

UNIVERSIDADE PRESBITERIANA MACKENZIE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA DE MATERIAIS E NANOTECNOLOGIA

ROMUALDO EMILIO

CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND COM ADIÇÃO DE PSEUDOBOEMITA

São Paulo  
2018

ROMUALDO EMILIO

CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND COM ADIÇÃO DE PSEUDOBOEMITA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia da Universidade Presbiteriana Mackenzie como requisito parcial à obtenção do título Mestre em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia.

ORIENTADOR: PROF. DR. ANTÔNIO HORTÊNCIO MUNHOZ JR.

São Paulo  
2018

E53c

Emilio, Romualdo

Concreto de cimento Portland com adição de pseudoboemita /  
Romualdo Emilio – São Paulo, 2018.

71 f.: il.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia) -  
Universidade Presbiteriana Mackenzie - São Paulo, 2018.

Orientador: Antônio Hortêncio Munhoz Júnior.

Bibliografia: f. 67-70.

1. Aditivo em CP. 2. Compósito com nanomaterial. 3. Pseudoboemita. I.  
Munhoz Junior, Antônio Hortêncio, *orientador*. II.Título.

CDD 666.94

ROMUALDO EMILIO

CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND COM ADIÇÃO DE PSEUDOBOEMITA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia da Universidade Presbiteriana Mackenzie como requisito parcial à obtenção do título Mestre em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia.

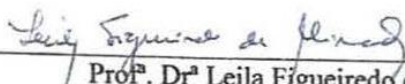
Aprovado em 23 de novembro de 2018.

BANCA EXAMINADORA



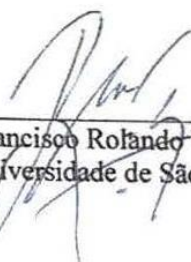
---

Prof. Dr. Antônio Hortêncio Munhoz Júnior – Orientador  
Universidade Presbiteriana Mackenzie



---

Prof. Dr. Leila Figueiredo de Miranda  
Universidade Presbiteriana Mackenzie



---

Prof. Dr. Francisco Rolando Valenzuela Diaz  
Universidade de São Paulo

Aos profissionais da produção do cimento Portland, os quais com o enfrentamento de árdua jornada de trabalho trouxeram grande contribuição à nação brasileira, especialmente aos do Grupo Votorantim - Cimentos.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus, pela graça da vida, pelo bem da saúde e por me conceder sabedoria e discernimento através do breve conhecimento humano.

Ao meu caro Orientador, Prof. Dr. Antônio Hortêncio Munhoz Jr. por todo suporte para o desenvolvimento deste Projeto.

À Prof<sup>a</sup>. Dra. Leila Figueiredo de Miranda pelo otimismo e alicerce para a pesquisa científica e ao corpo docente do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia da Universidade Presbiteriana Mackenzie, pela intensa aprendizagem compartilhada.

À secretária Brunelly Bittencourt, ao Jean Carlos Ferreira de Lima e a todos os funcionários da Universidade, pela simpatia expressa em cada sorriso no cotidiano da vida acadêmica. Aos técnicos do Laboratório de materiais de construção, José Carlos Sobrinho, José Maria de Oliveira e Lázaro de Castro pelo grande auxílio prestado na execução dos ensaios e à universitária de Iniciação Científica, Helena Kaori Gomes Silva.

Aos colegas de classe pelo grande apoio na construção do conhecimento: Cícero, Éder, Francisco, Gabriel, Henrique, Leonardo, Luciano, Mayara, Michelle e Yuri.

A meus professores de graduação Renato de Luna Bastos, Ana Maria Oliveira Villares, e Edemir Mantovani, pela competência no ensino de Geometria Analítica e Álgebra, importantes pré-requisitos para o estudo da Engenharia dos Materiais e a todos os docentes que tive da área de Química. Ao amigo Vicente Sesso e família Gomes - Gil - Oliveira pelo incentivo.

À Empresa São Paulo Obras que gentilmente me ofereceu bolsa de estudos por meio do Programa de Incentivo à Educação, o qual possibilitou o ingresso neste Programa de Mestrado, ao pessoal do RH, Fernando Luiz da Costa Zwarg, Omar Ayub, Felipe di Lázaro Barreto dos Santos, Jhonattan Canassa e aos gerentes Max Yamatogue Fagundes e Norberto Duran.

Aos diretores da Etec Fernando Prestes, Prof. Carlos Marcelo Conti e Sra. Sonia Gonelli, e prof. Ms. Vinícius César Dias pelo apoio e reconhecimento.

À minha esposa Nilva de Almeida Emilio, meus filhos Rodrigo José, Lídia Luiza e Guilherme Vicente, de quem furtei preciosas horas de convívio familiar para a dedicação a esta pequena contribuição acadêmica e pelo apoio incondicional, aos meus seis irmãos, seis irmãs e *in memoriam* aos meus amados pais José Emilio e Luiza Emilio, pelos valores transmitidos.

*“Tudo que está no plano da realidade já foi  
sonho um dia”*

*Leonardo da Vinci*

## RESUMO

O cimento Portland (CP) é a principal matéria-prima para a produção do concreto armado, componente estrutural de grande prestígio por contribuir na tradução do requinte e conforto das edificações urbanas. Patenteado há pouco menos de 200 anos, o CP pode receber diversas adições com componentes que auxiliam em seu desempenho e melhoram suas propriedades aglomerantes, resistência e impermeabilidade. Este trabalho inédito apresenta a síntese em laboratório do nanomaterial pseudoboemita, em grande quantidade, onde, parte da qual foi utilizada na forma de gel úmido e outra liofilizada. O nanomaterial foi adicionado ao CP nas seguintes porcentagens em massa: 5,0% na forma gel, 2,5% e 5,0% gel liofilizado para obtenção de corpos de prova de concreto. Esses corpos-de-prova moldados com e sem adição, utilizando o mesmo traço de concreto, foram avaliados quanto ao calor de hidratação, plasticidade (*slump*), resistência à compressão (fck) e propagação de onda ultrassônica aos 7, 14, 21 e 28 dias. Os resultados mostram que a adição de pseudoboemita no CP que melhora as propriedades do concreto é 5,0% na forma de gel, pois no caso da adição na forma liofilizada, a água de amassamento compete entre a reação química do concreto e a reidratação da pseudoboemita, necessitando maior fator água/cimento no concreto de CP que recebe adição na forma liofilizada.

**Palavras-chave:** Adição em CP. Compósito com nanomaterial. Pseudoboemita.



## ABSTRACT

Portland cement (CP) is the main raw material for the production of reinforced concrete, a structural component of great prestige for contributing to the translation of the refinement and comfort of urban buildings. Patented less than 200 years ago, the CP can receive several additions with components that aid in its performance and improve its binder, strength and waterproof properties. This novel work presents the laboratory synthesis of the pseudoboemite nanomaterial, in great quantity, where, part of which was used as a wet gel and another freeze-dried. The nanomaterial was added to the CP in the following percentages by mass: 5.0wt% in the gel form, 2.5wt% and 5.0wt% freeze-dried gel to obtain concrete test bodies. These molded specimens with and without addition, using the same concrete trait, were evaluated for heat of slump, compressive strength and ultrasonic wave propagation at 7, 14, 21 and 28 days. The results show that the addition of pseudoboemite in the CP that improves the properties of the concrete is 5.0wt% in the gel form, because in the case of addition in the freeze-dried form, the kneading water competes between the chemical reaction of the concrete and the rehydration of the pseudoboemite, requiring a higher water / cement factor in the CP concrete that receives addition in the freeze-dried form.

**Keywords:** CP addition. Composite with nanomaterial. Pseudoboehmite.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Fotografia 1</b>	Estruturas em concreto armado na paisagem urbana.....	15
<b>Figura 1</b>	A escala nanométrica.....	16
<b>Figura 2</b>	Resistências representativas de várias categorias de materiais.....	20
<b>Figura 3</b>	Esquema das embalagens de cimento comercializados.....	20
<b>Figura 4</b>	Esquema de fabricação de cimento.....	22
<b>Figura 5</b>	Agregado graúdo e Agregado miúdo para composição do concreto de CP.....	23
<b>Gráfico 1</b>	Curva granulométrica dos agregados no CP.....	23
<b>Figura 6</b>	A formação do gel .....	27
<b>Figura 7</b>	Estrutura da pseudoboemita.....	27
<b>Equação 1</b>	Diferentes fases das aluminas formadas com o aumento de temperatura.....	28
<b>Gráfico 2</b>	Fases da água.....	30
<b>Fotografia 2</b>	Liofilizador de bancada.....	30
<b>Figura 8</b>	Componentes do Concreto.....	34
<b>Equação 2</b>	Reação Química para obtenção de pseudoboemita.....	35
<b>Fotografia 3</b>	Pseudoboemita liofilizada para adição no concreto.....	35
<b>Fotografia 4</b>	Insumos utilizados na produção do concreto.....	38
<b>Fotografia 5</b>	Betoneira para mistura do concreto.....	38
<b>Fotografia 6</b>	Adição de pseudoboemita liofilizada.....	39
<b>Fotografia 7</b>	Mistura dos componentes para obtenção do concreto.....	39
<b>Figura 9</b>	Diferentes dimensões dos corpos-de-prova.....	40
<b>Fotografia 8</b>	Corpos-de-prova com Ø5 X 10 cm de altura.....	41
<b>Figura 10</b>	Sequência usual para moldagem e identificação de corpos-de-prova cilíndricos Ø 5x10 cm de altura.....	42

<b>Fotografia 9</b>	Corpos-de-prova moldados com 2,5% de pseudoboemita liofilizada....	43
<b>Fotografia 10</b>	Corpos-de-prova moldados com 5,0% de pseudoboemita liofilizada....	43
<b>Fotografia 11</b>	Concreto fresco no cone para teste de abatimento ou <i>Slump</i> test .....	44
<b>Fotografia 12</b>	Medida do <i>Slump</i> Slump test.....	44
<b>Fotografia 13</b>	Painel de controle das condições da câmara úmida. ....	47
<b>Fotografia 14</b>	Cura úmida dos corpos-de-prova.....	47
<b>Fotografia 15</b>	Secção polida de um corpo-de-prova de concreto.....	49
<b>Fotografia 16</b>	Aferição da altura do corpo-de-prova retificado.....	49
<b>Fotografia 17</b>	Aferição do diâmetro do corpo-de-prova retificado.....	49
<b>Fotografia 18</b>	Modo de ruptura típica do concreto na compressão.....	52
<b>Fotografia 19</b>	Rompimento de corpo-de-prova Ø 10 X 20 elaborado sem adição de pseudoboemita.....	52
<b>Fotografia 20</b>	Aparelho onde foram rompidos os corpos-de-prova Ø 10 X 20 com e sem pseudoboemita na forma de gel.....	52
<b>Fotografia 21</b>	Aparelho que registra os resultados de resistência à compressão (dinateste) .....	52
<b>Fotografia 22</b>	Aparelho para teste de resistência à compressão e ensaio de tração por compressão diametral .....	53
<b>Fotografia 23</b>	Teste de resistência à compressão dos corpos-de-prova de menor dimensão (Ø 5 X 10 cm) .....	53
<b>Figura 11</b>	Espectro de frequências sonoras.....	54
<b>Fotografia 24</b>	Silicone nas interfaces aparelho/corpo-de-prova.....	55
<b>Fotografia 25</b>	Medida da velocidade de propagação de onda ultrassônica .....	55
<b>Equação 3</b>	Velocidade de onda em meio elástico, homogêneo e isotrópico.....	55
<b>Gráfico 3</b>	Resultado da difração de raios x pseudoboemita liofilizada com os principais picos indexados.....	57
<b>Gráfico 4</b>	DTA e TG da pseudoboemita liofilizada.....	57
<b>Micrografia 1</b>	MEV da pseudoboemita liofilizada.....	58

<b>Micrografia 2</b>	EDS da pseudoboemita liofilizada.....	58
<b>Gráfico 5</b>	Comparação entre a resistência a compressão de concreto com e sem adição de pseudoboemita na forma gel.....	59
<b>Gráfico 6</b>	Comparação entre a resistência a compressão de concreto com e sem adição de pseudoboemita liofilizada.....	59
<b>Gráfico 7</b>	Velocidade de propagação da onda ultrassônica.....	60

## LISTA DE QUADROS

<b>Quadro 1</b>	Constituintes do cimento: composição e abreviação.....	19
<b>Quadro 2</b>	Tipos de CP compostos.....	21
<b>Quadro 3</b>	Classificação dos agregados em função das porcentagens retidas acumuladas (peneiras da série normal).....	24
<b>Quadro 4</b>	Classificação dos agregados em função das porcentagens retidas acumuladas (peneiras série intermediária).....	24
<b>Quadro 5</b>	Velocidade de propagação da onda ultrassônica X qualidade do concreto.....	60

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b>	Resistência à compressão de concretos preparados com diversos tipos de CP em diferentes relações água/cimento.....	50
<b>Tabela 2</b>	Resistência à compressão de concretos preparados com diversos tipos de CP em diferentes idades .....	53
<b>Tabela 3</b>	Comparativo entre temperaturas imediatamente após a mistura do concreto com adição de pseudoboemita na forma de gel e sem a adição.....	61
<b>Tabela 4</b>	Comparativo entre densidades do concreto com adição de pseudoboemita na forma de gel e sem a adição.....	61
<b>Tabela 5</b>	Resultados dos ensaios realizados, com pseudoboemita na forma de gel úmido, com variação de 0,0 e 5,0%.....	63
<b>Tabela 6</b>	Resultados dos ensaios realizados, com pseudoboemita liofilizada, com variação de 0,0; 2,5 e 5,0%.....	64-65
<b>Tabela 7</b>	Propagação das ondas ultrassônicas nos corpos-de-prova com pseudoboemita liofilizada, com variação de 0,0; 2,5 e 5,0%.....	65-66

:

## LISTA DE SIGLAS

$(\text{AlOOH})_n$	Pseudoboemita
$\gamma\text{-FeO-OH}$	Lepidocrocita
$\Delta T$	diferença de temperatura entre a amostra e a referência
a	quantidade em massa de agregado miúdo (areia)
a/c	relação entre água e cimento, ou entre água e aglomerantes, em massa
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
adt %	Percentual de aditivo no traço do concretoativo e a massa de cimento, em percentual
AF -	Ferroaluminato
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Nitrato de Alumínio
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Alumina
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	nitrato de alumínio hexahidratado
ASTM	American Society for Testing and Materials
atm	Atmosfera
b	quantidade em massa de agregado graúdo (brita)
$\text{C}_2\text{S}$	Silicato dicálcico
$\text{C}_3\text{A}$	Aluminato tricálcico
$\text{C}_3\text{S}$	Silicato tricálcio
CP	cimento Portland
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	óxido de ferro
$\text{K}_2\text{O}$	óxido de Potássio
MEV- EDS	microscopia eletrônica de varredura, associada ao sistema de dispersão de energia
MgO	Magnésia
$\text{NH}_4\text{OH}$	hidróxido de amônio
$\text{SO}_3$	Anidrido Sulfúrico
$\text{TiO}_2$	Óxido de Titânio
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	Corundum

C <sub>4</sub> AF	Ferroaluminato tetracálcico
CaO	Cal
cimento CII – E 32	cimento Portland com adição de escória de alto forno e fck 32 MPa aos 28 dias
dm <sup>3</sup>	decímetros cúbicos
DTA	Análise Térmica Diferencial
E <sub>d</sub>	módulo dinâmico de elasticidade
EDS	espectrometria de energia dispersiva
Hz	Hertz
Kevlar	nome dado pela empresa DuPont® a um tipo de fibra polimérica sintética
kg	Quilograma
kg/m <sup>3</sup>	quilograma por metro cúbico
kHz	quilo-hertz
Cu-Zn	Latão Cobre-Zinco
Cu-Be	Liga Cobre-Berílio
M(OR) <sub>n</sub>	M = metal R = metil, etil, propil, isopropil, butil, t-butil, entre outros
m/s	metro por segundo
m <sup>2</sup> /g	metro quadrado por grama
Mhz	mega hertz
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
EDS	Sistema de dispersão de energia
mm	milímetros
mm Hg	milímetros de mercúrio
MPa	Mega Pascal
NASA	National Aeronautics and Space Administration - Administração Nacional da Aeronáutica e Espaço
NBR	Norma brasileira
NH <sub>4</sub> OH	Hidróxido de Amônio



