

Influência de nanotubos de carbono sobre o desempenho de concreto e de concreto reforçado com fibras (CRF)

Influence of carbon nanotubes on the performance of concrete and fiber reinforced concrete (FRC)

João Pedro Lopes¹, Vladimir José Ferrari¹, Aires Camões², Aloysio Souza³, Raul Fangueiro²

¹UEM, Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Civil, Av. Colombo, 5790 - Jd. Universitário, CEP 87020-900, Maringá, PR, Brazil.

²UMINHO, Universidade do Minho, Departamento de Engenharia Civil, Campus de Azurém, CEP: 4800-058, Guimarães, Portugal.

³UTFPR, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Civil, Rua Marcílio Dias, 635, Jd Paraíso, CEP 86812-460, Apucarana, PR, Brazil.

e-mail: engjoaopedrolopes@gmail.com, vladimirjf@hotmail.com, aires@civil.uminho.pt, asouza@utfpr.edu.br, rfangueiro@dem.uminho.pt

RESUMO

O concreto é um material com elevada frequência de utilização em construções brasileiras e em edificações de países ao redor do mundo. Fatores como os custos reduzidos dos materiais, elevado volume de pesquisa e resistência elevada, colaboram para a grande utilização do concreto como material de construção. Entretanto, o concreto tem baixa resistência à tração, fissura facilmente e apresenta pequena capacidade de deformação. O concreto reforçado com fibras (CRF) foi desenvolvido na década de 60 e é um material que apresenta uma boa resposta mecânica em termos de resistência residual após a fissuração da matriz e conseqüentemente um comportamento mais dúctil do que o concreto sem fibras. Entretanto, o efeito da adição de fibras no concreto restringe-se somente a fase pós-fissuração do processo de carregamento. As fibras não tem efeito no comportamento que antecede a carga de pico. Avanços recentes em nanotecnologia têm possibilitado a produção de nanopartículas, em especial, nanotubos de carbono. Tratam-se de nanopartículas que podem ser utilizadas como reforço da matriz cimentícia para atuar ao nível de sua nanoestrutura. A pesquisa proposta estuda o comportamento de concretos contendo a incorporação de nanotubos de carbono e também de concretos reforçados com fibras de aço (CRFA) juntamente com a adição de nanotubos de carbono. A pesquisa tem o objetivo de avaliar melhorias na resposta dos concretos e dos CRFA, a partir da incorporação das nanopartículas de carbono. Foram realizados ensaios de compressão e de flexão em três pontos em corpos de prova prismáticos entalhados. Foi constatado que os nanotubos de carbono permitem reduzir a absorção de água e melhorar a mobilidade das misturas (de concreto e de CRFA) no estado fresco. Também foram observados aumentos, na resistência à compressão axial e resistências flexionais dos materiais concreto e CRFA quando da adição de nanotubos de carbono.

Palavras-chave: Concreto. CRFA. Nanotubos de carbono.

ABSTRACT

Concrete is a material with a high frequency of use in Brazilian constructions and in buildings in countries around the world. Factors such as reduced material costs, high research volume and high resistance, contributed to the wide use of concrete as a building material. However, concrete has low tensile strength, cracking easily and has a low deformation capacity. Fiber reinforced concrete (FRC) was developed in the 1960s and is a material that presents a good mechanical response in terms of residual strength after cracking of the matrix and consequently a more ductile behavior than concrete without fibers. The effect of adding fibers to the concrete is restricted only to the post-cracking phase of the loading process. The fibers have no effect on the behavior that precedes the peak load. Recent advances in nanotechnology have enable the production of nanoparticles, in particular, carbon nanotubes. The nanoparticles can be used to reinforce the cement matrix to act at the level of its nanostructure. The proposed research studies the behavior of concretes containing the incorporation of carbon nanotubes and also of steel fiber reinforced concrete (SFRC) with the addition of carbon

Autor Responsável: Vladimir José Ferrari

Data de envio: 17/01/2021

Data de aceite: 01/02/2022

nanotubes. The research aims to evaluate improvements in the response of concretes and SFRC, based on the incorporation of carbon nanoparticles. Compression and flexural tests were performed on notched prismatic specimens. It has been found that nanotubes reduce the absorption of water and improve the mobility of mixtures (concrete and SFRC) in the fresh state. Increases in axial compression strength and flexural strengths of concrete and SFRC materials were also observed when adding carbon nanotubes.

Keywords: Concrete. SFRC. Carbon nanotubes.

1. INTRODUÇÃO

O concreto é o material mais empregado nas construções brasileiras e em grande parcela das edificações dos principais países do mundo. Sua elevada frequência de uso pode ser relacionada aos reduzidos custos envolvidos em sua produção, à disponibilidade de mão de obra empregada na etapa de execução, ao monolitismo das ligações (possibilitam soluções mais ousadas e mais seguras), ao elevado volume de pesquisas, a resistência elevada, entre outros fatores.

Por outro lado, uma das principais limitações do concreto está relacionada com sua baixa resistência à tração (aproximadamente 10% da sua resistência à compressão), com sua pequena capacidade de deformação e susceptibilidade à fissuração. O processo de fissuração no concreto, segundo PARVEEN *et al* [1], inicia-se com microfissuras isoladas que, pelo mecanismo de coalescência formam as microfissuras e em seguida as macrofissuras.

Essas limitações do material concreto, podem, até certa forma, serem minimizadas ou mesmo solucionadas pelo reforço da matriz com fibras curtas. O concreto reforçado com fibras (CRF) foi desenvolvido a partir de 1960, principalmente devido ao fato de melhorar a ductilidade e a resistência do concreto pós-fissuração [2, 3]. Estudos [4-7] afirmam que a adição de fibras melhora consideravelmente as propriedades mecânicas do concreto, como a capacidade de absorção de energia, resistência ao avanço da fissuração e ductilidade.

Segundo ZHOU *et al* [8], as tradicionais fibras curtas (aço e PVA, por exemplo) apresentam boa resistência ao avanço da fissuração somente ao nível macroestrutural da matriz cimentícia, não tendo nenhuma eficiência quanto a microfissuração. As modificações decorrentes da adição de fibras de aço ao concreto são restritas a fase pós pico de fissuração da matriz conforme mencionado em [9]. As fibras de aço não inibem a formação e nem mesmo o crescimento da fissuração que antecede a força de pico, crescimento sub-crítico da fissura conforme descrito em [10].

ZHOU *et al* [8] comenta que avanços recentes em nanotecnologia têm culminado com a produção de nanofibras (nanotubos de carbono, por exemplo) que podem ser utilizados como reforço de matrizes cimentícias ao nível de sua nanoestrutura. Conforme PARVEEN *et al* [3], nanotubos de carbono tem despertado atenção especial para potencializar o desempenho de compósitos cimentícios. Os autores relatam significativos ganhos na resistência à flexão, módulo de elasticidade e resistência à compressão com a incorporação de nanotubos de carbono na matriz cimentícia.

Os nanotubos de carbono são nanomateriais utilizados em aplicações na indústria da construção, possuem diâmetro na faixa de 0,4 a 100 nm, comprimento da ordem do micrômetro e possuem elevada resistência à tração e módulo de deformação [11, 12]. As propriedades mecânicas dos nanotubos de carbono tornam o nanomaterial atrativo para utilização voltada, por exemplo, ao desenvolvimento de compósitos cimentícios com melhor desempenho [13].

De acordo com SINDU *et al* [14], as nanopartículas atrasam o processo de nucleação e formação de microfissuras na nanoestrutura, retardando a sua propagação. Os autores comentam que tais materiais são candidatos promissores a uma nova geração de compósitos cimentícios de alto desempenho.

Pesquisas [15, 16] mostraram que a fissuração em matrizes cimentícias contendo nanotubos de carbono é menos intensa do que uma matriz sem adição de nanopartículas. As nanopartículas também conduzem a maior absorção de energia e comportamento mais dúctil. Esse efeito é atribuído ao mecanismo de ponte que ocorre por meio de uma forte aderência interfacial entre o C-S-H do cimento e os nanotubos de carbono, restringindo a microfissuração.

O conceito de dispersão de nanopartículas em matriz cimentícia é, portanto, diretamente aplicável ao concreto na busca de mais resistência à fissuração, consequentemente maior durabilidade, rigidez e resistência. Os nanotubos de carbono apresentam portanto, propriedades que podem auxiliar diretamente na obtenção de uma melhor resposta do comportamento do CRF.

