

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Construção Civil

Priscila Alves da Silva Machado

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
PASTAS DE CIMENTO FABRICADAS POR *FREEZE-CASTING* COM
DIFERENTES TIPOS DE ADIÇÕES**

Belo Horizonte
2021

Priscila Alves da Silva Machado

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
PASTAS DE CIMENTO FABRICADAS POR *FREEZE-CASTING* COM
DIFERENTES TIPOS DE ADIÇÕES**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Construção Civil e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Construção Civil do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

Orientador: Manuel Houmard

Coorientadora: Augusta Cerceau Isaac Neta

Belo Horizonte
2021

M149c	<p>Machado, Priscila Alves da Silva.</p> <p>Caracterização estrutural e propriedades mecânicas de pastas de cimento fabricadas por <i>freeze-casting</i> com diferentes tipos de adições [recurso eletrônico] / Priscila Alves da Silva Machado. – 2021.</p> <p>1 recurso online (xiv, 91 f. : il., color.) : pdf.</p> <p>Orientador: Manuel Houmard.</p> <p>Coorientadora: Augusta Cerceau Isaac Neta.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Apêndices: f. 72-73.</p> <p>Bibliografia: f. 63-71.</p> <p>Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.</p> <p>1. Construção civil - Teses. 2. Materiais de construção - Teses. 3. Cimento - Aditivos - Teses. 4. Cimento <i>Portland</i> - Teses. 5. Porosidade - Teses. I. Houmard, Manuel. II. Isaac Neta, Augusta Cerceau. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.</p>
	CDU: 691(043)

Ficha catalográfica elaborada pelo bibliotecário Reginaldo Cesar Vital dos Santos CRB/6 2165
Biblioteca Prof. Mário Werneck, Escola de Engenharia da UFMG

DEFESA DE DISSERTAÇÃO

ALUNA: PRISCILA ALVES DA SILVA MACHADO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PASTAS DE CIMENTO FABRICADAS POR *FREEZE-CASTING* COM DIFERENTES TIPOS DE ADIÇÕES

BANCA EXAMINADORA

PROF. DR. MANUEL NOEL PAUL GEORGES HOUMARD
(ORIENTADOR)
UFMG

PROFA. DRA. AUGUSTA CERCEAU ISAAC NETA
(COORIENTADORA)
UFMG

PROF. DR. EDUARDO HENRIQUE MARTINS NUNES
UFMG

DR. TARCIZO DA CRUZ COSTA DE SOUZA
UFMG/CTNano

DATA: 17 de setembro de 2021

HORÁRIO: 09h00min

LOCAL: Realizada na modalidade online (Microsoft Teams)

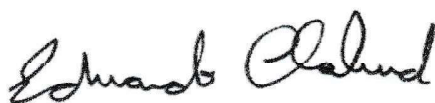
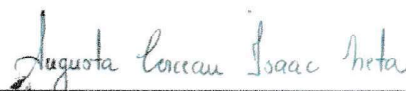

ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CONSTRUÇÃO CIVIL Nº: 228, da aluna PRISCILA ALVES DA SILVA MACHADO.

Às nove horas do dia dezessete de setembro de dois mil e vinte e um, reuniu-se, por meio de sistema de interação de áudio e vídeo em tempo real (Microsoft Teams) a Comissão Examinadora de Dissertação de Mestrado, aprovada *ad referendum* pela Coordenação do Colegiado do Curso de Mestrado em Construção Civil - EE.UFMG, para julgar, em exame final, o trabalho intitulado **CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PASTAS DE CIMENTO FABRICADAS POR FREEZE-CASTING COM DIFERENTES TIPOS DE ADIÇÕES**, requisito final para a obtenção do Grau de Mestre em Construção Civil na área de Tecnologia na Construção Civil. Abrindo a sessão, o Presidente da Comissão, Prof. Dr. Manuel Noel Paul Georges Houmard, após dar a conhecer aos presentes o teor das Normas Regulamentares do Trabalho Final, passou a palavra à candidata para apresentação do seu trabalho. Seguiu-se a arguição pelos examinadores, com a respectiva defesa da candidata. Logo após, sem a participação da candidata na transmissão, houve o julgamento e expedição do resultado final pela Comissão. Foram atribuídas as seguintes indicações (aprovada ou reprovada):

PROF. MANUEL NOEL PAUL G. HOUMARD	(X) APROVADA () REPROVADA
PROFA. AUGUSTA CERCEAU ISAAC NETA	(X) APROVADA () REPROVADA
PROF. EDUARDO HENRIQUE MARTINS NUNES	(X) APROVADA () REPROVADA
PROF. TARCIZO DA CRUZ COSTA DE SOUZA	(X) APROVADA () REPROVADA

Pelas indicações dos membros acima, a candidato foi considerada aprovada. Caso tenham sido sugeridas correções no trabalho, conforme pareceres anexos, a candidata terá o prazo máximo de 60 (sessenta) dias para efetuá-las e entregar a versão final da dissertação à Secretaria do Curso de Mestrado em Construção Civil. O resultado final foi comunicado à candidata pelo Presidente da Comissão. Nada mais havendo a tratar, o Presidente encerrou a transmissão e lavrou a presente ata, que será assinada por todos os membros participantes da Comissão Examinadora. Belo Horizonte, dezessete de setembro de dois mil e vinte e um.

Assinaturas da comissão:



Prof. Dr. Eduardo Chahud / Profa. Maria Teresa Paulino Aguiar
Coordenação do Curso de Mestrado em Construção Civil

À minha mãe Lourdes, ao meu pai de
coração Antônio, Lorena e a André.

AGRADECIMENTOS

Desde o início da minha vida de discente, tive a oportunidade de contar com a confiança e o apoio de diversas pessoas e instituições. Assim a realização desta etapa da minha vida profissional só foi possível a partir das ideias, auxílio e companheirismo de muitos profissionais e amigos.

Agradeço primeiramente à Deus, por me conceder muita força de vontade para sempre correr atrás de meus sonhos, por ter me concedido a melhor mãe que alguém pode ter, pois tudo que conquistei até hoje foi graças a ela, e por colocar durante esse mestrado pessoas especiais e incríveis, que hoje posso chamar de amigos que quero levar para sempre comigo.

A minha querida mãe, pelo grande amor, apoio, amizade, compreensão, por lutar com todas as forças para que eu pudesse ter uma boa educação, pela força que sempre me proporcionou nos momentos difíceis dessa caminhada e principalmente por sempre acreditar no meu potencial.

Ao meu padrasto, que sempre fez presença como um pai, me aconselhando e sempre me apoiando em todas minhas decisões.

Ao meu pai, que mesmo ausente fisicamente está presente em meu coração, sei que está orgulhoso por mais essa minha conquista.

Ao meu noivo André pela parceria de sempre, e pela compreensão nas minhas ausências durante a realização deste trabalho.

Ao meu orientador, Professor PhD. Manuel Houmard, primeiramente por toda confiança depositada em mim, pela oportunidade concedida, pelos ensinamentos, pelo constante incentivo e por além de professor, poder contar como um amigo.

A minha coorientadora. Professora PhD. Augusta Cerceau Isaac Neta, pela atenção, oportunidade, pelo apoio e toda ajuda e contribuição na execução do trabalho.

A Laís, pela amizade e força durante esses dois anos de mestrado.

A todos os colegas do LASMEQ pela grande colaboração, em especial a Bruna por toda ajuda, apoio, incentivo e principalmente amizade nas horas boas e difíceis.

Aos técnicos dos laboratórios, ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais e ao Departamento de Engenharia de Materiais e Construção.

Um agradecimento especial também ao Tarcizo e ao CTNano (Centro de Tecnologia em Nanomateriais da UFMG).

À CAPES pelo apoio financeiro.

Por fim, agradeço a cada uma das pessoas que não foram aqui citadas, mas que estiveram presentes nos vários momentos dessa conquista, muito obrigada!

RESUMO

Os materiais porosos são caracterizados por serem leves, isolantes térmicos e sonoros e são muito empregados no setor da construção civil em revestimentos, blocos de vedação e pavimentação permeável. O *freeze-casting* é um método muito utilizado na produção de cerâmicas porosas e consiste no congelamento de uma suspensão, organizando as partículas sólidas, seguida pela sublimação do solvente sob pressão reduzida e, subsequentemente, na sinterização do material poroso. Objetivando o estudo e o desenvolvimento de materiais cimentícios de porosidade ordenada, foram produzidas amostras de pastas de cimento *Portland*, contendo diferentes adições minerais (sílica ativa, nanotubos de carbonos e resíduo de minério de ferro), endurecidas através do método convencional e do método *freeze-casting*. As amostras foram caracterizadas, e comparadas entre si, através de ensaios de resistência mecânica e medidas de porosidade. Com o estudo foi possível concluir a viabilidade técnica da produção de estruturas de cimento *Portland*, contendo certas adições minerais utilizando o processo *freeze-casting*, para controlar a estrutura dos poros. As pastas produzidas pelo processo *freeze-casting* apresentou propriedades de resistência a compressão superiores aos valores obtidos nas pastas endurecidas pelo método convencional, sendo que as pastas com maior quantidade de partículas sólidas e contendo adição de sílica ativa apresentaram os melhores resultados frente aos esforços mecânicos. Quando se usa o processo *freeze-casting* com sucesso, foi também demonstrado que as adições minerais parecem ser melhor integradas à estrutura das pastas de cimento.

Palavras-chave: Cimento *Portland*, *Freeze-casting*, Porosidade, Aditivos.

ABSTRACT

Porous materials are characterized for being light, thermal and sound insulating and are widely used in the civil construction sector in coatings, sealing blocks and permeable paving. Freeze-casting is a method widely used in the production of porous ceramics and consists of freezing a suspension, organizing the solid particles, followed by the sublimation solvent under reduced pressure and, subsequently, in the sintering of the porous material. Aiming the study and development of cementitious materials with ordered porosity, samples of Portland cement pastes were produced, containing different mineral additions (silica fume, carbon nanotubes and iron ore residue), hardened using the conventional method and the freeze-casting method. The samples were characterized, and compared to each other, through mechanical strength tests and porosity measurements. According to the results, it was possible to conclude the technical feasibility of producing Portland cement structures, containing certain mineral additions using the freeze-casting process controlling the pore structure. The pastes produced by the freeze-casting process presented compressive strength properties superior to the values obtained in the pastes hardened by the conventional method, and the pastes with the highest amount of solid particles and containing the addition of silica fume showed the best results against the mechanical efforts. When using the freeze-casting process successfully, it has also been shown that mineral additions seem to be better integrated into the structure of the cement pastes.

Keywords: *Portland cement, Freeze-casting, Porosity, Additives.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-Representação dos estágios de hidratação do cimento.....	28
Figura 2- Fração polar e apolar dos aditivos incorporadores de ar.....	35
Figura 3- Mecanismo de ação dos IAR em pastas cimentícias.....	36
Figura 4- Mecanismo de ação dos aditivos incorporadores de ar.....	37
Figura 5- Corpos-de-prova de concreto após 300 ciclos de congelamento e descongelamento. A amostra da esquerda é de concreto convencional, e à da direita foi adicionado um aditivo incorporador de ar.....	45
Figura 6- Esquema das etapas envolvidas no processo de <i>freeze-casting</i> : (A) preparação de massa cerâmica; (B) solidificação do solvente; (C) sublimação; (D) sinterização.....	47
Figura 7- Micrografia MEV da superfície perpendicular à frente de solidificação da amostra de alumina fabricadas a partir de suspensões com (a) 10 %v, (b) 20 %v e (c) 30 %v de alumina.....	48
Figura 8- Imagens de MO dos cristais obtidos pela solidificação de misturas de canfora-naftaleno e alumina em (a) composição hipoeutética (b) eutética e (c) hipereutéticas, e de MEV (d) hipoeutéticas, (e) eutéticas e (f) congeladas em um congelador doméstico e preparadas mantendo a carga sólida a 30% em volume.	49
Figura 9- Relação da concentração de sólidos e da porosidade dos materiais produzidos..	50
Figura 10- Micrografia MEV da superfície perpendicular à frente de solidificação da amostra de alumina. Taxas de resfriamento: (a) 2 °C/min, (b) 4 °C/min, (c) 10 °C/min e (d) 30 °C/min.	51
Figura 11- Micrografias MEV de amostras de alumina obtidas pelo processo de <i>freeze-casting</i> resfriados em temperatura ambiente, no congelador e usando N ₂ líquido com soluções hipoeutética, eutética e hipereutética de solvente naftaleno-canfora 1000x.....	52

Figura 12- Micrografia MEV de materiais a base de alumina fabricados a partir de suspensões com diferentes solventes. Em (a) água, (b) canfeno, (c) naftaleno-canfora (mistura hipoeutética) e (d) terc-butanol.	54
Figura 13-Imagens por microscopia óptica da superfície das amostras produzidas, com concentrações e condições de resfriamento diferentes, sendo a primeira linha com a utilização de nitrogênio líquido, a segunda com o congelador da geladeira e a terceira em temperatura ambiente, e as colunas a) 50%, b) 40% e c) 30% de volume inicial de cimento na suspensão (barra de escala de 1 mm).	55
Figura 14– Resistência a compressão em função do volume inicial de cimento da suspensão para amostras produzidas sem orientação e orientados no congelador e com nitrogênio líquido.	56
Figura 15- Representação esquemática do equipamento de <i>freeze-casting</i> resfriado com N ₂ líquido a ser utilizado na fabricação das amostras.....	64
Figura 16- Representação do suporte utilizado para o processo de <i>freeze-casting</i>	64
Figura 17- Amostras submetidas ao processo de <i>freeze-casting</i>	65
Figura 18- Amostras submetidas a câmara de vácuo.....	66
Figura 19- Imagens por lupa óptica (70x) da superfície das amostras produzidas com concentrações de 40% de cimento produzidas por <i>freeze-casting</i> , sendo (a) isentas de adição, (b) com adição de microsílca e (c) com adição de resíduo de minério de ferro.	69
Figura 20- Imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície das amostras produzidas, concentrações e misturas diferentes a) 35% de volume de cimento, b) 35% de volume de cimento com adição de sílica e c) 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minero de ferro.	70
Figura 21- Imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies fraturadas das amostras produzidas, com concentrações e misturas diferentes a) 35% de	

volume de cimento, b) 40% de volume de cimento com adição de sílica e c) 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minero de ferro. Os círculos amarelos destacam uns dos poros orientados na direção do congelamento da estrutura.....	71
Figura 22- Análise EDS das amostras 40% de volume de cimento com adição de sílica , 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minero de ferro e 35% de volume de cimento	72
Figura 23- Porosidade total obtida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao <i>freeze-casting</i> (com orientação) em função do teor de cimento da suspensão inicial e suas respectivas adições.	73
Figura 24- Porosidade aberta obtida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao <i>freeze-casting</i> (com orientação).	74
Figura 25- Porosidade fechada medida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao <i>freeze-casting</i> (com orientação).	75
Figura 26- Densidade determinada pelo princípio de Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao <i>freeze-casting</i> (com orientação).	76
Figura 27- Resistência a compressão aos 28 dias de cura em função do volume inicial de cimento da suspensão e suas respectivas amostras para amostras produzidas sem orientação pelo método convencional e orientados pelo <i>freeze-casting</i>	77
Figura 28- Resistência a compressão vs porosidade total das amostras REF, SI, RMF e IAR fabricado seguindo os métodos de endurecimento convencional e pelo processo <i>freeze-casting</i> . As linhas retas ligam as amostras com 35 e 40 % em volume de cimento de um mesmo grupo de amostras.....	80

Figura 29- Resistência a compressão vs porosidade total das amostras REF, SI, RMF e IAR fabricado seguindo os métodos de endurecimento convencional e pelo processo <i>freeze-casting</i> . As linhas retas ligam as amostras com 35 e 40 % em volume de cimento de um mesmo grupo de amostras.....	80
Figura 30- Resistência a compressão das amostras utilizadas para estudo piloto	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Principais constituintes do cimento <i>Portland</i>	26
Tabela 2- Cimentos Portland usados no Brasil e suas composições.....	27
Tabela 3- Adições Minerais.....	30
Tabela 4- Classificação dos aditivos químicos.....	34
Tabela 5- Nomenclatura dos poros em função da sua dimensão.....	38
Tabela 6- Principais métodos de fabricação de cerâmicas macroporosas.....	39
Tabela 7- Relação da Resistencia a flexão e a concentração de alumina.....	50
Tabela 8- Características do cimento utilizado.....	59
Tabela 9- Especificações do aditivo superplastificante Glenium® 51.....	59
Tabela 10- Características da microsílca.....	60
Tabela 11- Composição química do Resíduo de Minério de Ferro (RMF).....	60
Tabela 12- Características físicas do Resíduo de Minério de Ferro (RMF).....	61
Tabela 13- Dosagem experimental de amostras contendo 40% de cimento na matriz, sendo então as amostras SI40, RMF40 e NANO40, com aditivos inseridos como adições.....	62
Tabela 14- Dosagem experimental de amostras contendo 35% de cimento na matriz, sendo então as amostras SI35, RMF35 e NANO35, com aditivos inseridos como substituições em comparação a amostra REF40 da tabela anterior.....	62
Tabela 15- Proporções utilizadas no estudo piloto.....	91

LISTA DE ABREVIATURAS, SIMBOLOS E SIGLAS

~	Aproximadamente
%	Porcentagem ou por cento
%v/v	Porcentagem volume/volume
a/c	Relação água-cimento
ABCP	Associação Brasileira de Cimento <i>Portland</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ABNT NM	Associação Brasileira de Normas Técnicas- Norma Mercosul
AFm	Monossulfoaluminato de Cálcio Hidratado
ACI	<i>American Concrete Institute</i>
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
C ₃ A	Aluminato tricálcico
C ₂ S	Silicato dicálcico, belita
C ₃ S	Silicato tricálcico, alita
C ₄ AF	Ferroaluminato tetracálcico
CaO	Óxido de cálcio
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CH	Portlandita ou hidróxido de cálcio
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro K ₂ O Óxido de potássio
MgO	Óxido de magnésio
DEMET	Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
ε	Letra grega épsilon – deformação
MPa	Mega Pascal
mL	mililitro
NBR	Norma Brasileira Registrada
NTC	Nanotubos de carbono
σ	Letra grega sigma - tensão
N ₂	Nitrogênio
RMF	Resíduo de Minério de Ferro
SiO ₂	Sílica

UFMG

Universidade Federal de Minas Gerais

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	20
1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	20
1.2 JUSTIFICATIVA.....	21
1.3 OBJETIVOS.....	22
1.4 LIMITAÇÃO DA PESQUISA.....	23
1.5 ESTRUTURA DA PESQUISA	24
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	25
2.1 PASTA DE CIMENTO.....	25
2.1.1 <i>Cimento Portland</i>	25
2.1.2 <i>Hidratação do cimento Portland</i>	27
2.1.3 <i>Adições minerais</i>	30
2.1.4 <i>Adições químicas: aditivos</i>	33
2.2 MATERIAIS POROSOS.....	37
2.2.1 <i>Definições</i>	37
2.2.2 <i>Cerâmicas macroporosas</i>	38
2.3 MATERIAIS POROSOS NO SETOR DA CONSTRUÇÃO CIVIL.....	40
2.3.1 <i>Generalidades</i>	40
2.3.2 <i>Concreto leve</i>	40
2.3.3 <i>Concreto celular</i>	41
2.5 PROCESSO <i>FREEZE-CASTING</i>	46
2.5.1 <i>Apresentação do processo</i>	46
2.5.2 <i>Parâmetros do processo</i>	47
2.6 PASTAS DE CIMENTO FABRICADAS POR <i>FREEZE- CASTING</i>	54
3. PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	58
3.1 MATERIAIS.....	58
3.1.1 <i>Cimento Portland</i>	58
3.1.2 <i>Superplastificante</i>	59
3.1.3 <i>Aditivo incorporador de ar (IAR)</i>	59
3.1.4 <i>Microsílica</i>	60
3.1.5 <i>Nanotubo de carbono</i>	61
3.1.6 <i>Água</i>	61

3.1.7 Nitrogênio líquido	61
3.2 PREPARAÇÃO DAS PASTAS DE CIMENTO	61
3.3 PROCESSO DE ENDURECIMENTO CONVENCIONAL	63
3.4 PROCESSO DE CONFORMAÇÃO POR <i>FREEZE-CASTING</i>	63
3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	65
3.5.1 Caracterização microscópica	66
3.5.2 Porosidade e densidade	66
3.5.3 Testes de resistência à compressão	68
4. APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	69
4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA	69
4.1.1 Microscopia Óptica	69
4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	70
4.2 POROSIDADE	72
4.3 DENSIDADE	76
4.4. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	77
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	81
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
APÊNDICE A	91
1. Estudo piloto	91
2. Resultados	91

1. INTRODUÇÃO

1.1. Considerações iniciais

A construção civil é o setor responsável pela elaboração e aplicação de técnicas por meio das quais se busca o aperfeiçoamento em questões de infraestrutura e habitação, que está diretamente associado ao desenvolvimento econômico. Desde 2014, o Brasil se encontra em uma crise econômica aguda. Pelo apresentado pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), no ano de 2017, houve uma diminuição de 1,4% do Produto Interno Bruto (PIB) brasileiro; e, no segundo trimestre de 2018, redução de 2,9% das atividades originadas do setor da construção civil. Em presença de crise e com um mercado mais globalizado e altamente competitivo, é necessário que novos materiais e tecnologias sejam desenvolvidos, objetivando a evolução e o avanço do setor da construção civil. De acordo com Pessanha *et al.* (2002), a busca por técnicas e materiais de propriedades avançada capazes de proporcionar custos reduzidos e melhor a eficácia torna-se cada vez mais o foco das pesquisas científicas.

Diante deste cenário, os materiais porosos ganham destaque devido ao seu grande número de aplicações no setor de construção civil. Cita-se, como exemplo, o bloco de concreto celular, argila expandida, vermiculita expandida e revestimentos cerâmicos. A alta porosidade é a principal característica desses materiais, sendo destacado pelos autores Viveiros e Losso (2004) como estruturas que possuem propriedades essenciais a serem aplicadas em elementos de habitações que necessitam de desempenho térmico e acústico satisfatórios. O autor Armcon (2013) viabilizou a destinação de materiais porosos em estruturas localizadas em regiões sujeitas aos efeitos dos ciclos de gelo-desgelo e Marchione *et al.* (2010) como também Lamb (2014) em pavimentos de alta permeabilidade.

O concreto poroso é um compósito cimentício, produzido pela reação do cimento *Portland* com água, formando uma pasta solidificada composta por estruturas macro e mesoporosas desorganizadas. Silva (2018) analisou pastas cimentícias em adições, fabricadas utilizando o processo de *freeze-casting* e destacou a possibilidade de fabricar pastas de cimento com estrutura orientada.

O método de produção por *freeze-casting* envolve basicamente o resfriamento de uma suspensão, sendo ela aquosa ou orgânica, que é posteriormente submetida à sublimação

do solvente solidificado, possibilitando a obtenção de materiais com estrutura de poros ordenada e propriedades anisotrópicas.