NM	Norma elaborada no âmbito dos 4 países membros da Associação Mercosul de Normalização : Argentina, Brasil, Paraguai e Uruguai
Ø	Diâmetro
PEEK	poli-éter-éter-cetona
pH	potencial Hidrogeniônico
POZ	cimento Portland Pozolânico
fck	resistência à compressão
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Nitreto de silício
SiC	Carbeto de silício
SiO <sub>2</sub>	Sílica
3CaO. SiO <sub>2</sub>	Silicato tricálcico
2CaO. SiO <sub>2</sub>	Silicato dicálcico
3 CaO. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminato tricálcico
4CaO. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ferro aluminato tetracálcico
TEOS	Tetraoxisilano
TG	Análise Termogravimétrica
TMOS	Tetrametoxisilano
V	velocidade de onda ultrassônica
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy
ZrO <sub>2</sub>	Dióxido de zircônio
μ	coeficiente de Poisson
μ V/mg	micro volt por miligrama
ρ	massa específica do concreto

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>15</b>
1.1 OBJETIVOS.....	17
<b>1.1.1 Objetivo Geral .....</b>	<b>17</b>
<b>1.1.2 Objetivos Específicos.....</b>	<b>17</b>
1.2 JUSTIFICATIVA.....	17
1.3 METODOLOGIA.....	18
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>19</b>
2.1 CIMENTO PORTLAND.....	19
2.2 CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND.....	23
2.3 PSEUDOBOEMITA OBTIDA PELO PROCESSO SOL-GEL.....	25
2.4 LIOFILIZAÇÃO.....	29
2.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DA PSEUDOBOEMITA.....	32
<b>2.5.1 Microscopia eletrônica de varredura.....</b>	<b>32</b>
<b>2.5.2 Difração de raios-X.....</b>	<b>32</b>
<b>2.5.3 Análise Termogravimétrica (TG).....</b>	<b>32</b>
<b>2.5.4 Análise Térmica Diferencial (DTA).....</b>	<b>33</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>34</b>
3.1 INSUMOS.....	34
3.2 MÉTODO DE OBTENÇÃO DE PSEUDOBOEMITA.....	34
3.3 OBTENÇÃO DO CONCRETO.....	36
<b>3.3.1 Dosagem – traço do concreto.....</b>	<b>37</b>
<b>3.3.2 Mistura.....</b>	<b>38</b>
3.3.2.1 Mistura do concreto para moldagem de corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de Ø x 20 cm de altura para a adição de pseudoboemita na forma de gel.....	38

3.3.2.2 Mistura do concreto para moldagem de corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de Ø x 10 cm de altura para a adição de pseudoboemita liofilizada.....	39
<b>3.3.3 Moldagem dos corpos-de-prova.....</b>	<b>39</b>
3.3.3.1 Moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de Ø x 20 cm de altura para a adição de pseudoboemita na forma de gel.....	40
3.3.3.2 Moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de Ø x 10 cm de altura para a adição de pseudoboemita liofilizada.....	41
<b>3.3.4 Calor de hidratação e Slump test.....</b>	<b>43</b>
<b>3.3.5 Cura do concreto e determinação da massa específica.....</b>	<b>46</b>
<b>3.3.6 Corpos-de-prova: retificação e aferição das medidas do diâmetro e altura.....</b>	<b>48</b>
<b>3.3.7 Resistência à compressão do concreto (fck).....</b>	<b>50</b>
<b>3.3.8 Ensaio de velocidade de propagação de onda ultrassônica.....</b>	<b>54</b>
<b>3.3.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Sistema de dispersão de energia (EDS).....</b>	<b>55</b>
<b>3.3.10 Difração de raios X.....</b>	<b>56</b>
<b>3.3.11 Análises térmicas.....</b>	<b>56</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>57</b>
4.1 CARACTERIZAÇÃO DA PSEUDOBOEMITA SINTETIZADA.....	57
4.2 CARACTERIZAÇÃO DO CONCRETO.....	58
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>62</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>62</b>
ANEXO 1 – DADOS DOS ENSAIOS EM CONCRETO COM PSEUDOBOEMITA NA FORMA DE GEL.....	63
ANEXO 2 – DADOS DOS ENSAIOS EM CONCRETO COM PSEUDOBOEMITA LIOFILIZADA.....	64
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>67-70</b>
APÊNDICE.....	71

## 1 INTRODUÇÃO

O cimento Portland foi desenvolvido e patenteado por Joseph Aspdin na Inglaterra, há pouco menos de 200 anos (1824). Vive-se a terceira geração de cidadãos urbanos que têm privilégios de habitar e contemplar suas estruturas na engenharia e arquitetura moderna. A Fotografia 1 mostra edificações em concreto armado.

**Fotografia 1:** Estruturas em concreto armado na paisagem urbana.



Fonte: Acervo do autor

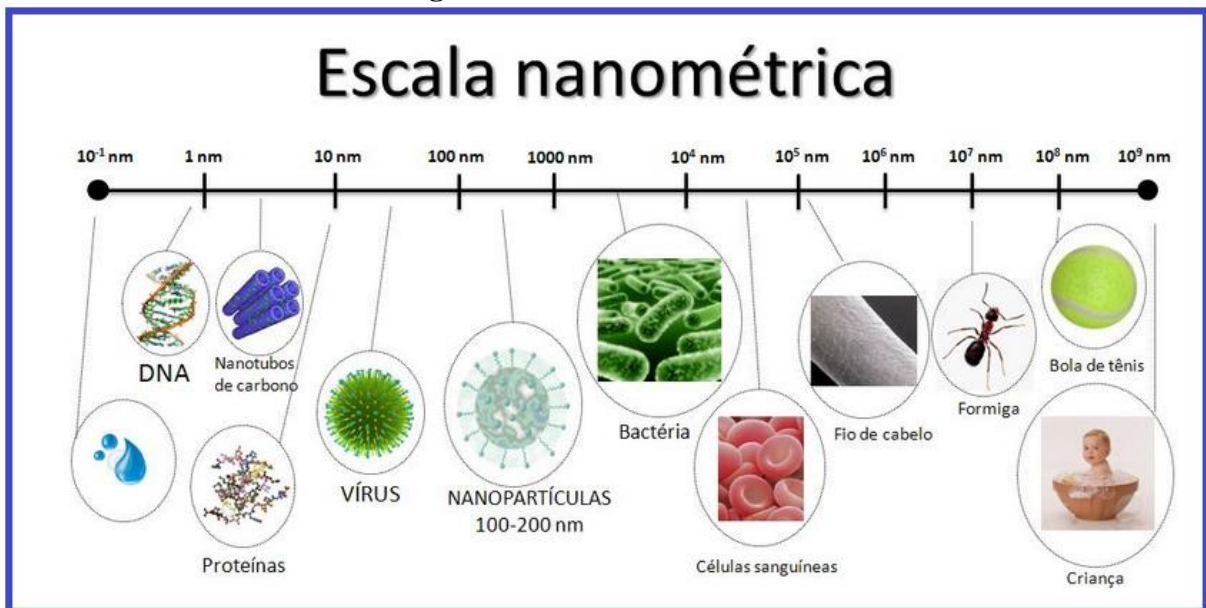
Trata-se de um material básico de construção para a produção do concreto, o cimento hidráulico mais utilizado do mundo produzido pela queima de mistura de materiais de natureza calcária e argilosa, obtendo-se o clínquer, o qual recebe adições básicas de dois elementos: minérios de ferro que servem como atenuadores da alta temperatura e gesso, que tem a função de retardador de pega, já que a moagem do clínquer deixa o material altamente higroscópico, ou seja, ávido pela absorção de moléculas de água causando o seu endurecimento, sendo este um atributo do aglomerante hidráulico. Com esta função, também pode ser adicionado pequeno teor de anidrido sulfúrico ( $\text{SO}_3$ ) e pequena quantidade de óxidos de ferro como fundente para baixar a temperatura na qual as matérias finas se combinam. No concreto preparado com CP, existe a opção pelo uso de aditivos e adições para se obter características específicas.

Os aditivos e adições são definidos como “materiais que não sejam agregados, cimento e água, e que são adicionados à dosagem do concreto imediatamente antes ou durante a mistura” (METHA E MONTEIRO, 2008)

Pelo constante interesse em desenvolver elementos que possam promover a melhoria na qualidade dos elementos de concreto, a pseudoboemita é um nanomaterial que tem sido objeto de pesquisas recentes. Macedo (2006), define a pseudoboemita como de um elemento obtido pelo processo sol-gel partindo de nitrato de alumínio como precursor, podendo ser utilizada para a obtenção de Alumina, fornecendo suas estruturas polimórficas (gama-alumina, delta-alumina, teta-alumina e alfa-alumina).

A Figura 1 mostra um comparativo entre dimensões de partículas desde  $10^{-1}$  nm até  $10^9$  nm.

**Figura 1:** A escala nanométrica



Fonte: <https://betaeq.com.br/index.php/2015/09/29/a-origem-da-nanotecnologia-e-suas-varias-aplicacoes/>

Verificando os constituintes do clínquer, pode-se inferir que a alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) também aparece no cimento Portland com grande evidência. Tal compatibilidade foi relevante no estudo e caracterização do presente estudo. A síntese de nanopartículas com morfologia controlada tem sido objeto de crescente interesse na engenharia de materiais.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

O objetivo desse trabalho foi realizar a síntese de Pseudoboemita pelo processo sol-gel obtida pela reação química de Nitrato de Alumínio com Hidróxido de Amônio, estudando a alteração nas propriedades do concreto produzido com cimento Portland com este nanomaterial, na forma de adição e a comparação com um concreto produzido sem a adição.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

Avaliar a influência da adição de diferentes teores de Pseudoboemita ao cimento Portland, em comparação com um concreto obtido com o mesmo traço sem a adição. Foram avaliadas as propriedades no estado fresco (*slump*, obtido pelo teste de abatimento e calor de hidratação através da medida da temperatura) e a resistência à compressão nas seguintes idades: 7, 14, 21 e 28 dias.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

Pela capacidade de conferirem consideráveis vantagens físicas e econômicas ao concreto, os aditivos têm uso crescente, cujos benefícios incluem sua utilização em situações em que antes havia dificuldades consideráveis ou até mesmo insuperáveis, possibilitando também uma vasta variedade de componentes que podem conferir ganho de qualidade no concreto (NEVILLE, 2016). Estudando a composição química básica do clínquer, há de se notar a relevância da Alumina, conforme enumera Petrucci (1998) quando explica suas propriedades evidenciando que tal elemento é proveniente da argila e seu teor varia de 3 a 8 % em massa, acrescentando também que o composto formado pela combinação desse óxido com a cal acelera a pega do aglomerante e reduz sua resistência aos sulfatos, razão pela qual a quantidade presente deve ser pequena. Por outro lado, agindo a Alumina como um fundente, facilita com as temperaturas correntes na indústria, o desenvolvimento das reações que possibilitam a formação do clínquer.

Há, entretanto, necessidade de se diferenciar aditivo de adição. O aditivo é utilizado em teor máximo de 5,0 % calculado em relação à massa de cimento e as adições minerais são assim denominadas quando os teores ultrapassam o teor de 5,0 %.

A maioria dos materiais cerâmicos são constituídos quimicamente por uma mistura de elementos metálicos (ou semi-metálicos) e de elementos não metálicos em proporções adequadas, com ligações interatômicas predominantemente iônicas com algum caráter covalente ou totalmente iônicas.

Os produtos cerâmicos podem ser divididos em Cerâmica Tradicional e Cerâmica avançada ou fina. Os produtos de cerâmica tradicional são produzidos a partir de matéria prima natural (argilas, quartzo, filito, feldspatos, entre outros) (SANTOS, 1992) enquanto que os produtos de cerâmica avançada ou fina geralmente são produzidos a partir de matérias-primas sintéticas (RICHERSON, 1992).

A pseudoboemita é um nanomaterial sintético de elevada pureza produzido pelo processo sol-gel com aplicação promissora como reforço em compósitos poliméricos entre outros. Suas propriedades de nanocompósito podem ser superiores aos da alumina formada na produção do clínquer.

### 1.3 METODOLOGIA

Este trabalho foi desenvolvido por meio de estudo e análise da literatura disponível e ensaios práticos, consistindo em obtenção de Pseudoboemita pelo processo sol-gel, elaboração de traço de concreto com e sem o aditivo, moldagem de corpos-de-prova, avaliação das propriedades básicas do concreto fresco (temperatura e slump test), cura dos corpos-de-prova obtidos e testes de resistência à compressão após 7, 14, 21 e 28 dias.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CIMENTO PORTLAND

Cimento hidráulico é, por definição, um material que endurece pela ação da água. O Cimento Portland consiste em uma mistura de calcário, argila, alumina e materiais contendo óxido de ferro, queimada à temperatura de clinquerização e posteriormente moída (NEVILLE e BROOKS, 2013). Durante a queima da mistura, é atingido um equilíbrio químico, no qual são formados os principais constituintes do cimento. É comum no meio técnico a abreviação dos nomes dos constituintes, como descrito no Quadro 1, representando os óxidos por letra do alfabeto:

**Quadro 1:** Constituintes do cimento: composição e abreviação.

CONSTITUINTE	COMPOSIÇÃO	ABREVIÇÃO
Silicato dicálcico	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	$\text{C}_2\text{S}$
Silicato tricálcico	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	$\text{C}_3\text{S}$
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{C}_3\text{A}$
Ferroaluminato tetracálcico	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{C}_4\text{AF}$

Fonte: adaptado de Neville e Brooks (2013).

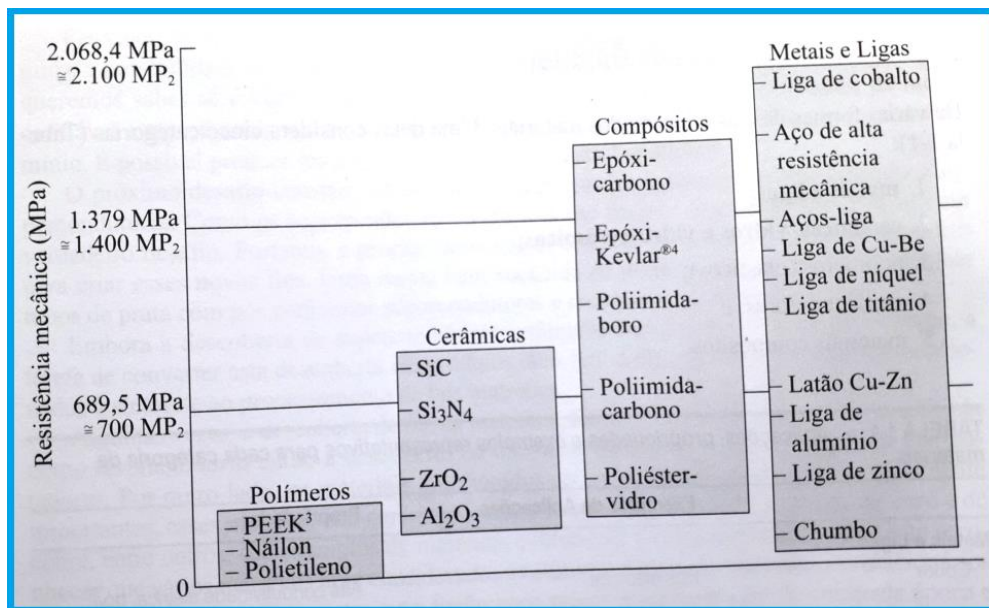
Os constituintes básicos do Cimento Portland, doravante referido com a sigla CP, segundo Bauer (1987) são: Cal ( $\text{CaO}$ ), Sílica ( $\text{SiO}_2$ ), Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), Óxido de Ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e certa proporção de Magnésia ( $\text{MgO}$ ) e constituintes menores como impurezas: Óxido de Potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), Óxido de Titânio ( $\text{TiO}_2$ ) e outras substâncias de menor importância. A combinação de tais elementos, após o processamento, conduz à formação dos seguintes compostos, conforme o Quadro 1: Silicato tricálcico ( $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ), Silicato dicálcico ( $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ), Aluminato tricálcico ( $3 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ) e Ferro aluminato tetracálcico ( $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Para facilitar o estudo, a alusão a esses elementos é realizada de forma simplificada, as quais serão referidas no presente trabalho, respectivamente como:  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $\text{C}_3\text{A}$  e  $\text{C}_4\text{AF}$ .