A maioria dos estudos têm focado as análises sobre a eficiência dos métodos para garantia de uma boa dispersão dos nanotubos em meio aquoso com objetivo de incorporação ao concreto. Assim, ainda há poucos estudos relacionados com a combinação dos nanotubos com as fibras de aço no sentido de analisar desempenho na flexão, antes e após a fissuração da matriz do CRF.

A pesquisa aqui proposta estuda o comportamento de concretos contendo a incorporação de nanopartículas (do tipo nanotubos de carbono) e também de concretos reforçados com fibras de aço (CRFA) juntamente com a adição de nanotubos de carbono. A proposta tem o objetivo de avaliar melhorias na resposta dos concretos e dos CRFA, no estado fresco e endurecido, a partir da incorporação das nanopartículas de carbono.

Foram realizados ensaios de compressão axial e de flexão em três pontos em corpos de prova prismáticos dotados de entalhe central reto passante. Foram tomadas imagens microscópicas de fragmentos dos concretos para análise da dispersão dos nanotubos no interior da matriz cimentícia.

A pesquisa possibilitou certo avanço com relação a identificação de melhorias obtidas com a incorporação de nanotubos de carbono ao concreto. Foram observados que os nanotubos de carbono permitem reduzir a absorção de água e melhorar a mobilidade das misturas (de concreto e de CRFA) no estado fresco. Também foram constatados aumentos, ainda que marginais, na resistência à compressão axial e resistências flexionais (máxima e residuais) dos materiais concreto e CRFA quando da adição de nanotubos de carbono.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O programa experimental da pesquisa foi executado no Laboratório de Materiais de Construção (LMC) e Laboratório de Estruturas (LEST) do Departamento de Engenharia Civil da Escola de Engenharia da Universidade do Minho (UMINHO), na cidade de Guimarães, em Portugal.

Para investigar e analisar as propriedades dos concretos e dos CRFA foram realizados ensaios de caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, de avaliação da consistência da mistura e de investigação das propriedades mecânicas: compressão axial, flexão e ensaio de arrancamento do tipo Pull out.

2.1 Caracterização dos materiais

O cimento utilizado foi do tipo Portland CEM I 42,5 R produzido com no mínimo 95% de Clínquer, resistência superior a 20 MPa aos 2 dias de idade e, entre 42,5 a 62,5 MPa com a idade de 28 dias, segundo informações do fabricante. Os agregados utilizados foram provenientes da região de Guimarães.

As fibras de aço utilizadas foram do tipo Ibermix HER 0,55/35 BL, dotadas de ganchos nas extremidades, comprimento de 35 mm, diâmetro de 0,55 mm, fator de forma igual a 64 e resistência à tração de 1.395 MPa. O aspecto das fibras é mostrado na Figura 1.



Figura 1: Aspecto das fibras de aço.

A caracterização dimensional foi realizada numa amostra de 60 fibras com a utilização de um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm. A média obtida para os diâmetros foi de 0,54 mm (dentro dos limites da tolerância: 0,52 a 0,58 mm) e o valor da média dos comprimentos foi igual a 33,62 mm (dentro dos limites da tolerância: 33 a 37 mm). A quantidade de fibras defeituosas foi de 4,53%, abaixo do limite (5%) prescrito por [17]. O ensaio de dobramento de 90° (conforme [17]) foi realizado numa amostra de 10 fibras de aço, sobre um pino de 3,2 mm de diâmetro e revelou que nenhuma fibra apresentou falhas.

Os nanotubos de carbono (CNT) utilizados na pesquisa têm nome comercial “*Multi-Walled Carbon Nanotubes – GCM327*”, foram fornecidos pela empresa *Carbon Nanotubes Plus* com as características indicadas na Tabela 1 e o aspecto visual mostrado na Figura 2.

Tabela 1: Propriedades dos CNT.

PROPRIEDADE	VALOR
Pureza	> 98%
Diâmetro interno	2 - 5 nm
Diâmetro externo	< 8 nm
Comprimento	10 – 30 μm
Área superficial	350 – 420 m^2/g



Figura 2: Nanotubos de carbono.

A dispersão em água dos CNT foi realizada com auxílio de Surfactante do tipo não iônico Pluronic F-127, fornecido pela empresa Sigma Aldrich. Segundo PARVEEN *et al* [1], o sucesso da transferência das propriedades físicas e mecânicas dos CNT para o concreto é fortemente dependente da dispersão das nanopartículas na matriz cimentícia. Como existe uma forte tendência à aglomeração, um adequado processo para dispersão das nanopartículas deve ser empregado para garantir a homogeneidade.

2.2 Estudo da taxa de Surfactante e do tempo de Ultrassonificação

Para definição da taxa de Surfactante, foram preparadas soluções contendo 20 mg de CNT em 20 g de água (CNT em 0,1%), variando-se o Surfactante em 1%, 3% e 5%. Cada uma das soluções foi agitada mecanicamente por uma hora e conduzidas ao Equipamento (UV-VIS Recording Spectrophotometer UV-2401PC Shimadzu) para realização do ensaio de Espectroscopia de UV-VIS.

O Ensaio de Espectroscopia emite, em direção às soluções, raios ultravioletas de diferentes comprimentos de onda (200 a 800 nm) e faz a leitura daquelas ondas não absorvidas. O procedimento utilizado foi semelhante ao realizado pelos pesquisadores [4].

Na Figura 3 pode-se verificar o resultado obtido com a realização do ensaio UV-VIS. É possível observar que com 0,1% de CNT em solução aquosa, a taxa de 3% de Surfactante resultou em maior absorvância, refletindo, portanto, maior dispersão das nanopartículas.

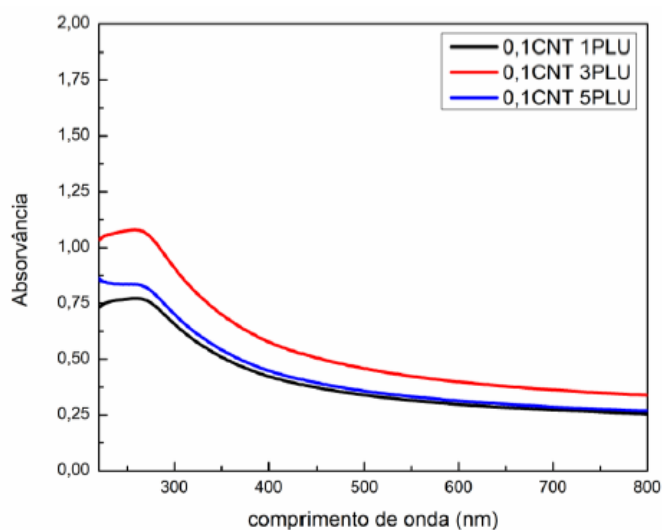


Figura 3: Absorvância com variação do Surfactante.

Foram preparadas amostras de CNT (0,05%, 0,10% e 0,15%) em 20 ml de água destilada e Surfactante em taxa de 3% (conforme definido anteriormente). Cada uma dessas amostras foram submetidas ao período de 1 hora, 2 horas e 3 horas de Ultrassonificação.

Na Figura 4, com base nos resultados obtidos do ensaio de UV-VIS, são apresentados a variação da Absorvância para cada uma das amostras de CNT. É possível constatar que para amostras com 0,5% e 0,10% de CNT, a melhor dispersão foi aquela obtida com o período de 2 horas de ultrassonificação. Já para amostras com 0,15% de CNT, a melhor dispersão foi obtida com 3 horas de ultrassonificação.