Pelo exposto e pelo grande interesse na área tecnológica, é de grande proveito a pesquisa por novos materiais porosos de origem cimentícia. Deste modo, esta dissertação visa o desenvolvimento de compósitos macroporosos de matriz cimentícia de cimento *Portland*, através do método de *freeze-casting*. Estes compósitos serão fabricados adicionando-se materiais empregados em concretos, como sílica ativa, resíduos de mineração e nanotubos de carbono, visando, assim, um estudo preliminar para uma posterior aplicação da técnica em concretos. Desse modo, foram produzidas pastas de cimento com diferentes composições e condições de orientação de poros, das que foram consideradas amostras com porosidade orientadas aquelas fabricadas pelo processo de *freeze-casting* para efeito comparativo, pastas de cimento moldadas pelo processo convencional também foram fabricadas. Ensaio laboratoriais foram realizados nas amostras, caracterizando-as estruturalmente e mecanicamente. Através dos ensaios foi possível analisar propriedades como porosidade, permeabilidade e resistência a compressão. Com o estudo, foi possível indicar certa viabilidade técnica na da produção de estruturas de cimento *Portland* utilizando o processo de *freeze-casting* para controlar a estrutura de poros, em a composição de 40v/v produzidas pelo processo de *freeze-casting* apresentaram propriedades superiores em relação a pastas endurecidas pelo método convencional.

1.2 Justificativa

Em tempos de alta competitividade no setor da construção civil e com a conscientização pela busca de novos materiais, o profissional da área deve possuir uma formação adequada que o capacite a desenvolver novas tecnologias e novos materiais, adequados às boas práticas ambientais.

Silva (2018), em seu trabalho de mestrado, concluiu que estruturas de pastas de cimento orientadas por meio do método de *freeze-casting* usando nitrogênio líquido (N₂) no resfriamento, tendem a possuir melhores propriedades mecânicas no sentido da orientação, uma vez que as partículas estão sobrepostas. Se solicitados mecanicamente ao longo da direção de orientação dos poros, estes materiais mostraram-se promissores para serem empregadores no setor da construção civil.

O concreto celular com ar incorporado é pouco usado, porém, o interesse no estudo é grande para a fabricação de peças moldadas *in loco* aplicadas para estruturas de vedação. Além disso, devido às novas exigências de desempenho nas edificações, o seu uso tende a crescer, em consequência da busca por um melhor comportamento térmico e acústico quando comparado com o concreto de densidade normal. Outra possível sugestão de aplicação é a fabricação de pavimentação permeável, permitindo o escoamento da água pluvial através de seus poros, evitando problemas de enchentes em aglomerados urbanos.

Pelo apresentado, este trabalho propõe o emprego do método de *freeze-casting* em pastas de cimento com adições minerais, sintéticas e de resíduo. Pretende-se contribuir para o desenvolvimento e a evolução dos estudos referente à área de materiais porosos. Isto posto, por meio de ensaios de caracterização mecânica e estrutural, será possível contribuir para o conhecimento técnico relacionado a aplicação em materiais do setor da construção civil.

1.3 Objetivos

O presente trabalho visa empregar o método de *freeze-casting* na produção de pastas de cimento *Portland* aditivadas e realizar um estudo de suas características estruturais e propriedades mecânicas.

Os objetivos específicos englobam:

- a) propor e analisar diferentes traços (proporções de materiais) para produção das pastas de cimento *Portland* tendo em vista o fator água-cimento, em que a água seja o maior constituinte do material, sem que haja segregação da suspensão das partículas de cimento.
- b) avaliar a incorporação de adições, como a microsíllica e resíduos de minério de ferro, nas propriedades mecânicas das pastas de cimento *Portland*;
- c) realizar um estudo comparativo de características estruturais e propriedades mecânicas entre misturas em diferentes proporções volumétricas de matéria-prima e métodos de produção.

1.4 Limitação da Pesquisa

Primeiramente, havia sido determinado que este trabalho de mestrado fosse complementar ao estudo desenvolvido por Silva (2018), para posteriores aplicações do método *freeze-casting* em concretos. Entretanto, devido às limitações de tempo e suporte laboratorial, o estudo partiu da fabricação de pastas de cimento. Além disso, existem várias linhas de pesquisa para avaliar o uso do *freeze-casting* na fabricação das pastas e, como são muitas variáveis, torna-se inviável o estudo de todas simultaneamente. Sendo assim, a parte experimental executada neste trabalho limitou-se aos seguintes fatores:

a) Os experimentos propostos no presente trabalho foram realizados apenas com um tipo de cimento (CPV- ARI);

b) Foram escolhidas adições de partículas que são mais comuns a pesquisas relacionadas ao concreto, como sílica ativa, resíduos de minério de ferro e nanotubos de carbono.

c) Como o estudo é direcionado aos materiais porosos da construção civil, buscou-se produzir uma pasta porosa utilizando o aditivo incorporador de ar, simulando um concreto poroso comercial, a fim de comparar suas características com as amostras fabricadas pelo *freeze-casting*.

d) As amostras destinadas à fabricação por *freeze-casting* devem ser bem dispersadas. Por esse motivo, adotou-se em todas amostras (fabricadas convencionalmente e pelo *freeze-casting*) o uso do aditivo superplastificante em proporção de 1% conforme sugerido pelo fabricante.

e) Para a moldagem das pastas, foram utilizados moldes cilíndricos de dimensões de 1 cm de diâmetro por 2 cm de altura. Este tamanho foi escolhido Devido ao grande número de amostras preparadas, o grande tempo para o resfriamento das mesmas e a disponibilidade de recursos.

f) Não existe uma normatização para a fabricação de pastas de cimento, então adotou-se normatizações utilizadas para concretos e pesquisas anteriores para embasamento.

1.5 Estrutura da Pesquisa

Este trabalho foi dividido em cinco capítulos conforme a seguir:

Capítulo 1: Apresenta a introdução do tema, bem como motivações, objetivos e limitações da pesquisa;

Capítulo 2: Apresenta a revisão bibliográfica realizada sobre o tema, abordando: pasta de cimento *Portland*, adições minerais, aditivo incorporador de ar, materiais porosos, e o processo de *freeze-casting*.

Capítulo 3: Salienta os materiais a serem utilizados na pesquisa, além dos métodos utilizados para caracterização das pastas, tanto em estruturas orientadas pelo processo *freeze-casting* como não orientadas;

Capítulo 4: Registra os resultados obtidos neste trabalho e as devidas discussões frente às análises.

Capítulo 6: Conclui o presente estudo estabelecendo, de forma geral, as principais observações obtidas e sugestões para novas pesquisas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica contempla a base teórica utilizada para realização desta pesquisa, auxiliando no embasamento e na compreensão dos métodos que foram utilizados. Serão apresentados os conceitos de cimento *Portland* e adições, além de estudos relacionados ao concreto poroso e ao processo de *freeze-casting*.

2.1 Pasta de cimento

O presente tópico pretende apresentar e argumentar, sucintamente, aspectos relacionados à pasta de cimento *Portland*, como sua composição, seu processo de fabricação e as possíveis incorporações de materiais que proporcionam melhorias em suas propriedades quando usadas como parte do concreto.

2.1.1 Cimento *Portland*

O cimento *Portland* foi patenteado por Joseph Aspdin em 1824 que obteve um material a partir do aquecimento de uma mistura de argila e calcário, formando um composto resistente a água. Porém, somente em 1845 que Isaac Johnson fabricou através da mistura de argila com giz calcinado aquecido a temperatura de clínquerização um cimento semelhante ao fabricado atualmente (NEVILLE, 2016). Nos dias atuais, o cimento é produzido a partir da extração e beneficiamento do calcário e da argila, formando-se uma “farinha”, na qual é submetida a um aquecimento formando-se o *clínquer*. Posteriormente, o *clínquer* é submetido por um processo de resfriamento e é moído juntamente com adições de calcário escória e pozolanas. O cimento *Portland* é constituído majoritariamente por uma mistura de quatro óxidos: óxido de cálcio (CaO), sílica (SiO₂), alumina (Al₂O₃) e óxido de ferro (Fe₂O₃). Compostos originados do calcário, argila, minério de ferro e gipsita (HERFORT *et al.*, 2010 e TAVAKOLI e TARIGHAT, 2016).

No Brasil, o cimento *Portland* é definido pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), pela norma NBR 16697 (2018), como um material de característica aglomerante na presença de água, obtido pela moagem de *clínquer Portland*, com adições de sulfatos de cálcio de várias formas e em quantidades necessárias. Além disso, durante

sua moagem é possível que ocorra a adição de materiais pozolânicos, escórias granuladas de alto-forno e/ou materiais carbonosos (ABNT, 2018).

Na Tabela 1, são mostrados os compostos provenientes dos óxidos constituintes do cimento *Portland*. De acordo com Bezerra (2017), estes produtos podem variar sua proporção de acordo com o tipo de cimento. Os cimentos normatizados no Brasil são apresentados na Tabela 2.

Tabela 1- Principais constituintes do cimento *Portland*

Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviação	
Silicato tricálcico	3CaO.SiO ₂	C ₃ S	É o principal constituinte do cimento, é o que responde, após sua hidratação, pela sua resistência mecânica inicial (1 a 28 dias). Sua hidratação começa em poucas horas e seu calor de hidratação é inferior ao C ₃ A.
Silicato dicálcico	2CaO.SiO ₂	C ₂ S	Sua hidratação contribui pouco para a resistência inicial, mas contribui significativamente com o aumento da resistência ao longo do tempo pois reage lentamente com a água e libera baixa quantidade de calor.
Aluminato tricálcico	2CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₃ A	Reage rapidamente com a água e cristaliza-se em poucos minutos. É o constituinte do cimento que apresenta o maior calor de hidratação pois reage rapidamente com a água e cristaliza-se em poucos minutos sendo responsável pelo controle da pega inicial e o tempo de endurecimento da pasta, também é o responsável pela baixa resistência aos sulfatos.
Ferroaluminato tetracálcico	4Ca.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF	Responsável pela coloração cinzenta ao cimento, devido à presença de ferro, libera baixo calor de hidratação e reage menos rapidamente que o C ₃ A e controla a resistência a corrosão química do cimento em ambientes agressivos.

Fonte: Metha e Monteiro (2014)

Dentre todas as classificações existentes, o cimento *Portland* de alta resistência inicial (CPVARI) é caracterizado por ser completamente ser isento de adições (ou apresentar proporção da ordem de até 10% de materiais carbonáticos) e uma moagem

mais fina, consequentemente apresentando um rápido endurecimento e a capacidade de adquirir, de maneira rápida, resistência mecânica (ABCP, 2002).

Tabela 2- Cimentos Portland usados no Brasil e suas composições

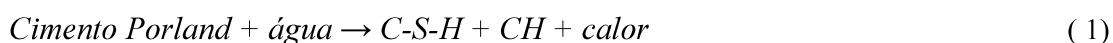
Tipo de Cimento <i>Portland</i>	SIGLA	Clínquer+ gesso	Escoria Granulada	Material Pozolânico	Material carbonático	Início de pega	Fim de pega
COMUM	CPI	100			até 5%	≥60min	≤600min
	CPI-S	90-94			6-10	≥60min	≤600min
COMPOSTO	CPII-E (escória)	94-51	6-34	-	0-15	≥60min	≤600min
	CPII-Z (pozolana)	94-71	-	6-14	0-15	≥60min	≤600min
	CPII-F (filer)	75-89	-	-	11-25	≥60min	≤600min
ALTO-FORNO	CPIII	65-25	35-75	-	0-10	≥60min	≤720min
POZOLÂNICO	CPIV	85-45	-	15-50	0-10	≥60min	≤720min
ALTA RESISTÊNCIA INICIAL	CPV-ARI	100-90	-	-	0-10	≥60min	≤600min
BRANCO	Estrutural	100-75	-	-	0-25	≥60min	≤600min
	Não estrutural	74-50	-	-	26-50	≥60min	≤600min

Adaptada da ABNT NBR 16697 (2018)

2.1.2 Hidratação do cimento *Portland*

Metha e Monteiro (2014) e Lenormand *et al.* (2015) explicam que o cimento *Portland* anidro não possui propriedades aglomerantes, porém, quando combinado com a água, uma série de reações químicas são desencadeadas, formando compostos com características de pega e enrijecimento. Tais reações que ocorrem entre o cimento *Portland* e a água são divididas em dois mecanismos: hidratação por dissolução-precipitação ou pelo mecanismo de difusão. O mecanismo de hidratação por dissolução-precipitação é dominante nos estágios iniciais de hidratação do cimento. Ele envolve os compostos do cimento *Portland* anidro e água formando hidratos em solução, que devido a sua baixa solubilidade, os hidratos são precipitados promovendo reorganização dos compostos no processo de hidratação. No mecanismo de difusão, também conhecido como topoquímico ou hidratação no estado sólido, a reação de hidratação ocorre diretamente na superfície dos compostos do cimento anidro sem que os compostos entrem em solução (SILVA *et al.*, 2017).

Resumidamente, o mecanismo de hidratação do cimento *Portland* dá-se pela liberação de energia, devido à dissolução do mesmo em meio aquoso, obtendo-se uma pasta que, ao atingir o nível de saturação dos compostos, estabelece a precipitação de sólidos hidratados. Os principais produtos de hidratação do cimento Portland são: silicato de cálcio hidratado [C-S-H], Hidróxido de Cálcio [Ca(OH)₂] e sulfoaluminatos de cálcio hidratado [Etringita]. Na Equação 1 é apresentada de forma genérica a reação de hidratação do cimento.



onde: CH = Hidróxido de Cálcio e C-S-H = Silicato de Cálcio Hidratado

As reações de hidratação podem ser divididas em quatro etapas diferentes, cujas são exemplificadas na Figura 1. Primeiramente, a hidratação ocorre de forma rápida (Fase I) em acordo com a grande liberação de calor seguida por um período de baixa cinética (Fase II) e posterior aceleração do processo de hidratação (Fase III) até a fase (IV), onde ocorre uma desaceleração (BULLARD *et al.*, 2011).

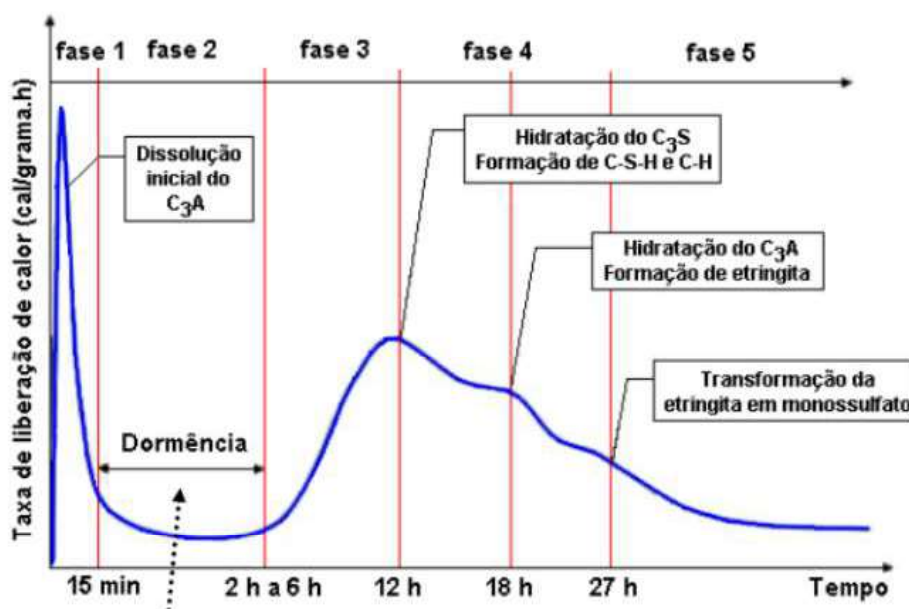


Figura 1-Representação dos estágios de hidratação do cimento.

Fonte: Adaptado de Domone (1994)

Oliveira (2017) explica que a primeira etapa é denominada período inicial, em que ocorre em grande intensidade as reações instantâneas dos compostos da pasta, num período de tempo bem curto. Posteriormente, ocorre um período que possui uma

baixa atividade em que as alterações na pasta são mínimas, este período recebe o nome de indução ou de dormência e tem duração de 2 a 3 horas. Esse período justifica o estado plástico que as argamassas e concretos apresentam durante algum tempo.

Costa *et. al.* (2009) e Metha e Monteiro (2014) explicam que nos primeiros minutos de reação do cimento com a água é formado a etringita (trisulfoaluminato de cálcio hidratado – AFt) sendo que, o processo acontece devido a reação de hidratação do aluminato tri-cálcio (C₃A) presente no gesso (constituente do cimento *Portland*) resultando na interação entre íons de cálcio, sulfato e aluminato, formando-se a nucleação de cristas em forma de agulha, caracterizando o início do enrijecimento da pasta. O ganho de resistência da pasta, é iniciado pela formação de um gel amorfo a partir dos silicatos tri-cálcio (C₃S), produzindo o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) na superfície do C₃A. Poucas horas depois cristais prismáticos de hidróxido de cálcio (CH) precipitam nos espaços entre as partículas preenchendo todo o espaço vazio (anteriormente ocupado pela água) na superfície do C₃A.

De acordo com Costa (2016, apud SILVA, 2018), as reações de hidratação do cimento *Portland* são divididas entre as reações de hidratação do aluminato (C₃A) representadas pelas Equações 2.a e 2.b, e as de hidratação dos silicatos (C₃S e C₂S) dadas pelas Equações 3 e 4 e por fim, as reações de hidratação do ferroaluminato C₄AF são exemplificadas pelas Equações 5 e 6, onde: C=CaO, A=Al₂O₃, F=Fe₂O₃, \bar{S} =SO₃ H=H₂O, AFt=etringita, AFm=monossulfoaluminato.



Gobbi (2014) cita em seu trabalho que a incorporação de adições gera uma interferência benéfica na microestrutura da matriz hidratada do cimento *Portland*, em que essas reduzem a quantidade de hidróxido de cálcio produzindo estruturas de silicato de cálcio hidratado e preenchem os vazios na pasta garantindo deste modo um maior empacotamento das partículas de cimento.

2.1.3 Adições minerais

O atual tópico abordará de forma resumida as adições minerais utilizadas na produção de compósitos cimentícios com ênfase sobre a sílica ativa e o resíduo de minério de ferro

2.1.3.1 Generalidades

As adições minerais consistem em materiais de característica silicosa e também carbonáticos finamente moídos, que, objetivando na atuação da heterogeneidade e nas propriedades de pastas de cimento vêm sendo bastante utilizadas como integrantes da composição de tais misturas. Existem três grupos de adições minerais: os cimentante, os pozolânicos e os de efeito filer (GOBBI, 2014). Na Tabela 3 é apresentado de forma sucinta a definição de cada grupo de adições minerais.

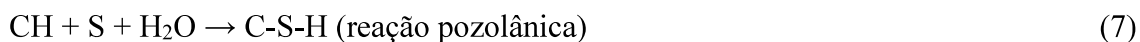
Tabela 3- Adições Minerais

Adição Mineral	Definição
Materiais cimentantes	São materiais que reagem quimicamente com a água, não precisando da reação com hidróxido de cálcio para formar produtos aglomerantes.
Materiais pozolânicos	São materiais que reagem quimicamente com o hidróxido de cálcio e formam produtos com propriedades cimentante.
Materiais de efeito filer	São materiais que atuam de forma física gerando maior empacotamento devido à sua granulometria finamente dividida.

Fonte: Adaptado, Gobbi (2014)

Silva *et al.* (2017) detectou através de seus estudos que os materiais com propriedades pozolânicas são constituídos por silicatos e aluminossilicatos, na forma vítrea, e conseqüentemente, necessitam de outros componentes além da presença da água, para reagirem. Entre as reações pozolânicas, a principal envolve a formação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) a partir do consumo de hidróxido de cálcio. A reação pozolânica

ocorrente na pasta de cimento hidratada pode ser descrito pela Equação 7, onde: C = CaO, S = SiO₂, H = H₂O.



Kanning (2013) e Metha e Monteiro (2014) afirmam que a utilização de materiais pozolânicos diminui a taxa de liberação de calor afetando no desenvolvimento da resistência mecânica. Isso é explicado por Zampieri (1993), que afirma que, quanto menor é o desprendimento de calor no processo de hidratação do cimento, menor é a probabilidade de aparecimento de fissuras térmicas, que comprometeriam a durabilidade do material.

Metha e Monteiro (2014) defendem o uso de material de efeito filer em pastas de cimento, pois causam o aumento da trabalhabilidade da pasta em estado fresco e, no estado endurecido promovem o preenchimento dos espaços capilares trazendo melhorias à resistência.

Algumas adições minerais passaram a ser utilizadas com o objetivo de se obter concretos de alta resistência. Esta aplicação, além do bom resultado relacionado à durabilidade, também proporcionou às estruturas de concreto um melhor desempenho. O excelente resultado na atividade pozolânica de alguns desses materiais fez com que fossem denominadas adições minerais altamente reativas. Atualmente, como principais pozolanas altamente reativas têm-se a sílica ativa, o metacaulim e a cinza da casca de arroz com queima controlada (ANDRADE, 2015)

2.1.3.2 *Sílica ativa (Microsilica)*

Nas últimas décadas, nota-se um interesse cada vez maior na utilização de adições minerais junto ao material cimentício, visando economizar energia e preservar recursos naturais, além de proporcionar vantagens técnicas ao produto.

Ligado ao requisito tecnologia, a sílica ativa se torna positiva como material de adição ou substituição em concretos utilizados em obras provenientes do setor da construção civil.

A sílica ativa é um material pozolânico, amorfo e sua incorporação em matriz cimentícias proporciona efeitos ajudando a nucleação da hidratação de silicatos, reagindo

com o hidróxido de cálcio e de maneira física trabalhando como filler e diminuindo a porosidade da matriz (SOAREZ, 2017). No Brasil, a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) normatiza a sílica ativa por meio da NBR 13956 (ABNT, 2012).

2.1.3.3 Resíduo de Minério de Ferro (RMF)

Conhecido também por rejeito de minério de ferro, os resíduos da mineração são considerados um tipo comum de resíduos sólido proveniente da atividade mineral e responsáveis por sérios problemas ambientais. Com a crescente preocupação com a conservação ambiental, é nítido a busca pelo aproveitamento desses resíduos e o seu emprego em novas tecnologias.

De acordo com Yellishetty *et al.* (2008), devido às suas características, como finura e densidade, o resíduo de minério de ferro apresenta grande potencial quando associado a matrizes cimentícias. Segundo os autores, o material atua como filler na matriz da pasta cimentícia, desencadeando um melhor empacotamento de partículas e podendo promover maiores pontos de nucleação para formação dos compostos hidratados.

Estudos de Costa, Gumieri e Brandão (2014) e Bezerra (2017) apontam resultados satisfatórios a respeito da incorporação de RMF como materiais de construção em forma de pó em argamassas e concretos.