Cabe acrescentar que a sequência ora apresentada é decrescente em termos de tendência da maior até a menor incidência nesta matéria-prima objeto deste estudo.

A resistência mecânica do concreto é semelhante a das cerâmicas, visto que o concreto é um material cerâmico. Conforme a Figura 2 esta resistência é maior que a dos polímeros e menor que a dos metais e compósitos.

**Figura 2:** Resistências representativas de várias categorias de materiais.



Fonte: Askeland, Donald R. (2008)

O cimento é comercializado em sacos de 50 kg obedecendo normas que estabelecem as informações que deverão conter na embalagem conforme Figura 3.

**Figura 3 :** Esquema das embalagens de cimento comercializados.



Fonte: Execução de formas / (SENAI 2016)

O CP tem o status de ligante universal da construção civil. Sua reação química exotérmica com a água faz com que aglomere, ou seja, cole os agregados entre si de uma forma relativamente econômica. Basicamente, o CP é usado na solidificação do concreto armado, argamassa de fixação e de revestimentos, além de elementos mais nobres, como concreto protendido e edificações em concreto aparente. Segundo Bauer (1987), “é o produto obtido pela pulverização de clínquer constituído essencialmente de silicatos hidratados de cálcio [...] e adição de certas propriedades que *modificam suas propriedades e facilitam seu emprego*.” [grifo nosso]. Outras adições comuns ao CP são: escória de alto forno, pozolana e materiais carbonáticos. O Quadro 2 apresenta a nomenclatura dos diferentes tipos de cimento e a composição dos mesmos.

**Quadro 2:** Tipos de CP compostos.

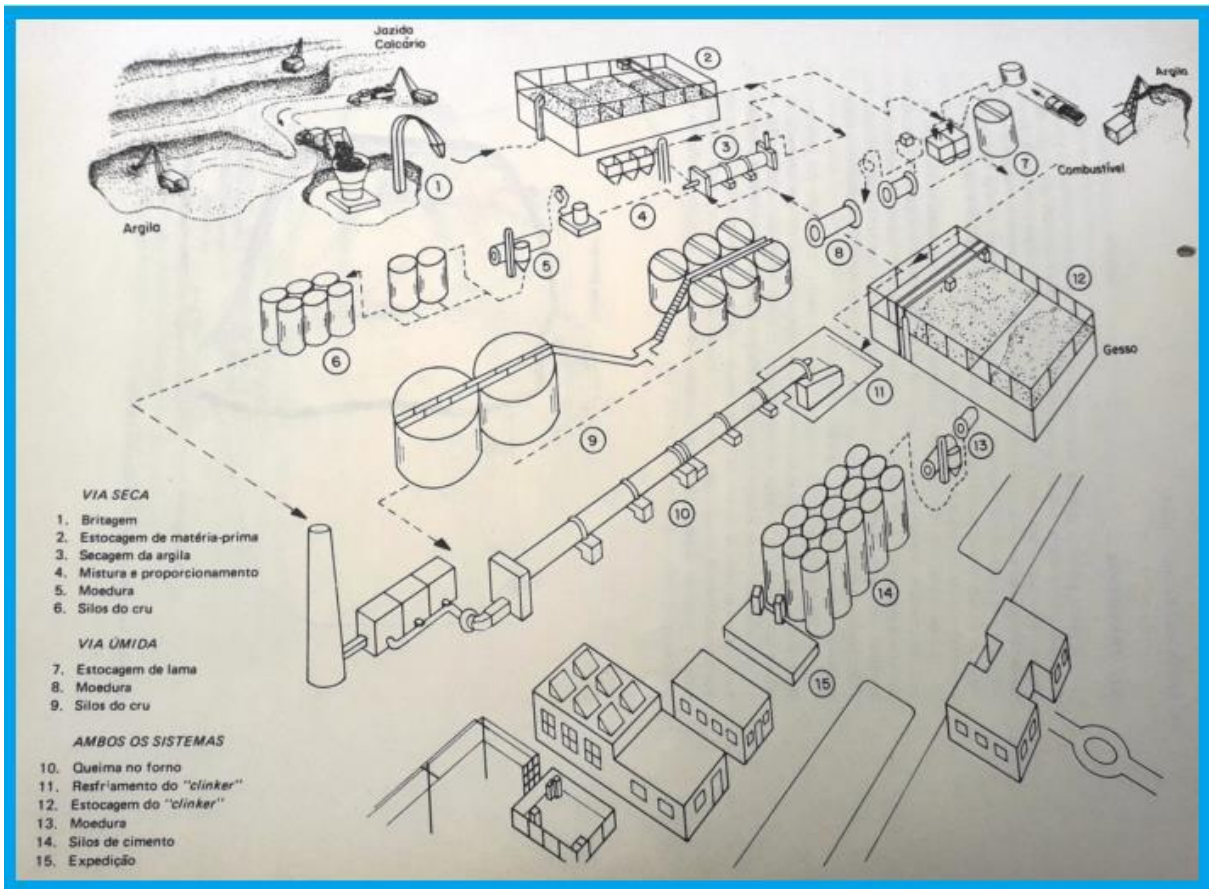
Cimento *portland* composto (EB-2138/NBR 11578)

Sigla	Designação	Classe
CP II-E	Cimento <i>portland</i> com escória	25, 32 e 40
CP II-Z	Cimento <i>portland</i> com pozolana	25, 32 e 40
CP II-F	Cimento <i>portland</i> com filer	25, 32 e 40

Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016).

As matérias-primas são preparadas de forma que haja a opção do processamento que pode ser realizado por dois métodos distintos: por via seca (pó) ou via úmida (pasta), método pelo qual é gerado menor volume de poeira e a empresa economiza na instalação de aparelhagem cara para melhoria da atmosfera interna, com a desvantagem de obter um produto final com menor homogeneidade. A moagem é realizada em duas fases: uma preliminar e outra de acabamento. O esquema das instalações de uma fábrica de cimento são apresentadas na Figura 4.

**Figura 4** : Esquema de fabricação de cimento.



Fonte: (BAUER, 1980).

Segundo Petrucci (1987), para se produzir uma tonelada de clínquer são necessários volumes 50 a 80% maiores de materiais-primas. Pode-se inferir também que as adições podem ter relevância como fator econômico no CP. O mercado cada vez mais exigente em termos de sua resistência à compressão, sendo oferecidos os de 25, 32 e 40 MPa.

Com relação à exigência dos consumidores, há de se estranhar que as patologias surgem em idades mais recentes de concreto após sua cura. São diversas as nomenclaturas dessa problemática que tanto abrevia a vida útil dos elementos, geralmente resultantes da umidade. Verçosa (1983) enumera algumas delas: goteiras, manchas, mofo, apodrecimento, ferrugem, eflorescências, criptoflorescências, gelividade, entre outras.

Entre os diversos tipos de CP, o CP-I é o produto sem nenhuma adição, a não ser as obrigatórias com relevância à temperatura de fusão dos elementos finos do processo e ao tempo de pega, já enumerados anteriormente. Dentre tantos CP aditivados, este está praticamente fora de comercialização.

## 2.2 CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND

O cimento é o material de construção mais usado na sociedade moderna. A nanotecnologia do cimento e seu produtos passam a ser importantes objetos de estudo acadêmico. Segundo Gleiza (2007) “O consumo de cimento no Brasil é de aproximadamente 40 milhões de toneladas/ano” (dados referentes ao mesmo ano).

O concreto é composto de cimento agregado miúdo e agregado graúdo ou brita. A Figura 5 apresenta uma comparação entre agregado miúdo e graúdo.

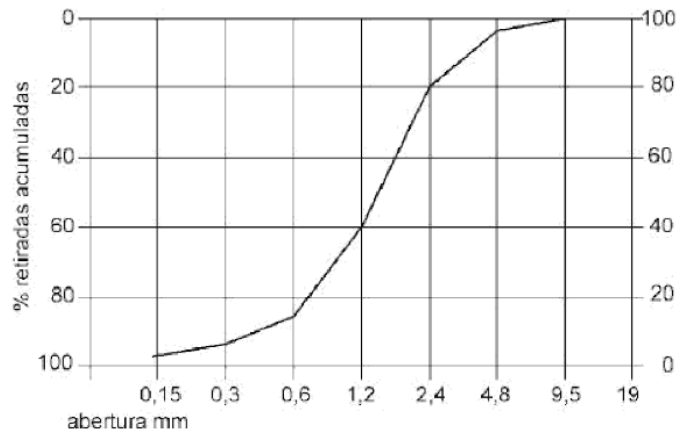
**Figura 5** : Agregado graúdo e Agregado miúdo para composição do concreto de CP.



Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016)

Os agregados são classificados conforme a distribuição granulométrica das partículas. Para ser classificado como agregado graúdo, as partículas devem ser maiores do que 4,8 mm e ficam retidas na peneira nº 4 e o agregado miúdo fica retido nas peneiras menores do que 4,8 mm. A partir das porcentagens retidas acumuladas são traçadas curvas como apresentado no Gráfico 1

**Gráfico 1** : Curva granulométrica dos agregados no CP



Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016).

Os quadros 3 e 4 apresentam sequências das porcentagens de massa retidas acumuladas dos agregados para concreto e classificação de acordo com a peneira nas séries normal e intermediária respectivamente:

**Quadro 3:** Classificação dos agregados em função das porcentagens retidas acumuladas (peneiras da série normal).

Peneira	Porcentagens retiradas acumuladas				
	Classificação				
	0	1	2	3	4
76	-	-	-	-	0
63	-	-	-	-	0-30
50	-	-	-	0	75-100
38	-	-	-	0-30	90-100
32	-	-	0	75-100	95-100
25	-	0	0-25	87-100	-
19	-	0-10	75-100	9-100	-
12,5	0	-	90-100	-	-
9,5	0-10	80-100	95-100	-	-
6,3	-	92-100	-	-	-
4,8	80-100	95-100	-	-	-
2,4	95-100	-	-	-	-

Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016).

**Quadro 4:** Classificação dos agregados em função das porcentagens retidas acumuladas (peneiras série intermediária).

Peneira	Porcentagens retiradas acumuladas			
	Classificação			
	1	2	3	4
9,5	0	0	0	0
6,3	0-3	0-7	0-7	0-7
4,8	0-5*	0-10	0-11	0-12
2,4	0-5*	0-15*	0-25*	5-40*
1,2	0-10*	0-25*	10-45	30-70
0,6	0-20	21-40	41-65	66-85
0,3	50-85	60-88*	70-92*	80-95*
0,15	85-100	90*-100	90*-100	90*-100

\*Granulometrias mais finas ou grãos menores consomem mais cimento.

Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016).

Concretos, argamassas e derivados, com o emprego das nanoestruturas complexas na sua principal matéria-prima, o cimento e seus hidratos, passam a ser importantes objetos de investigação, manipulação e controle de suas propriedades. O controle da sua microestrutura, permitirá produzir materiais com resistência e durabilidade superiores.

Sobre a nanoescala, Gleize (2007) evidencia que:

A nanotecnologia é a engenharia dos materiais e das estruturas com tamanho variando de 1 a 100 nanômetros ( $10^{-9}$  a  $10^{-7}$  m). Para termos de comparação, um nanômetro representa quatro átomos de Silício colocados um ao lado do outro e o diâmetro de um fio de cabelo humano mede 30.000 nanômetros. A nanotecnologia explora as propriedades e os fenômenos que ocorrem na nanoescala [...]. A nanociência/nanotecnologia é intrinsecamente multidisciplinar, e sua aplicação abrange todas as áreas de ciência com interações fortes e múltiplas entre elas (química, física, ciências da vida, materiais e várias engenharias).

Para a moldagem dos corpos-de-prova pequenos não são admitidos agregados graúdos de dimensões superiores às do pedrisco. Essas formas são utilizados para moldagem corpos-de-prova para teste em argamassas, ou seja, mistura de concreto com agregado miúdo e ausência de agregado graúdo. Apesar de serem considerados graúdos os pedricos, sua dimensão máxima não interfere na moldagem dos corpos-de-prova.

### 2.3 PSEUDOBOEMITA OBTIDA PELO PROCESSO SOL-GEL

Vidros e cerâmicas podem ser obtidos a partir de precursores moleculares e da formação de uma rede de óxidos via reações de polimerização inorgânica (LIVAGE, 1988). Esta metodologia de preparação, que desde a década de 1970 tem atraído muito interesse por parte da indústria, é conhecida como processo sol-gel. Ele envolve a formação de uma suspensão de partículas muito finas de tamanho coloidal dispersas num líquido (sol), e sua transformação numa rede contínua (gel) sendo o processo realizado a baixas temperaturas, e sob condições apropriadas, dando origem a um gel úmido, que após etapas de envelhecimento, secagem e sinterização, forma um produto final sólido (RING, 1996). A química do processo sol-gel é baseada na hidrólise e posterior condensação de precursores moleculares isto é soluções de um composto metálico que se transforma numa massa sólida. As reações de hidrólise seguidas de condensação das espécies hidratadas formam uma rede de partículas coloidais ou cadeias poliméricas lineares. A polimerização restringe a difusão química e a segregação (REED, 1995). A pseudoboemita pode ser obtida pelo processo sol-gel.

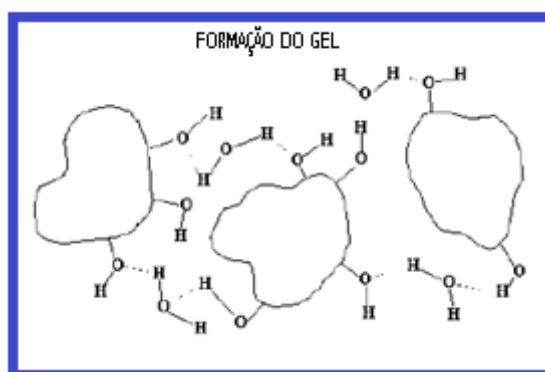
Os precursores geralmente utilizados são soluções aquosas de alcóxidos ou sais inorgânicos dissolvidos em solventes orgânicos. Os precursores mais versáteis são os

alcóxidos metálicos, pois reagem facilmente com a água. Os alcóxidos são do tipo  $M(OR)_n$  ( $R =$  metil, etil, propil, ipropil, butil, t-butil, entre outros) com  $n = 1-6$ . A hidrólise de um alcóxido é a reação deste com água, oriunda de uma adição nucleofílica da molécula de água ao átomo do metal ( $M$ ), gerando um grupo hidroxil ( $-OH$ ) em substituição ao grupo alcóxido. A condensação em várias etapas das espécies  $M-OH$ , leva à formação de ligações  $-M-O-M-$ , que resulta em uma rede  $(MO)_n$ . Dentre os alcóxidos, os mais usados são os alcóxidos de silício como o tetrametoxisilano (TMOS) e o tetraoxisilano (TEOS). Aluminatos, titanatos e boratos também podem ser usados como precursores sozinhos ou em mistura com o tetraoxisilano.