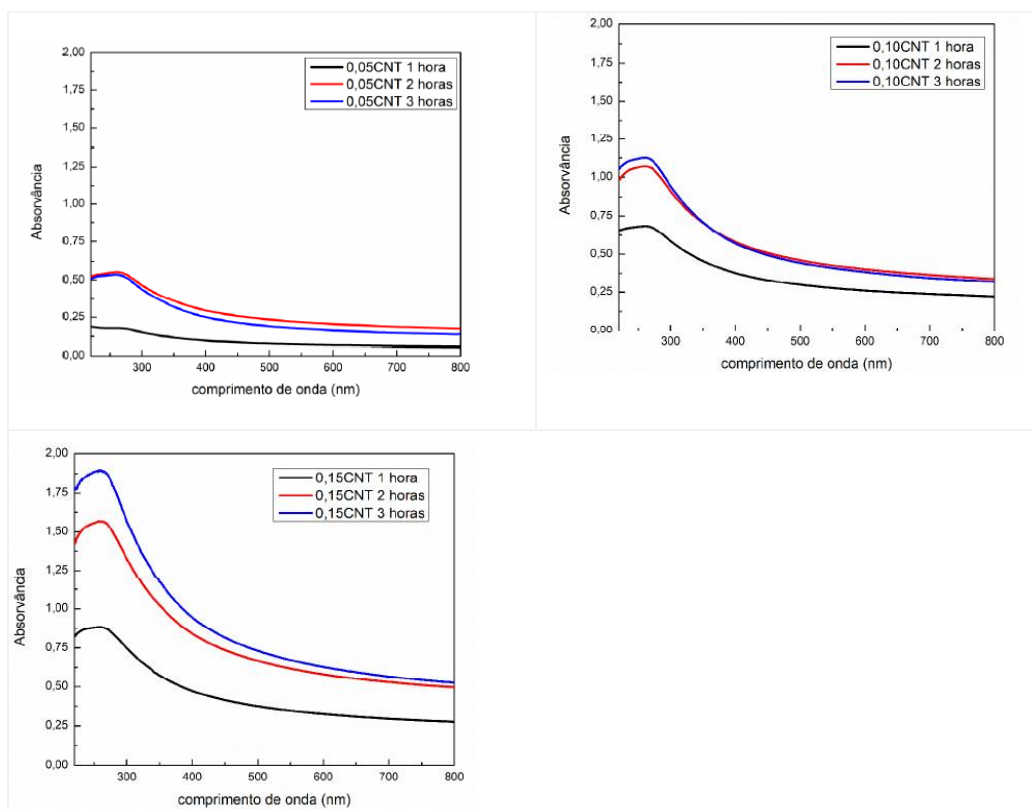


Figura 4: Absorvância com variação do Surfactante.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL DA PRIMEIRA FASE DA PESQUISA

Como uma primeira fase da pesquisa, devido à incipiência de dados na literatura acerca do efeito combinado de CNT adicionados ao CRFA, foram moldados corpos de prova prismáticos com dimensões de 50 x 50 x 200 mm dotados de entalhe central reto passante para ensaio de flexão em três pontos conforme [18] e também moldados corpos de prova com dimensões de 50 x 50 x 100 mm para a análise da absorção de água por imersão e da resistência à compressão axial (conforme [19]). Os ensaios foram realizados aos 28 dias de idade.

Na Tabela 2 são indicados os grupos de concretos idealizados para investigar o efeito dos CNT sobre o comportamento mecânico, concretos e CRFA, em termos de resposta à compressão e flexão. Na referida tabela também são indicados os grupos de CRFA em taxa de 1%, nos quais o efeito da variação da adição dos CNT foi estudada.

O concreto do grupo C1 é de referência (ref), sem a adição de CNT e de fibras de aço, com a composição do indicada na Tabela 3. Os grupos C2, C3 e C4 representam concretos em que foram adicionados CNTs em taxas de 0,05%, 0,10% e 0,15%, respectivamente, sendo denominados por CN005, CN010 e CN015. O grupo C5 é formado pelo concreto reforçado com fibras de aço (CRFA) em taxa de 1%, representativa do volume crítico para a matriz cimentícia em questão. Os grupos C6, C7 e C8 foram idealizados para estudar o efeito da taxa de nanopartículas sobre o comportamento mecânico do CRFA.

Tabela 2: Grupos de concretos estudados.

GRUPO	CONCRETOS	FIBRAS DE AÇO	NANOTUBOS
C1	REF	0%	0%
C2	CNT005	0%	0,05%
C3	CNT010	0%	0,10%
C4	CNT015	0%	0,15%
C5	CRF	1%	0%
C6	CRFCNT005	1%	0,05%
C7	CRFCNT010	1%	0,10%
C8	CRFCNT015	1%	0,15%

Tabela 3: Composição de materiais (kg/m³ de concreto).

CONCRETO	CIMENTO	BRITA	AREIA	ÁGUA
REF	350	785	785	175

Após a realização dos ensaios mecânicos, foram coletadas amostras representativas do concreto dos grupos C1, C6, C7 e C8 para realização do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O equipamento utilizado foi o microscópio FEI NOVA 200 (FEG/SEM) EDAX – Pegasus X4M da SEMAT da Universidade do Minho.

4. RESULTADOS DA PRIMEIRA FASE DA PESQUISA

4.1. Mobilidade das misturas de concreto

Na Tabela 4 são apresentados os valores obtidos por meio da realização do ensaio de espalhamento das misturas. Os resultados são valores médios e obtidos a partir da leitura de três ensaios no mesmo concreto em estado fresco.

As misturas com fibras de aço na matriz apresentaram menor espalhamento. As misturas contendo CNT mostraram leve aumento no valor do espalhamento, o que pode ser associado a influência das moléculas do Surfactante em dispersão no concreto ([4]). É possível afirmar que a adição de CNT melhorou a mobi-

lidade do agregado graúdo no interior da matriz cimentícia, aumentando-se o espalhamento dos concretos e dos CRFA.

Importante observar que o concreto CNT015 apresentou valor de espalhamento inferior aos concretos CNT005 e CNT010, denotando-se uma tendência de redução da mobilidade da mistura com o aumento da taxa de CNT. Essa mesma tendência foi observada na sequência de concretos CRFCNT, em que o CRFCNT0015 apresentou menor espalhamento do que os concretos CRFCNT005 e CRFCNT010.

Tabela 4: Espalhamento das misturas.

GRUPO	CONCRETO	ESPALHAMENTO (mm)	DESVIO PADRÃO (%)
C1	REF	131,7	2,4
C2	CNT005	138,3	6,2
C3	CNT010	138,3	6,2
C4	CNT015	135,0	4,1
C5	CRF	121,7	6,2
C6	CRFCNT005	128,3	2,4
C7	CRFCNT010	126,7	6,2
C8	CRFCNT015	125,0	4,1

4.2 Absorção de água e resistência à compressão axial

Os resultados do ensaio de absorção de água dos concretos são apresentados na Tabela 5. Os valores são médios e representativos de três amostras. Vê-se que os concretos contendo CNT apresentaram menor grau de absorção do que aqueles sem a presença de nanopartículas. Essa constatação é observada nos concretos e também nos concretos reforçados com fibras.

Como se vê, o menor grau de absorção de água nos grupos contendo CNT (concretos e CRFA) revela indicativo de diminuição dos vazios/poros existentes na matriz cimentícia por meio de um efeito de preenchimento. É possível afirmar que a diminuição da absorção de água nos concretos contendo CNT também representam melhora em sua microestrutura.

Ainda na Tabela 5 são indicados os valores médios (três amostras) da resistência à compressão axial dos concretos. Vê-se que a presença de CNT na matriz cimentícia, em taxa de 0,05%, aumentou a resistência à compressão em 7,7% em relação ao concreto de referência. No entanto, para as taxas de 0,10% e 0,15% ocorreu uma redução nos valores de resistência.

Em relação ao concreto de referência, a adição de fibras de aço praticamente não alterou a resistência. No entanto, a adição de CNT em taxa de 0,05% no concreto com fibras de aço resultou em aumento na resistência quando comparado ao concreto de referência - REF (6,3%), como também ao concreto contendo fibras de aço - CRF (6,9%). Em taxas de 0,10% e 0,15%, o mesmo efeito não foi observado e a resistência foi inferior a do concreto REF e do CRF. A tendência observada para a resistência é inversamente aquela observada para a absorção, ou seja, na taxa de 0,05% de CNT ocorre uma diminuição da absorção de água e um aumento da resistência à compressão axial, tanto para o concreto sem fibras e com fibras de aço.

Tabela 5: Absorção de água e resistência à compressão.