2.1.3.4 Nanotubo de Carbono (NTC)

O estudo da nanotecnologia explora as propriedades e fenômenos que ocorrem na nanoescala da matéria, além de aumentar a superfície de contato e a reatividade, podem ocorrer mudanças significativas nas suas propriedades mecânicas, elétricas e térmicas. Com a redução no tamanho, mais átomos localizam-se na superfície das partículas, alterando consideravelmente a energia de superfície e sua morfologia (GLEIZE, 2007). Diversos estudos relacionados a materiais cimentícios apresentam melhorias significativas nas propriedades mecânicas dos compósitos, em relação a resistência a compressão. Os NTC podem atuar, por exemplo, como pontes ou costuras entre poros e por atuarem como elementos de reforço entre as fissuras do compósito cimentício. Diminuem a fissuração do concreto, levando a uma redução na porosidade e na

permeabilidade e, por sua vez, a um aumento de resistências que elevariam assim a vida útil não só da estrutura de concreto, mas de toda a edificação.

Chowdhury *et al.* (2012), afirmam que o “efeito de costura” dos NTC fornece uma transferência de carga eficiente da matriz para os nanotubos dentro dos compósitos, de modo a retardar o crescimento de fissuras de poros ou lacunas de tamanho nano e dificultar a formação de poros ou lacunas de tamanho micro

A aplicação de NTC em compósitos de cimento é muito atrativa, partindo-se do pressuposto de que este material é capaz de incorporar melhorias em suas propriedades, como foi apresentado por Borges (2019) que observou em seu estudo ganhos de até 36,5 % nos valores de resistência a tração dos seus concretos produzidos com incorporação de nanotubo sinterizados diretamente sobre o clínquer de cimento Portland.

2.1.4 Adições químicas: aditivos

No atual tópico será argumentado sobre os tipos de aditivos químicos e sua utilização na produção de materiais de origem cimentícias.

2.1.4.1 Definição e classificação

A ASTM C 125 define aditivo como qualquer material, excluindo água, agregado, cimentos hidráulicos e fibras, usados na dosagem para elaboração do traço de concretos ou argamassas, adicionados antes ou durante a mistura, objetivando modificar ou reforçar certas características como por exemplo: a trabalhabilidade, segregação, pega e o endurecimento, o volume e distribuição de poros durabilidade e resistência mecânica. (METHA e MONTEIRO, 2014; BAUER 2016).

No Brasil os aditivos são classificados através da NBR 11768 e diferenciando eles de acordo com seus efeitos proporcionados ao concreto (ABNT, 2011). Na Tabela 4 é apresentado a classificação dos aditivos de acordo com a NBR 11768.

Tabela 4- Classificação dos aditivos químicos

Classificação	Efeitos
Aditivo plastificante (tipo P)	Sua incorporação aumenta o índice de consistência do concreto ou argamassa, mantendo-se a quantidade de água de amassamento, ou a reduzindo a 6% da quantidade de água usual de amassamento para produzir concreto com determinada consistência.
Aditivo retardador (tipo R)	Seu uso possibilita, aumentar os tempos de início e fim de pega do concreto ou argamassa.
Aditivo acelerador (tipo A)	Sua utilização viabiliza a diminuição os tempos de início e fim de pega do concreto ou argamassa, acelerando o desenvolvimento das suas resistências iniciais.
Aditivo plastificante retardador (tipo PR)	Seu uso combina os efeitos dos aditivos plastificante e retardador.
Aditivo plastificante acelerador (tipo PA)	Sua incorporação visa a combinação dos efeitos dos aditivos plastificante e acelerador.
Aditivo incorporador de ar (tipo IAR)	O produto incorpora pequenas bolhas de ar ao concreto ou argamassa.
Aditivo superplastificante retardador (tipo SPR)	Seu uso objetiva aumentar sensivelmente o índice de consistência do concreto ou argamassa, mantendo a quantidade de água de amassamento, ou possibilitando a redução até 12% da quantidade de água de amassamento para produzir concreto ou argamassa com dete
Aditivo superplastificante retardador (tipo SPR)	Sua incorporação res
Aditivo superplastificante acelerador (tipo SPA)	Seu uso proporciona a combinação dos efeitos dos aditivos superplastificante e acelerador.

Fonte: Adaptado (ABNT, 2011)

Bauer (2016) explica que os aditivos são classificados por critérios que orientam suas ações, no contexto científico da química, física ou físico-química. Pode-se entender como ação química aquela que modifica a solubilidade dos componentes do cimento. Por exemplo, existem produtos com propriedades que desencadeiam o aceleramento da dissolução de cal, do alumínio ou da sílica, acelerando-se o processo de hidratação, enquanto outros formam proteções nas fases anidras, retardando o mesmo. Os aditivos de ação química modificam a cinética do processo de hidratação da pasta de cimento.

Quanto a ação física, Bauer (2016) cita que é promovida pelas forças de *Van der Waals* de natureza tensoativa, que modificam a tensão superficial da água e a tensão interfacial entre essa e as fases sólidas dos constituintes da pasta, fazendo que as moléculas de água nas interfaces tenham uma menor capacidade de umectação das partículas, bem como menor poder de penetração. As moléculas dos tensoativos possuem uma parte hidrofílica de característica polar que interage com a fase aquosa reduzindo a

tensão superficial, promovendo a formação de bolhas e neutralizando a tendência das bolhas dispersas de coalescer e também possui uma parte hidrofóbica de característica apolar que interage com a fase sólida da pasta. Os radicais hidrofóbicos unem-se a fase sólida, mantendo os grupos apolares orientados para a fase aquosa, o que torna a superfície do cimento hidrofóbica fazendo com que o ar desloque a água e permaneça ligado às partículas sólidas em forma de bolhas (BAUER, 2016).

4.1.4.2 Aditivos Incorporador de Ar (IAR)

Segundo Romano (2013), Metha e Monteiro (2014) e Mendes (2016) os aditivos incorporadores de ar são agentes químicos, que desencadeiam ação física de superfície tensoativas, compostos por uma classe de substâncias chamadas surfactantes. Esses são geralmente constituídos de sais de resinas de madeira (Vinsol), materiais protéicos e ácidos graxos, apresentando como função a produção de grande número de bolhas de ar, estáveis. Essas bolhas são distribuídas uniformemente dentro do concreto de forma que não coalesçam, não colapsem e não emerjam à superfície garantindo um sistema de vazios de tamanhos adequados e homogeneamente distribuído no concreto endurecido. Tal comportamento é explicado por Cintra (2017) em que a molécula gerada pela incorporação do IAR é caracterizada pela presença de uma cadeia apolar, geralmente, formada por hidrocarbonetos, enquanto, os ramos das mesmas, são polares e formados por grupos iônicos, não iônicos ou anfóteros. A presença do grupo polar e as ramificações da cadeia apolar determinam as propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas dos IAR. Na Figura 2, são apresentadas as frações polar e apolar que promovem as características aos aditivos incorporadores de ar.



Figura 2- Fração polar e apolar dos aditivos incorporadores de ar.
Adaptado de IUPAC (2012)

Ouyang *et al.* (2008) articula que o ar incorporado é diretamente relacionado ao sistema de poros presente na matriz cimentícia endurecida e que as moléculas adsorvidas nas partículas sólidas colaboram pouco para o surgimento e estabilização de bolhas de ar,

sendo as moléculas presentes na interface responsáveis por este fenômeno em que as moléculas da fase líquida equilibram as anteriores caracterizando, assim, um sistema transiente. Na interface sólido-água, os grupos polares se ligam a partícula de cimento, mantendo grupos apolares orientados para a fase aquosa da pasta, assim o ar pode deslocar a água e permanecer ligado às partículas sólidas em forma de bolhas (MENDES, 2016).

Ao adicionar o IAR em pastas cimentícias, parte do mesmo é adsorvido pelas partículas sólidas do cimento e outra parte se concentra na interface entre a fase líquida e a gasosa da amostra. Além do mais, as propriedades físicas e químicas da mistura são distintas de acordo com a concentração e o tempo de reação (MENDES, 2016).

Na Figura 3 é mostrado a ação do IAR na pasta de cimento em função do tempo.

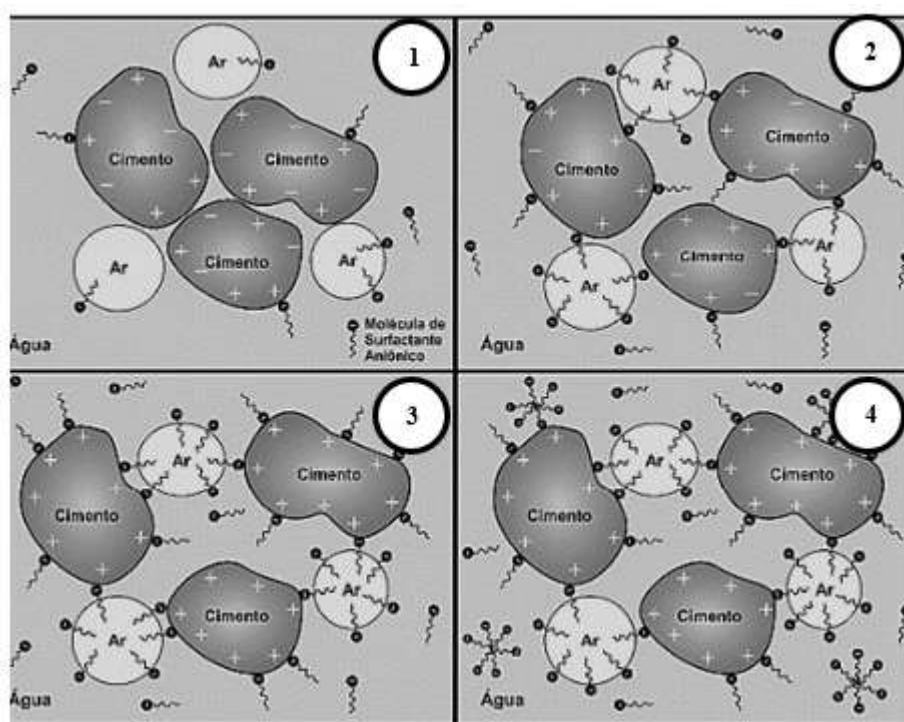


Figura 3- Mecanismo de ação dos IAR em pastas cimentícias.
Mendes (2016)

A repulsão mútua das “cabeças” hidrofílicas reduz a atração da fase líquida da pasta, resultando em uma reduzida tensão superficial. Assim as repulsões eletrostáticas originadas pelo aditivo incorporador de ar ajudam a estabilizar bolhas de ar na pasta. Na Figura 4 é representado um possível sistema formado, sendo ele bem disperso e sem floculação (Mendes, 2016).

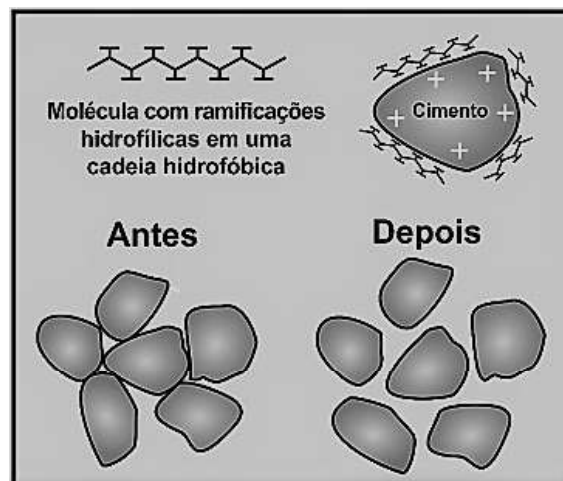


Figura 4- Mecanismo de ação dos aditivos incorporadores de ar.
Mendes (2016)

As pastas com incorporadores de ar formam microbolhas de dimensões entre 10 e 1000 microns, distanciam-se entre si de 100 a 200 microns, estáveis e bem distribuídas tornando possível a presença intencional das bolhas em toda a pasta de cimento e não somente na superfície. As bolhas de ar são dispersas em toda a pasta de cimento endurecida sendo as mesmas aprisionadas em torno de toda a pasta de cimento proporcionando à mesma uma baixa densidade (XIAJUN *et al.*, 2017).

Para Bauer (2016), o incorporador de ar além de atuar nas partículas de cimento, age também envolvendo as partículas de agregado miúdo mais finas. O conjunto formado entre as partículas sólidas envolvidas e as bolhas de ar, apresenta maior estabilidade que os grupos isolados, aumentando assim a plasticidade, diminuindo a permeabilidade e a segregação.

2.2 Materiais porosos

Neste tópico será abordado as definições presentes na literatura sobre materiais porosos em gerais, cerâmicas porosas e os principais métodos de fabricação das mesmas.

2.2.1 Definições

Ligados à nossa história e cultura, os materiais podem ser divididos em metais, polímero e cerâmicas. Tais podem apresentar poros em suas estruturas, mas devido a forma de se produzir o material, as cerâmicas essencialmente são manufaturadas por meio da tecnologia em pó e possui a tendência de deixar vazios durante o seu processo fabril.

Apesar de ser geralmente considerados como defeitos, esses vazios podem ser benéficos e existem atualmente vários meios de se controlar a presença desses poros (CALLISTER JR., 2012).

Os materiais porosos podem apresentar poros abertos ou fechados e superficiais ou internos. Os poros são classificados de acordo com a *International Union of Pure And Applied Chemistry* (IUPAC) em microporos, mesoporos e macroporos (ROUQUEROL, 1974; CALLISTER Jr., 2012; SILVA, 2018). Na Tabela 5 é apresentado a nomenclatura utilizada em relação da dimensão do poro presente no material.

Tabela 5- Nomenclatura dos poros em função da sua dimensão

Nomenclatura	Dimensão do Poro
Microporo	0 a 2 nm
Mesoporo	2 a 50 nm
Macroporo	> 50 nm

Fonte: Rouquerol (1974)

A porosidade de um material é definida segunda a razão entre o volume total de vazios e o volume total aparente exercendo influência sobre suas propriedades físicas, tais como a densidade e a resistência mecânica. Gonçalves (2018) explica que uma porção do material poroso é formado por poros preenchidos por ar, deste modo proporciona ao material um menor peso. O autor complementa que a resistência mecânica de tais materiais é influenciada pelo tamanho dos poros e pela sua direção, sendo observado que a presença de poros menores em estruturas porosas confere maior resistência e poros unidirecionais possuem um comportamento anisotrópica (DEVILLE, 2010).

A presença de poros e suas características, como tamanho, formato e posição, concedem propriedades diferenciadas aos materiais porosos, possibilitando inúmeras aplicações nas mais diversas áreas (SANTOS, 2016).

2.2.2 Cerâmicas macroporosas

De acordo com Callister Jr. (2012) materiais cerâmicos são aqueles constituídos de elementos metálicos e elementos não metálicos ligados por ligações de caráter misto, iônico-covalente. Usadas em diversos setores da indústria, as cerâmicas macroporosas quando fabricadas pela combinação de matéria-prima e processos de sintetização além de

possuir baixa massa específica, possui elevada uniformidade estrutural, refratariedade, boas resistências mecânica e química.

Souza (2014) explica que o uso da técnica de processamento combinado com a matéria-prima permite um controle na fabricação de cerâmicas porosas com propriedades potenciais de aplicabilidade, como por exemplo: elevada uniformidade estrutural, refratariedade, resistências mecânica e química.

Existem vários métodos para obtenção de cerâmicas porosas, sendo que cada método tem as suas vantagens e usos potenciais. O uso do processo de fabricação por sinterização parcial é o mais antigo e o mais comum, porém devido a necessidade da obtenção de materiais com características desejáveis para aplicações específicas surgiram diversos meios para obtenção de cerâmicas porosas, podendo ser citado os processos de réplica, espumação, material sacrifício e o processo de *freeze-casting*. Tendo em vista o alcance de objetivos propostos nesse trabalho, a Tabela 6 apresenta os principais processos utilizados na fabricação de cerâmicas macroporosas.

Tabela 6- Principais métodos de fabricação de cerâmicas macroporosas

Processo	Descrição
Sinterização parcial	O processo consiste no aumento da temperatura e a utilização de uma pressão utilizada na conformação o material e atualmente, é o método mais comum no âmbito industrial para a obtenção de cerâmicas porosas.
Réplica	O método consiste em impregnar um substrato poroso com uma suspensão cerâmica, submetida a secagem e tratamento térmico, desta maneira uma estrutura semelhante ao do substrato será obtida.
<i>Direct foaming</i> (Espumação)	Por meio de agitação mecânica ou injeção de gás em uma suspensão ocorre a incorporação de ar e posteriores reações químicas é formado poros no material resultante.
Material de sacrifício	É utilizado suspensões nas quais um material de sacrifício, ou agente porogênico, é distribuído de maneira uniforme e posteriormente eliminado durante etapas de queima, sublimação, lixiviação ou lavagem.
<i>Freeze-Casting</i>	Consiste no resfriamento de uma suspensão com processo posterior de sublimação. O solvente solidificado possibilitará a obtenção de materiais com estrutura porosas.

Fonte: Souza (2014)

Silva (2018) mostra grande potencial a utilização do processo de *freeze-casting* na fabricação de pastas cimentícias, sendo objeto de estudo abordado detalhamento em tópico adiante.

2.3 Materiais porosos no setor da construção civil

Sequentemente será discutido sobre os materiais porosos utilizados atualmente no setor da construção civil.

2.3.1 Generalidades

Alguns materiais porosos já são muito utilizados na construção civil, uns pelo fato dos poros diminuírem a densidade do material, o tornando mais leve em comparação com os que não apresentam poros, diminuindo o peso do material favorecendo seu emprego em edificações onde é necessária uma estrutura mais leve (SILVA, 2018).

Silva (2018) também explica que a presença dos poros possibilita ao material um bom desempenho ligado ao isolamento térmico e acústico, em que, materiais como argila expandida e vermiculita são incorporadas ao concreto objetivando a produção de um material mais leve, geralmente sem função estrutural. Além disso, existem no setor outros materiais como, os revestimentos cerâmicos porosos que são incorporados em estruturas as quais são necessária permeabilidade da água para evitar poças como ao redor de piscinas e espaços gourmet.

2.3.2 Concreto leve

O concreto leve é um material compósito formado por um meio aglomerante, composto por cimento e água, no qual estão aglutinadas as partículas ou fragmentos de agregado e eventualmente os aditivos. Apresentando como material que possui propriedades refratárias e de isolamento térmico, o concreto leve segundo a NBR 8953 (2015) corresponde a um concreto possuindo massa específica inferior a 2000 kg/m^3 (ABNT, 2015).

Neville (2016) destaca que a redução da massa específica do concreto pode ser realizada a partir da substituição de parte dos materiais sólidos do concreto convencional

por ar. Ainda segundo esse autor existem três localizações possíveis do ar em concretos: nas partículas de agregado (agregado leve), na pasta de cimento (concreto celular) e entre as partículas do agregado graúdo quando não se usa o agregado miúdo (concreto sem finos).

2.3.3 Concreto celular

De acordo com Neville (2016), o concreto celular pode ser produzido por dois processos, o primeiro denominado espuma pré-formada, visando a introdução de gás normalmente pelo uso de pó de alumínio finamente moído em uma proporção aproximada de 0,2% da massa de cimento que ao reagir com o dióxido de cálcio ou com os álcalis do cimento libera bolhas de hidrogênio causando a expansão da pasta. Em um segundo cenário, a incorporação de poros é promovida pela adição de produtos químicos, representados pelos aditivos incorporadores de ar (IAR). O aditivo age como um fluido na mistura, substituindo parte da água de amassamento, agindo como um material tensoativo em que o ar incorporado possivelmente é originado através do desdobramento do ar para o interior da pasta pela ação de vórtice, como na mistura de um líquido ou através de uma peneira tridimensional em que as bolhas de ar são formadas pelos agregados vertidos sob cascata durante a mistura (POWERS, 1968, DU e FOLLIARD, 2005 e BAUER, 2016).

No tópico a seguir será abordado as possíveis aplicações do concreto celular com aditivo IAR presente na literatura.

2.3.3.1 Generalidades

O concreto celular fabricado a partir de aditivo incorporador de ar, além do aditivo, geralmente é constituído por cimento *Portland*, areia, brita e água. As bolhas de ar incorporadas na matriz de cimento aumentam a porosidade do concreto e ocasionam a redução da massa específica do material, que varia entre 1300 e 1900 kg/m³ (SATCH, 2008).

Da Rosa (2013) explica que os aditivos incorporadores de ar produzem no concreto bolhas de ar estáveis que, diferentemente dos outros vazios encontrados no

concreto, podem proporcionar importantes benefícios ao concreto tanto no estado fresco quanto no estado endurecido. De fato, apesar de reduzir a resistência mecânica do concreto, a incorporação de ar melhora a sua trabalhabilidade, melhora as propriedades térmicas, acústicas, e além disso, os poros introduzidos ao concreto pela presença de IAR funcionam como reservatórios onde a água pode se solidificar sem causar fissuração da peça estrutural, sendo assim um ponto positivo para emprego em edificações que são submetidas a ciclos de gelo-degelo (CORR *et al.*, 2004).

Em relação a resistência a compressão, ao se incorporar ar no concreto sem qualquer outra alteração nas proporções dos materiais da mistura, há uma redução na resistência. Essa redução é proporcional ao volume de ar presente, e isso vale tanto para vazios devido a incorporação de ar quanto para vazios devido ao mau adensamento (NEVILLE, 2016). Ao outro ver, Kosmatka *et al.* (2008) e Neville (2016) explicam que essa redução na resistência pode ser suprida com a redução da relação água/aglomerante.

Kosmatka (2008), em seu trabalho, analisou que ao se tratar de concretos de maior resistência, nas quais a relação água/cimento é relativamente menor, a incorporação de ar permite apenas uma pequena redução na quantidade dessa água. Ele mostrou assim que a presença dos vazios tem um efeito muito mais distinto em concretos de resistência mais elevada, concluindo que a resistência a compressão do concreto com alto consumo de cimento é reduzida cerca de 2% a 9% a cada percentual de aumento do ar incorporado. Pode-se afirmar então, que a redução da resistência do concreto com ar incorporado é mais significativa em relação a um maior consumo de cimento, sendo que, nas misturas mais secas a resistência a compressão aumenta devido à redução da relação água/cimento, e a trabalhabilidade aumenta devido a incorporação de ar em proporções adequadas.

No Brasil, a utilização de concreto celular é normatizado para aplicação de paredes de concreto *in loco* (no local da obra) de acordo com a NBR 12646 (ABNT, 1992). Entretanto, pesquisas mostram que os concretos celulares podem ser aplicados em calçadas; estacionamentos (possuindo um grande ponto positivo, já que empresas, por lei precisam destinar 20% da área construída para drenagem de águas pluviais), ruas de baixo tráfego, parques, praças, pátios residenciais, quadras de tênis, campos de golfe, painéis de enchimento, *decks* de piscinas, estabilização de encostas, forros, estufas de plantas, isolamento térmico e barreira acústica (atendendo a requisitos da NBR 15575-Desempenho em edificações) de paredes e em muro de arrimo (LAMB, 2014; CINTRA, 2017).