O gel coloidal é formado essencialmente por partículas coloidais anídras mantidas unidas entre si por meio de forças intermoleculares atrativas - forças de Van Der Waals formando uma rede com poros. Cada partícula mantém sua estrutura original mesmo sendo parte integrante da rede. Este tipo de gel é também conhecido por aquogel, pois seus poros contêm um líquido aquoso (RAHAMAN, 1995). Quanto ao tamanho, os poros do gel coloidal são bem maiores que os poros formados no gel polimérico. A presença de poros grandes tem certa vantagem, pois durante a saída da água, a tensão capilar desenvolvida é mais baixa resultando numa menor contração. Também, durante o processo de secagem, esta tensão capilar mais baixa aliada a um aumento da permeabilidade torna o gel menos suscetível a trincas. A Figura 6 apresenta a formação de um gel segundo Envschem (2008), a qual é dependente da carga da superfície da cerâmica e do pH de sua solução.

A estrutura seca tem uma alta porosidade (da ordem de  $\approx 70$  a  $80\%$  em volume) e os poros têm um tamanho médio 1 a cinco vezes maior que o das partículas coloidais.

**Figura 6:** A formação do gel.

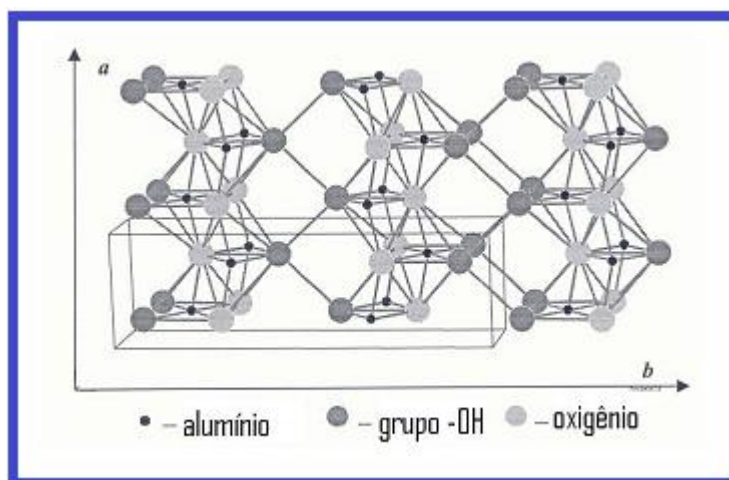


Fonte: Envschem (2008).

No processo sol-gel é possível a obtenção de óxidos de metais com uma considerável homogeneidade em escala atômica (RIBEIRO, 1999). A Boemita possui a mesma estrutura da lepidocrocita ( $\gamma$ -FeO-OH). Sua estrutura é constituída de duas camadas de octaedros de oxigênio preenchidas parcialmente com cátions de alumínio, sendo ortorrômbica ( $a=0,36936\text{nm}$ ,  $b=1,2214\text{nm}$ ,  $c=0,28679\text{nm}$ ). A diferença entre boemita e pseudoboemita é que na pseudoboemita a célula unitária é levemente maior que a boemita. Este fato seria devido à incorporação de água na estrutura cristalina (THEO KLOPROGGE, 2006).

A Figura 7 apresenta a estrutura da pseudoboemita (MOROZ, 2006). Para determinação da composição da superfície de materiais sólidos a técnica de *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) é muito utilizada. Pela técnica de XPS pode ser feita a distinção entre boemita e pseudoboemita baseado na razão levemente maior de oxigênio/hidroxila e na maior quantidade de água presente na estrutura da pseudoboemita (THEO KLOPROGGE, 2006).

**Figura 7:** Estrutura da pseudoboemita.



Fonte: MOROZ et al, 2006 (adaptado)

A obtenção da  $\gamma$ -alumina a partir de pseudoboemita é possível pela calcinação da mesma. Aluminas ativadas possuem uma área superficial elevada, por exemplo,  $250\text{-}400\text{ m}^2/\text{g}$  e uma estrutura de poro e superfície química muito adequada para serem utilizadas em catálise e adsorção (ALMEIDA FILHO, 1999). Trabalhos da literatura também relatam a utilização de pseudoboemitas na produção de catalisadores (KRUEGER E MALDONADO, 2017; CORDERO-LANZAC et al, 2018) e sua utilização na produção de gamma-alumina (ASADI et al, 2017). Pseudoboemita também possui aplicações em adsorção e a modificação

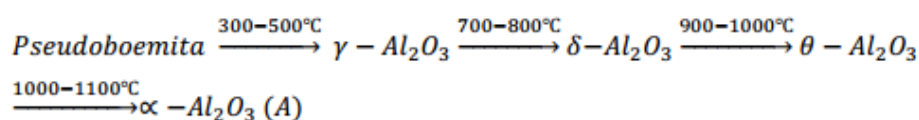


de pseudoboemitas com íons alcalinos aumenta a capacidade de adsorção de vapor d'água (ZOTOV et al, 2018), também tendo observado que a capacidade de adsorção de vapor d'água em pseudoboemitas modificadas com íons alcalinos aumentou em 40%. Outras utilizações na literatura incluem pseudoboemitas sintetizadas pelo processo sol-gel na obtenção de superfícies superhidrofóbicas (NBELAYIM et al, 2017), a utilização de pseudoboemita como uma fase precursora para produção de aluminado de gadolínio e a utilização de pseudoboemita como matriz para produção de zeólita Y utilizada no craqueamento de petróleo (SEYTENOV et al, 2017).

Vieira Coelho (2008) utilizando solução aquosa de ácido acético e pó de alumínio para obtenção de alumina fibrilar obteve  $\gamma$ -alumina com área específica entre  $497\text{m}^2/\text{g}$  a  $179\text{m}^2/\text{g}$ . Em catálise a alumina ativada é utilizada na recuperação de enxofre de  $\text{H}_2\text{S}$  no gás natural ou de refinaria nos conversores Claus, na desidratação de álcoois e como suporte de catalisadores nos conversores catalíticos dos escapamentos de veículos automotores. O envelhecimento das pseudoboemitas confere propriedades importantes para as mesmas.

Os resultados de área específica obtidos pelo método de BET mostram que para as amostras não envelhecidas a área específica é de  $325,2\text{ m}^2/\text{g}$  aumentando para  $377,6\text{m}^2/\text{g}$  nas amostras envelhecidas durante 4 horas (MARTENS, 2002). Teoh e outros (TEOH, 2007), trabalhando com pseudoboemitas sintetizadas a partir de i-propóxido de alumínio e água em meio alcoólico, observou que o envelhecimento a temperatura ambiente,  $50$ ,  $100$  e  $150^\circ\text{C}$  não influencia muito a morfologia das fibras. Entretanto, com o aumento da temperatura ocorrem mudanças nas propriedades físicas como a redução da área específica de  $340\text{m}^2/\text{g}$  para  $248\text{m}^2/\text{g}$  e aumento do diâmetro dos poros de  $12$  para  $18,4\text{ nm}$  (TEOH, 2007). Utilizando análise termogravimétrica, observa-se que a perda de massa associada com a perda de água diminui linearmente com o aumento do tamanho dos cristalitos. Observa-se experimentalmente que a razão água/alumina varia de  $2,38\text{H}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3$  para as amostras não envelhecidas até  $2,04\text{H}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3$  para as amostras envelhecidas por 4 horas (MARTENS, 2002). Com o aumento da temperatura as diferentes fases da alumina são formadas (SANTOS, 2000; WEFERS, 1972, MUNHOZ JR. et al, 2018) (Eq. 1).

**Equação 1:** Diferentes fases das aluminas formadas com o aumento de temperatura.



Martens e outros pesquisadores (MARTENS, 2002) trabalhando com alcóxido de alumínio estudaram a cinética de peptização da pseudoboemita. No estudo do envelhecimento da pseudoboemita, pela técnica de difração de raios X avaliou-se a presença de pseudoboemita utilizando a primeira reflexão no difratograma (020) observada para  $2\theta=13^\circ$ . A largura do pico à meia altura para a primeira reflexão observada no difratograma de raios X da pseudoboemita diminui com o aumento do tempo de envelhecimento. A temperatura de transformação de fase da pseudoboemita em corundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) se reduz de aproximadamente  $30^\circ\text{C}$  quando é adicionado  $\text{Fe}^{3+}$  ou corundum, como germens de cristalização, ao sol de pseudoboemita. As partículas pequenas de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (~ 20 nm) atuam como centros de nucleação ativos enquanto que grãos maiores (200-400 nm) são menos eficazes (NOFZ, 2005). As transformações de fase de fibrilas de pseudoboemita em função da temperatura e a morfologia das fibrilas foram exaustivamente estudadas por SANTOS e colaboradores (SANTOS et al, 2002).

## 2.4 LIOFILIZAÇÃO

A liofilização (criodesidratação ou criosecagem) consiste em um processo industrial de secagem por congelamento e sublimação do gelo sob vácuo, utilizada para converter soluções de materiais lábeis em sólidos com grau de umidade suficientemente baixo para distribuição e estocagem (FRANKS, 1998). Soluções de materiais lábeis são compostos químicos pouco estáveis, notadamente ao calor, para as quais a liofilização é vantajosa, como certas proteínas, as vitaminas, antibióticos, anticoagulantes, bactérias, enzimas, hormônios e frações de sangue, (AYROSA, 2011). O primeiro processo de liofilização foi o vírus da raiva em 1911. Em alimentos, a liofilização foi impulsionada durante a Segunda Guerra mundial, quando, a partir dos fundamentos adquiridos em pesquisas durante o programa Apollo da NASA, incipientes pesquisas foram realizadas.

Trata-se de um processo diferenciado de desidratação, ocorrendo em condições especiais de pressão e temperatura, no qual a água previamente congelada (estado sólido) passa diretamente ao estado gasoso (vapor d'água), ocorrendo sem que o gelo passe pelo estado líquido, ou seja, a mudança de estado físico ocorre por sublimação (GARCIA-FUENTES, 2009).

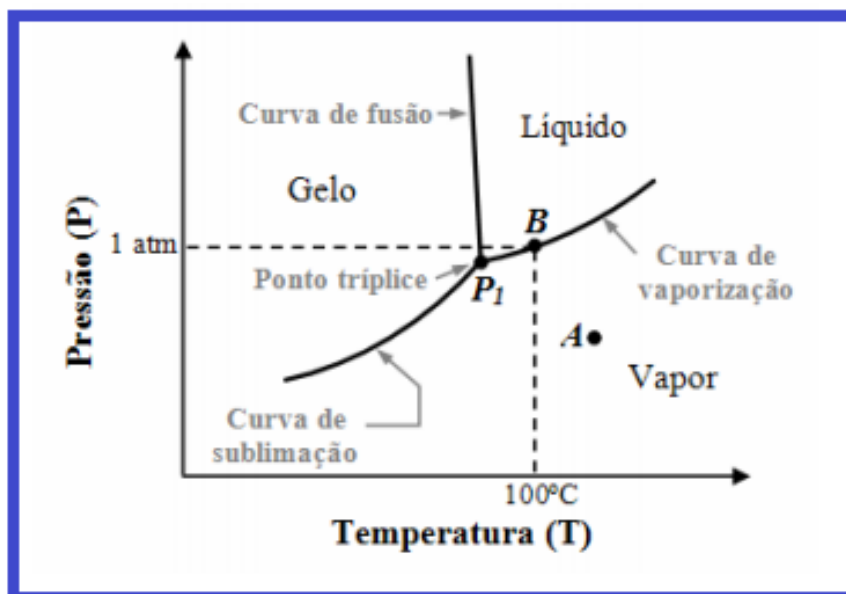
Na definição, o solvente (geralmente água) é reduzido, primeiro por sublimação e posteriormente por dessorção, para valores tais que impeçam atividade biológica e reações

químicas; e passam pelos processos de congelamento inicial, secagem primária e depois secundária. De acordo com Baruffaldi e Oliveira (1998) o termo “liófilo” significa amigo do solvente, o que define com fidelidade as características dos produtos liofilizados: altamente higroscópicos e de fácil dissolução na água. Ao se congelar uma solução, a água transforma-se em gelo num grau variado, porém de alta pureza. Logo, os constituintes não aquosos são concentrados em uma pequena quantidade de água. Como resultado do congelamento, pode ocorrer a formação de misturas eutéticas (temperatura de fusão dos componentes da mistura se torna a mesma e não ocorre modificações na composição) ou precipitados amorfos, ainda pode acontecer a desidratação do material insolúvel, assim como a coalescência de gotas de líquidos imiscíveis. (BARUFFALDI; OLIVEIRA, 1998).

O calor e a pressão atmosférica precisam estar em um determinado intervalo e esses são os fatores que determinam em qual fase (sólido, líquido ou gás) uma substância permanecerá. De acordo com o Gráfico 2, ao nível do mar onde a pressão é de 1 atmosfera (atm), a água é um líquido se a temperatura estiver entre o ponto de congelamento ( $0^{\circ}\text{C}$ ) e o ponto de ebulição ( $100^{\circ}\text{C}$ ). Entretanto, abaixo de  $0^{\circ}\text{C}$ , sob pressão muito reduzida, a água estará na forma de vapor.

Os liofilizadores (fotografia 2) constituem-se basicamente pelos elementos: câmara de vácuo, fonte de calor, condensador e bomba de vácuo.

**Gráfico 2:** Fases da água.



Fonte: <https://jorgeteofilos.files.wordpress.com/2011/03/mcm-apostila-capitulo02.pdf>

**Fotografia 2:** Liofilizador de bancada.



Fonte: Acervo do autor.

A câmara de vácuo (onde a matéria-prima produto fica contida) tem por objetivo diminuir a pressão, para que não ocorra fusão do gelo, esta pode ser de forma retangular, que permite o aproveitamento do espaço inteiro mais facilmente, ou pode ser cilíndrica, que apresenta uma maior resistência à pressão.

O diagrama mostrado no Gráfico 2 apresenta o ponto de equilíbrio da água onde as coordenadas são temperatura e pressão constante de 1 atm e as fases nas quais a água pura pode existir e também o efeito de qualquer alteração dessas duas variáveis termodinâmicas na estabilidade de uma determinada fase. Assim, a curva de sublimação indica que, na pressão de 1 atm, o gelo sólido pode vaporizar sem passar pela fase líquida. Este é o princípio da sublimação, que traz fundamentação física para a liofilização de um produto.

Uma grande vantagem do produto liofilizado é a facilidade no transporte, devido à leveza e por não necessitarem de refrigeração, acarretando um menor custo no transporte, o que chamou a atenção de missões espaciais, onde alimentos desidratados são usados nas refeições de astronautas e o espaço limitado dentro das naves espaciais obteve deste processamento uma solução e por sua estrutura inalterada, facilidade de dissolver e reidratar. No presente trabalho, a opção pela pseudoboemita liofilizada levou em conta tais fatores, pois sendo o cimento comercializado em larga escala em embalagem de 50 kg, a viabilidade de adição do nanomaterial em valores próximos a 5% em massa teria que levar em conta um produto cujo valor do transporte não encareça significativamente o valor do cimento.

A liofilização não é uma técnica simples que pode ser aplicada a qualquer produto que requer secagem. Além disso, muitas considerações tratam o processo como uma arte e não como ciência (AYROSA, 2011). Há de se considerar as particularidades de cada produto e tratar o ciclo de liofilização como único, o que torna o processo de liofilização uma operação unitária instigante.

Na secagem primária, ocorre a maior retirada do conteúdo de água, sendo removida por sublimação (vácuo e calor). Parte significativa do calor latente de sublimação é consumida quando as moléculas passam do estado sólido ao gasoso, devido a este fenômeno, a temperatura do alimento congelado decresce. O adicional de calor é então fornecido por condução, convecção ou radiação. O final desta fase pode ser constatado pela elevação da temperatura do produto (valor próximo ao do ambiente) ou pela observação do desaparecimento da interface entre as camadas seca congelada.