GRUPO	CONCRETO	ABSORÇÃO (%)	DESVIO PADRÃO (%)	RESISTÊNCIA (MPa)	DESVIO PADRÃO (%)
C1	REF	3,3	0,10	49,4	1,2
C2	CNT005	8,89	0,18	53,2	0,2
C3	CNT010	8,87	0,18	42,8	1,6
C4	CNT015	10,08	0,12	48,7	1,2
C5	CRF	12,17	0,24	49,1	0,7
C6	CRFCNT005	8,65	0,19	52,5	1,4

C7	CRFCNT010	8,24	0,26	37,8	1,0
C8	CRFCNT015	9,75	0,27	43,9	1,5

4.3 Resistências flexionais

Na Figura 5 são apresentadas as curvas médias tensão-CMOD (*crack mouth opening displacement*) dos concretos sem fibras de aço (CNT) e dos concretos contendo fibras de aço (CRFCNT).

Como observado, os concretos CNT, contendo apenas nanopartículas, apresentaram comportamento caracterizados por diminuição da resistência após a ruptura da matriz cimentícia e sem capacidade de deformação após a tensão máxima. Do detalhe mostrado na Figura 5a, constata-se que a presença de 0,05% de CNT na matriz elevou a tensão máxima do concreto CNT005 em 9% em relação ao concreto REF. Em taxas de 0,10% e 0,15%, as nanopartículas não resultaram em aumento nos valores de tensão máxima para os concretos CNT010 e CNT015, respectivamente, diminuindo-se inclusive a capacidade de carga em relação ao concreto REF.

Pela Figura 5b vê-se que o concreto CRF apresentou aumento significativo na resistência à flexão (35%) em relação ao REF. A presença de 1% de fibras de aço (CRF), além de aumentar a capacidade de carga, resultou em manutenção da capacidade resistente após a fissuração da matriz. Com 0,05% de CNT, a resistência à flexão do concreto CRFCNT005 foi ainda aumentada em 10% em relação ao CRF e, a capacidade de carga pós-fissuração foi incrementada como pode ser observado pelo ramo com maior inclinação da curva representativa do concreto CRFCNT005.

Com 0,10% de CNT, nota-se menor resistência à flexão do concreto CRFCNT010 em relação ao CRFCNT005, porém ainda maior que o concreto CRF. Já para o CRFCNT015, a resistência foi menor do que o CRF.

Logo, constata-se que a taxa de 0,05% de CNT foi aquela que resultou em maior resistência à flexão para os concretos contendo nanopartículas e fibras de aço, sendo a resistência elevada em 49% em relação ao concreto de referência REF e em 10% em relação ao concreto CRF.

Os ramos descendentes pós-fissuração dos concretos CRFCNT005 e CRFCNT010 são praticamente idênticos e situados acima do ramo descendente do CRF. O fato denota maior tenacidade para os referidos concretos em relação ao CRF e, portanto, maior eficiência do mecanismo de resistência pelo efeito de ponte das fibras de aço ancoradas à matriz contendo nanopartículas.

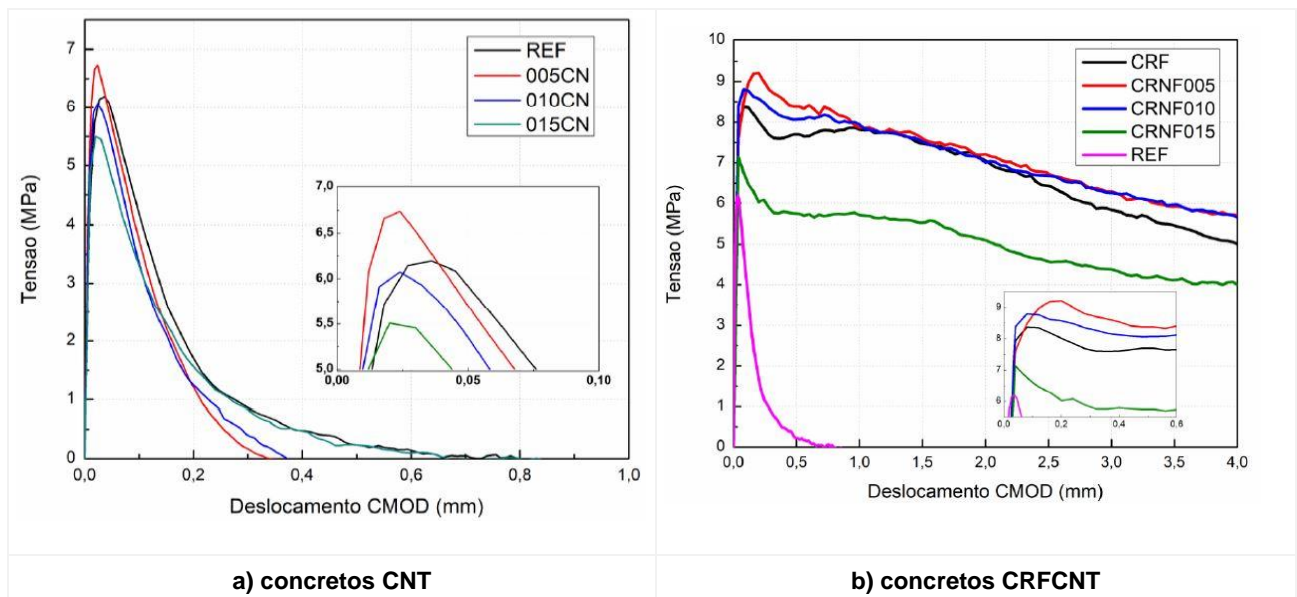


Figura 5: Curvas médias tensão-CMOD.

Tendo-se como referência a EN 14651 [18] e as curvas indicadas na Figura 5, foram obtidos os valores da força correspondente ao limite de proporcionalidade (F_L) e as forças residuais (F_{Rj}). Com os valores das referidas forças foi calculado, por meio das Equações 1 e 2, a resistência correspondente ao limite de proporcionalidade ($f_{ct,L}$) e as resistências residuais (f_{Rj}).

$$f_{ct,L} = \frac{3F_L L}{2bh_{sp}^2} \quad (1)$$

$$f_{Rj} = \frac{3F_j L}{2bh_{sp}^2} \quad (2)$$

Onde, “b” = largura da seção do corpo de prova, “ h_{sp} ” = distância do topo do entalhe até a borda superior da seção do corpo de prova e “L” = vão. Na Tabela 6 são apresentados os valores médios das resistências juntamente com os valores do coeficiente de variação.

Tabela 6: Resistências flexionais.

GRUPOS	CONCRETO	$f_{ct,L}$ (MPa)	f_{R1} (MPa)	f_{R2} (MPa)	f_{R3} (MPa)	f_{R4} (MPa)
C1	REF	6,1 (5,2%)	-	-	-	-
C2	CNT005	5,8 (20,8%)	-	-	-	-
C3	CNT010	5,4 (7,0%)	-	-	-	-
C4	CNT015	4,8 (14,6%)	-	-	-	-
C5	CRF	7,9 (5,9%)	7,7 (17,2%)	7,5 (14,4%)	6,4 (13,3%)	5,5 (14,0%)
C6	CRFCNT005	7,6 (12,1%)	8,4 (1,6%)	7,6 (4,0%)	6,8 (2,7%)	5,9 (8,4%)
C7	CRFCNT010	8,4 (12,4%)	8,1 (14,7%)	7,6 (18,8%)	6,7 (21,1%)	6,0 (18,0%)
C8	CRFCNT015	7,1 (15,2%)	5,8 (20,5%)	5,5 (26,0%)	4,6 (24,5%)	4,1 (22,0%)

A representação gráfica comparativa das resistências flexionais, $f_{ct,L}$ e f_{Rj} , para os concretos CRF e CRFCNT é mostrada por meio da Figura 6a. O maior valor de resistência $f_{ct,L}$ foi o registrado para o concreto CRFCNT010, sendo 6% acima da resistência do CRF. O maior valor de resistência residual f_{R1} foi o registrado para o concreto CRFCNT005, sendo 9% acima do valor de resistência do CRF. As demais resistências residuais apresentaram a mesma tendência: valores praticamente idênticos para os concretos CRFCNT005 e CRFCNT010, porém sempre acima dos valores apresentados pelos concretos CRF e CRFCNT015.

A presença de 0,05% de CNT elevou os valores dos parâmetros das resistências residuais a flexão. Com essa taxa, o CRFCNT005 apresentou aumento de 8,9% no valor de f_{R1} e 5% no valor de f_{R3} , quando comparados ao CRF.

Na Figura 6b são indicados a evolução dos valores de resistência com o CMOD. Fica destacado o comportamento do CRFCNT005 como sendo o único concreto que apresentou elevação nos níveis de resistência residual (f_{R1} e f_{R2}) após a fissuração.