2.3.3.2 Para isolamento térmico

Após a revisão realizada pela NBR 15575 (ABNT, 2013), o requisito desempenho térmico das edificações se tornou um fator de alta relevância na análise de projetos de edificações. Conseqüentemente, profissionais do setor da construção civil devem buscar se adequar por meio da utilização de novos materiais e sistemas construtivos que apresentam propriedades favoráveis a exigência.

Kim *et al.* (2012) estudou e avaliou o desempenho do concreto com ar incorporado, e obteve valores satisfatórios e que atendiam as necessidades normativas, além disso, concluiu que o resultado pode ser explicado pelo aprisionamento do ar nas estruturas do concreto ter induzido uma redução da transferência e absorção de calor em relação aos concretos tradicionais, como por exemplo a redução da condutividade térmica. O mesmo autor verificou que a condutividade térmica diminuiu linearmente à medida que a porosidade na matriz de concreto aumentava, independentemente da localização dos poros. Concluiu então que o valor da condutividade térmica é diretamente influenciado pela massa específica do material

2.3.3.3 Para o isolamento acústico

Gerges (2000), Kim *et al.* (2012), Pachla (2015) e Corredor *et al.* (2017) articulam que quando se pretende isolar o som que se propaga em meios sólidos, o mais indicado é a utilização de materiais de baixa densidade. Materiais porosos usados em controle de ruído são constituídos basicamente de duas fases: a fase sólida (estrutura) e a fluida (fluido contido no interior dos poros). A premissa é que a energia acústica penetra pelos poros e dissipa-se devido as reflexões do atrito viscoso que ocorrendo dessa maneira a transformação da energia acústica em energia térmica.

2.3.3.4 Para aplicação em materiais permeáveis

Marchione *et al.* (2010) define o concreto permeável como camada de revestimento de pavimentos permeáveis podendo ser executada utilizando concreto poroso moldado in loco ou peças pré-moldadas de concreto poroso aplicado a subleitos

com alta capacidade de suporte. Lamb (2014) explica que quando usado em pavimento concreto permeável, é permitido a percolação das águas pluviais, sendo também possível, que as mesmas, sejam armazenadas nas camadas inferiores, base e sub-base, e conduzidas ao lençol freático por meio do subleito ou sistema de drenagem. O mesmo autor evidencia que o concreto permeável possui um índice de vazios variando de 15% a 25% e uma capacidade de percolação da água na ordem de 200 L/m²/min, podendo ter uma resistência a compressão na faixa de 3,5 à 28 MPa (ACI, 2006).

Nos EUA, os pavimentos permeáveis foram alvo de extensos estudos, por volta de 1970, como forma de evitar aquaplanagem, redução de ruído e efeito spray. Atualmente estudos ressurgiram para prevenir problemas de drenagem e hidráulicos ligados a recarga dos aquíferos. O uso do concreto permeável é muito empregado para revestimento deste tipo de pavimentação. No Brasil, essa tecnologia ainda é incipiente, porém, sabe-se que é adotada em alguns projetos de demonstração e que existe grande esforço para introduzir o material no mercado, objetivando atender as atuais legislações municipais em relação a infiltração e a garantia de permeabilidade parcial durante a técnica de pavimentação e na ocupação de novos terrenos (LAMB, 2014).

Souza (2016) cita que materiais fabricados por *freeze-casting* apresentam elevada conectividade de poros. O autor explica que, se todos os espaços são discretos e isolados uns dos outros em um material, o mesmo não se comporta da mesma maneira que um outro possuindo a mesma percentagem de espaços vazios interligados. Nesse modo, o transporte de água pode ser facilitado pelo alto nível de interligação entre os espaços vazios (SOUZA, 2016).

2.3.3.5 Para uso de estruturas que sofrem do efeito gelo-desgelo

Metha e Monteiro (2014) explicam que na pasta de cimento os produtos de hidratação são separados pelos poros capilares, sendo que os mesmos são contíguos em relação aos poros do gel e a água possui capacidade de entrar e sair com mudanças das condições ambientais. Então, em regiões que ocorrem ciclos de gelo-desgelo, a água presente nos poros capilares solidifica sob condições normais de emprego do concreto, mas devido à restrição de tamanho do poro, a água presente num poro capilar congelada se expande e, por meio de fenômenos hidrostáticos, o concreto é degradado (ARMON, 2013 e MENDES, 2016). Na Figura 5, é exibido efeitos de dano em dois corpos-de-prova

de concreto (sem incorporação de ar e com incorporação de ar) após 300 ciclos de gelo e degelo.



Figura 5- Corpos-de-prova de concreto após 300 ciclos de congelamento e descongelamento. A amostra da esquerda é de concreto convencional, e à da direita foi adicionado um aditivo incorporador de ar.

Fonte: Armcon (2013)

Mendes (2016) cita que o efeito da resistência a ciclos de congelamento em concretos com incorporação de ar foi descoberto acidentalmente nos anos 30, em Nova York, em que pavimentos de concreto com cimentos produzidos com alguns auxiliadores de moagem, como gordura de carne, estearato de cálcio e óleo de peixe, compostos que funcionavam como agentes químicos incorporadores de ar promovendo maior durabilidade do que os demais pavimentos.

Na Europa, é comum a prática de aplicação do concreto celular em painéis de paredes de grandes edifícios, sendo especificada a incorporação de um teor mínimo de ar em países com invernos rigorosos (NATIONAL READY MIXED CONCRETE ASSOCIATION, 2010).

2.5 Processo *freeze-casting*

Será apresentado neste tópico da técnica de *freeze-casting* utilizada em processos de conformação como também suas aplicações conhecidas pela literatura.

2.5.1 Apresentação do processo

Deville (2010), Souza (2014) e Gonçalves (2018) explicam que o processo produtivo de *freeze-casting*, ou técnica de *ice templating*, é um processo multifuncional, podendo ser empregado tanto na fabricação de cerâmicas, quanto de polímeros e metais. Ele envolve basicamente o resfriamento de uma suspensão, sendo ela aquosa ou orgânica, submetida posteriormente a sublimação do solvente solidificado, possibilitando a obtenção de materiais com estrutura de poros ordenada e propriedades anisotrópicas. De forma geral, primeiramente é preparada a suspensão com ou sem tratamento térmico prévio, vertida para um molde posicionado em uma superfície de caráter condutora, cuja temperatura possa ser reduzida de maneira controlada. Diante a condições específicas de resfriamento, os cristais de solvente são formados e crescem ao longo da direção a qual o gradiente térmico foi imposto (DEVILLE, 2010).

A estrutura de poros ordenados pode ser obtida por meio das partículas em suspensão, as quais serão redistribuídas pela frente de solidificação e ficarão aprisionadas entre os cristais de solvente. Assim, a estrutura dos cristais de solvente atuará como suporte (*template*) temporário para as partículas solidas e, após a sublimação do solvente, pode ser obtido uma estrutura porosa cuja morfologia é similar àquela apresentada pelos cristais de solvente (DEVILLE *et al.*, 2009).

O método pode o ser dividido em quatro etapas principais, a saber: preparação da suspensão, solidificação, sublimação e sinterização (SOUZA, 2014). Na Figura 6, é esquematizado as etapas compreendidas pela utilização do procedimento de *freeze-casting*.

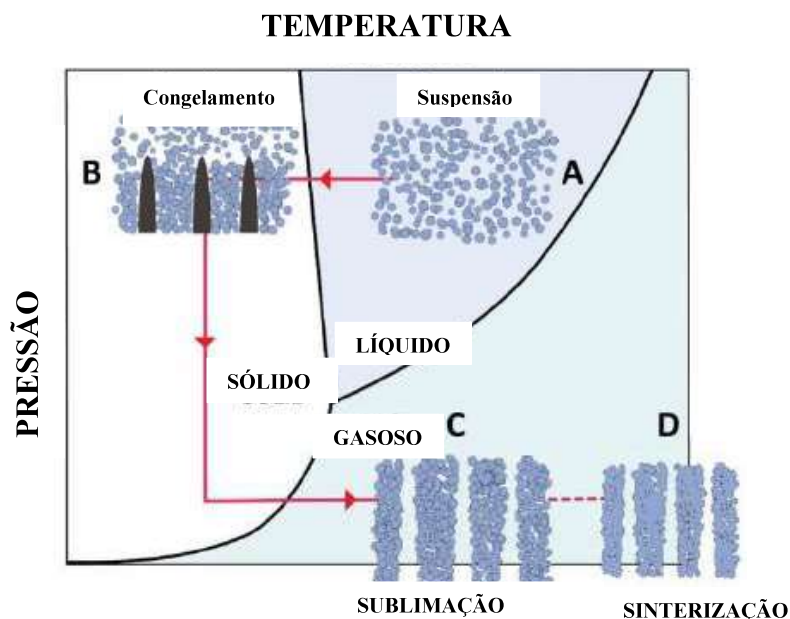


Figura 6- Esquema das etapas envolvidas no processo de *freeze-casting*: (A) preparação de massa cerâmica; (B) solidificação do solvente; (C) sublimação; (D) sinterização.

Fonte: Deville (2013)

A porosidade obtida pelo processo permite considerar materiais submetidos pelo método de *freeze-casting* como potenciais candidatos para aplicações onde é preciso elevada permeabilidade. O emprego em estruturas a qual é necessário o uso de um material eficiente em relação ao transporte de fluidos, isolamento térmico e acústico (SOUZA, 2014).

Deville (2010) exemplifica os óxidos alumina, sílica, titânia e brucita, os biomateriais hidroxiapatita, fosfato tricálcio, os não óxidos nitreto e carboneto de silícios, assim como materiais piezolétricos e as zeolitas como exemplos de cerâmicas porosas que podem ser obtidas através do processo de *freeze-casting*. A influência na formação das estruturas dos poros devido a fatores como a concentração e características do sólido em suspensão, o tipo de solvente, a incorporação de aditivos, e a taxa de resfriamento, são bastante estudados.

2.5.2 Parâmetros do processo

Nos próximos tópicos são apresentados resultados de análises de alguns autores dos seguintes parâmetros utilizados na fabricação de suas peças pelo processo de *freeze-casting*: concentração, temperatura e solvente.

2.5.2.1 Concentração

A literatura aborda que o aumento da fração volumétrica de sólidos e a redução do tamanho médio das partículas dificultam a dispersão e a estabilização das suspensões a serem submetidas no processo de *freeze-casting*, assim, as mesmas devem apresentar concentração de sólidos variando entre 10 e 40% em volume (%) e partículas com diâmetro médio entre 60 nm e 6,5 μm (SOUZA, 2016).

Souza (2014) fabricou, por meio do método de *freeze-casting*, estruturas de alumina em distintas concentrações de terc-butanol. O autor verificou que o aumento da concentração de sólidos em suspensão dificulta a dispersão, a estabilização da suspensão e o crescimento dos cristais. Como pode ser evidenciado na Figura 7, a ocorrência do aumento da fração de sólidos contribuiu com a redução do volume e do diâmetro dos poros.

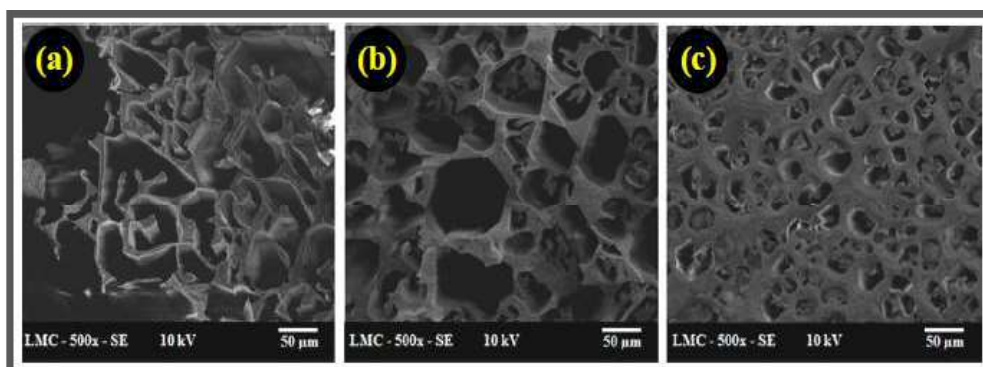


Figura 7- Micrografia MEV da superfície perpendicular à frente de solidificação da amostra de alumina fabricadas a partir de suspensões com (a) 10 %v, (b) 20 %v e (c) 30 %v de alumina. Fonte: Souza (2014)

Lacerda *et al.* (2018) estudaram o uso do método de *freeze-casting* na produção de amostras de alumina utilizando canfora-naftaleno como solvente através de misturas de distintas concentrações: hipoeutética (60% em peso), eutética (65% em peso) e hipereutética (70% em peso), e aplicando diferentes taxas de resfriamento (ambiente, freezer e N_2). Eles observaram que os materiais formados possuíam macroporos com diferentes estruturas de poros e comportamentos mecânicos.

Deste modo, como foi apresentado pelos autores, a morfologia dos cristais do solvente solidificado depende diretamente da composição da mistura de solvente como é mostrado na Figura 8. A composição hipoeutética origina cristais em forma de bastão capazes de se orientar, a composição eutética acarreta a origem de placas finas e contínuas

orientadas de acordo com a direção de congelamento e a mistura hipereutética ocasiona a formação de estrutura de poro sem organização nenhuma (LACERDA *et al.*, 2018).

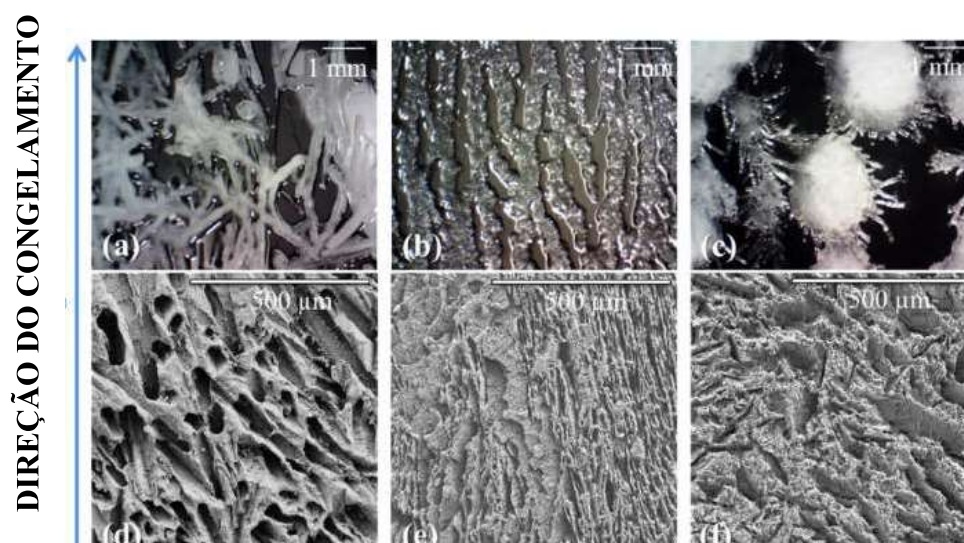


Figura 8- Imagens de MO dos cristais obtidos pela solidificação de misturas de canfora-naftaleno e alumina em (a) composição hipoeutética (b) eutética e (c) hipereutéticas, e de MEV (d) hipoeutéticas, (e) eutéticas e (f) congeladas em um congelador doméstico e preparadas mantendo a carga sólida a 30% em volume.

Fonte: Lacerda *et al.* (2018)

Além da morfologia, Souza *et al.* (2016) analisaram a porosidade de seus materiais em relação a concentração das suspensões, a partir de diferentes concentrações (15, 20, 25 e 30 %vol) de alumina calcinada, misturadas com terc-butanol (TBA, $\geq 99,5\%$, Aldrich) e ácido cítrico (AC, $\geq 99,5\%$, Aldrich) e foi verificado que a porosidade total dos materiais produzidos diminuí de maneira aproximadamente linear à medida que a concentração de sólidos na suspensão é aumentada. Os autores também determinaram a porosidade fechada sendo inferior a 2% para qualquer concentração de sólidos. Os resultados são apresentados na Figura 9.

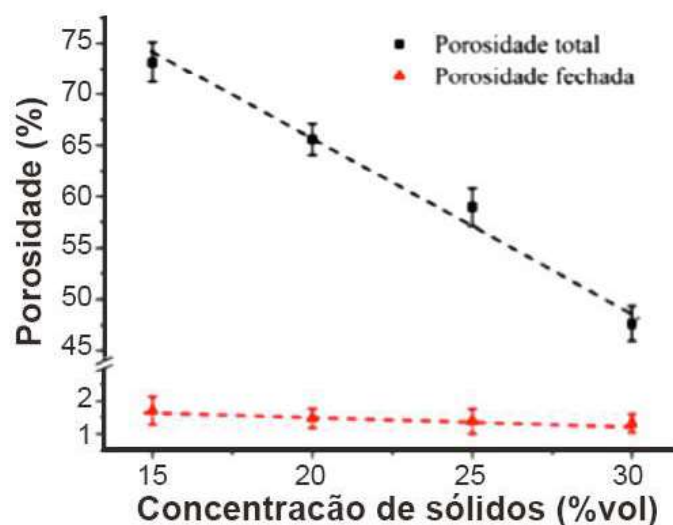


Figura 9- Relação da concentração de sólidos e da porosidade dos materiais produzidos.
Fonte: Souza *et. al* (2016)

Outra relação importante é a que tange a concentração de sólidos em que tange os valores obtidos dos esforços mecânicos das peças. Souza *et. al* (2016) verificaram que existe um aumento na capacidade de solicitação na flexão das peças quando a concentração de alumina em suspensão também é maior. Na Tabela 7 são apresentados os valores encontrados pelos autores nos ensaios de resistência a flexão.

Tabela 7- Relação da Resistencia a flexão e a concentração de alumina

Concentração de alumina (%vol)	Resistencia a flexão (Mpa)
15	3,6
20	5,6
25	16,4
30	21,9

Fonte: Souza *et al.* (2016)

2.5.2.2 Temperatura

Santos (2019) explica que a taxa de resfriamento empregada no processo *freeze-casting* tem efeito direto sobre a estrutura de poros do material obtido e pode apresentar três tipos distintos de interação entre a frente de resfriamento e as partículas dispersas na solução.

Em taxas de congelamento muito baixas o material final não apresentará macroporos em sua estrutura devido ao crescimento planar da frente de resfriamento, já

para taxas de resfriamento medianas, existe uma expressiva interação entre as partículas e o gradiente de congelamento, em que as partículas são aprisionada entre os cristais formados pelo solvente produzindo, assim, uma estrutura com poros ordenados. Além disso, para elevadas taxas de resfriamento, o tempo insuficiente para que haja o aprisionamento das partículas entre os cristais do solvente, dando origem a materiais com estruturas de poros desordenados (SANTOS, 2019)

Souza (2014) evidenciou a influência do gradiente de resfriamento em diferentes amostras de alumina submetidas ao processo de *freeze-casting* e concluiu que quanto maior o valor da taxa de resfriamento, maior é o número de poros por unidade de área. Tal fenômeno é mostrado na Figura 10 podendo ser explicado com base no fenômeno de super-resfriamento térmico.

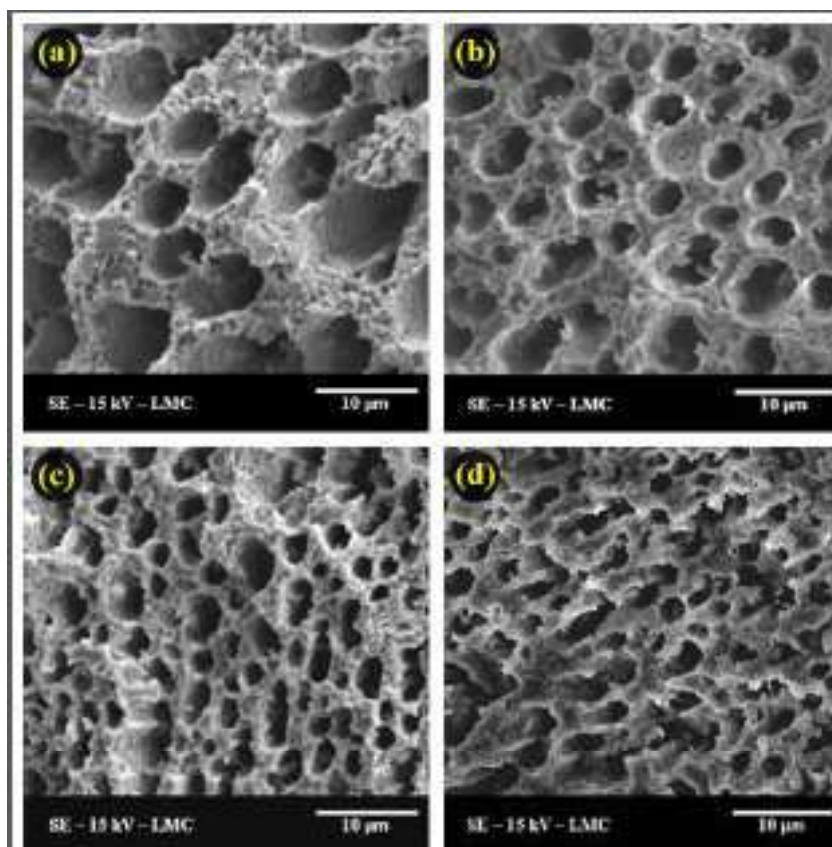


Figura 10- Micrografia MEV da superfície perpendicular à frente de solidificação da amostra de alumina. Taxas de resfriamento: (a) 2 °C/min, (b) 4 °C/min, (c) 10 °C/min e (d) 30 °C/min.

Fonte: Souza (2014)

Já Lacerda (2014) explica que existe um grande favorecimento da nucleação e crescimento dos cristais durante o congelamento da peça, sendo que quanto mais rápida for a taxa de resfriamento, mais fina serão as estruturas de poros do material.

Por meio das micrografias MEV apresentadas na Figura 11, pode-se observar que taxa de resfriamento também influencia na formação de estruturas porosas em materiais consolidados, a qual nenhuma orientação de poros foi observada para as amostras congeladas à temperatura ambiente. No entanto, para composições hipoeutéticas e eutéticas congeladas por meio do freezer doméstico e por N_2 líquido, a estrutura dos poros desses materiais começou a mostrar uma orientação paralela à direção de congelamento. Podendo assim, inferir que quanto mais rápido a taxa de congelamento, mais estrutura de poros. Esse comportamento está fortemente relacionado à nucleação e crescimento de cristais de solvente durante a etapa de congelamento (LACERDA *et al.*, 2018).