A desidratação secundária, chamada de dessorção, ocorre depois que todo gelo já foi eliminado, mas o produto continua retendo certa quantidade de água líquida e para obtenção de um produto estável o conteúdo de umidade deve ser reduzido a cerca de 2 a 8 %

em massa, fração correspondente à água fortemente ligada, sendo realizado por evaporação ou dessoração, onde o produto parcialmente seco permanece no liofilizador sendo mantido o vácuo, por cerca de 2 a 6 horas e aquecido até sua temperatura se igualar a da placa (20 a 60 °C). Ocorre assim a evaporação de grande parte da água residual. Dado o elevado custo da liofilização essa etapa final pode também ser realizada por outro método de secagem.

## 2.5 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DA PSEUDOBOEMITA

### 2.5.1 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma medida que permite visualmente analisar a distribuição espacial dos particulados e, portanto, auxilia na análise das partículas sintetizadas, contribuindo com análise de sua uniformidade de distribuição e homogeneidade dos cristais inorgânicos dos materiais cerâmicos. A MEV fornece informações sobre o diâmetro dos materiais particulados e sobre a reprodutibilidade das condições de síntese, permitindo assim ajustar e aperfeiçoar estes procedimentos. A MEV foi realizada no aparelho Jeol JSM9510. O equipamento possui detector de elétrons secundários e detector EDS.

### 2.5.2 Difração de raios X

A técnica de Difração de raios X poderá fornecer informações qualitativas e quantitativas importantes sobre a estrutura obtida da pseudoboemita. A técnica de Difração de raios X vem ganhando muito espaço na caracterização de nanomateriais. Na “10th European Powder Diffraction Conference”, o maior evento mundial dedicado à área de difração de raios X e Cristalografia realizado em 2006, um workshop intitulado “Nano-materials and Powder Diffraction” tratou da utilização da técnica de Difração de raios X no estudo de nanomateriais.

### 2.5.3 Análise Termogravimétrica (TG)

A termogravimetria ou análise termogravimétrica baseia-se no estudo da variação de massa de uma amostra, resultante de uma transformação física (absorção, sublimação, evaporação, condensação) ou química (degradação, decomposição, oxidação) em função do

tempo ou da temperatura quando a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura.

A estabilidade térmica é definida como a capacidade da substância em manter suas propriedades, durante o processamento térmico, o mais próximo possível de suas características iniciais. A estabilidade térmica necessita de ser em termos do ambiente imposto ao material e das funções que ele deve suportar. Assim como em qualquer técnica experimental, existe na TG uma grande variedade de aspectos que afetam a natureza, precisão e acurácia nos resultados experimentais, tais como: atmosfera do forno (dependendo do tipo de reação e subprodutos que se formam, utilização de atmosfera inerte ou não), composição do conteúdo da amostra, geometria do forno e do amostrador, razões de aquecimento, área específica da amostra analisada, sensibilidade do equipamento, natureza da amostra, quantidade da amostra, solubilidade de gás desprendido na amostra, entre outros.

#### **2.5.4 Análise Térmica Diferencial (DTA)**

Uma técnica extremamente importante para estudo de materiais cerâmicos é a Análise Térmica Diferencial. Trata-se de uma técnica que permite comparar a temperatura de uma amostra e uma referência (material termicamente inerte que não apresenta transformações ou mudança de fase com o aumento da temperatura do experimento) por meio de um aquecimento ou resfriamento linear em um forno. Termopares inseridos em cada haste (que sustenta a amostra e a referência) medem a diferença de temperatura entre a amostra e a referência quando a temperatura do forno é controlada por um programador de temperatura.

Mudanças de fase da amostra são ocasionadas pelas transições ou reações entálpicas (endotérmica ou exotérmica) devido a mudança de fase, fusão, inversões da estrutura cristalina, sublimação, vaporização, reações de desidratação, oxidação, cristalização, entre outros eventos são observados nas análises térmicas.

A amostra e o material de referência são submetidos à mesma programação controlada de temperatura. A temperatura do forno é gravada como função do tempo. Se a amostra passa por uma mudança de fase, energia é absorvida ou emitida, e a diferença de temperatura entre a amostra e a referência ( $\Delta T$ ) é detectada. Tem-se a curva de DTA como a diferença de temperatura em função da temperatura ou em função do tempo.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os materiais e métodos utilizados neste estudo.

#### 3.1 INSUMOS

Para a elaboração do traço de Concreto foram utilizados : Cimento CII – E 32, areia grossa e brita media. A Figura 8 apresenta um esquema com os componentes do concreto.

**Figura 8:** Componentes do Concreto.

Concreto é uma mistura feita de água, cimento e agregados diversos.



Fonte: Execução de formas (SENAI, 2016).

#### 3.2 MÉTODO DE OBTENÇÃO DE PSEUDOBOEMITA

O nanomaterial pseudoboemita foi sintetizado em laboratório, tendo como precursor a solução de nitrato de alumínio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), gotejando-se lentamente tal solução em uma solução de hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) dissolvido em água. O pH final da obtenção de pseudoboemita está entre 9 e 10. É muito importante o acompanhamento do pH, para que a faixa de alcalino seja mantida, através da medição constante. Após a precipitação o produto foi filtrado em um funil de Büchner e lavado com água destilada até pH neutro, para a retirada de eventuais resíduos de amônio.

O gel de Pseudoboemita foi sintetizado de acordo com MUNHOZ e colaboradores (2006), utilizando os seguintes teores de reagentes:

Nitrato de Alumínio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) = 1.438,28 g

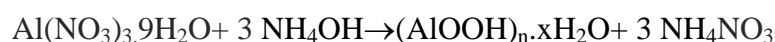
Hidróxido de Amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) = 403,10 mL

Hidróxido de Amônio - por definição é uma base fraca solúvel (ou álcali) que libera hidroxila, cuja fórmula química é  $\text{NH}_4\text{OH}$

Nitrato de Alumínio ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) - Agente oxidante em forma de sal de alumínio utilizado para processamento de couro, em antiperspirantes, inibidores de corrosão, na extração de unânio, refino de petróleo sendo também um agente de nitreção.

A reação química está representada na Equação 2:

**Equação 2:** Reação Química para obtenção de pseudoboemita



Sendo:

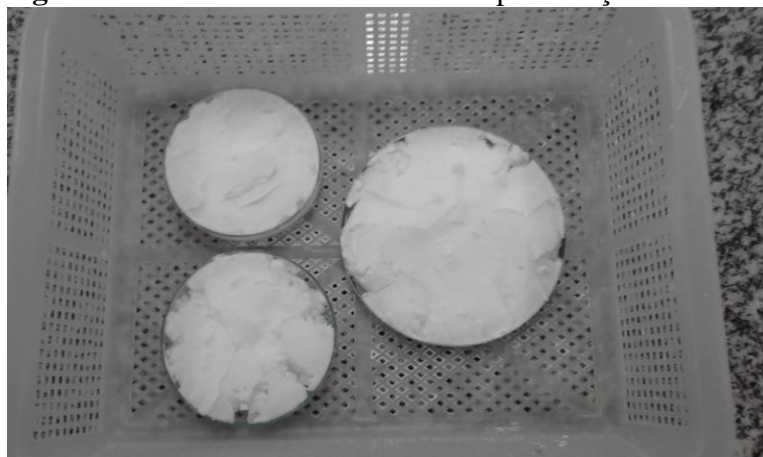
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  = Nitrato de Alumínio

$\text{NH}_4 \text{OH}$  = Hidróxido de Amônio

$(\text{AlOOH})_n \cdot x\text{H}_2\text{O}$  = Pseudoboemita

A liofilização da Pseudoboemita foi realizada para ser utilizada na Adição do Concreto. obtendo assim nanopartículas no estado sólido pulverulento. Foi realizada no liofilizador L101 do fornecedor Terroni que consiste principalmente de três prateleiras dentro de uma câmara, um condensador a  $-45 \pm 5^\circ\text{C}$  e uma bomba de vácuo. A pressão do sistema ficou abaixo de  $150 \cdot 10^{-6} \text{mmHg}$ . O equipamento utilizado na liofilização forneceu boa estabilidade de temperatura no condensador e pressão baixa, requisitos importantes durante o processo (Hatley e Franks, 1991). Além disso, o volume de amostra inserida no recipiente neste estudo não ultrapassou 30% da capacidade do mesmo, sendo também este um parâmetro pré-fixado nos experimentos aqui descritos.

**Fotografia 3:** Pseudoboemita liofilizada para adição no concreto.



Fonte: Acervo do autor.



### 3.3 OBTENÇÃO DO CONCRETO

Os corpos-de-prova foram moldados em 2 etapas. Na primeira etapa foram moldados corpos-de-prova cilíndricos de dimensão 10 cm de  $\varnothing$  x 20 cm de altura para a adição de pseudoboemita na forma de gel. Na segunda, foram moldados corpos-de-prova cilíndricos de dimensão 5 cm de  $\varnothing$  x 10 cm de altura para a adição de pseudoboemita liofilizada.

Existem diversas normas brasileiras referentes às estruturas de concreto armado e seus constituintes, as quais foram consultadas no presente estudo.

A principal delas, a norma NBR 6118 (ABNT, 2003) determina os procedimentos básicos para dimensionamento de estruturas de concreto simples, armado e protendido. Outra Norma consultada de grande interesse é a NBR 7212 (ABNT, 1984) que traz procedimentos para produção de concreto dosado na central, o que inclui as operações de armazenamento dos materiais, dosagem, mistura, transporte, recebimento, controle de qualidade, inspeção, aceitação e rejeição do produto final.

A NBR 5738 (ABNT, 2003) determina os procedimentos para a moldagem e cura dos corpos-de-prova, os quais devem ser cilíndricos, sendo mais comumente utilizados no Brasil, os de 10 cm de diâmetro por 20 cm de altura e os de 15 cm de diâmetro por 30 cm de altura.

O ensaio de resistência à compressão dos corpos-de-prova cilíndricos deve seguir os procedimentos da NBR NM 101 (ABNT, 1996), que define os tratamentos que podem ser empregados no topo dos corpos-de-prova, a velocidade de carregamento e a umidade dos corpos-de-prova

A seleção da dimensão dos agregados no presente trabalho foi rigorosa, pois foram moldados corpos-de-prova de 2 dimensões diferentes:

- 1) Corpos-de-prova maiores de  $\varnothing$  10 cm e altura 20 cm para adição de pseudoboemita na forma de gel; e
- 2) Corpos-de-prova menores de  $\varnothing$  5 cm e altura 10 cm para adição de pseudoboemita liofilizada.

### 3.3.1 Dosagem – traço do concreto

Em qualquer que seja o método de dosagem experimental utilizado, o resultado final é a proporção em massa dos diversos constituintes em relação à massa de cimento. Esta proporção é denominada de traço unitário em massa.

O traço do concreto é representado nesta sequência:

$$1: \text{adição} : a : b : a/c : \text{adt}_{1\%}$$

Sendo:

- 1: unidade de cimento, em massa, por exemplo 50 kg;
- adição : quantidade em massa de adição
- a : quantidade em massa de agregado miúdo (areia) em relação à massa de cimento;
- b : quantidade em massa de agregado graúdo (brita) em relação à massa de cimento;
- a/c : relação entre água e cimento, ou entre água e aglomerantes, em massa;
- adt<sub>1%</sub> : relação entre massa de aditivo e a massa de cimento, em percentual.

Helene (2007) salienta que

O volume de pasta é bem superior aos vazios existentes entre as partículas dos agregados miúdos e graúdos. Portanto, a redução ou o aumento do volume de pasta, com objetivo de variar o abatimento do concreto não implica na falta de pasta para envolver os agregados.

Com o traço unitário em massa de um determinado concreto, pode-se obter qualquer quantidade deste concreto, com as mesmas propriedades, tanto no estado fresco, quanto no endurecido, desde que se mantenham as proporções relativas entre os seus diversos constituintes. É também possível obter os principais parâmetros de dosagem tais como: o consumo de cimento, a relação água/materiais secos e o teor de argamassa seca.

O concreto foi produzido com o traço 1: 2: 3: 0,55. A Fotografia 4 apresenta os insumos utilizados na produção do concreto. Neste caso, para adição de pseudoboemita liofilizada, onde a mistura foi realizada manualmente com espátula.

**Fotografia 4:** Insumos utilizados na produção do concreto.



Fonte: Acervo do autor.

### 3.3.2 Mistura

3.3.2.1 Mistura do concreto para moldagem de corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de  $\varnothing$  x 20 cm de altura para a adição de pseudoboemita na forma de gel

Os componentes do concreto em um misturador rotativo (betoneira) modelo BL 100 da Engemac, até completa homogeneização dos componentes, adicionados na seguinte sequência: agregado graúdo, água, agregado miúdo, cimento e pseudoboemita em forma de gel. A mistura foi realizada conforme a NBR 12821:2009 - Preparação de concreto em laboratório - Procedimentos. A Fotografia 5 mostra a betoneira da marca Fischer modelo Mob 130-G2 na qual foram misturados os componentes do concreto com pseudoboemita na forma gel.

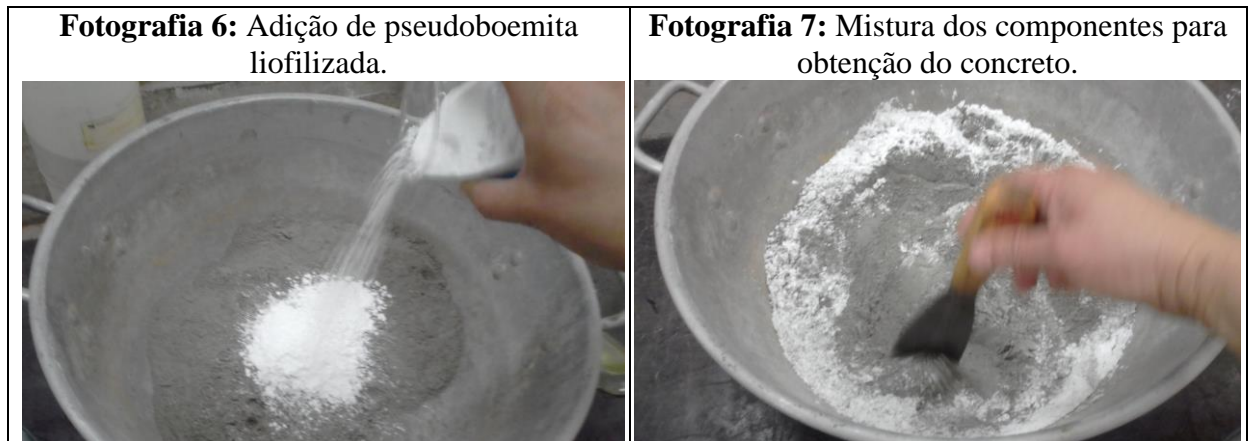
**Fotografia 5:** Betoneira para mistura do concreto.



Fonte: Acervo do autor.

### 3.3.2.2 Mistura do concreto para moldagem de corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de Ø x 10 cm de altura para a adição de pseudoboemita liofilizada

A mistura dos diferentes materiais para os corpos-de-prova pequenos foi realizada manualmente (Fotografias 6 e 7).



Fonte: Acervo do autor.

### 3.3.3 Moldagem dos corpos-de-prova

Os principais corpos-de-prova para ensaios de concreto podem ter as seguintes dimensões:

Cilíndricos:

Ø 5 X 10 [cm] de altura;

Ø 10 X 20 [cm] de altura; e

Ø 15 X 30 [cm] de altura.