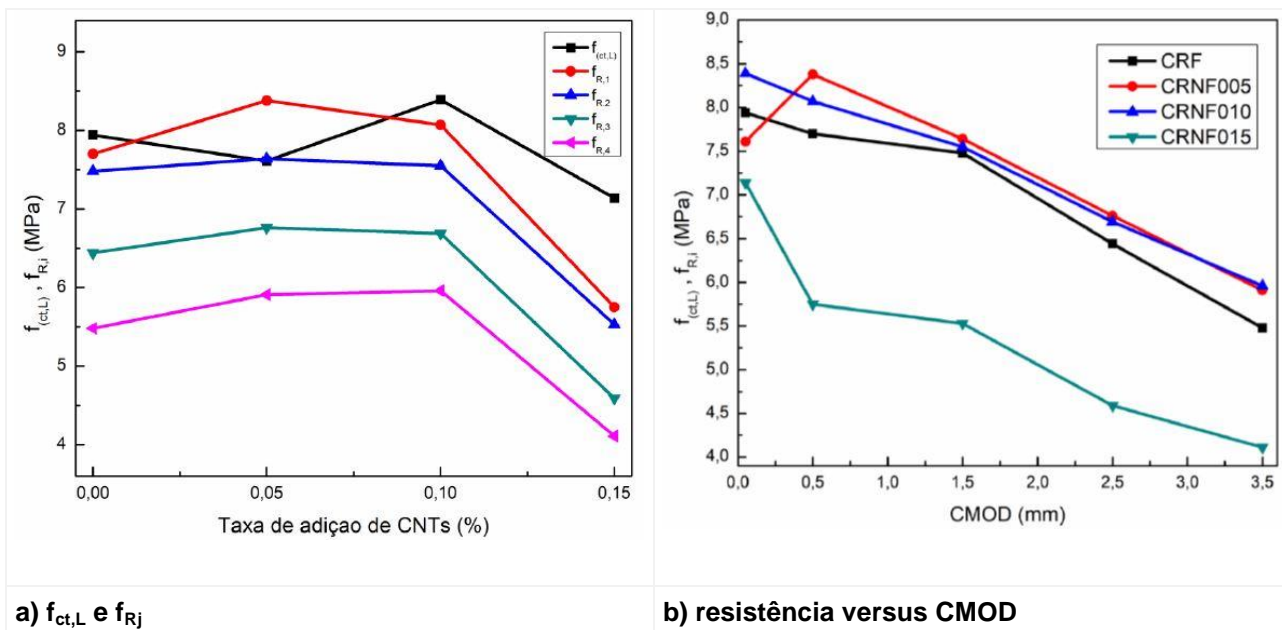


Figura 6: Comparação entre as resistências flexionais.

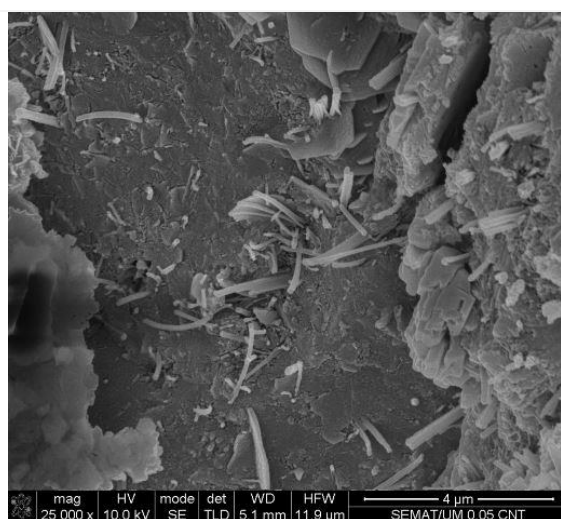
4.4. Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

Com a finalidade de observar a presença dos CNT na matriz de concreto, segue a Figura 7 contendo imagens obtidas por meio do ensaio MEV em amostras dos concretos CNT005, CNT010 e CNT015.

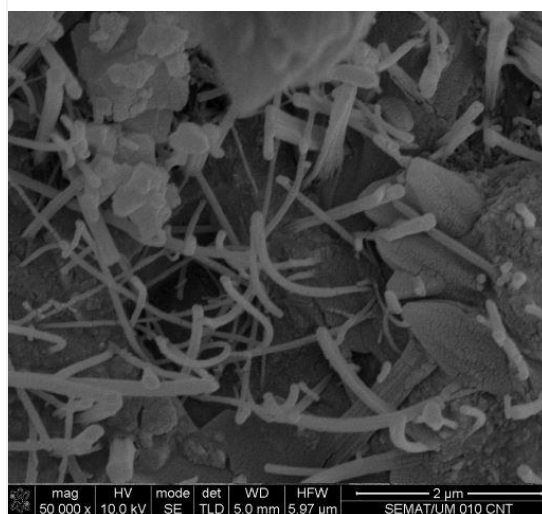
Pode ser observada boa dispersão de CNT ao longo das microfissuras do concreto CNT005. Devido a boa dispersão, mesmo para valores reduzidos de adição de CNT (0,05%), esses estão presentes em toda a amostra, indicando-se distribuição homogênea das nanopartículas na matriz de concreto. De acordo com PARVEEN *et al* [3], com boa dispersão das nanopartículas, há uma melhora na microestrutura do concreto, resultando em maior densidade e aumento nas resistências mecânicas.

É possível afirmar que a boa dispersão dos CNT no concreto garantiu melhoria no comportamento mecânico do concreto com adição de 0,05%, como apresentado nos resultados anteriores, ensaio de compressão e flexão.

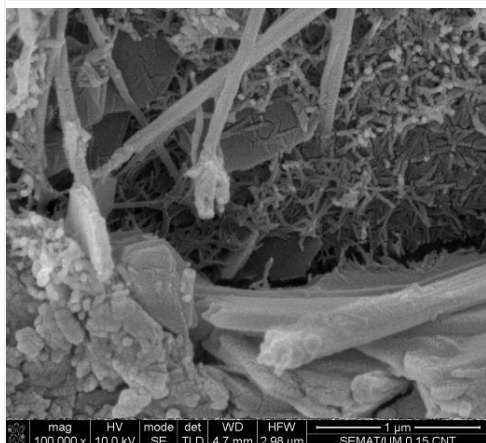
Nos concretos CNT010 e CNT015 observa-se maior aglomeração de nanopartículas ao longo da superfície de fratura. É possível relacionar essa aglomeração de nanotubos com os resultados dos ensaios de compressão axial e flexão. A elevada aglomeração justifica o comprometimento das resistências à compressão e a flexão do concreto.



CNT005



CNT010



CNT015

Figura 7: Presença dos CNT nas microfissuras.

5. PROGRAMA EXPERIMENTAL DA SEGUNDA FASE DA PESQUISA

Como uma segunda fase da pesquisa, os concretos dos grupos C1 (referência), C5 (reforçado com fibras de aço) e C6 (nanopartículas em taxa de 0,05% de CNT + fibras de aço) foram novamente reproduzidos para a moldagem de corpos de prova prismáticos (150 x 150 x 600 mm) dotados de entalhe que, foram submetidos a ensaios de flexão em três pontos conforme o esquema estático indicado na Figura 8, seguindo-se as recomendações da EN 14651 [18]. Foi utilizado um equipamento utilizado do tipo servo-controlado, SENTUR, com capacidade máxima de 100 kN.

