36085	0,78695	13,03245	9,17053E-5
Error	18	1,08691	0,06038		
Total	21	3,44775			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,68475	0,15496	0,24573	1,58575

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	0,68782	0,15541	6,25888	0,00169	0,05	1	0,24857	1,12706
0,2% 0,0%	0,47861	0,1488	4,54883	0,02258	0,05	1	0,05806	0,89915
0,2% 0,1%	-0,20921	0,1488	1,98836	0,51182	0,05	0	-0,62975	0,21134
0,3% 0,0%	0,89879	0,1488	8,54239	5,65566E-5	0,05	1	0,47825	1,31934
0,3% 0,1%	0,21098	0,1488	2,00521	0,50487	0,05	0	-0,20957	0,63152
0,3% 0,2%	0,42019	0,14187	4,18848	0,03811	0,05	1	0,01921	0,82116

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.28

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	7	4,29664	0,66663	0,25196
0,10%	6	4,16747	0,51221	0,20911
0,20%	7	4,55905	0,51902	0,19617
0,30%	7	4,21087	0,38736	0,14641

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,62571	0,20857	0,73862	0,53981
Error	23	6,49473	0,28238		
Total	26	7,12044			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,08788	0,12319	0,53139	4,31373

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	-0,12917	0,29564	0,61789	0,97145	0,05	0	-0,9473	0,68896
0,2% 0,0%	0,2624	0,28404	1,30647	0,79247	0,05	0	-0,52363	1,04843
0,2% 0,1%	0,39157	0,29564	1,87311	0,55733	0,05	0	-0,42655	1,2097
0,3% 0,0%	-0,08577	0,28404	0,42705	0,99018	0,05	0	-0,8718	0,70026
0,3% 0,1%	0,0434	0,29564	0,20759	0,99884	0,05	0	-0,77473	0,86152
0,3% 0,2%	-0,34818	0,28404	1,73353	0,61733	0,05	0	-1,13421	0,43786

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.

ANOVA OneWay CPX.40.120

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
0,00%	6	2,73644	0,27703	0,1131
0,10%	6	2,29414	0,19014	0,07762
0,20%	6	2,65612	0,22781	0,093
0,30%	7	2,57395	0,21467	0,08114

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,66691	0,2223	4,24215	0,01716
Error	21	1,10047	0,0524		
Total	24	1,76738			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal

Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different

At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,37734	0,08923	0,22892	2,56552

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
0,1% 0,0%	-0,4423	0,13217	4,73275	0,01496	0,05	1	-0,81069	-0,07391
0,2% 0,0%	-0,08032	0,13217	0,8595	0,92847	0,05	0	-0,44871	0,28807
0,2% 0,1%	0,36198	0,13217	3,87325	0,05525	0,05	0	-0,00641	0,73037
0,3% 0,0%	-0,1625	0,12736	1,80438	0,5876	0,05	0	-0,51748	0,19249
0,3% 0,1%	0,27981	0,12736	3,10702	0,15668	0,05	0	-0,07518	0,63479
0,3% 0,2%	-0,08217	0,12736	0,91244	0,91604	0,05	0	-0,43716	0,27282

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,05 level.