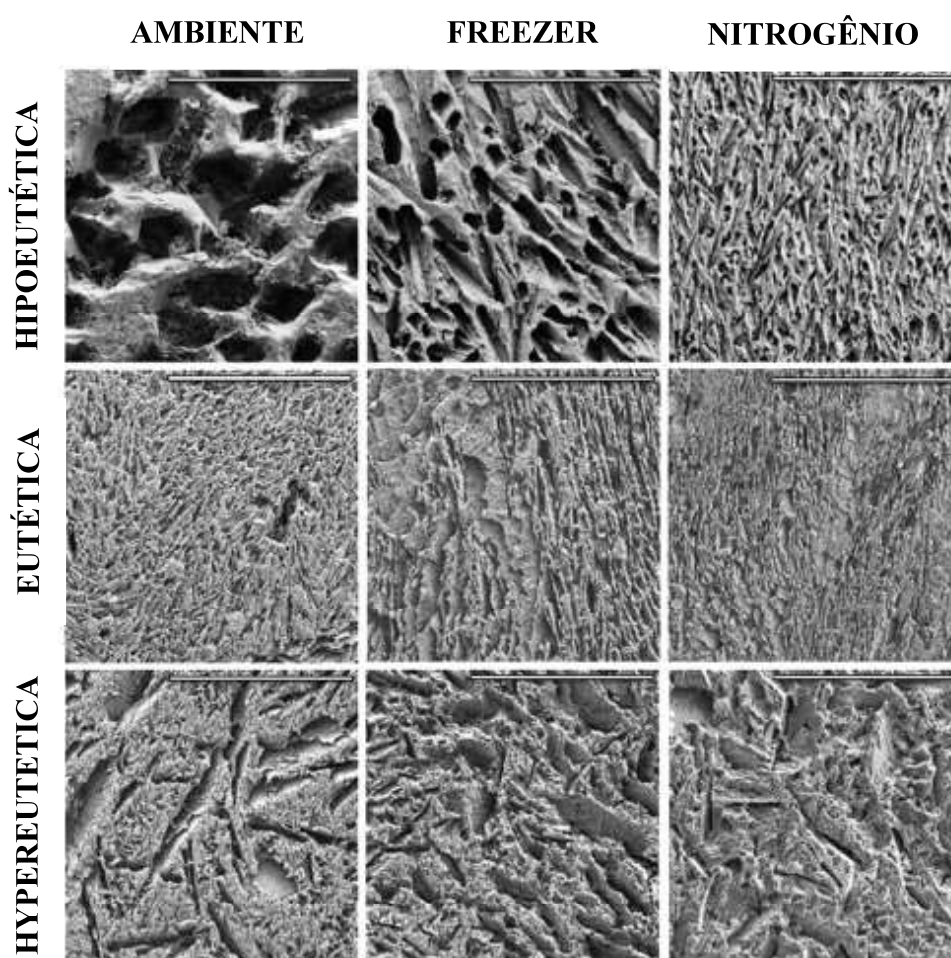


Figura 11- Micrografias MEV de amostras de alumina obtidas pelo processo de *freeze-casting* resfriados em temperatura ambiente, no congelador e usando N_2 líquido com soluções hipoeutética, eutética e hipereutética de solvente naftaleno-canfora 1000x.

Fonte: Lacerda (2018)

2.5.2.3 Solvente

O processo de resfriamento da mistura constitui a etapa mais crítica do processo, já que ela influencia diretamente a morfologia final e o tamanho dos poros da amostra conformada. Toda a solidificação é baseada na segregação de fases que ocorre durante a interação física entre o solvente e as partículas cerâmicas por ocasião de transição de fase do solvente. O comportamento e as condições de solidificação são inicialmente determinados pela escolha do solvente. Geralmente, a teoria básica para a técnica de “*freeze-casting*” utiliza água como solvente, o que conduz à transformação física água/gelo (MARÇAL, 2014)

No processamento via “*freeze casting*”, um dos componentes mais importantes é a escolha do solvente. Água e canfeno são os solventes mais comuns encontrados na literatura (MARÇAL, 2014). Entretanto, muitos pesquisadores apresentaram a viabilidade e a distinção morfológica de estruturas consolidadas utilizando o terc-butanol, canfeno e misturas de naftaleno-canfora como solvente. Dentro do contexto, a solidificação da água resulta em materiais de estruturas lamelares, o canfeno em estruturas dentrilitica, o terc-butanol em prismáticas e o naftaleno-canfora com diferentes morfologias de poros em função da composição da mistura (ARAKI e HALLORAN, 2005; DEVILLE *et al.*, 2009; DEVILLE, 2010; DEVILLE *et al.*, 2010 e SOUZA, 2014). A morfologia dos poros utilizando diferentes solventes é apresentado na Figura 12.

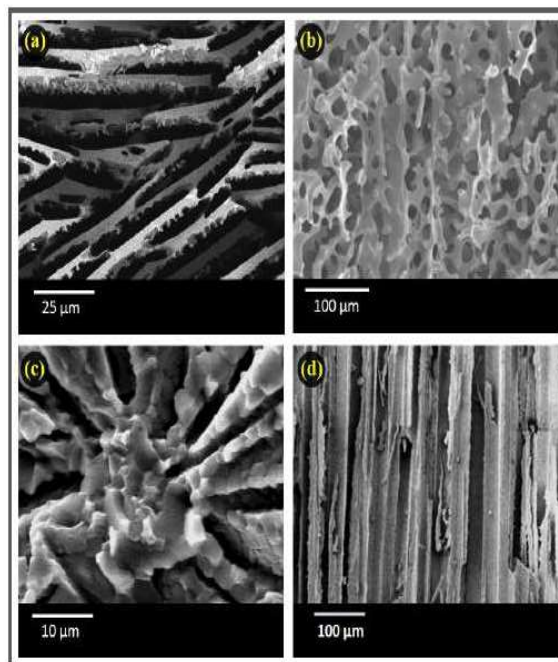


Figura 12- Micrografia MEV de materiais a base de alumina fabricados a partir de suspensões com diferentes solventes. Em (a) água, (b) canfeno, (c) naftaleno-canfora (mistura hipoeutética) e (d) terc-butanol.

Fonte: Souza (2014)

Na técnica de *freeze casting*, a porosidade final da peça cerâmica sinterizada constitui uma réplica negativa dos cristais do solvente formados durante o congelamento. Ao utilizar-se água, a microestrutura final sempre será lamelar (DEVILLE, 2007)

Lacerda *et. al.* (2018) averiguou que a presença de aditivos (ligantes, anticongelantes, plastificantes, *entre outros*), devem ser objeto de estudo, pois tais modificam a viscosidade, a energia de superfície e a temperatura de super-resfriamento da suspensão.

2.6 Pastas de cimento fabricadas por *freeze-casting*

A utilização do processo de fabricação de *freeze-casting* em pastas de cimento foi estudada por Silva (2018). Ele concluiu que, ao utilizar água como solvente em pastas cimentícias pelo processo de *freeze-casting*, foi possível visualizar a presença de poros devidamente orientados nas superfícies de suas amostras. Além disso, poros mais finos foram obtidos com resfriamento rápido, esse desencadeia uma fácil nucleação de cristais de gelo durante a etapa de solidificação do solvente, esses cristais crescem em direção

perpendicular ao substrato frio e, após sua sublimação, deixam uma estrutura com poros mais finos (SILVA, 2018).

O autor também observou que existe uma variação na formação dos poros quando ocorre a mudança na concentração de cimento, na taxa de resfriamento ou o processo utilizado na obtenção da porosidade. A Figura 11 ilustra por microscopia óptica da superfície das amostras de pasta de cimento *Portland* produzidas, com concentrações e condições de resfriamento diferentes

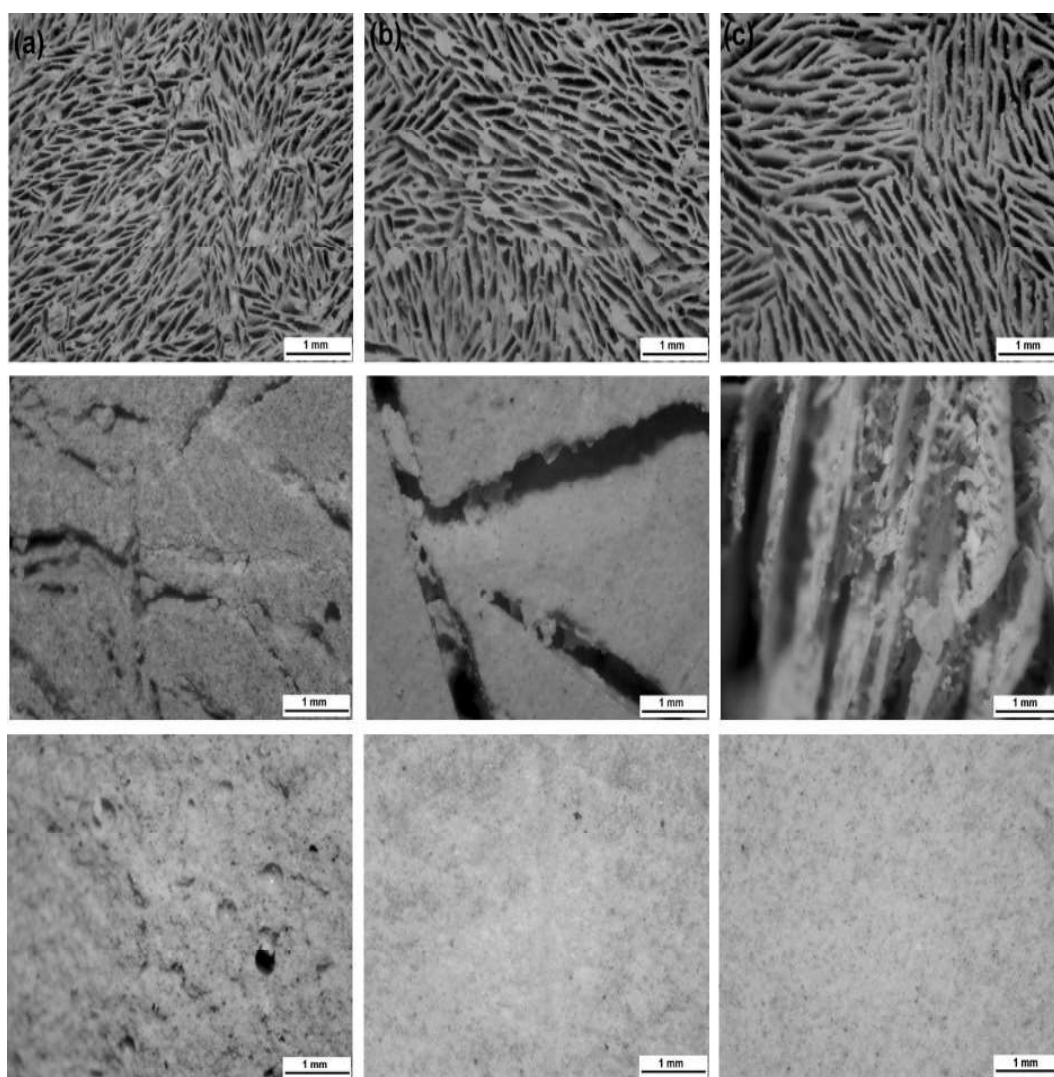


Figura 13-Imagens por microscopia óptica da superfície das amostras produzidas, com concentrações e condições de resfriamento diferentes, sendo a primeira linha com a utilização de nitrogênio líquido, a segunda com o congelador da geladeira e a terceira em temperatura ambiente, e as colunas a) 50%, b) 40% e c) 30% de volume inicial de cimento na suspensão (barra de escala de 1 mm).

Fonte: Silva (2018)

As orientações dos poros também podem ocasionar uma diferença na forma de ruptura, quando as amostras são submetidas a esforços mecânicos em direção paralela ao gradiente do resfriamento. Ao se utilizar N_2 líquido para o processo de resfriamento, maior será a velocidade de congelamento maior é a produção de poros e consequentemente um número maior de paredes capazes de suportar mais esforços enquanto se comprime o material (SILVA, 2018). Na Figura 12 é apresentado resultados obtidos pelo autor em relação a porosidade e a resistência a compressão. As amostras fabricadas pela técnica de *freeze-casting* usando N_2 líquido mostrou um melhor compromisso de porosidade e resistência a compressão que as demais amostras produzidas pelo método convencional e pelo congelador.

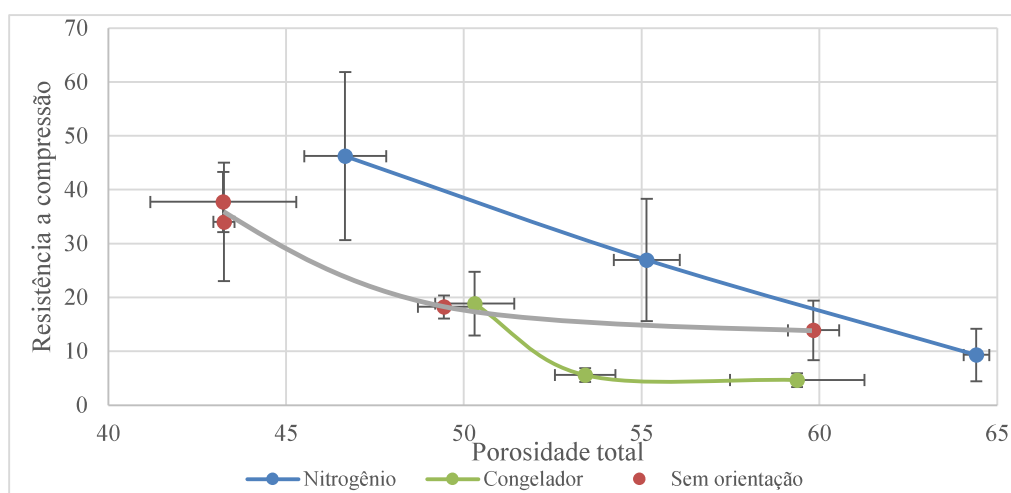


Figura 14– Resistência a compressão em função do volume inicial de cimento da suspensão para amostras produzidas sem orientação e orientados no congelador e com nitrogênio líquido.
Fonte: Silva (2018)

Silva (2018) cita que as pastas cimentícias fabricadas por *freeze-casting* permitiria a produção de componentes mais leve com propriedades de isolamento térmico e/ou acústicos, suprimindo resistências mecânicas necessárias. E devido a interconexão dos poros, os componentes poderiam também ser empregados como material de pavimentação permeável.

Wang et. al (2021) apresentou resultados satisfatórios no emprego do *freeze-casting* para orientação de poros em pastas de cimento, comparando o material produzido com a madeira natural. Além da orientação dos poros, as características relacionadas aos ensaios mecânicos mostraram a possibilidade de se produzir pastas com maiores

porosidades e resistências semelhantes a pastas de cimento convencional de baixa porosidade, ou seja, com baixo teor a/c.

As propriedades multifuncionais como o isolamento térmico, a permeabilidade da água controlada, o baixo peso e a elevada resistência tornam pastas de cimento produzidas utilizando o método de freeze-casting um material promissor, com aplicações de novos materiais de construção de alto desempenho que possivelmente poderiam substituir alguns materiais que hoje são produzidos utilizando madeira (WANG et. al, 2021).

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental foi desenvolvido nos Laboratórios do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção (DEMC) e do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET) da Escola de Engenharia da UFMG, em Belo Horizonte – MG.

O estudo foi dividido em 3 etapas:

- Estudo piloto (determinação do melhor traço a ser utilizado);
- Fabricação das pastas;
- Caracterização das pastas.

Os estudos laboratoriais foram divididos nos seguintes tópicos apresentados adiante.

3.1 Materiais

Para a preparação das pastas referências, foram utilizados cimento *Portland* CP V-ARI (cimento *Portland* de alta resistência inicial), proveniente da InterCement do Brasil, água e aditivo superplastificante para a fabricação da pasta referência. Já para as pastas com adição mineral, foram utilizados microsilica, resíduo de minério de ferro (RMF), nanotubo de carbono (NTC), além da composição da pasta referência citada anteriormente. Foram também preparadas pastas aditivadas com aditivo incorporador de ar (IAR). Além disso, foram utilizados moldes de Policloreto de Vinila e de Poliestireno para confecção dos corpos-de-prova.

3.1.1 Cimento *Portland*

O cimento utilizado foi o cimento *Portland* CP V-ARI da marca CAUÊ/ InterCement (cimento *Portland* de alta resistência inicial). Ele é um tipo de cimento caracterizado pelo seu baixo teor de adições; sendo assim, a melhor opção para pesquisas que buscam incorporar novas adições em produtos dele. Além disso, o CP V-ARI apresenta uma alta finura (Blaine), promovendo uma maior área superficial específica, o que o torna o cimento muito reativo nas primeiras idades, facilitando a hidratação das partículas. Essa finura é também essencial para a boa realização do processo *freeze-*

casting, a fim de obter suspensão de partículas de cimento com dispersão mais estável. A massa específica, a área superficial e o diâmetro médio do aglomerante utilizados estão de acordo com as especificações citadas na NBR 16697 (ABNT,2018) e são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8- Características do cimento utilizado

Propriedade	Valor
Massa específica aparente	3,15 g/cm ³
Área superficial específica	0,520 m ² /g
Diâmetro médio dos aglomerados	10,03 µm

Fonte: InterCement Brasil

3.1.2 Superplastificante

Para a realização da conformação do material via *freeze-casting*, foi necessário que a suspensão estivesse bem fluída e dispersa. Por isso, objetivando alcançar uma melhor dispersão das partículas de cimento, foi utilizado nos traços o aditivo superplastificante Glenium® 51 da BASF.

O Glenium® 51 é considerado um superplastificante de 3ª geração, a base de éter policarboxílico, possuindo uma consistência líquida viscosa, coloração branco turvo, odor característico e é isento de cloretos. As especificações disponibilizadas pelo fabricante são apresentadas na Tabela 9.

Tabela 9- Especificações do aditivo superplastificante Glenium® 51

Especificação	Valor
Densidade	entre 1,07 e 1,11 g/cm ³
pH	de 5 a 7
Viscosidade	de 95 a 160 cps a 20 °C
Teor de sólidos	entre 28,5 e 31,5%

Fonte: NTC Brasil

3.1.3 Aditivo incorporador de ar (IAR)

Para a produção das pastas porosas, as mesmas foram aditivadas com o incorporador de ar da Sika® AE-202, que é um aditivo formulado através de tensoativos naturais e sintéticos. De acordo com o fabricante, o aditivo possui densidade entre 1,02 ± 0,02 kg/L e pH de 10,5 ± 1,0.

3.1.4 Microsílica

A microsíllica utilizada foi a Microsílica Elkem 920 proveniente da Elkem Materials South America, padronizada de acordo com a NBR 13956 (ABNT, 2012). As características da microsíllica utilizada são apresentas na Tabela 10.

Tabela 10- Características da microsíllica

Característica	Valor
(%) de SiO₂	Mínimo 85
(%) de H₂O	Máximo 3
Massa específica	2,1 g/cm ³
Área superficial específica	15 m ² /g
Tamanho de partículas	3 a 150 nm

Fonte: Elkem

3.1.5 Resíduo de Minério de Ferro

O resíduo de minero de ferro utilizado é proveniente do beneficiamento de minério de ferro de uma mina localizada na cidade de Mariana, em Minas Gerais. A coleta deste material foi realizada conforme as prescrições da norma NBR 10007 (ABNT,2005), entre os anos de 2016 e 2018, por funcionários de empresas locais A composição química deste resíduo está apresentado na Tabela 11.

Tabela 11- Composição química do Resíduo de Minério de Ferro (RMF)

Compostos	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	Na₂O	K₂O	SO₃
Fração mássica	54,101	0,427	44,802	0,06	0,026	0,427	0,048	0,109

Fonte: Própria autora

Características como massa específica e área superficial foram determinadas por meio de picnometria com gás Hélio e BET, respectivamente. A tabela 12 mostra os valores encontrados.

Tabela 12- Características físicas do Resíduo de Minério de Ferro (RMF)

Característica	Valor
Massa específica	2,807 g/cm ³
Área específica superficial	1,730 m ² /g
Diâmetro efetivo das partículas	0,1598 mm

Fonte: Própria autora

3.1.5 Nanotubo de carbono

Foi realizada uma mistura física de dispersões aquosa de 5 g/L de nanotubos com cimento. As dispersões foram fornecidas pelo CTnano/UFMG.

3.1.6 Água

A água utilizada nas confecções das amostras foi disponibilizada pela rede pública de abastecimento de água da cidade de Belo Horizonte em Minas Gerais.

3.1.7 Nitrogênio líquido

Para o resfriamento das suspensões, foi necessária a utilização de nitrogênio líquido. O nitrogênio líquido (N₂) foi fornecido pelo departamento de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Minas Gerais.

3.2 Preparação das pastas de cimento

Após a realização do estudo piloto (Apêndice A), com o qual a escolha dos traços foi determinada visando a melhor trabalhabilidade da mistura e da resistência à compressão alcançada em 28 dias, determinou-se o programa experimental. Esse estudo piloto demonstrou que o traço da pasta de cimento com relação água/cimento (a/c) de 0,47 (em peso) levou à fabricação de corpos de provas com as maiores resistências a compressão. Isso ocorreu devido, provavelmente, à trabalhabilidade adequada da pasta, sem excesso de água, que levaria à uma quantidade elevada de poros na estrutura final.

Assim, a relação a/c (em peso) foi fixada em: (i) 0,47 para as amostras aditivadas com minerais e (ii) 0,59 quando foi substituído 5% (em peso) de cimento pelos aditivos

minerais. Para cada uma dessas relações, havia amostras de referências sem aditivos, com e sem incorporador de ar, para simular a fabricação de concreto celular. Foi necessário também a incrementação de aditivo superplastificante para todas as pastas no teor de 1%, em relação à massa de aglomerante, para que as pastas fossem fluidas o suficiente para serem submetidas ao processo de *freeze-casting* (SILVA, 2017). Nas Tabelas 13 e 14, são apresentados os tipos e as dosagem das pastas de cimento que foram fabricadas, onde REF, IAR, SI, RMF e NANO são amostras isentas de adições, amostras com adição química de IAR, amostras com adição mineral de microsíllica, amostras com adição de resíduo de minério de ferro e amostras com adição de nanotubo de carbono, respectivamente, e os números 40 e 35 referem-se às proporções de volume de cimento utilizadas na produção.

Tabela 13- Dosagem experimental de amostras contendo 40% de cimento na matriz, sendo então as amostras SI40, RMF40 e NANO40, com aditivos inseridos como adições.

Amostra	Cimento em vol (%)	Cimento em massa (g)	Relação a/c em peso	Aditivo superplastificante (g) (1%)	IAR (g) (0,8% <i>m</i>)	Micro sílica (g) (5% <i>m</i>)	RMF (g) (5% <i>m</i>)	NTC (g) (0,30% <i>m</i>)
REF40	40	126	0,47	1,26	0	0	0	
IAR40	40	126	0,47	1,26	1,00	0	0	
SI40	40	126	0,47	1,26	0	6,30	0	
RMF40	40	126	0,47	1,26	0	0	6,30	
NTC40	40	126	0,47	1,26	0	0	0	0,378

Fonte: Própria autora

Tabela 14- Dosagem experimental de amostras contendo 35% de cimento na matriz, sendo então as amostras SI35, RMF35 e NANO35, com aditivos inseridos como substituições em comparação a amostra REF40 da tabela anterior.