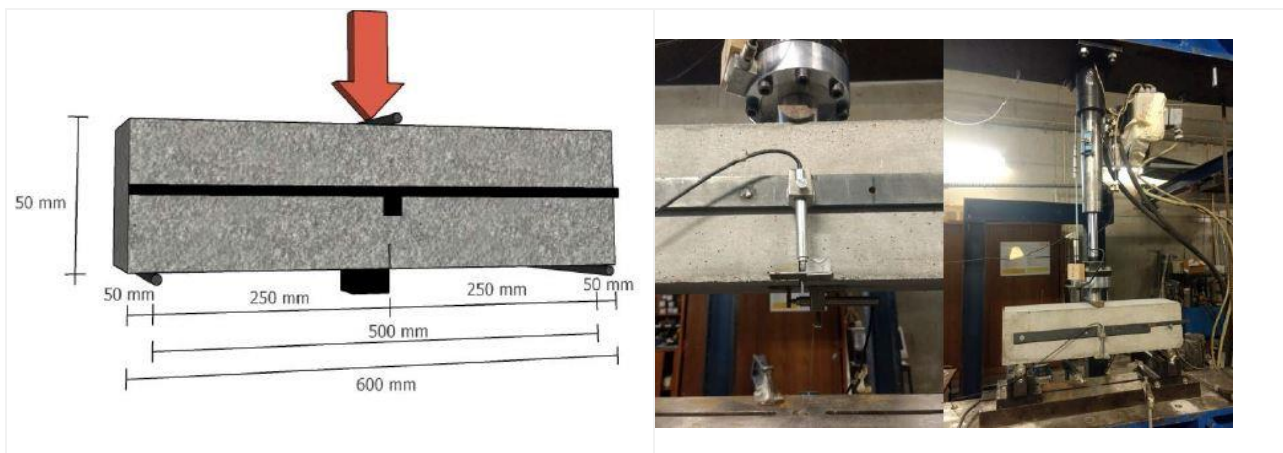


Figura 8: Esquema geral do ensaio de flexão em três pontos.

O concreto C6 é o CRFCNT005 desenvolvido na primeira fase da pesquisa e que apresentou melhores resultados em termos de resistência à compressão e à flexão em relação aos concretos C7 e C8.

Com o objetivo de analisar a influência das nanopartículas de CNT sobre as características de aderência entre a fibra de aço e a matriz cimentícia, foram adicionalmente realizados ensaios de Pull out. Para tanto foram moldados corpos de prova com dimensões de 100 x 100 x 60 mm para os concretos dos grupos C1 (referência) e C6 (CRFCNT005).

Para cada grupo de concreto foram moldados dois corpos de prova contendo quatro fibras de aço com embutimento equivalente a metade de seu comprimento. O ensaio foi realizado conforme a configuração geral indicada na Figura 9, utilizando-se de um equipamento servo-controlado e velocidade de carregamento de 8,33 µm/s.

Nessa fase da pesquisa, todo o processo de solução do CNT em meio aquoso, anteriormente indicado, foi novamente reproduzido, porém agora em maiores quantidades devido ao maior volume de concreto para a produção dos corpos de prova. Para a processo de ultrassonificação, as soluções foram divididas em cinco Beckers. Os concretos foram produzidos em betoneira elétrica com capacidade de 200 litros.

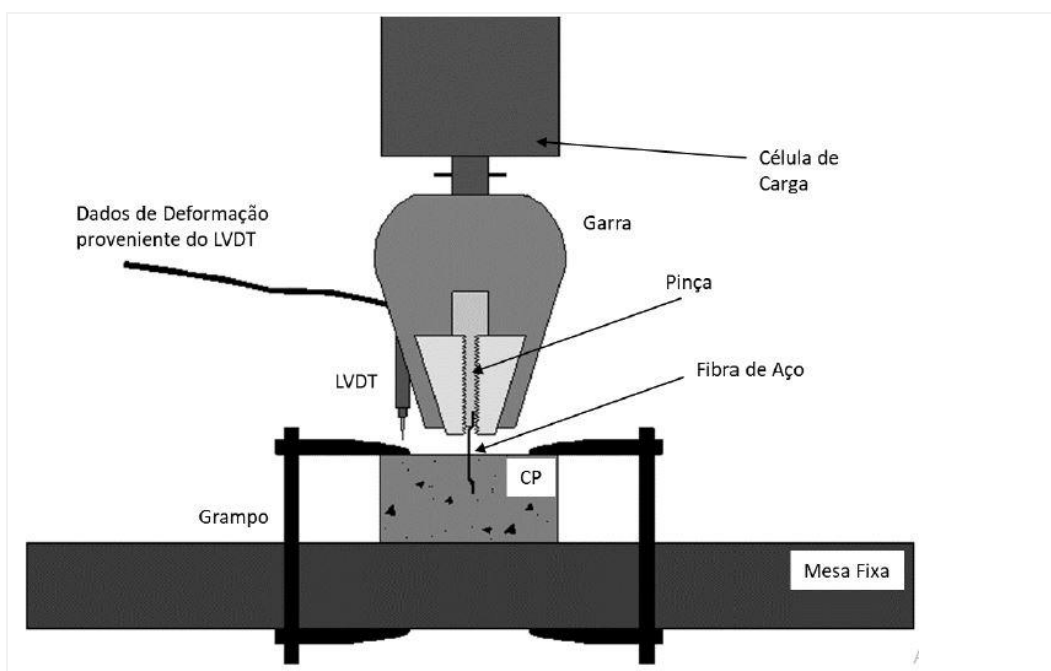


Figura 9: Esquema geral do ensaio de arrancamento.

6. RESULTADOS E ANÁLISES DA SEGUNDA FASE DA PESQUISA

Na Tabela 7 apresentam-se os resultados em termos de valores médios da resistência à compressão dos concretos reproduzidos na segunda fase da pesquisa: referência (REF), concreto reforçado com fibras de aço 1% (CRF) e o concreto de melhor desempenho conforme análises da primeira fase da pesquisa (CRFCNT005).

Como se trata da mesma composição das misturas dos concretos, os valores de resistência aqui apresentados são praticamente iguais àqueles indicados na primeira fase. Também aqui, a resistência à compressão do concreto CRFCNT005 é superior ao CRF e ao REF.

Tabela 7. Resistência à compressão.

GRUPO	CONCRETO	RESISTÊNCIA (MPa)	DESVIO PADRÃO (%)	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)
C1	REF	46,9	1,59	3,4
C5	CRF	49,4	0,91	1,8
C6	CRFCNT005	50,6	1,15	2,3

As curvas médias tensão-CMOD obtidas a partir dos ensaios de flexão em três pontos dos concretos dos três grupos são comparadas por meio da Figura 10. Comprovando-se a constatação obtida pela análise da primeira fase, realizada em corpos de prova com menores dimensões, vê-se que o concreto CRFCNT005 apresenta resistência à flexão superior ao concreto CRF. O aumento observado é de aproximadamente 10% na resistência máxima, denotando-se a influência das nanopartículas no comportamento à flexão. Os valores das resistências flexionais são apresentados na Tabela 8.

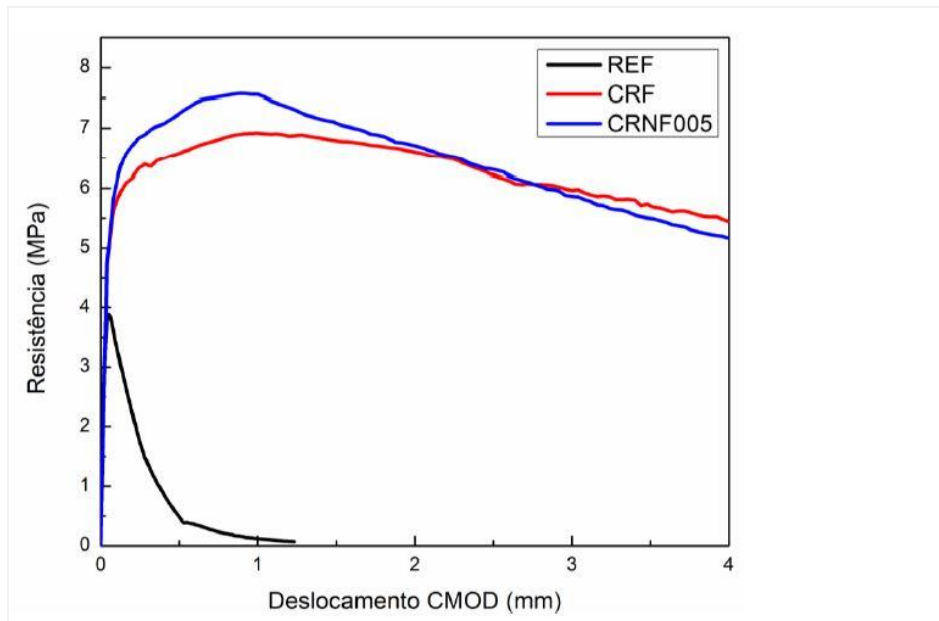


Figura 10: Curvas tensão-CMOD.

Tabela 8: Resistências flexionais.