Prismático:

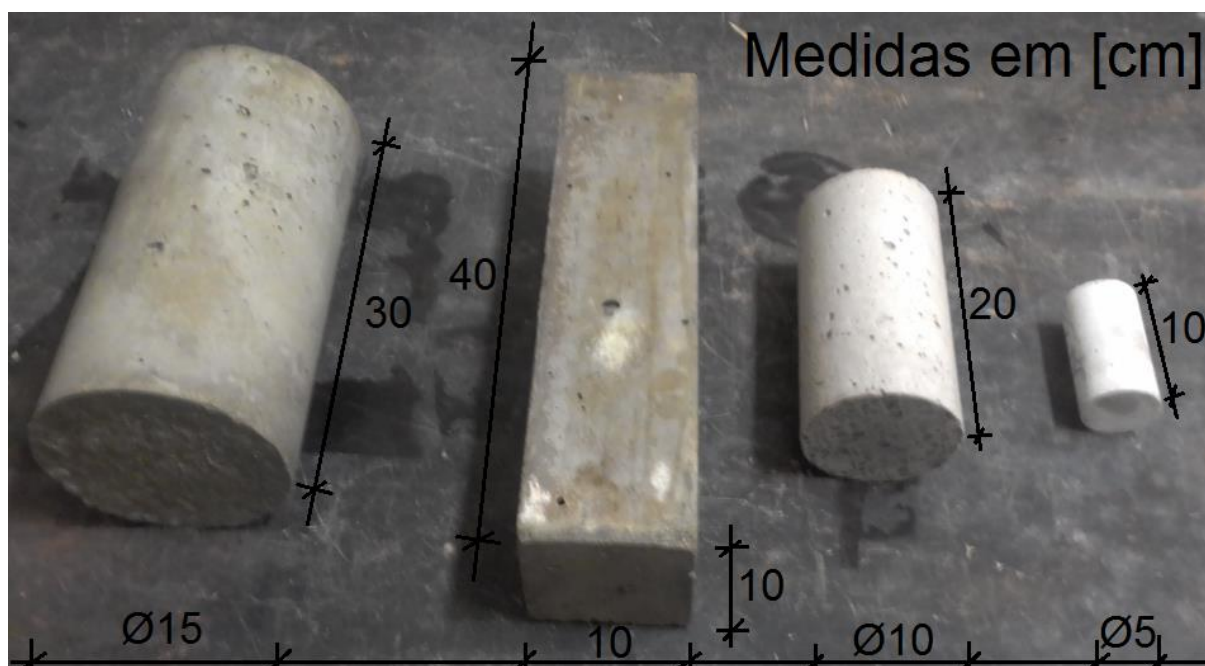
10 X 10 X 40 [cm] (base X base X altura).

Os corpos-de-prova prismáticos são utilizados para testes de tração na flexão, o que não foi objeto do presente estudo.

Para a moldagem de corpos-de-prova para testes no compósito com e sem adição do nanomaterial pseudoboemita, foram utilizadas as seguintes dimensões:

Para pseudoboemita na forma de sol gel: Cilíndricos de  $\varnothing$  10 X 20 [cm] de altura; e para pseudoboemita liofilizada: Cilíndricos de  $\varnothing$  5 X 10 [cm] de altura. A Figura 9 ilustra as diferentes dimensões dos corpos-de-prova:

**Figura 9** : Diferentes dimensões dos corpos-de-prova.



Fonte: Acervo do autor

### 3.3.3.1 Moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de $\varnothing$ x 20 cm de altura para a adição de pseudoboemita na forma de gel

A moldagem dos corpos-de-prova foi realizada conforme a NBR 5738:2009 - Moldagem e Cura de Corpos-de-prova cilíndricos ou prismáticos de concreto. Foram utilizados moldes metálicos de 10 X 20 cm, em formato cilíndrico, consistindo de duas partes: base e corpo cilíndrico. Para a moldagem dos corpos-de-prova, o concreto foi lançado na forma em três camadas sucessivas, cada uma delas recebendo 12 (doze) golpes para vibração. Foi realizada vibração manual. Após a moldagem, os corpos-de-prova foram transferidos para uma câmara úmida, tendo sido desmoldados após 24 horas e permaneceram em ambiente com controle de umidade, em condições definidas na norma NBR 9479 pelo período definido para a cura do concreto e realização dos demais ensaios (7, 14, 21 e 28 dias).

Para os corpos com as dimensões determinadas pela ABNT (dimensões corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de diâmetro e 20 cm de altura) foram moldados 8 corpos-de-prova cilíndricos para o concreto sem aditivo e outros 8 corpos-de-prova para concreto

aditivado com 5% de Pseudoboemita na forma de gel, totalizando 16 corpos-de-prova, os quais, para posterior identificação foram devidamente numerados e identificados como CP 100, CP 101, CP200, CP201, CP300, CP301, CP400, CP401, CP500 e CP501...CP801 (conforme Apêndice A).

### 3.3.3.2 Moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de Ø x 10 cm de altura para a adição de pseudoboemita liofilizada

Para os corpos-de-prova com dimensões menores (Ø5 cm x 10 cm) foram moldados corpos com zero, 2,5% em massa de pseudoboemita e 5,0% em massa de pseudoboemita (Fotografia 8); Foram confeccionados 12 corpos-de-prova para cada composição, os quais foram identificados como CP1 a CP48 (conforme Apêndice B).

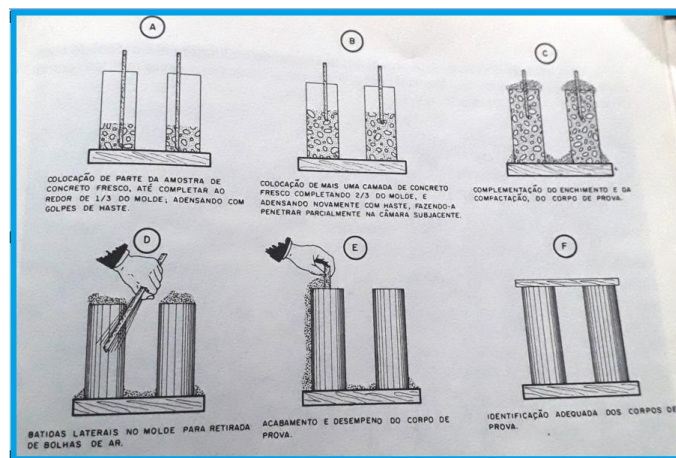
**Fotografia 8:** Corpos-de-prova com Ø5 X 10 cm de altura.



Fonte: Acervo do autor.

A Figura 10 apresenta o procedimento para preenchimento dos moldes de concreto.

**Figura 10** : Sequência usual para moldagem e identificação de corpos-de-prova cilíndricos Ø 5x10 cm de altura.



Fonte: (ANDRIOLO, F.R. e SGARBOZA, B.C., 1993).

A ilustração mostra o seguinte:

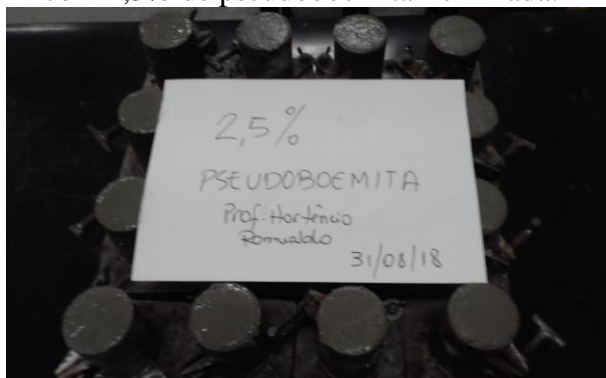
- A - COLOCAÇÃO DE PARTE DA AMOSTRA DE CONCRETO FRESCO, ATÉ COMPLETAR AO REDOR DE 1/3 DO MOLDE, ADENSANDO COM GOLPES DE HASTE;
- B - COLOCAÇÃO DE MAIS UMA CAMADA DE CONCRETO FRESCO COMPLETANDO 2/3 DO MOLDE, E ADENSANDO NOVAMENTE COM HASTE, FAZENDO-A PENETRAR PARCIALMENTE NA CÂMARA SUBJACENTE;
- C - COMPLEMENTAÇÃO DO ENCHIMENTO E DA COMPACTAÇÃO, DO CORPO-DE-PROVA;
- D - BATIDAS LATERAIS NO MOLDE PARA RETIRADA DE BOLHAS DE AR;
- E - ACABAMENTO E DESEMPENO NO CORPO-DE-PROVA; e
- F - IDENTIFICAÇÃO ADEQUADA DOS CORPOS-DE-PROVA.

A moldagem dos corpos-de-prova foi realizada conforme a NBR 5738:2009 - Moldagem e Cura de Corpos-de-prova cilíndricos ou prismáticos de concreto.

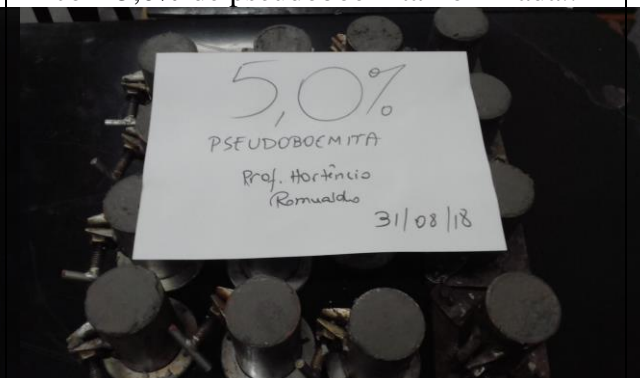
Foi realizada vibração manual. Após a moldagem, os corpos-de-prova (Fotografias 9 e 10) foram transferidos para uma câmara úmida, tendo sido desmoldados após 24 horas e permaneceram em ambiente com controle de umidade, em condições definidas na norma NBR 9479 pelo período definido para a cura do concreto e realização dos demais ensaios (7, 14, 21 e 28 dias).



**Fotografia 9** : Corpos-de-prova moldados com 2,5% de pseudoboemita liofilizada.



**Fotografia 10** : Corpos-de-prova moldados com 5,0% de pseudoboemita liofilizada..



Fonte: Acervo do autor.

### 3.3.4 Calor de hidratação e Slump test

Os agregados têm papel importante no controle da estabilidade volumétrica do concreto endurecido e na sua tendência à fissuração por ocupar um volume elevado de aproximadamente de 65% a 70% do volume do concreto.

Dentre os dois componentes principais do concreto, pasta e agregados, a pasta é muito mais estável, retraindo-se durante o processo de hidratação e secagem e expandindo-se quando umedecida. O cimento ainda pode liberar calor durante a sua hidratação e induzir problemas de fissuração em peças de grande volume de concreto. A medida é realizada utilizando um termômetro durante a mistura dos materiais para produção do concreto.

O concreto apresenta duas fases distintas: a do concreto fresco, que compreende um período de tempo muito curto, onde há predomínio da trabalhabilidade. Tal trabalhabilidade é influenciada por fatores intrínsecos ao concreto, como a sua relação água/materiais secos, tipo e consumo de cimento, traço, teor de argamassa, dimensão, textura e formato dos agregados. Além dos fatores intrínsecos, existem os fatores externos de influencia, como as condições de transporte, lançamento, entre outros. Uma das principais características do concreto que determina sua trabalhabilidade é definida como a maior ou menor capacidade do concreto de se deformar sob a ação de sua própria massa.

A água desencadeia uma reação química exotérmica com o cimento, quando formam uma pasta mais ou menos fluida, o que depende do percentual de água adicionado. A pasta formada envolve as partículas de agregado produzindo um material, que, nas primeiras



horas, apresenta-se em estado capaz de ser moldado, o que é realizado na etapa seguinte do lançamento em formas.

O teste de abatimento (*Slump test*) só foi realizado para o concreto misturado em betoneira para adição de pseudoboemita na forma de sol gel. O volume de concreto preparado para moldar corpo-de-prova de  $\varnothing 10 \times 20$  [cm] de altura possibilitou a moldagem no tronco de cone de 30 cm de altura.

Para os corpos-de-prova de  $\varnothing 5 \times 10$  [cm] de altura, o *Slump* não pôde ser determinado para o concreto misturado manualmente para adição de pseudoboemita liofilizada. O volume de concreto preparado foi tão pequeno (para adequar à massa do nanomaterial liofilizado, que não possibilitou a moldagem no tronco de cone de 30 cm de altura

Para medir a trabalhabilidade do concreto preparado com e sem pseudoboemita na forma de gel, foi realizado o *Slump test* (Fotografia 11 e 12), conforme a NBR NM 67: 1998 - Concreto - Determinação da Consistência pelo abatimento do tronco de cone, para determinação da trabalhabilidade do concreto. Para o ensaio são necessários os seguintes acessórios: molde, haste de compactação e placa de base.

**Fotografia 11:** Concreto fresco no cone para teste de abatimento ou *Slump test*.



**Fotografia 12:** Medida do *Slump*.



Fonte: Acervo do autor.

O molde para o corpo-de-prova de ensaio deve ter as seguintes características:

- i) Forma de um tronco de cone oco com diâmetro da base inferior de 200 mm, superior de 100 mm e altura de 300 mm;
- ii) As bases superior e inferior são abertas e paralelas entre si, formando ângulos retos com o eixo do cone;
- iii) Provido de duas alças na parte superior, posicionadas a dois terços da altura e aletas na parte inferior que mantém o cone estável;
- iv) Fabricado de material resistente à pasta de cimento com espessura igual ou superior a 1,5 mm.

A haste de compactação possui seção circular e reta, de aço ou outro material com resistência semelhante, 16 mm de diâmetro e 600 mm de comprimento com extremidades arredondadas. Placa de base para apoio do molde metálica, plana, quadrada ou retangular, com lados não inferiores a 500 mm e maior ou igual a 3 mm.

O molde e a placa de base foram umedecidos, o molde posicionado sobre a placa de base e o operador posiciona os pés sobre as aletas, de forma a manter o molde estável durante o seu preenchimento com concreto. O molde recebe o concreto em três camadas sucessivas, cada uma com volume de um terço de altura do molde, cada uma delas compactada com 25 golpes distribuídos uniformemente da haste do socamento. Após a compactação, o molde deve ser retirado levantando-se cuidadosamente na direção vertical, operação esta que deve durar entre 5 (cinco) e 10 (dez) segundos, com movimento constante para cima sem movimentos de torção lateral. A operação completa, desde o início do preenchimento até a retirada do molde, deve durar no máximo 150 (cento e cinquenta) segundos. Após retirado o molde, o abatimento do concreto deve ser medido através da diferença entre a altura do molde e a altura do eixo do corpo-de-prova conforme Fotografia 12.

Após a pega, ocorre o endurecimento e então o concreto não pode mais ser moldado, pois perdeu sua plasticidade. O endurecimento ocorre pela reação irreversível cimento/água, passando a ganhar resistência mecânica e resultando em material de grande desempenho estrutural.

Quanto maior o controle entre o fator água/cimento do concreto, maior poderá ser o seu desempenho mecânico e durabilidade, e maior também será seu consumo de cimento por m<sup>2</sup> de concreto. Há, portanto, uma ampla faixa de relações água/cimento. Porém, quanto

menor essa relação, mais difícil será a obtenção de concretos plásticos. Na faixa de fator  $a/c$  entre 0,40 e 0,30 se torna impossível, fisicamente, obter concretos plásticos.

A dificuldade para obtenção de concretos plásticos, à medida que se reduz a relação água/cimentos, foi um empecilho por muitos anos, à utilização de concretos de maior resistência e durabilidade. Tal limitação começou a ser suprimida a partir da década de 1950, quando foram lançados no mercado aditivos plastificantes de grande eficiência, denominados “superplastificantes”. Hoje são empregados, principalmente, em concretos de alta resistência e/ou concretos autoadensáveis, sendo conjugados os efeitos de relação água/cimento baixa e do abatimento elevado. Isso tornou impossível a obtenção de concreto com propriedades tão desejáveis na ausência do aditivo, sendo que a adição de apenas 1% de aditivo superplastificante em relação à massa de cimentos já traz efeito positivo do concreto.

Sobre a atenção a esses parâmetros e a interdependência entre eles, Helene (2007) afirma que:

os engenheiros devem ter o conhecimento de que a durabilidade, a resistência à compressão, a relação água/cimento, o consumo de cimento e o abatimento do concreto têm uma interdependência entre si, ou seja, um parâmetro não pode estar totalmente dissociado do outro. Muitas vezes, engenheiros de produção se deparam com especificações pré-estabelecidas e incoerentes em cadernos de encargos, tanto de obras públicas quanto privadas como, por exemplo, especificações que fixam relação  $a/c$  e resistência à compressão ao mesmo tempo sendo incompatíveis entre si.