Amostra	Cimento em vol (%)	Cimento em massa (g)	Relação a/c em peso	Aditivo superplastificante (g) (1%)	IAR (g) (0,8% <i>m</i>)	Micro sílica (g) (5% <i>m</i>)	RMF (g) (5% <i>m</i>)	NTC (g) (0,30% <i>m</i>)
REF35	35	110,25	0,59	1,10	0	0	0	
IAR35	35	110,25	0,59	1,10	0,88	0	0	
SI35	35	110,25	0,59	1,10	0	5,51	0	
RMF35	35	110,25	0,59	1,10	0	0	5,51	
NTC35	35	110,25	0,59	1,10	0	0	0	0,33

Fonte: Própria autora

Em temperatura ambiente, as misturas foram realizadas com auxílio de um béquer de 200 mL e uma espátula tipo caneleta. A mistura foi realizada manualmente por 5 minutos e, após homogeneização da mistura, as mesmas foram vertidas para os moldes e

submetidas ao processo de endurecimento convencional e ao processo por *freeze-casting*. Ressalta-se que as amostras contendo IAR foram produzidas apenas pelo método convencional sem a utilização do congelamento da estrutura, que possivelmente poderia formar amostras ainda menos densas, já que além da formação de poros pelo processo de fabricação, ocorreria também pela reação do aditivo químico na mistura, o que impediria uma comparação adequada dos resultados.

3.3 Processo de endurecimento convencional

Após a realização das misturas, apresentadas nas Tabelas 13 e 14, as mesmas foram vertidas nos moldes sobre uma superfície plana a temperatura ambiente do laboratório, cerca de 25°C, e deixada endurecer por 24 h. Os corpos de prova foram posteriormente desmoldados e envelhecidos em câmara úmida durante 28 dias, para a realização do processo de cura. Todo o procedimento foi executado conforme a norma NBR 5738 (ABNT, 2016).

3.4 Processo de conformação por *freeze-casting*

Para submeter as amostras em condições de resfriamento, foi necessário um equipamento de *freeze-casting*, como o esquema da Figura 15, nitrogênio líquido e um liofilizador para sublimação da água dos poros. O equipamento de resfriamento usado de fato é o apresentado na Figura 16. O liofilizador utilizado para o processo de sublimação da água foi o Liotop L101, com temperatura de -50°C e a pressão de em média $2,7 \cdot 10^{-4}$ bar.

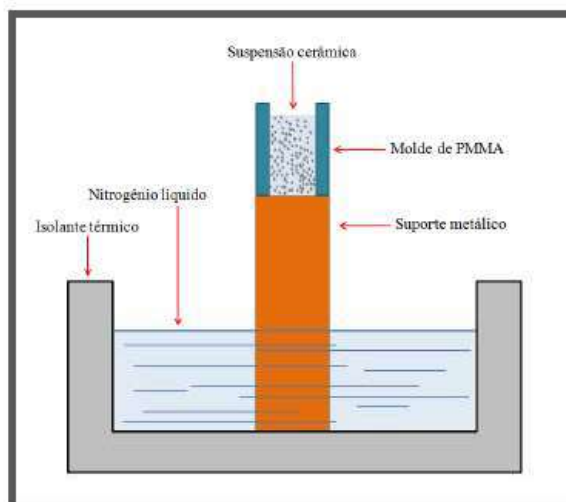


Figura 15- Representação esquemática do equipamento de *freeze-casting* resfriado com N_2 líquido a ser utilizado na fabricação das amostras
Fonte: Souza (2014)



Figura 16- Representação do suporte utilizado para o processo de *freeze-casting*.
Fonte: Própria autora

O suporte utilizado foi desenvolvido utilizando um reservatório de isopor, constituído de dois orifícios na parte superior, para encaixe de uma peça de cobre. O cobre foi utilizado devido à sua boa condutividade térmica, permitindo que a temperatura no interior do reservatório fosse a mesma do nitrogênio líquido; condição, essa, necessária para congelar a solução em contato com a parte superior externa da peça.

Com o auxílio do equipamento de *freeze-casting*, as misturas vertidas nos moldes cilíndricos de material isolante de comprimento de 20 mm e diâmetro de 10 mm (Figura 17.a), as quais foram congeladas utilizando nitrogênio líquido em contato com o suporte de cobre transferindo a temperatura para o corpo de prova e congelando a estrutura da

base do corpo de prova, até a parte superior do mesmo como é apresentado nas Figuras 17.b e 17.c.

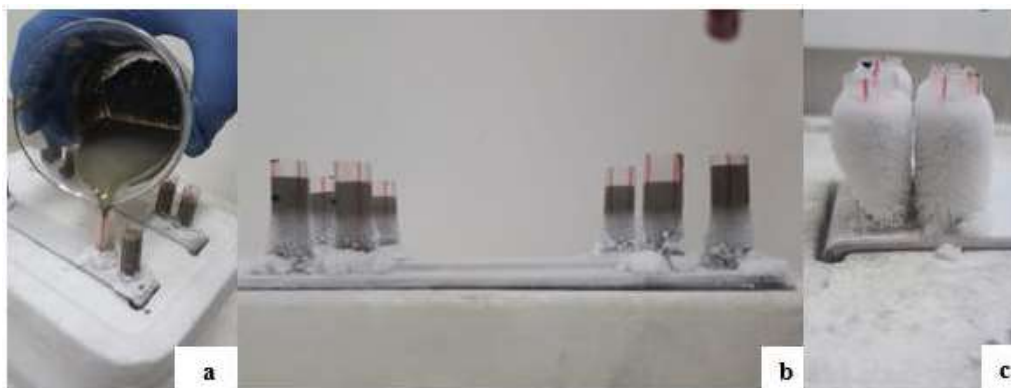


Figura 17- Amostras submetidas ao processo de *freeze-casting*.

Fonte: Própria autora

Para que a solidificação via “*freeze-casting*” se complete, é necessário, antes da sinterização, sublimar toda a água sólida contida nas amostras. O gelo existente não pode se transformar em líquido novamente e isso destruiria o arcabouço poroso pretendido. Para evitar que isto aconteça, utilizou-se um liofilizador.

Logo após o resfriamento e a conformação das amostras, as mesmas foram desmoldadas e novamente, ressalta-se que o uso do liofilizador foi necessário para que o degelo da água por 48 h, onde ocorreu a sublimação da água congelada. Foi necessário a utilização de um liofilizador pois o degelo da água provoca o derretimento das paredes internas do corpo de prova criadas durante o congelamento que ainda não haviam sido curadas. As amostras permaneceram no liofilizador por dois dias, depois foram enviadas para câmara úmida, onde foram hidratadas e endurecidas reagindo com a água da câmara úmida. As amostras permaneceram nessa condição durante 28 dias.

3.5 Caracterização das amostras

Após o período de cura de ambos os processos (convencional e *freeze-casting*), as amostras foram caracterizadas objetivando determinar sua porosidade e sua resistência mecânica. Amostras que possuíram resultados satisfatórios referente à resistência mecânica foram caracterizadas estruturalmente.

3.5.1 Caracterização microscópica

A morfologia do material foi investigada por microscopia ótica e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Esta última foi realizada usando um microscópio eletrônico de feixe duplo Quanta 3D FEG-FEI do Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais, sob condições de baixo vácuo, operado com feixe de elétrons incidentes de 5 kV de tensão. As amostras foram preparadas antecipadamente e colocadas sobre fitas de carbono aderidas a “stubs” e em seguida analisadas.

3.5.2 Porosidade e densidade

Para a determinação das porosidades e densidades foram utilizados métodos capazes de calcular os espaços vazios presente na estrutura sólida do material, sendo que, para o cálculo das densidades, foi adotada a norma ASTM B962 (2013) da American Society for Testing.

Foram obtidas, em balança de precisão, as massas das amostras secas (m_s), imersas em água nos poros (m_i); e úmida, ou seja, com os poros saturados (m_u). A massa seca foi pesada depois da permanência das amostras, por 24 horas, em estufa a $100^\circ \pm 5^\circ$. Em seguida, todas as amostras seguiram para um béquer com água, submetidas a uma câmara a vácuo, durante 20 minutos para infiltrar o fluido nos poros dos corpos de prova (Figura 18).



Figura 18- Amostras submetidas a câmara de vácuo.

Fonte: Própria autora

Após, foi medida a massa imersa, onde se utiliza um volume de 200 mL de água. Por último, a massa úmida foi medida. Nesta etapa, utilizou-se um pano úmido com água para retirar o excesso de água das superfícies das amostras.

Essa técnica baseia-se no princípio de Arquimedes, que permite medir as porosidades total, aberta e fechada de todas as amostras. As equações 1 e 2 foram usadas para se obter a porosidade total e aberta, respectivamente. A porosidade fechada é obtida através da subtração das duas equações (HOA, 2006). A equação 3 foi utilizada para calcular a densidade das amostras.

$$\% \text{ Porosidade total} = 100 * \left(1 - \frac{d_{\text{água}} * m_s}{d * (m_u - m_i)} \right) \quad (1)$$

$$\% \text{ Porosidade aberta} = 100 * \frac{(m_u - m_s)}{(m_u - m_i)} \quad (2)$$

$$\text{Densidade volumétrica} = \frac{(d_{\text{água}} * m_{(g)})}{(m_u - m_i)} \quad (3)$$

Sendo que:

m_s a massa seca

m_u a massa úmida (com poros preenchido pelo fluido) medida fora d'água

m_i a massa medida submersa

$d_{\text{água}}$ a densidade da água de 1 g/cm³

d a densidade teórica do cimento.

Para fins de cálculo, foi considerado o valor de 3,15 g/cm³ como sendo a massa específica teórica das partículas de cimento após sua hidratação, para aproximar a porosidade total das amostras.

3.5.3 Testes de resistência à compressão

A resistência à compressão é utilizada como um parâmetro comparativo que visa verificar o desempenho das propriedades mecânicas de amostras de materiais cimentícios em seu estado endurecido.

Atualmente não existe normatização para ensaios de compressão em pastas de cimento, então para a realização do mesmo, seguiu-se premissas da NBR 5739 (ABNT, 2019) para execução do ensaio.

Previamente aos ensaios mecânicos, as faces das amostras foram retificadas e adquiram faces niveladas, as mesmas foram submetidas ao ensaio de compressão utilizando uma máquina de compressão universal computadorizada. Utilizou-se uma célula de carga com capacidade máxima de 5 kN, com controle manual e velocidade de deslocamento de 0,25 mm/s auxiliada pelo software Tesc versão 2.0.

4. APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 Caracterização microscópica

4.1.1 Microscopia Óptica

A Figura 19 apresenta a fotomicrografia obtida pela magnificação de 70x por lupa óptica da superfície da pasta endurecida contendo 40% em volume de cimento *Portland* na suspensão submetidas ao processo de *freeze-casting* utilizando N₂. As mesmas apresentam característica porosa em sua superfície sendo possível evidenciar que os poros seguem uma tendência de formato e direção. O congelamento da água tende a formar cristais com orientação específica, levando portanto à formação de poros com a mesma orientação. Como resultado, tem-se amostras com microestrutura lamelar, que é uma característica predominante na microestrutura dos compósitos.

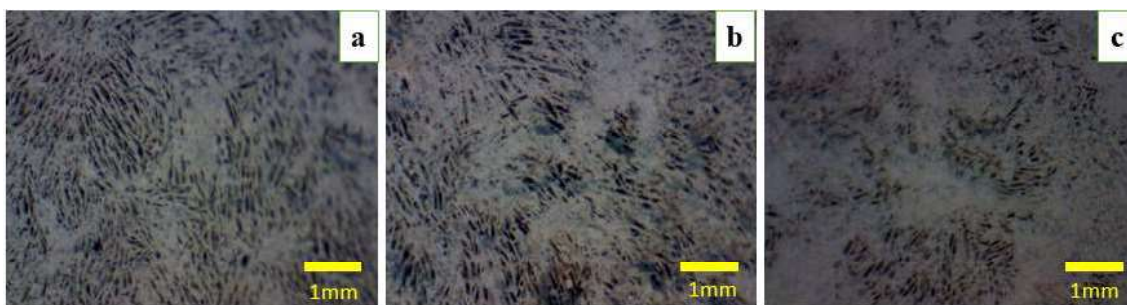


Figura 19- Imagens por lupa óptica (70x) da superfície das amostras produzidas com concentrações de 40% de cimento produzidas por *freeze-casting*, sendo (a) isentas de adição, (b) com adição de microsílca e (c) com adição de resíduo de minério de ferro.

Fonte: Própria autora

Além disso, pode-se notar que a microestrutura das faces das amostras com adição de microsílca e resíduo de minério de ferro obtida não é homogênea, sendo observada uma série de defeitos e aglomerados de partículas. Estes resultados sugerem que as partículas não se dispersaram tão bem, formando possíveis aglomerações, o que pode ter dificultado o crescimento dos cristais de água provocado pelo resfriamento.

4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens obtidas pelo MEV das superfícies superiores das amostras REF35, SI35 e RMF35 em uma magnitude de 250x e das superfícies fraturadas (após ensaios mecânicos) das amostras REF35, SI40 E RMF35 em uma magnitude de 500x produzidas via *freeze-casting* são apresentadas nas Figuras 20 e 21.

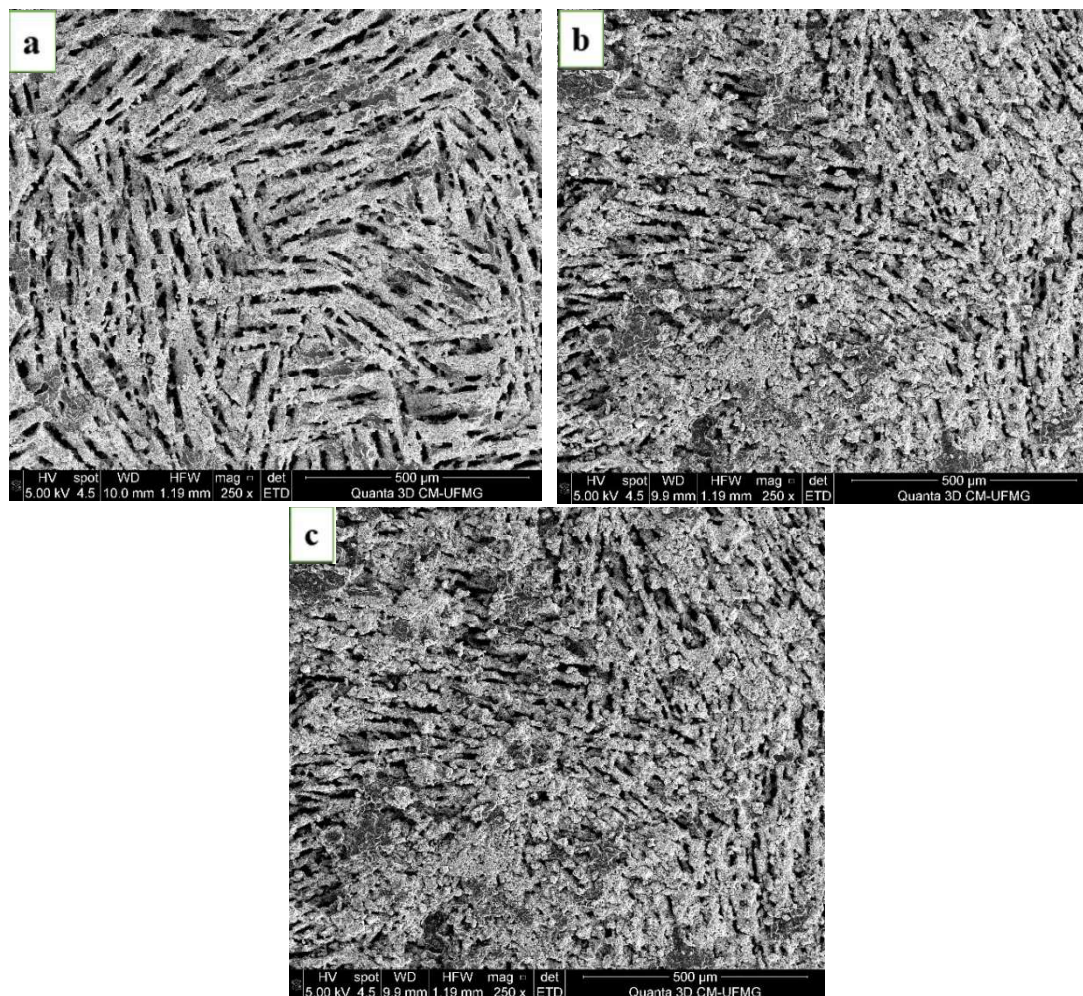


Figura 20- Imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície das amostras produzidas, concentrações e misturas diferentes a) 35% de volume de cimento, b) 35% de volume de cimento com adição de sílica e c) 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minero de ferro.

Fonte: Própria autora

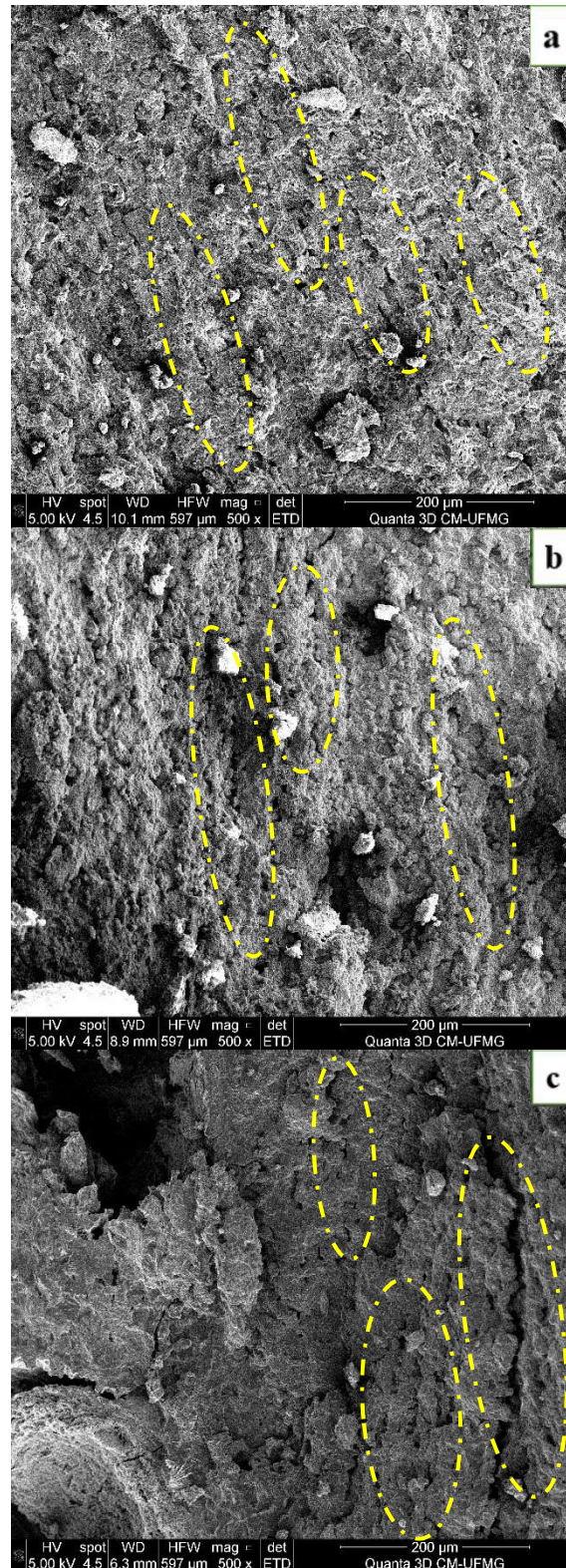


Figura 21- Imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies fraturadas das amostras produzidas, com concentrações e misturas diferentes a) 35% de volume de cimento, b) 40% de volume de cimento com adição de sílica e c) 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minero de ferro. Os círculos amarelos destacam uns dos poros orientados na direção do congelamento da estrutura.

Fonte: Própria autora

Pelas imagens, é possível observar a organização da porosidade e uma possível orientação. Especialmente, na Figura 21c, pode-se verificar a formação de paredes lamelares orientadas. Vale ressaltar que, para que exista o controle ideal da porosidade, bem como a sua ideal orientação, é crucial a boa dispersão de todas as partículas sólidas da suspensão com o solvente.

Através da análise qualitativa realizada pelo EDS, apresentada pela Figura 22, puderam ser identificados os elementos esperados e comuns à constituição de pastas de cimento. Verificou-se, portanto, que não ocorreu grande diferenciação nos espectros obtidos por essa técnica nas diferentes amostras.

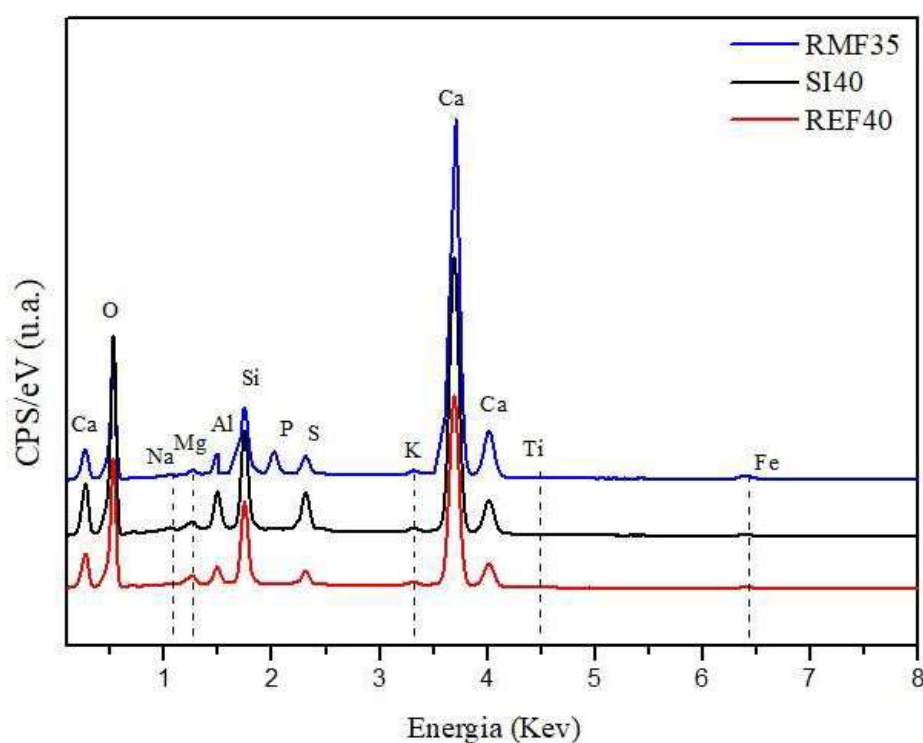


Figura 22- Análise EDS das amostras 40% de volume de cimento com adição de sílica, 35% de volume de cimento com adição de resíduo de minério de ferro e 35% de volume de cimento
Fonte: Própria autora

4.2 Porosidade

A Figura 23 apresenta os resultados obtidos da porosidade pelo método de Arquimedes das amostras produzidas contendo 40% e 35% de cimento (em volume) da suspensão inicial e suas respectivas adições para obtenção das pastas. Na primeira barra

mais escura, são apresentados os valores obtidos para as pastas endurecidas de forma convencional e, na segunda mais clara, às submetidas ao processo de *freeze-casting*.