GRUPO	CONCRETO	$f_{ct,L}$ (MPa)	f_{R1} (MPa)	f_{R2} (MPa)	f_{R3} (MPa)	f_{R4} (MPa)
C1	REF	3,8 (1,1%)	-	-	-	-
C5	CRF	5,6 (1,8%)	6,5 (8,4%)	6,8 (9,5%)	6,2 (10,6%)	5,7 (3,7%)
C6	CRFCNT005	6,4 (4,1%)	7,2 (2,9%)	7,1 (5,4%)	6,3 (6,0%)	5,5 (8,1%)

Como observado, as resistências flexionais do concreto reforçado com fibras foram elevadas quando da adição de CNT, exceção apenas foi verificada para a resistência residual f_{R4} . Com as nanopartículas, a resistência correspondente ao limite de proporcionalidade ($f_{ct,L}$) do concreto CRFCNT005 foi elevada em 14% em relação ao concreto CRF. Já as resistências residuais f_{R1} , f_{R2} e f_{R3} do concreto CRFCNT005 foram 3%, 4% e 2% superiores as resistências do concreto contendo apenas fibras de aço. Os maiores incrementos foram mesmo aqueles referentes a resistências $f_{ct,L}$ e f_{R1} , reforçando o efeito das nanopartículas sobre a matriz, pois tais parâmetros refletem mais diretamente a contribuição da matriz.

Nas Figuras 11a e 11b indicam-se as curvas individuais que representam o comportamento do ensaio de Pull out para os concretos REF e CRFCNT005, respectivamente. Na figura 11c as curvas médias dos dois concretos são comparadas.

Pela análise do comportamento das curvas verifica-se que o ramo pré-pico é formado por um trecho linear e outro com não-linearidade. O trecho linear corresponde ao regime em que a aderência da fibra com a matriz é dada de forma elástica, sem degradação da interface de ligação. No concreto CRFCNT005, o trecho linear foi estendido até a força de 120 N que, representa um valor de 15% acima daquele observado no concreto REF. O fato demonstra que as nanopartículas atuam no sentido de retardar o início da microfissuração que danifica a interface de ligação entre a fibra e a matriz.

O trecho de não-linearidade do ramo pré-pico pode ser atribuído a mecanismos de degradação interfacial e o início da mobilização do gancho da fibra. No trecho não-linear pré-pico, percebeu-se uma modificação significativa entre o comportamento do deslizamento da fibra entre os concretos analisados. A mudança na declividade do ramo ascendente da curva é mais acentuada no concreto REF do que no CRFCNT005. O fato mostra um processo de microfissuração menos intenso da interface fibra-matriz do concreto com CNT e com aumento gradativo da força de arrancamento.

A força média de pico para o concreto contendo CNT foi de 152 N, sendo 21% acima do valor da força média (126 N) registrada para o concreto REF. A força máxima para o concreto contendo CNT foi registrada para o deslizamento de 0,77 mm, enquanto que, para o concreto REF o deslizamento foi de 0,65 mm. O fato revela que as nanopartículas aumentam a extensão do trecho não-linear pré-pico. Enquanto que no con-

creto CRFCNT005 a diferença entre a força de pico e a correspondente ao final do trecho linear foi de 27%, no concreto REF, essa diferença foi de apenas 18%.

Após a força de piso, a região de extremidade correspondente ao gancho da fibra deforma-se progressivamente e a força de arrancamento decresce com o deslizamento da fibra no interior da matriz. A fase correspondente ao pós-pico apresentou características semelhantes entre os concretos analisados, no entanto, sempre com maiores valores de força associada ao processo de deslizamento da fibra no concreto contendo nanopartículas. O modo de ruína observado foi sempre o de arrancamento das fibras da matriz como é mostrado pelo registro em MEV apresentado na Figura 12.

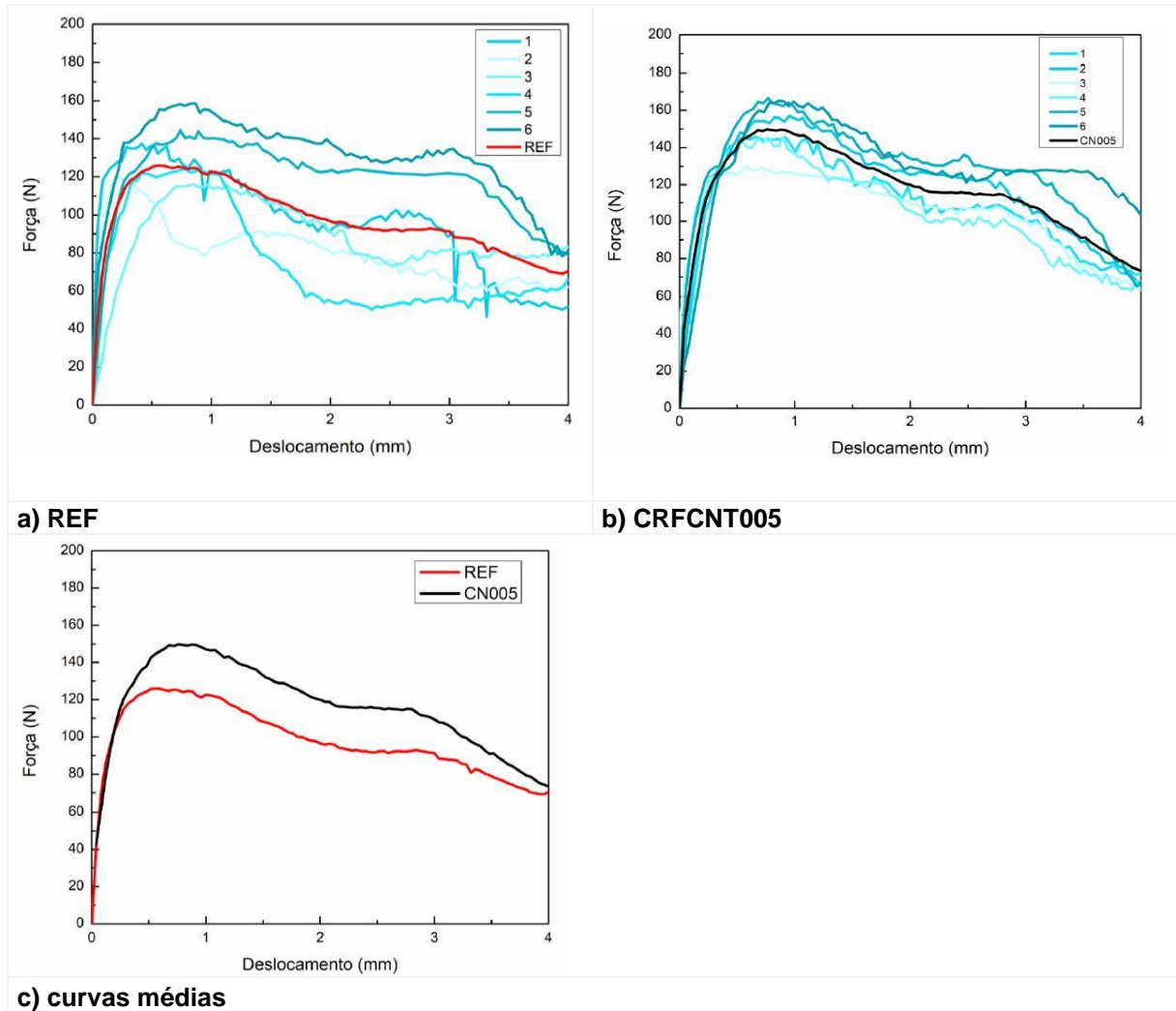


Figura 11: Curvas representativas do comportamento de deslizamento das fibras de aço.