E sobre a influência dos aditivos mencionados, o mesmo autor, endossa que:

o uso de aditivos plastificantes e/ou superplastificantes, que acarreta numa mudança da reologia da pasta, tornando-a mais fluida, possibilita a redução do volume da pasta no concreto, mantendo o mesmo abatimento. O emprego de agregados com formas de partículas, granulometria e textura que possam levar a um menor atrito interno da mistura, também permite reduzir o volume de pasta do concreto, mantendo o mesmo abatimento, sem alterar significativamente as propriedades do concreto endurecido”

O slump test foi executado lançando o concreto em três camadas sucessivas no tronco de cone e entre uma e outra camada foram dados 25 golpes para compactação. Tal procedimento foi realizado para os dois tipos de concreto produzidos: sem aditivo e aditivado com 5% de Pseudoboemita.

### **3.3.5 Cura do concreto e determinação da massa específica**

A cura do concreto foi realizada em câmara úmida no laboratório de matérias de construção, onde as condições de temperatura e umidade são controladas em painel externo.

A temperatura na câmara úmida é mantida a 22-23° C e a umidade relativa é 96-98%.

**Fotografia 13:** Painel de controle das condições da câmara úmida.



**Fotografia 14:** Cura úmida dos corpos-de-prova.



Fonte : Acervo do autor

A massa específica é determinada pela relação entre a massa de concreto e o seu respectivo volume após adensamento. Para sua determinação em cada um dos dois tipos de concreto produzidos, foi utilizado o seguinte procedimento padrão: lançamento na forma (molde) de três camadas sucessivas intercaladas por 25 (vinte e cinco) golpes para compactação. O molde tem volume de 3,055 dm<sup>3</sup> (três decímetros cúbicos inteiros e cinquenta e cinco milésimos de decímetros cúbicos) e massa de 2,58 kg (dois quilos e cinquenta e oito gramas).

Sobre a massa específica do concreto, Helene (2007) enumera seus valores característicos:

Os concretos estruturais previstos na NBR 6118 (ABNT, 2003) devem ter massa específica normal. Ou seja, depois de secos em estufa, devem ter massa específica compreendida entre 2000 kg/m<sup>3</sup> e 2800 kg/m<sup>3</sup>. [...] não se conhecendo a massa específica real, para efeito de cálculo, pode-se adotar para o concreto simples o valor de 2400 kg/m<sup>3</sup> e para o concreto armado e protendido 2500 kg/m<sup>3</sup>. Quando se conhecer a massa específica do concreto utilizado, pode-se considerar para valor das massas específica do concreto armado ou protendido, aquela do concreto simples acrescida de 100 kg/m<sup>3</sup> a 150 kg/m<sup>3</sup>.

A retração do concreto é a redução do volume ao longo do tempo, sem a ação de forças externas, sendo desencadeada pela perda de água da pasta de cimento e a reações químicas e alterações físicas internas. No estado fresco pode ocorrer a perda de água por exsudação, evaporação, percolação pelas juntas das formas, absorção de água obtida pelos agregados, absorção de água através das formas ou por superfícies em contato com o elemento estrutural. Essa perda de água pode ser controlada por um correto estudo de dosagem experimental e procedimentos adequados de concretagem, adensamento e cura. No

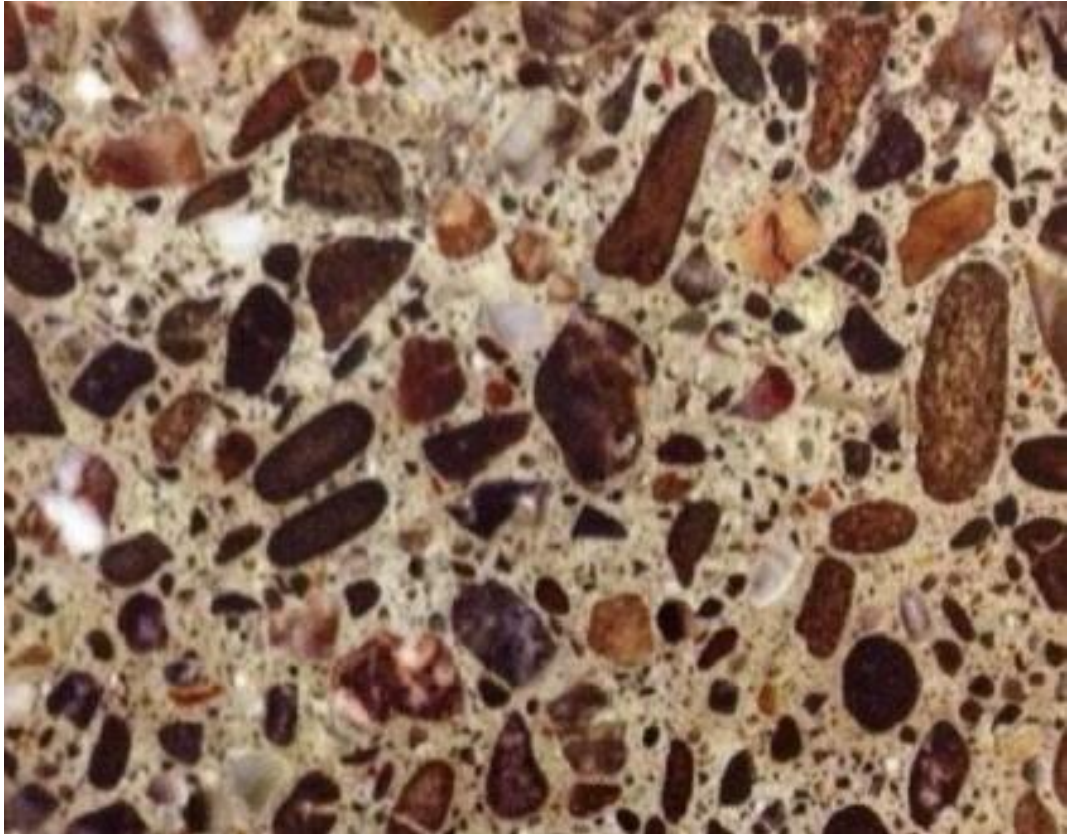
concreto endurecido, a perda de água ocorre quando este é exposto em ambiente com umidade relativa inferior a 100 % e a perda de água livre é considerada a principal causa da retração por secagem. Os principais fatores que afetam a retração por secagem dos concretos são:

- Agregados;
- Relação água/cimento;
- Água por m<sup>3</sup>;
- Adições e aditivos (aditivos redutores de água e retardadores de pega tendem a aumentar o volume de poros finos no produto da hidratação do cimento e por outro lado, certos aditivos podem reduzir a retração);
- Tempo;
- Umidade; e
- geometria do elemento de concreto (quanto maior é o caminho que a água interna ao concreto tem que percorrer para atingir a superfície do elemento, menor é a taxa de perda de água).

### **3.3.6 Corpos-de-prova: retificação e aferição das medidas do diâmetro e altura**

Os corpos-de-prova foram retificados para a posterior medição das medidas reais. A retificação é importante para se obter resultados fidedignos de  $f_{ck}$  que é dado pela relação da força pela área de superfície de contato do corpo-de-prova. A superfície não é homogênea devido a presença de agregados de diferentes dimensões. Na Fotografia 15 distinguem-se duas fases: as partículas de agregado e o ligante composto de uma massa constituída de pasta de cimento hidratado, sendo assim o concreto considerado um compósito bifásico.

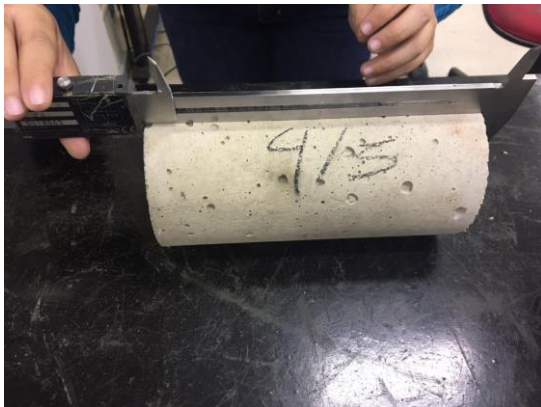
**Fotografia 15:** Secção polida de um corpo-de-prova de concreto.



Fonte: Mehta e Monteiro (2008) [fotografia cedida por G. Vrdoljak]

A medida dos corpos-de-prova após a retificação foi realizada com um paquímetro da Mitutoyo-digimatic Caliper ( $10^{-5}$ m) (Fotografias 16 e 17).

**Fotografia 16 :** Aferição da altura do corpo-de-prova retificado.



**Fotografia 17 :** Aferição do diâmetro do corpo-de-prova retificado.



Fonte: Acervo do autor.



### 3.3.7 Resistência à compressão do concreto ( $f_{ck}$ )

A qualidade do concreto é assegurada por corretos procedimentos em todas as etapas da tecnologia do concreto: mistura, transporte, lançamento, adensamento, cura e desmoldagem. Na maioria dos casos, concretos de resistência mais elevada são mais duráveis do que os de resistência mais baixa, obtidos com os mesmos materiais. A resistência à compressão, entretanto, não é uma medida suficiente da durabilidade do concreto, pois esta depende das camadas superficiais do concreto da estrutura. A Tabela 1 apresenta a resistência esperada para concretos com diferentes tipos e classes e decrescentes fatores a/c.

**Tabela 1:** Resistência à compressão de concretos preparados com diversos tipos de CP em diferentes relações água/cimento.

Tipo e classe de cimento	Fator água/cimento (a/c)				
	0,65	0,60	0,55	0,50	0,45
CP I 32	28	32	37	41	47
CP II 32	24	28	31	35	39
CP II 40	28	32	36	41	46
CP III 32	23	27	31	36	41
CP III 40	27	32	37	42	49
CP IV 32	24	28	32	36	41
CP V ARI - RS	30	33	38	42	46
CP V ARI	33	38	42	47	53

Fonte: Adaptado de Helene (2007).

Quando não for indicada a idade, as resistências referem-se à idade de 28 dias. A evolução da resistência à compressão com a idade deve ser obtida através de ensaios laboratoriais. Para que a estrutura do concreto armado atenda aos requisitos de segurança estrutural, esta resistência deve ser atingida pelo concreto, devendo ser avaliada e registrada.

Existe um modo de ruptura típica do concreto na compressão. Por conter vazios de vários tamanhos e formas na matriz e microfissuras na zona de transição entre a matriz e os agregados graúdos, as formas de ruptura sob tensão são muito complexas e variam conforme o tipo de tensão. Na compressão, o modo de ruptura é menos frágil que sob tração axial, porque consideravelmente mais energia é necessária para gerar e aumentar as fissuras na matriz. Mehta (1994) explica que:

geralmente admite-se que num ensaio de compressão uniaxial em concreto, nenhuma fissura é iniciada na matriz até pouco acima de 50 por cento da tensão de ruptura; neste estágio, um sistema estável de fissuras, designadas “fissuras de cisalhamento”, já existe nas proximidades do agregado graúdo.

Complementa que em níveis de de tensões mais elevados, começam a aparecer fissuras no interior da matriz, cujos números e tamanhos aumentam progressivamente com o aumento do nível de tensões., as fissuras na matriz e na zona de transição, que são as fissuras de cisalhamento, finalmente se unem e uma superfície de ruptura desenvolve-se aproximadamente 20 a 30 graus a partir da direção da carga. A sequência de fotografias 18 a 21 a seguir mostra respectivamente: (18) ruptura típica do concreto na compressão, (19) rompimento de corpo-de-prova Ø 10 X 20 elaborado sem adição de pseudoboemita, (20) montagem que mostra a altura aproximada de cinco metros do equipamento utilizado para ensaios de resistência à compressão axial dos corpos-de-prova, da marca Alfred J. Amsler & Co. - Schaffhausen - Suíça e a (21) mostra um dinatoste, que é o aparelho que traz o resultado da carga na qual há o rompimento do corpo-de-prova.



**Fotografia 18:** Modo de ruptura típica do concreto na compressão.



Fonte: Mehta, 1994, p 46

**Fotografia 19:** rompimento de corpo-de-prova Ø 10 X 20 elaborado sem adição de pseudo-boemita.



Fonte: Acervo do autor.

**Fotografia 20:** Aparelho onde foram rompidos os corpos-de-prova Ø 10 X 20 com e sem pseudo-boemita na forma de gel.



**Fotografia 21:** Aparelho que registra os resultados de resistência à compressão (dinateste).



Fonte: Acervo do autor.

A Tabela 2 apresenta a variação da resistência do concreto com a mudança do tipo de cimento em diferentes idades.

**Tabela 2:** Resistência à compressão de concretos preparados com diversos tipos de CP em diferentes idades.

Idade (dias)	Resistência à Compressão (28 dias) MPa					
	CP V ARI	CP II F 32	CP II Z 32	CP II E 32	CP IV 32	CP III 40
1	21,1	-	-	-	-	-
3	33,6	28,8	25,8	22,6	20,6	21,0
7	40	35,0	32	28,0	29,8	30,2
28	50,1	43,6	42,3	35,0	42,8	50,2

Fonte: Adaptado de Helene (2007)

O ensaio de resistência à compressão dos corpos-de-prova cilíndricos (Fotografias 19 e 23) seguiu os procedimentos da NBR NM 101 (ABNT, 1996), que define os tratamentos que podem ser empregados no topo dos corpos-de-prova, a velocidade de carregamento e a umidade dos corpos-de-prova. É usual o arredondamento a seguir:  $1 \text{ kgf/cm}^2 = 100 \text{ kPa}$ , embora na realidade,  $1 \text{ kgf/cm}^2 = 98,06652 \text{ kPa}$ . O equipamento mostrado na fotografia 22 permite também a realização do ensaio de tração por compressão diametral. Foi neste equipamento que foram realizados os testes de resistência à compressão dos corpos-de-prova de menor dimensão ( $\emptyset 5 \times 10 \text{ cm}$ ), com e sem adição de pseudoboemita liofilizada (Fotografia 23).

**Fotografia 22:** Aparelho para teste de resistência à compressão e ensaio de tração por compressão diametral.



**Fotografia 23:** Teste de resistência à compressão dos corpos-de-prova de menor dimensão ( $\emptyset 5 \times 10 \text{ cm}$ ).



Fonte: Acervo do autor.

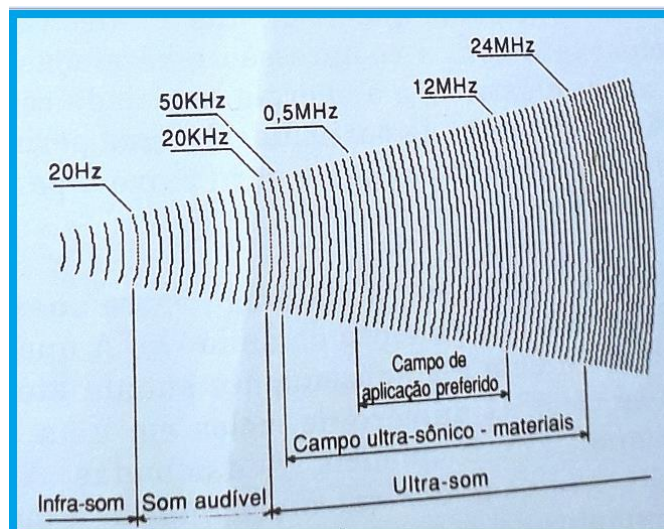
### 3.3.8 Ensaio de velocidade de propagação de onda ultrassônica

Por este ensaio não destrutivo (Fotografia 25) normalizado pela ASTM C 597-09 e pela BS EM 12504-4:2004, é possível determinar a velocidade de ondas longitudinais (de compressão) que consiste na medida de tempo para que um pulso percorra determinada distância, ou seja, a altura do corpo-de-prova (altura de 10 cm para os corpos-de-prova de  $\varnothing=5\text{cm}$  e altura de 20 cm para os corpos-de-prova de  $\varnothing=10$ ).