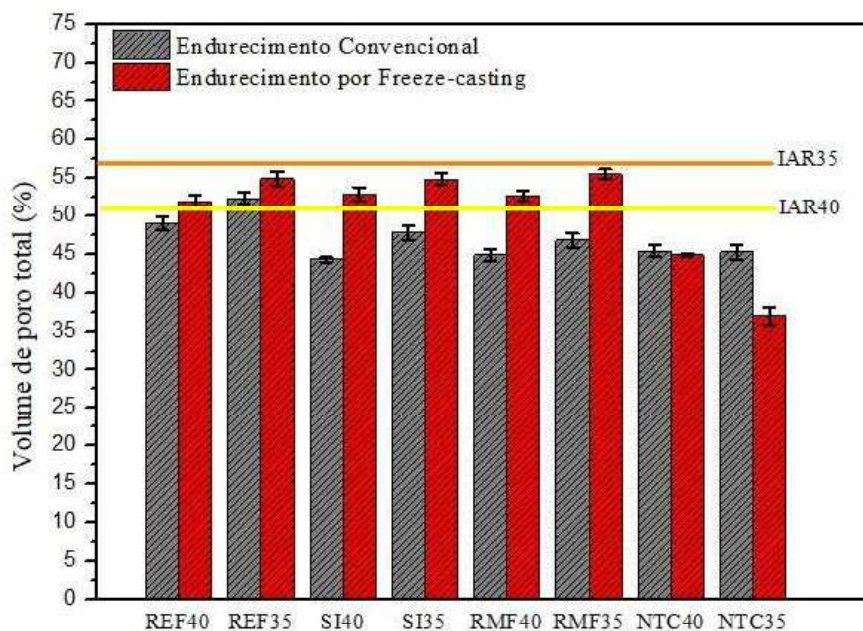


Figura 23- Porosidade total obtida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao *freeze-casting* (com orientação) em função do teor de cimento da suspensão inicial e suas respectivas adições.

Fonte: Própria autora

Os resultados mostram que a porosidade total de todas as amostras foi influenciada pelo processo de orientação dos poros. As amostras endurecidas de modo convencional apresentam um volume total de poros menor, quando comparado às amostras que foram orientadas pelo *freeze-casting*. A água congelada tem volume maior que a líquida; então, as amostras que sofreram o *freeze-casting* exibem um volume maior de poros, após a sublimação do gelo.

Em relação as amostras com adição de microsílca e de resíduo de minério de ferro, foi evidenciada na Figura 23 uma diminuição na porosidade quando se tratava das amostras endurecidas de modo convencional, coincidindo com o esperado e explicado pela maior fração de partículas sólidas na suspensão. Já nas amostras endurecidas pelo *freeze-casting*, não se observou a influência de mais partículas sólidas. Uma possível explicação para essa ocorrência é que o processo de *freeze-casting* parece ter favorecido a expansão da água durante o congelamento levando à uma porosidade maior.

Com a adição de nanotubos de carbono, os resultados foram totalmente diferentes, mostrando uma manutenção ou até uma diminuição de volume de poros, quando se usou

o processo *freeze-casting*. A mistura física do cimento com nanotubos de carbono pode ter ocasionado os resultados encontrados. De fato, foi observado na preparação das misturas um aumento da viscosidade da pasta, que pode ser relacionada à elevada área superficial dos nanotubos, o que requerer mais água para realizar a moldagem dos corpos de provas. Essa viscosidade mais elevada das pastas frescas pode ter comprometido totalmente o bom funcionamento do processo de *freeze-casting*, que precisa de uma boa fluidez para crescer os cristais de gelo na direção do congelamento controlado.

Nos corpos cerâmicos existem dois tipos de porosidade. A porosidade aberta, que é aquela que possui uma abertura com a superfície externa do material, e a fechada, que se encontra dentro do material. Ambas as porosidades podem ser importantes para diferentes aplicações do material na engenharia, em relação à construção civil em materiais de revestimento e em pisos que necessitam de alta permeabilidade.

Em relação às análises dos resultados dos poros abertos e fechados, os corpos de prova orientados pelo processo de *freeze-casting*, apresentam maior quantidade de poros abertos quando comparados aos não orientados e, proporcionalmente, menor quantidade de fechados, como se pode observar nas Figuras 24 e 25.

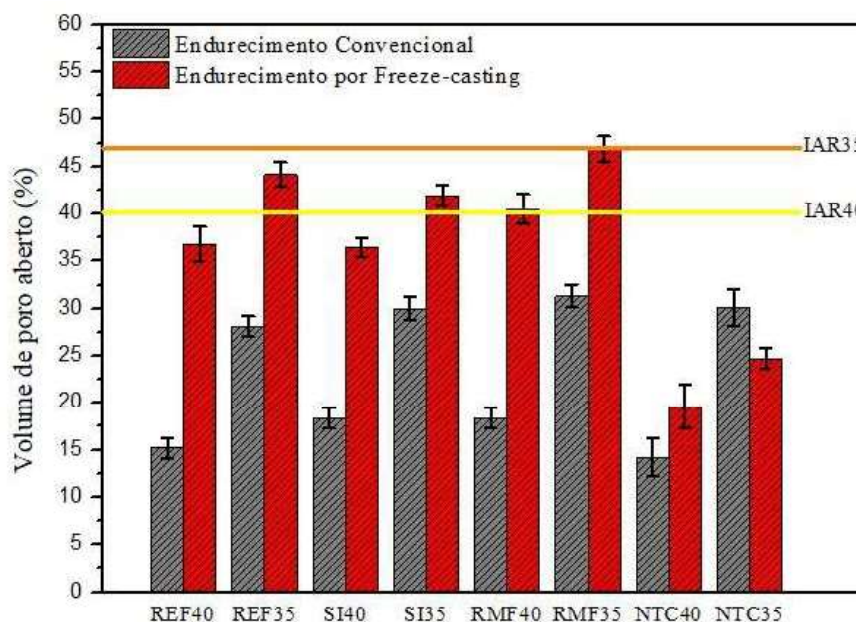


Figura 24- Porosidade aberta obtida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao *freeze-casting* (com orientação).

Fonte: Própria autora

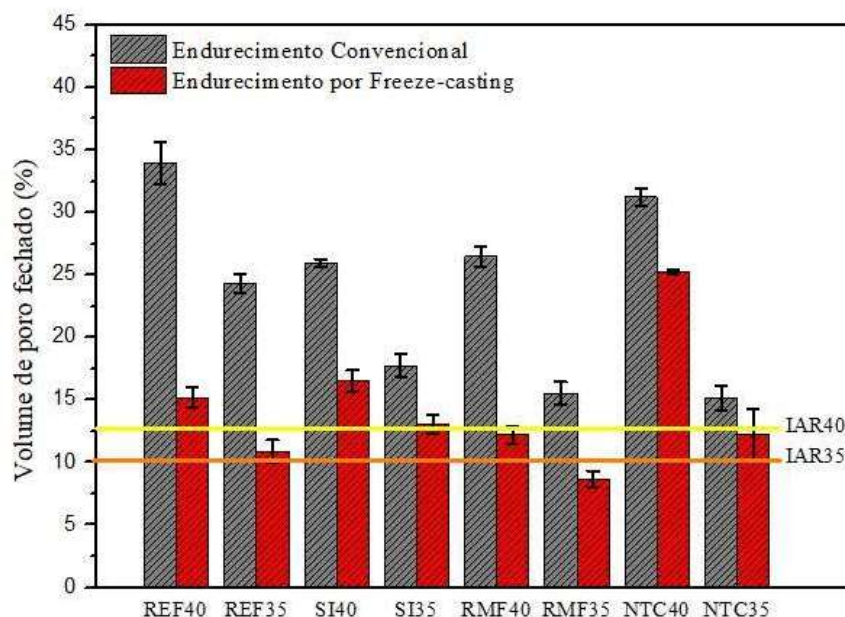


Figura 25- Porosidade fechada medida por Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao *freeze-casting* (com orientação).

Fonte: Própria autora

Analisando-se por meio da comparação, as amostras com nanotubos utilizando o processo de *freeze-casting* em sua produção, não apresentaram resultados satisfatórios. Além disso, é possível visualizar que todas as amostras fabricadas pelo processo *freeze-casting* possui um maior número de poros abertos em relação aos fechados, quando comparadas às amostras produzidas pelo método convencional. Os resultados podem ser explicados por Deville (2013) e Silva (2017), que afirmaram que existe uma influência e um aumento da porosidade aberta quando amostras cerâmicas são submetidas ao processo de *freeze-casting*, pois, pela orientação do congelamento e então da porosidade, o processo possui uma tendência a deixar os poros conectados nas pastas endurecidas. De maneira bem lógica, é também visível que as estruturas com menos cimento, que são então mais porosas, têm ainda mais poros abertos e menos poros fechados que as amostras mais densas.

Em acordo com essas figuras, parece também que as amostras preparadas com adição mineral pelo processo convencional tenderam a possuir uma menor porcentagem em volume de poros fechados e um leve aumento das porcentagens de poros abertos, quando comparadas às amostras isentas de adições. A presença dos resíduos parece, então, impactar na distribuição dos poros e em sua conectividade. As adições minerais parecem abrir um pouco a porosidade das amostras criando caminho para a inserção de

fluido através das amostras. Os micros e mesoporos das estruturas das adições podem, provavelmente, favorecer esse fenômeno.

4.3 Densidade

Na Figura 26, são apresentados os valores das amostras produzidas com 40 e 35% de cimento na suspensão inicial (fatores a/c de 0,47 e 0,59) e respectivas adições, usando o método convencional de endurecimento e utilizando o processo de *freeze-casting*.

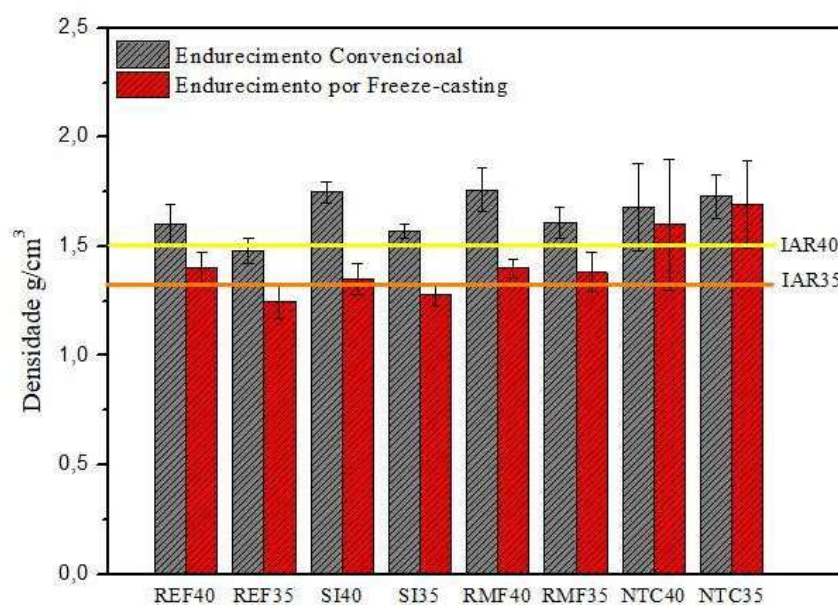


Figura 26- Densidade determinada pelo princípio de Arquimedes para as amostras de cimento endurecidas de modo convencional (sem orientação) e submetidas ao *freeze-casting* (com orientação).

Fonte: Própria autora

Foi observada uma diferença nos resultados referentes às densidades, sendo que amostras isentas e com adições produzidas pelo *freeze-casting* apresentaram uma redução na sua densidade, mesmo tendo uma carga de partículas sólidas maior. Esses resultados estão relacionados à quantidade de poros presente em cada uma das estruturas, sendo que, quanto mais poros, menor será a densidade final da peça.

Com os resultados, nota-se a capacidade de se produzir uma pasta com porosidade controlada e com valores de densidades próximos ao do concreto celular produzido

através do aditivo incorporador de ar aplicado em tecnologias construtivas no setor da construção civil.

4.4. Resistência à compressão

As propriedades mecânicas fazem parte de um tipo de análise que, certamente, define o desempenho dos materiais cimentícios aplicados no setor da construção civil. A Figura 27 apresenta os resultados obtidos por meio do ensaio de resistência à compressão após 28 dias das amostras produzidas.

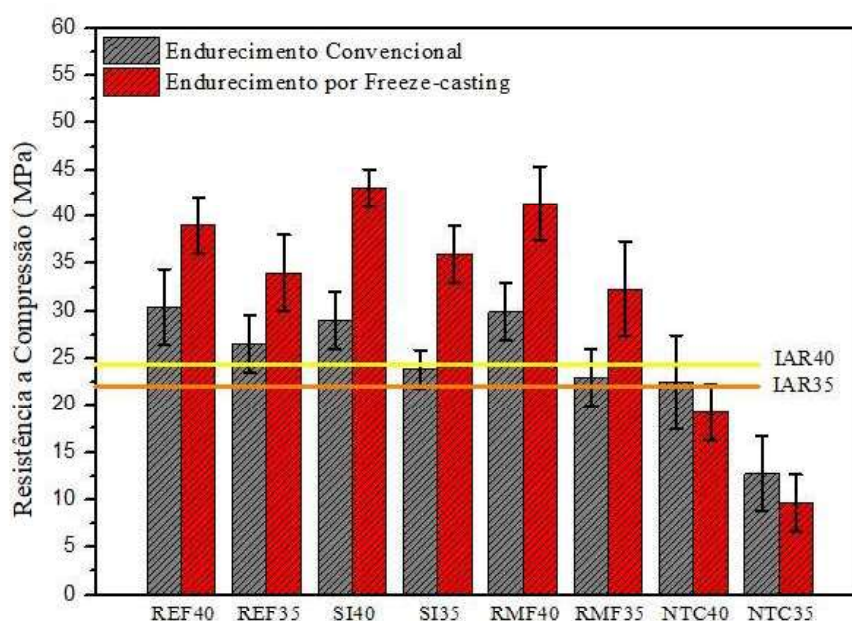


Figura 27- Resistência a compressão aos 28 dias de cura em função do volume inicial de cimento da suspensão e suas respectivas amostras para amostras produzidas sem orientação pelo método convencional e orientados pelo *freeze-casting*.

Fonte: Própria autora

De acordo com Metha e Monteiro (2014), a resistência mecânica da pasta é altamente afetada pelo teor de ligante, pela distribuição granulométrica dos materiais e pela composição química dos constituintes. Vale atentar que, para o estudo, existiu uma fixação da relação água/cimento, sendo que, para uma relação a/c definida, as adições testadas funcionaram como simples acréscimo, sem ser considerada na proporção de água. Na Figura 27, nota-se que os resultados obtidos pelas amostras aditivadas com microsilícia e com o RMF superaram os valores da série de referência (40% e 35% de volume de cimento na sua suspensão inicial sem adições) quando produzidas pelo processo de freeze-casting (com orientação), apesar desse processo deixar as amostras

mais porosas e menos densas. Ao contrário, quando as amostras foram produzidas pelo método convencional, e apesar de aumentar a densidade e diminuir a porosidade, essas adições parecem prejudicar levemente a resistência a compressão. Tal observação demonstra de microestrutura totalmente diferente entre os diferentes processos usados aqui.

De maneira geral, com exceção das amostras com inserção de nanotubos de carbonos, as amostras produzidas pelo *freeze-casting* tiveram cerca de 30% de aumento em seus valores de resistência à compressão, quando comparadas ao método convencional de endurecimento, no caso de ensaios mecânicos na direção do congelamento usado no processo *freeze-casting*. Apesar de uma densidade mais elevada, os valores das séries das pastas produzidas com a adição de nanotubos de carbono não apresentam resistências altas. Foi observado nessas amostras, após o período de cura, uma certa fragilidade. Como já mencionado, as composições usadas produziram pastas frescas muito viscosas, dificultando a moldagem dos materiais pelos processos convencional *freeze-casting*. Apesar de uma densidade maior, a presença de poros grandes pode favorecer a concentração de tensões durante os ensaios mecânicos, levando o material a falhar mais cedo (CALLISTER, 2012).

As características dos NTC influenciam na forma de interação da matriz hidratada e conseqüentemente no comportamento reológico e mecânico. Vale ressaltar que os resultados alcançados levam em conta os tipos de NTC utilizados, bem como a quantidade e o tipo de funcionalização.

O ganho de resistência nas amostras produzidas por *freeze-casting* com adição de microsilica e RMF pode ser justificado pela aderência das adições juntamente com o cimento às paredes formadas pelos cristais de gelo. No caso da microsilica, a literatura reporta que materiais pozolânicos incorporados em matrizes cimentícias levam a um ganho de resistência, devido a própria reação pozolânica e ao efeito filer. Para as pastas cimentícias produzidas com a adição de RMF, o ganho de resistência seria decorrente ao efeito filer, como é observado por Bezerra (2017) no estudo de pastas cimentícias com adições de RMF. Nesse estudo, foi demonstrado que a presença de RMF na matriz melhora o empacotamento dos grãos do cimento, aumentando a sua resistência mecânica.

A estruturação produzida através do *freeze-casting* utilizando nitrogênio líquido possibilita a criação de paredes mais densas, com pouca porosidade, onde as adições mostraram ter um efeito interessante nas propriedades mecânicas. Esse resultado pode ser

explicado pela expansão do gelo durante a sua solidificação, quando se usa o processo *freeze-casting*. No caso das amostras produzidas pelo método convencional, não foi observado tal melhoraria. Isso pode ser devido ao fato de usar pastas com razão a/c bastante elevada, onde as adições afastariam ainda mais as partículas de cimento umas das outras prejudicando o processo de hidratação do material cimentício.

As Figuras 28 e 29 ilustram a relação entre a resistência versus porosidade total e resistência versus densidade das amostras estudadas. Apesar de terem densidade e porosidade pouco alteradas, é nítido que as amostras de pastas submetidas ao *freeze-casting*, com exceção das pastas com adição de NTC, superaram duas vezes as amostras produzidas com IAR simulando o concreto celular. Ademais, é observado que o IAR diminuiu a resistência das pastas, comparado ao processo convencional, devido a uma porosidade mais elevada.

As linhas retas das Figuras 28 e 29, que ligam as composições com 35 e 40 % (em volume) de cimento para amostras de um mesmo grupo, representem a tendência na qual geralmente o setor da construção civil consegue alterar as propriedades dos materiais produzidos. Quanto mais poroso e menos denso o material, menos resistente ele se torna. Assim, os gráficos que foram obtidos a partir dos resultados deste trabalho destacam, mais uma vez, que o processo *freeze-casting* permite sair desta tendência e produzir materiais mais porosos e menos densos, i.e. mais leves, sem necessariamente prejudicar a sua resistência à compressão. Adicionalmente, a Figura 28 mostra claramente que, no grupo das amostras fabricado pelo processo *freeze-casting*, e ao contrário das amostras endurecidas pelo método convencional, as adições tendem a melhorar a relação porosidade-resistência à compressão, quando comparado às amostras utilizadas como referências. Como já discutido, tal fenômeno seria o resultado de uma melhor integração das adições na estrutura das paredes formadas pelo processo *freeze-casting*, no qual a expansão do gelo compactaria as partículas de cimento e de adição e promoveria uma maior interação.

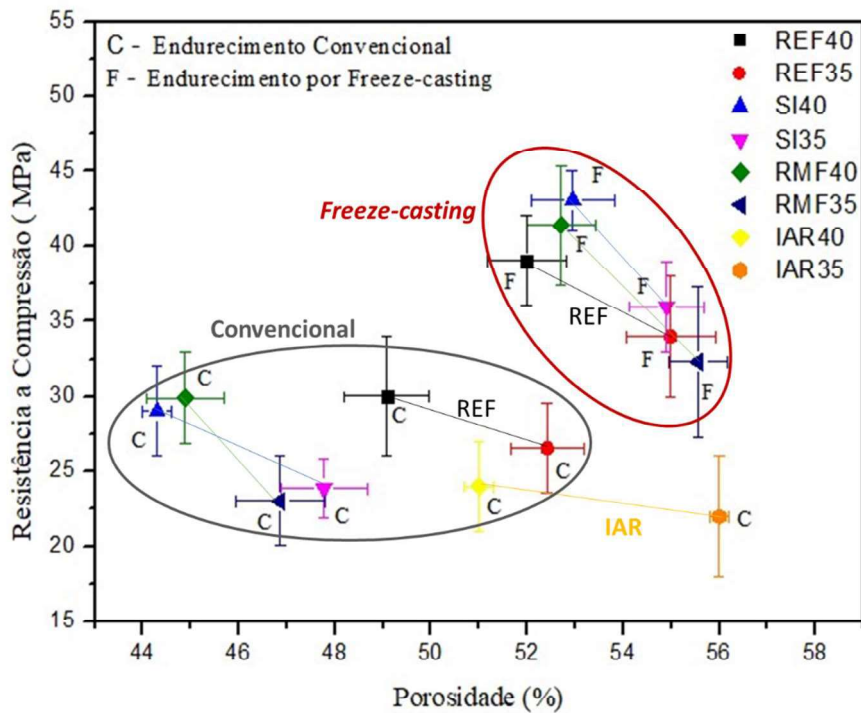


Figura 28- Resistência a compressão vs porosidade total das amostras REF, SI, RMF e IAR fabricado seguindo os métodos de endurecimento convencional e pelo processo *freeze-casting*. As linhas retas ligam as amostras com 35 e 40 % em volume de cimento de um mesmo grupo de amostras.

Fonte: Própria autora

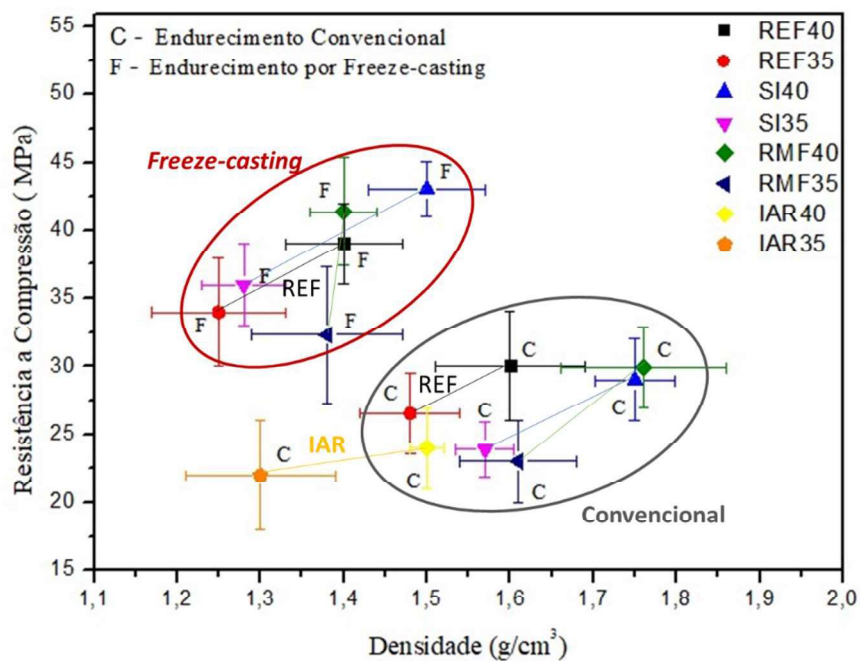


Figura 29- Resistência a compressão vs porosidade total das amostras REF, SI, RMF e IAR fabricado seguindo os métodos de endurecimento convencional e pelo processo *freeze-casting*. As linhas retas ligam as amostras com 35 e 40 % em volume de cimento de um mesmo grupo de amostras.