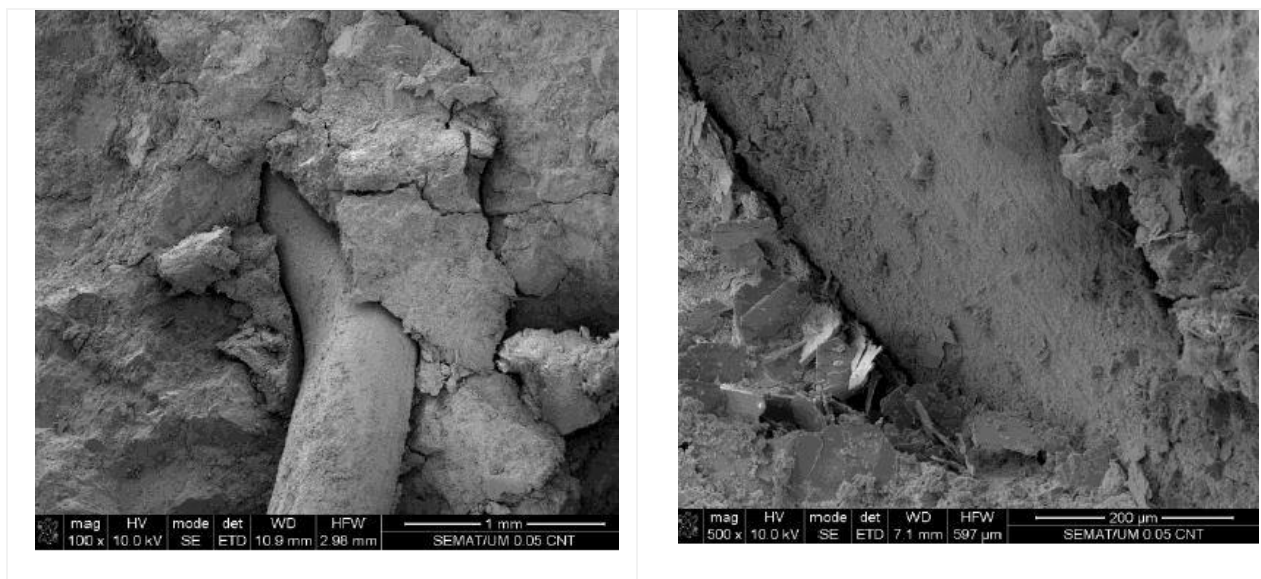


Figura 12: Interface fibra de aço e matriz cimentícia.

7. CONCLUSÕES

As principais conclusões do estudo são as que seguem:

Para a adição de CNT em taxas de 0,05% e 0,10%, as soluções que apresentaram melhor dispersão em água foram aquelas que utilizaram 3% de Surfactante Pluronic F-127 e duas horas de Ultrassonificação. Para 0,15% de CNT foram necessários três horas de Ultrassonificação.

Concretos contendo CNT apresentaram menor grau de absorção do que aqueles sem a presença das nanopartículas.

A presença de CNT na matriz cimentícia em quantidades de 0,05% proporcionou aumento na resistência à compressão de 7,7% comparado ao concreto de referência. Contudo, para 0,10% e 0,15% de CNT ocorreu queda no valor da resistência à compressão.

Concreto com 0,05% de CNT apresentou aumento de 9% na resistência à flexão comparado ao concreto de referência. Os concretos contendo CNT em taxas de 0,10% e 0,15% apresentaram diminuição na resistência à flexão.

Os ensaios de flexão realizados na segunda fase da pesquisa evidenciaram o efeito positivo da taxa de 0,05% de CNT para as resistências flexionais. Foram constatados aumentos de 14% e 3% nas resistências $f_{ct,L}$ e f_{R1} , respectivamente.

Imagens MEV mostraram aglomeração indesejada de CNT na superfície fraturada do concreto contendo 0,015% de nanopartículas.

O ensaio de arrancamento da fibra revelou acréscimo significativo de resistência ao arrancamento da fibra de aço da matriz do concreto contendo 0,05% de nanotubos em até 19% quando comparado ao concreto sem as nanopartículas. O resultado reforça a melhoria das propriedades de microestrutura proporcionada pelos nanotubos de concreto.

8. BIBLIOGRAFIA

- [1] PARVEEN, S., RANA, S., FANGUEIRO, R. “A review on nanomaterial dispersion, microstructure, and mechanical properties of carbon nanotube and nanofiber reinforced cementitious composites”, *Nanomaterials*, 1-19, 2013.
- [2] FAGHIH, F., AYOUB, A.S. “Structural performance of steel-concrete sandwich beams with carbon nanofibre reinforcement”, *Engineering Structures*, v. 187, pp. 177-198, 2019.
- [3] PARVEEN S., RANA S., FANGUEIRO R., *et al.* “Microstructure and mechanical properties of carbon nanotube reinforced cementitious composites developed using a novel dispersion technique”, *Cement Concrete Research*, v. 73, pp. 215-217, 2015.
- [4] ALSHAGHEL, A., PARVEEN, S., RANA, S., *et al.* “Effect of multiscale reinforcement on the mechanical properties and microstructure of microcrystalline cellulose carbon nanotube reinforced cementitious composites”, *Composites Part B*, v. 149, pp. 122-134, 2018.

- [5] DI MAIDA, P., SCIANCALEPORE, C., RADI, E., *et al.* “Effects of nano-silica treatment on the flexural post cracking behaviour of polypropylene macro-synthetic fibre reinforced concrete”, *Mechanics Research Communications*, v. 88, pp. 12-18, 2018.
- [6] LEE, J., “Influence of concrete strength combined with fibre content in the residual flexural strengths of fibre reinforced concrete”, *Composites Structures*, v. 168, pp. 216-225, 2017.
- [7] LEE, J., CHO, B., CHOI, E. “Flexural capacity of fibre reinforced concrete with a consideration of concrete strength and fibre content”, *Construction and Buildings Materials*, v. 138, pp. 22-231, 2017.
- [8] ZHOU, C., LI, F., HU, J., *et al.* “Enhanced mechanical properties of cement paste by hybrid graphene oxide/carbon nanotubes”, *Construction and Building Materials*, v. 134, pp. 336-345, 2017.
- [9] FERRARI, V.J., HANAI, J.B., SOUZA, R.A. “Flexural strengthening of reinforcement concrete beams using high performance fibre reinforcement cement-based composite (HPFRCC) and carbon fibre reinforced polymers (CFRP)”, *Construction and Building Materials*, v. 48, pp. 485-498, 2013.
- [10] FERREIRA, L.E.T., BITTENCOURT, T.N., SOUZA, J.L.A.O., *et al.* “R-curve behavior in notched beam tests of rocks”, *Engineering fracture mechanics*, v. 32, pp. 27-40, 2012.
- [11] BANI-HANI, K.A., IRSHIDAT, M.R., AL-RUB, R.K.A., *et al.* “Strength optimization of mortar with CNTs and nanoclays”, *ICE Proceedings Structures and Buildings*, v. 169, pp. 340-356, 2015.
- [12] FERRO, G., TULLIANI, J., MUSSO, M. “Carbon nanotubes cement composites”, In: *Proceedings of XXI IGF National Conference*, Cassino, Italy, Gruppo Italiano Frattura, Cassino Frosinone, Italy, pp. 49-59, 2011.
- [13] MORSY, M.S., ALSAYED, S.H., AQEL, M. “Hybrid effect of carbon nanotube and nanoclay on physico-mechanical properties of cement mortar”, *Construction and Building Materials*, v. 1, pp. 145-149, 2013.
- [14] SINDU, B.S., SAPTARSHI, S., SMITHA, G. “A multi-scale approach for evaluating the mechanical characteristics of carbon nanotube incorporated cementitious composites”, *Construction and Building Materials*, v. 50, pp. 317-327, 2014.
- [15] MAKAR, J.M., MARGESON, J.C., LUH, J. “Carbon nanotube/cement composites – early results potential applications”, In: *Proceedings of the 3rd International Conference on Construction Materials: Performance, Innovation and Structural Implications*, National Research Council Canada, Ottawa, ON, Canada, article NRCC 47646.
- [16] MAKAR, J.M., GORDON, W.C. “Growth of cement hydration products on single-walled carbon nanotubes”, *Journal of the American Ceramic Society*, V. 92, PP. 1303-1310, 2009.
- [17] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 15530: Fibras de aço para concreto. Rio de Janeiro, 2007.
- [18] EN 14651. Test method for metallic fibre concrete – Measuring the flexural tensile strength (limit of proportionality residual). European Standard, 2005.
- [19] BRITISH STANDARDS INSTITUTION (BSI). BS EN 12390-3: Testing hardened concrete. Compressive strength of test specimens, BSI, London, UK, 2019.

ORCID

João Pedro Lopes	http://orcid.org/0000-0003-3325-0818
Vladimir José Ferrari	http://orcid.org/0000-0002-9230-927X
Aires Camões	http://orcid.org/0000-0002-9677-3627
Aloysio Souza	http://orcid.org/0000-0002-3952-9409
Raul Fangueiro	http://orcid.org/0000-0003-3303-6563