Fonte: Própria autora

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

As estruturas formadas das pastas de cimento *Portland* produzidas e estudadas pelo processo de *freeze-casting* apresentaram resultados promissores; fato, esse, que pôde ser comprovado pelos ensaios mecânicos realizados. O processo de *freeze-casting* desencadeia a orientação dos poros, formando paredes mais resistentes, na direção do congelamento realizado, não sendo necessário uma quantidade grande de sólidos para se obter uma maior resistência.

A adição de materiais permitiu a ocorrência de efeito pozolano ou efeito filer na composição das pastas e mostrou-se eficiente, já que desencadeou um aumento significativo em relação aos esforços mecânicos suportados pelas amostras fabricadas pelo processo de *freeze-casting*, mesmo possuindo uma porosidade elevada. As paredes sendo compactadas pelo congelamento da água deve aproximar os constituintes das pastas e favorecer a observação de tais fenômenos.

Assim, o trabalho realizado mostrou que existe a possibilidade de se incrementar o processo de *freeze-casting* na fabricação de estruturas de cimento Portland, podendo ser aplicados em materiais de construção civil em prol de um melhor desempenho das construções. De fato, essas pastas poderiam serem úteis principalmente no que tange a materiais de revestimentos e pisos com elevada permeabilidade, sendo essas as sugestões de estudo para trabalhos futuros. Além disso, sugere-se a produção de pastas com outros tipos de cimentos, como por exemplo o cimento nanoestruturado com nanotubos de carbono, crescidos *in situ* em cima do clínquer, pois os resultados obtidos neste trabalho pela mistura física não foram satisfatórios.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, D. DA S. Microestrutura de pastas de cimento Portland com incorporação de nanosílica coloidal e adições minerais altamente reativas. Projeto de Qualificação de Doutorado—Brasília: Universidade de Brasília, 2015

AGOSTINHO, LIVIA BORBA Estudo Reológico De Pastas De Cimento Contendo Polímero Superabsorvente E Nano Partículas De Sílica. Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Distrito Federal, 2017.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI 522R-06: pervious concrete**. Farmington Hills, 2006.

ANGELIN, A. F. **Concreto leve estrutural - Desempenhos físicos, térmicos, mecânicos e microestruturais**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Tecnologia da Universidade Estadual de Campinas. Limeira, 2014

ARMCON, 2013. **Frost Proof Now for the Winter months**. Disponível em: <https://armconprecast.wordpress.com/tag/freeze-thaw-in-concrete/> . Acesso em Março de 2018.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 5732** (1991). *Cimento Portland Comum*, Rio de Janeiro, Brasil.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 8953** (2015). *Concreto para fins estruturais – Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência*, Rio de Janeiro, Brasil.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11768**: Aditivos químicos para concreto de cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12645**: Execução de paredes de concreto celular espumoso moldadas no local. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12646-** Paredes de concreto celular espumoso moldadas no local. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15575-** Edificações Habitacionais – Desempenho. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 16055** -Parede de concreto moldada no local para a construção de edificações – Requisitos e procedimentos. Rio de Janeiro, 2002.

BARBAR, J. S. **Influência do teor de ar incorporado no desempenho de concretos com diferentes teores de agregados.** Tese de Doutorado. Instituto de Arquitetura e Urbanismo da Universidade de São Paulo, Campus São Carlos – SP, 2016.

BAUER, Luiz Alfredo Falcão. **Materiais de Construção:** 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. v.1.f

BIZ, Carlos Eduardo. **Concreto de pós reativos. Campinas.** UEC, 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

BRASIL. Ministério do Planejamento, Orçamento e Gestão. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Disponível em https://ww2.ibge.gov.br/home/estatistica/pesquisas/calendario_2017.php. Acesso em outubro de 2018.

BEZERRA, Carolina Goulart .**Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2017.

BORGES, Leonardo Araújo. **Desempenho de concretos produzidos com nanotubos de carbono sintetizados diretamente sobre o clínquer.** Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia e de Materiais de Construção. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2019.

BULLARD J.W., JENNINGS H.M., LIVINGSTON R.A. Mechanisms of cement hydration. **Cement and Concrete Research.** v. 41, p 1208–1223. 2011.

CALLISTER JR., William D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CINTRA, Laura Borges. **Avaliação das propriedades térmicas de concretos com ar incorporado**. 2017, UFU. (Dissertação de Mestrado). Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2017.

CHOWDHURY, S.C.; HAQUE, B.Z.; OKABE, T; GILLESPIE, J.W. Modeling the effect of statistical variations in length and diameter of randomly oriented CNTs on the properties of CNT reinforced nanocomposites. **Composites Part B**. 2012. Vol. 43 (4). P. 1756–62.

CORR, David; JUENGER, Maria; MONTEIRO, Paulo; BASTACKY, Jacob. Investigating entrained air voids and Portland cement hydration with low-temperature scanning electron microscopy. **Cement & Concrete Composites**, v.26, p.1007-1012, 2004.

CORREDOR, Bedoya A.; ZOPPI, Rita Aparecida; SERPA, Alberto. Composites of scrap tire rubber particles and adhesive mortar – Noise insulation potential. **Cement and Concrete Composites**, v. 82, p. 45–66, 2017.

CORSINI, Rodnei. Paredes normatizadas. **Norma inédita para paredes de concreto moldadas in loco entra em vigor e promete impulsionar uso da tecnologia em edificações** In: Revista Técnica, No. 183. Disponível em: <http://techne.pini.com.br/engenhariacivil/183/paredes-normatizadas-norma-inedita-para-paredes-de-concreto-moldadas-2879551.aspx> .Acesso em 29 e jun. de 2018.

COSTA, A. V., GUMIERI, A. G., BRANDÃO, P. R. G. , 2014, “Piso intertravado produzido com rejeito de sinter feed”. Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, 7(2), pp. 244-259.

COSTA C.; ALMEIDA C. P.; BORDADO J. C. NUNES A. Estudo de argamassas de base cimentícia por microscopia electrónica de varrimento. **Ciência e Tecnologia dos Materiais**. Lisboa. v.21 n.3-4 jul. 2009.

COSTA, Eliane Betânia Carvalho; ANTUNES, Rubiane Paz Nascimento ; PILEGGI, Rafael Giuliano; JONH, Vanderley Moacyr. **Avaliação do efeito da reologia e da energia de impacto na resistência de aderência de revestimentos de argamassa**. Escola Politécnica. Universidade de São Paulo. São Paulo, 2010.

DANTAS, F. A. S. Agregados leves e Concretos alternativos. **Tecnologia e materiais alternativos de construção**. Campinas: Editora da UNICAMP, 2003

DA ROSA, Priscila. **Concreto com ar incorporado: variação das propriedades mecânicas em função do tempo de mistura dos materiais**.2013, UFRGS. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2013.

DEVILLE, Sylvain. Freeze-casting of porous biomaterials: structure, properties and opportunities. **Nature Materials**, 3, n. 3, 2010. 1913-1927

DEVILLE, Sylyain; MAIRE, Eric; LASALLE, Audrey; BOGNER, Agnés; GAUTHIER, Catherine; LELOUP, Jérôme; GUIZARD, Chistian Influence of particle size on ice nucleation and growth during the ice-templating process. **Journal of the American Ceramic Society**, 93, n. 9, 2010. 2507-2510.

DEVILLE, Sylvain. MAIRE, Eric; BERNARD-GRANGER, Guillaume; LASALLE, Audrey; BOGNER, Agnés; GAUTHIER, Catherine; LELOUP, Jérôme; GUIZARD, Chistian. Metastable and unstable cellular solidification of colloidal suspensions. **Nature Materials**, 8, n. 12, 2009. 966-972.

DEVILLE, Sylvain. Ice templating, freeze casting: beyond materials processing, **Journal of Materials Research**,28, n17,2013.2202-2219.

DOMONE, P.L. - **Concrete-Constituent materials of concrete** - J.M. Illston,E&FN Spon, 1994.

DU, Lianxiang; FOLLIARD, Kevin. Mechanisms of Air Entrainment in Concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 8, p. 1463-1471, 2005

GERGES, Samir Nagi Yoursri. **Ruído: Fundamentos e Controle**. 3ed. Florianópolis: NR Editora, 2000.

GLEIZE, P.J.P. Nanotecnologia e materiais de construção. In: ISAIA, G.C. (Org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Engenharia e Ciência dos Materiais**. v.2. São Paulo: IBRACON, 2007. cap.50. p. 1659-1685.

GOBBI, Andressa. **Atividade pozolânica de adições minerais pelas nbr 5751/2012 e nbr 5752/2012: uma análise crítica a partir de métodos complementares**. 2014, UFPR. Dissertação de Mestrado. Departamento de Construção Civil, Universidade Federal do Paraná, Paraná.

GONÇALVES, J.S. **Produção de géis porosos por congelamento**. 2018. UFSCAR. (Dissertação de Mestrado). Programa de pós-graduação em Uso e Planejamento de Recursos Renováveis, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, Sorocaba, 2018.

HENDERSON, V. Pervious concrete pavement: an integrated laboratory and field study. University of Waterloo, Ontario, v.2095, p.13-21, 2008.

HERFORD, D.; MOIR, G.K; JOSANSEN, V.; SORRENTINO, F.; ARCEO, B. H. The chemistry of Portland cement clinker. **Advances in Cement Research**, México, v. 22, n. 4, p. 187–194, 2010.

HOA, Marcus Liew Kai; LU, Meihua; ZHANG, Yong. Preparation of porous materials with ordered hole structure. **Advances in colloid and interface science**, v. 121, n. 1, p. 9-23, 2006.

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). **Gold Book**. IUPAC Ed., New York, 2012.

KANNING, Rodrigo Cezar. **Utilização da cinza de folha de bananeira como adição em argamassas de cimento Portland**. 2013, UFPR. Tese de Doutorado. Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

KIM, Hyeongki; JEON, Jihye; LEE, H. K. Workability, and mechanical, acoustic and thermal properties of lightweight aggregate concrete with a high volume of entrained air. **Construction and Building Materials**, Department of Civil and Environmental Engineering, Korea, South Korea v.29, p. 193-200, 2012.

KOSMATKA, Steven; KERKHOFF, Beatrix; PARANAESE, William. Design and control of concrete mixtures. 14th ed. Skokie: PCA, 2008.

KUMAR, Rakesh; BHATTACHARJEE, Bishwajit. Porosity, Pore Size Distribution and In-Situ Strength of Concrete. **Cement and concrete research**, 33, p. 155-164, 2003.

LACERDA, Lucas; SOUZA, Douglas; NUNES, Eduardo; HOUMARD, Manuel. Macroporous alumina structures tailored by freeze-casting using naphthalene–camphor as freezing vehicle. **Ceramics International**. V44v p. 16010-1916, 2018.

LAMB, Gisele Santoro. **Desenvolvimento e análise do desempenho dos elementos de drenagem fabricados em concreto permeável**. 2014, UFRGS (Dissertação de Mestrado) Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2014.

LENORMAND, Tribault; ROZIERE, Emmanuel; LOUKILI, Ahmed; STAQUET, Stephanie. Incorporation of treated municipal solid waste incineration electrostatic precipitator fly ash as partial replacement of Portland cement: Effect on early age behaviour and mechanical properties. **Construction and Building Materials**, v 96, p.256–269, 2015.

LEY, Tyler; CHANCEY, Ryan; JUENGER, Maria, FOLLIARD, Kevin. The physical and chemical characteristics of the shell of air-entrained bubbles in cement paste. **Cement and Concrete Research** V.39 p.417–425 (2009).

MALHOTRA, V.M. No-fines concrete: its properties and applications. **ACI Journal: Proceedings**, v.75, n.11, p.628-644, Nov. 1976.

Marçal, Rubens Lincoln Santana Blazutti. **Combinação de “freeze casting” e colagem por barbotina para produção de alumina densa/porosa**. (Tese de Doutorado). Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, 2014.

MARCHIONI, Marina; SILVA, Claudio Oliveira. **Pavimento Intertravado Permeável – Melhores Práticas**. São Paulo, Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP), 2010. 24p.

MEDEIROS, M.; DRANKA, F.; MATTANA, A; COSTA, M. Compósitos de cimento Portland com adição de nanotubos de carbono (NTC): Propriedades no estado fresco e resistência à compressão. **Matéria (Rio J.)** [online]. 2015, vol.20, n.1, pp.127-144.

MEHTA, P Kuman; MONTEIRO, Paulo J. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 3^a ed. IBRACON, 2008. p. 674.

MENDES, Júlia Castro. Viabilidade técnica do uso de linear alquil benzeno sulfonato de sódio como aditivo incorporador de ar para matrizes cimentícias. 2016. UFOP. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Departamento de Engenharia Civil, Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.

MINKARA, R.et al.,A Novel Method for Determining the Adsorptive Capacity of Carbon Containing FLY Ash, 2015.

NATIONAL READY MIXED CONCRETE ASSOCIATION (NRMCA) **Pervious Concrete**. 2010. Disponível em: www.perviouspavement.org. Acesso em junho de 2018.

NEVILLE, A.M. **Propriedades do concreto**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman Editora Ltda., 2016.

NEVILLE, A.M.; BROOKS, J.J. **Tecnologia do concreto**. 2. ed. São Paulo: Bookman Editora Ltda., 2010.

OLIVEIRA, Deborah Caroline. **Avaliação da atividade pozolânica de turfa em cimento Portland**. 2017, UNIFAL. Dissertação de Mestrado. Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Alfenas, Poços de Calda, 2017.

OUYANG, Xinping; GUO, Yongxia; QIU, Xueqing. et al, 2008. The feasibility of synthetic surfactant as an air entraining agent for the cement matrix. **Construction and Building Materials**, Volume 22, p. 1774–1779

PACHLA, Eduardo Cesar. **Desenvolvimento de compósitos de concreto celular e casca de arroz: caracterização física, mecânica e acústica**. 2015, UNIPAMPA. Monografia. Departamento de Engenharia Civil. Universidade Federal do Pampa, Alegrete-RS, 2015.

PESSANHA, C Cris Anderson; CINTRA, Maria Aparecida Hippert; LEUSIN, Sérgio. **Inovações e o Desenvolvimento Tecnológico: Um Estudo em Pequenas e Médias Empresas Construtoras de Edificações**. IX ENTAC. Foz do Iguaçu. 2002.p.1567-1574.

PETRUCCI, E. G. R. **Concreto de cimento Portland**. 5. ed. Porto Alegre: Globo, 1978.

POWERS, T. **The Properties of Fresh Concrete**. New York: John Wiley & Sons. 1968

RAMACHANDRAN, V. M. **Concrete Admixtures Handbook**. New York:Noyes, 1984.

RODRIGUES, Larissa Helena C. H. **Análise da incorporação do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais tratado termicamente na composição do cimento Portland**. 2018. 129 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico. Vitória, ES. 2018.

ROMANO, Roberto Cesar de Oliveira. **Incorporação de Ar em Materiais Cimentícios aplicados em construção Civil**. 2013, USP. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

ROSSIGNOLO, João Adriano. **Concreto leve estrutural: produção, propriedades, microestruturas e aplicações**. São Paulo: Pini, 2009.

ROUQUEROL, J; AVNIR, D; FAIRBRIDGE, C.W; SING, K.S.W; UNGER, K.K . Recommendations for the characterization of porous solids. **Pure and Applied Chemistry**, 37, n. 3, 1974.

SANTOS, Diogo Maia Moreira dos. **Síntese e caracterização de scaffolds do compósito vidro bioativo/policaprolactona obtidos por processo freeze-casting**. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Metalúrgica, de Minas e dos Materiais. Universidade Federal de Minas Gerais. 2019.

SACHT, Helenice Maria. **Painéis de vedação de concreto moldados in loco: Avaliação de desempenho térmico e desenvolvimento de concretos**. 2008, USP. Dissertação (Mestrado em Arquitetura e Urbanismo) - Departamento de Arquitetura e Urbanismo, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2008.

SCHULLER, D, BIANCHI, E. C. , AGUIAR, P. R.. Influência de defeitos e diferentes processos de fabricação nas propriedades mecânicas finais de cerâmicas, **Cerâmica**, 54, n. 1., 2008 p. 435-442.

SILVA, Leandro Henrique Moura. **Fabricação de estruturas de pasta de cimento portland com porosidade orientada por freeze-casting**. 2018, UFMG. (Dissertação de Mestrado) Departamento de Engenharia e Materiais de Construção, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2018.

SILVA, Maristera G.; BATTAGIN, Arnaldo. F., GOMES, Vanessa., **Cimentos Portland com adições minerais**. In: Materiais de construção civil e princípios de ciências e engenharia dos materiais. IBRACON. 2017.

SOARES, Lucas Martins Gontijo. **Avaliação das propriedades da argamassa com utilização de sílica ativa densificada e não-densificada**. 2017, UNB. Monografia, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2017.

SOUZA, Douglas Fernandes. **Desenvolvimento de Materiais Cerâmicos com Estrutura de Poros Ordenados via Processo *Freeze-Casting***. 2014, UFMG. Dissertação de Mestrado. Programa de pós-graduação em Engenharia Metalúrgica, de Minas e dos Materiais. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2014.

SOUZA, Douglas; NUNES, Eduardo; PIMENTA, Daiana; VASCONCELOS, Daniela; NASCIMENTO, Jailton; GRAVA, Wilson. HOUMARD, Manuel; VASCONCELOS, Wander. Synthesis and structural evaluation of freeze-cast porous alumina. **Materials Characterization**. V.95, p 183-195. 2014.

SOUZA, Douglas; NUNES, Eduardo; VASCONCELOS, Daniela; VASCONCELOS, Wander. Preparação e caracterização estrutural de materiais cerâmicos obtidos via processo *freeze-casting*. **Cerâmica** V.62, p 351-357. 2016.

SOUZA, Douglas; NUNES, Eduardo; VASCONCELOS, Wander. Preparation of $BaO.5SrO_5CoO.8FeO.2O_3-\delta$ asymmetric structures by freeze casting and dip-coating. **Ceramics International**. V44.1002-1006.2018.

TAVAKOLI, Davoud., TARIGHAT, Amir. Molecular dynamics study on the mechanical properties of Portland cement clinker phases. **Computational Materials Science**. v.119, p.65–73. 2016.

TEIXEIRA FILHO, F. J.; TEZUKA, Y. **Considerações sobre algumas propriedades dos concretos celulares espumosos**. São Paulo: Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Construção Civil, 1992. 29 p. Boletim técnico.

TORRES, D.R, FUJII, R.C.O, ROMANO, A.L., PILEGGI, R.G. in: VII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, Fortaleza (2013).

VIVEIROS, Elvira e LOSSO, Marco. **Gesso acartonado e isolamento acústico: teoria versus prática no Brasil**. Conferência Latino-americana de construção sustentável x encontro nacional de tecnologia do ambiente construído. São Paulo, 2004

XIANJUN, Tan; WEIZHONG, Chen; JIUHONG, Wang; DIANSEN, Yang; XIANYIN, Qi; YONGSHANG, Ma; WANG, Xu; SHAOSEN, Ma. Influence of high temperature on the residual physical and mechanical properties of foamed concrete. **Construction and Building Materials**. V 135. P. 203-211. 2017.

ZAMPIERI, Valdir Aparecido. **Cimento Portland aditivado com pozolanas de argilas calcinadas: fabricação, hidratação e desempenho mecânico**. 1993, USP. Tese de

APÊNDICE A

1. Estudo piloto

O estudo piloto objetivou-se estudar as melhores quantidades de água a ser utilizada na produção das amostras. Sabe-se que o fator água/cimento é fundamental para o ganho de resistência de materiais cimentícios, então como um estudo preliminar foram analisadas diferentes misturas com diferentes teores de água/cimento e foram selecionadas as misturas que obtiveram melhores resultados quanto a resistência a compressão. Na Tabela 15 é apresentado os traços utilizados nas misturas usadas para fabricação das pastas de cimento.

Tabela 15- Proporções utilizadas no estudo piloto

TRAÇO	Cimento em vol (%)	Cimento em massa (g)	Água em vol (%)	Relação a/c (g/g)	Aditivo superplastificante (g) (1%)
REF50	50	157,5	50	0,47	1,26
REF45	45	141,75	55	0,59	1,10
REF40	40	126	60	0,47	1,26
REF35	35	110,25	65	0,59	1,10
REF30	30	94,5	70	0,47	1,26
REF25	25	78,75	75	0,59	1,10

2. Resultados

Na Figura 30 é apresentado os resultados referente ao ensaio de resistência mecânica a compressão.

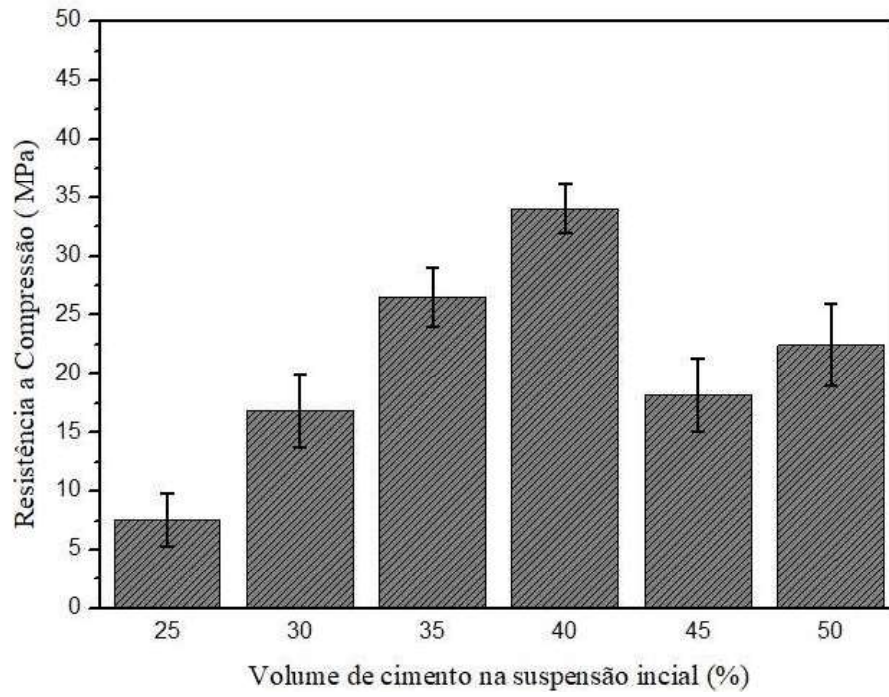


Figura 30- Resistência a compressão das amostras utilizadas para estudo piloto