De acordo com Neville (2016), por este ensaio é possível a determinação do módulo de elasticidade dinâmico, sendo que quanto maior o valor obtido da velocidade, maior a resistência e menor o índice de vazios no corpo-de-prova.

A Figura 11 mostra onde se situa o campo ultrassônico de materiais dentro do espectro de frequências sonoras (entre 50 kHz e 24 MHz):

**Figura 11:** Espectro de frequências sonoras.



Fonte: Santin (1996).

A fotografia 24 mostra a utilização de silicone nas interfaces do corpo-de-prova (faces circulares) e a fotografia 25 apresenta a leitura dos resultados no aparelho, que é dada em duas formas distintas: tempo (em micro segundos:  $\mu\text{s}$  e velocidade em m/s)

**Fotografia 24** : Silicone nas interfaces aparelho/corpo-de-prova.



**Fotografia 25** : Medida da velocidade de propagação de onda ultrassônica.



Fonte: Acervo do autor.

O resultado da velocidade da onda,  $V$ , em um meio elástico, homogêneo e isotrópico permite calcular o módulo dinâmico de elasticidade, a partir da Equação 3:

$$V^2 = \frac{E_d(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)} \quad (\text{Equação 3})$$

sendo:  $V$  = velocidade de onda  
 $E_d$  = módulo dinâmico de elasticidade  
 $\mu$  = coeficiente de Poisson  
 $\rho$  = massa específica

O aparelho é composto de transdutores que são acoplados no corpo-de-prova nas duas extremidades, após uma camada de silicone nas interfaces, um gerador de pulso com frequência entre 10 e 150 Hz, amplificador e circuito medidor de tempo.

O resultado, ou seja, o tempo necessário para o pulso de ondas longitudinais percorrer a distância entre os transdutores é lido em um monitor digital.

Utilizou-se o equipamento PROCEP do fornecedor FUNDIT.

### 3.3.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Sistema de dispersão de energia (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura, associada ao sistema de dispersão de energia (MEV-EDS), é de grande importância para detectar e identificar os produtos resultantes das reações químicas do concreto em estado endurecido: o reconhecimento de

elementos com morfologias similares e identificação de agentes responsáveis por possíveis patologias futuras. Isaia (2005) explica a fundamentação desta ferramenta:

Baseia-se no princípio da emissão de um feixe de elétrons, obtidos pelo aquecimento de um filamento de tungstênio, que incide sobre uma amostra e emite sinais elétricos definidos por elétrons secundários, elétrons retroespalhados e fótons X, entre outros. Os sinais emitidos pela incidência de um feixe de elétrons sobre a amostra são captados por detectores apropriados, amplificados e convertidos em imagem. A identificação elementar da imagem observada é feita por um sistema de energia dispersiva denominada EDS (espectrometria de energia dispersiva).

Pela dificuldade exposta, no presente trabalho, foi realizada esta caracterização somente da pseudoboemita, não tendo sido possível submeter os corpos-de-prova do concreto obtido à análise.

Utilizou-se um equipamento Jeol modelo JSM-6510 com detector de elétrons secundários e detector EDS para análise elementar.

### **3.3.10 Difração de raios X**

Foi realizada a análise de difração de raios x da pseudoboemita liofilizada. Utilizou-se um equipamento Rigaku Multiflex operando a 40kV e corrente de 20mA. O ângulo de varredura foi de  $2\theta=3-90^\circ$ , utilizando radiação cobre  $K\alpha$ .

### **3.3.11 Análises térmicas**

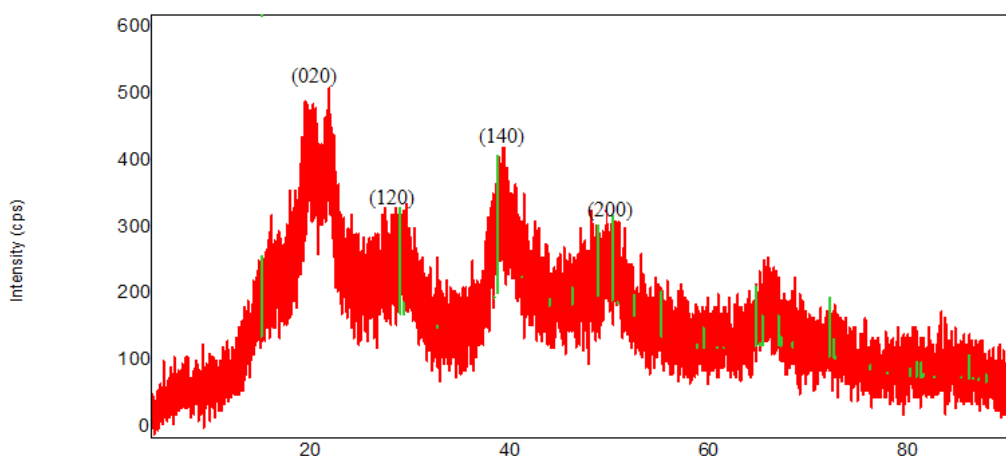
As análises térmicas foram realizadas nas amostras de pseudoboemita liofilizadas. Utilizou-se um equipamento Netzsch modelo STA449F3 Jupiter. A análise foi da temperatura ambiente até  $1300^\circ\text{C}$  utilizando uma razão de aquecimento de  $20^\circ\text{C min}^{-1}$  e fluxo de nitrogênio gasoso de  $60\text{ mL.min}^{-1}$ .

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DA PSEUDOBOEMITA SINTETIZADA.

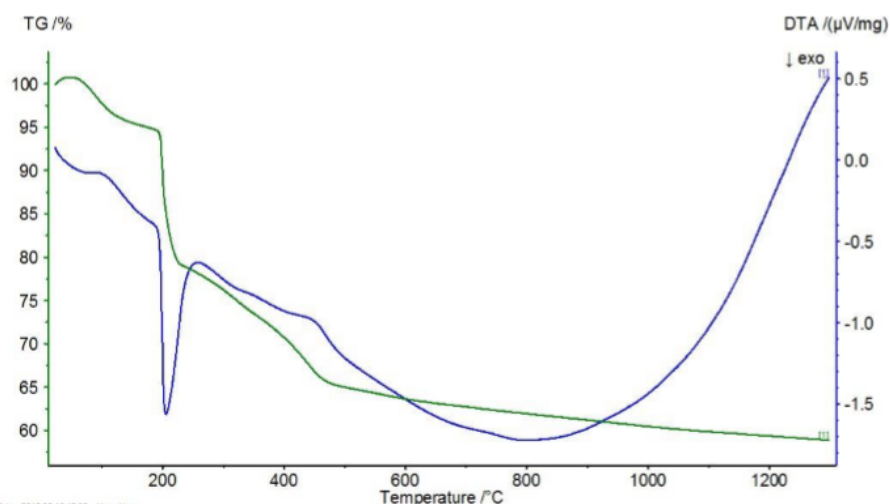
A pseudoboemita foi obtida na forma de pó branco com partículas muito pequenas que com o movimento do recipiente suspndiam ao ar. O resultado da difração de raios X apresentado no gráfico 3 mostra que o material sintetizado apresenta o resultado da difração de raios x da pseudoboemita.

**Gráfico 3:** Resultado da difração de raios x pseudoboemita liofilizada com os principais picos indexados.



A análise térmica diferencial e a análise termogravimétrica (Gráfico 4) mostram uma perda de massa inicial em torno de 100° C associada a perda de água e um segundo pico em torno de 200° C associado a transformação da pseudobomita em gamma-alumina.

**Gráfico 4:** DTA e TG da pseudoboemita liofilizada.

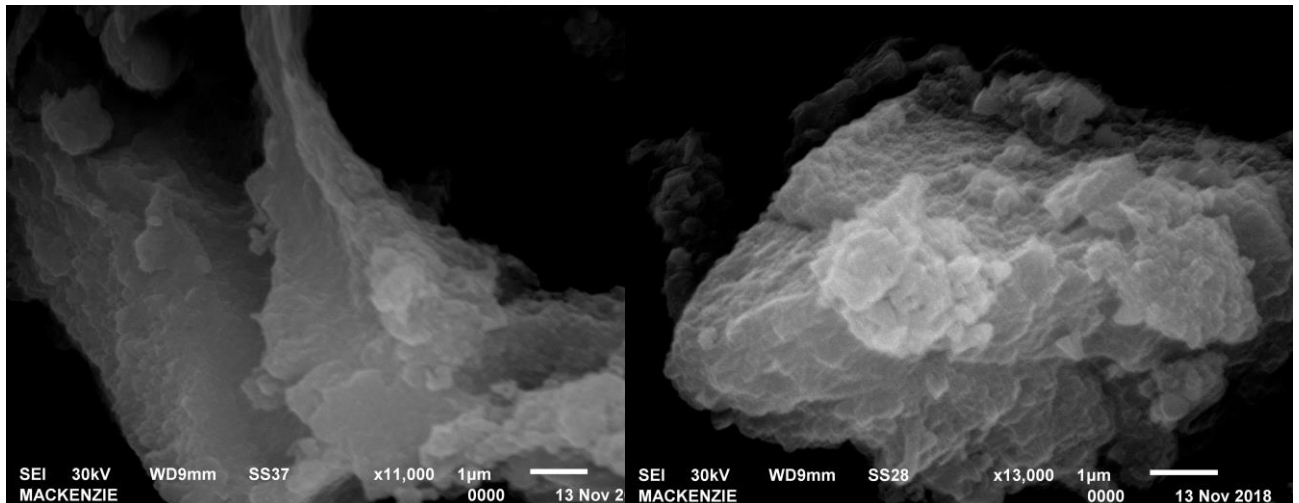




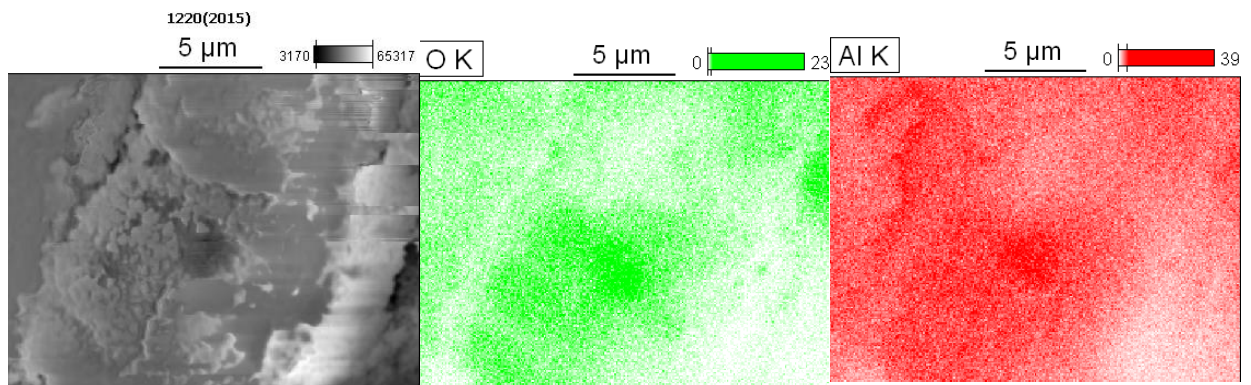
Os resultados da microscopia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários são apresentados na Micrografia 1. Observa-se que o material apresenta-se com aglomerados de partículas aparentemente porosas e com pequenas dimensões.

Os resultados de EDS mostram a presença de Oxigênio e alumínio igualmente distribuídos em todas as partículas (Micrografia 2)

**Micrografia 1:** MEV da pseudoboemita liofilizada.



**Micrografia 2:** EDS da pseudoboemita liofilizada.

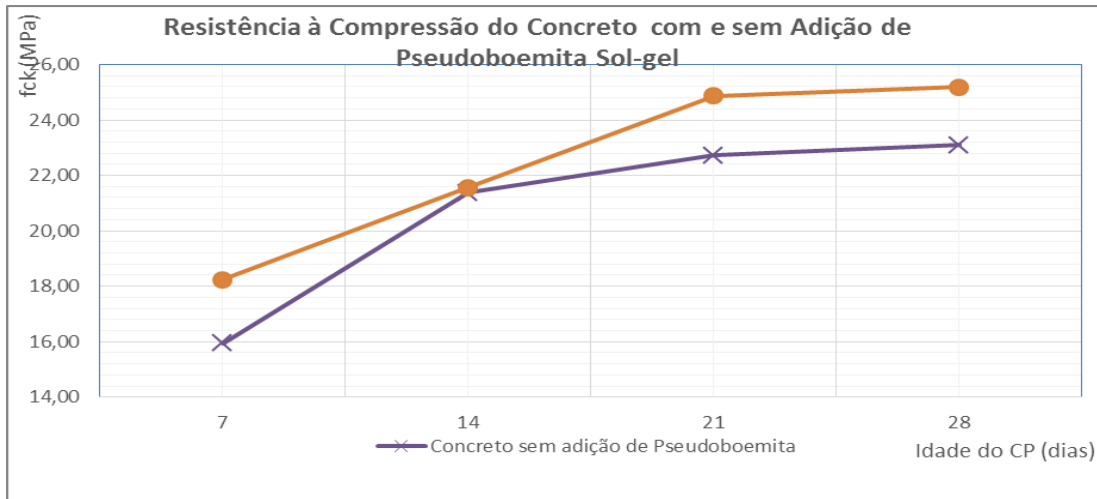


## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DO CONCRETO

Os resultados obtidos dos ensaios mecânicos e dimensões dos corpos-de-prova retificados são apresentados na Tabela 5 do Anexo 1 e Tabela 6 do Anexo 2

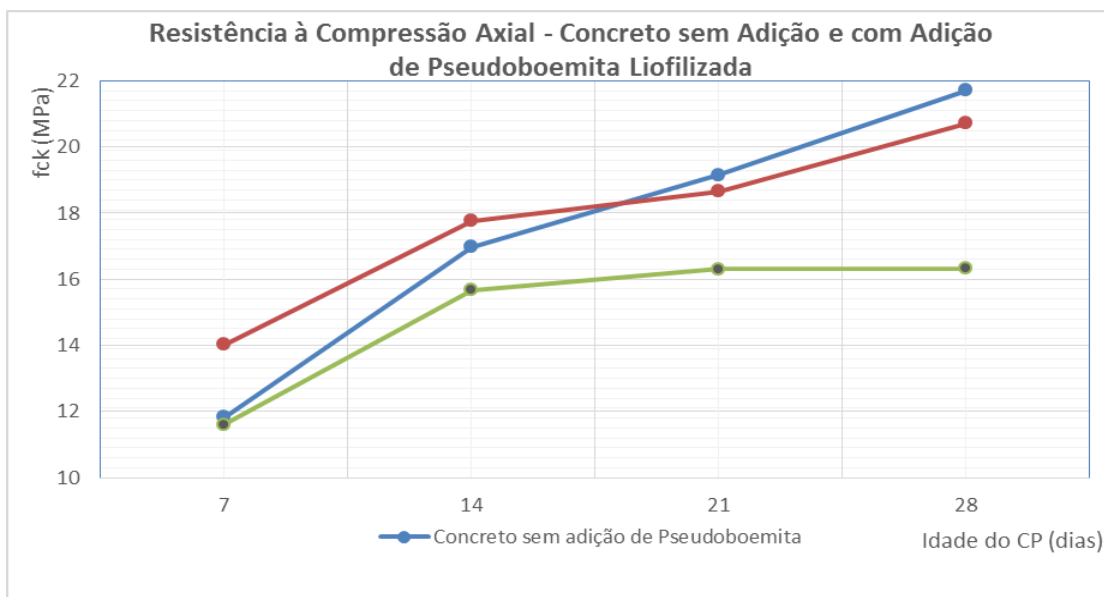
Os resultados dos ensaios dos corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de diâmetro e 20 cm de altura em que os corpos foram aditivados com pseudoboemita na forma de gel são apresentados no Gráfico 5. Observa-se que a adição de gel aumentou a resistência a compressão dos corpos de concreto.

**Gráfico 5:** Comparação entre a resistência a compressão de concreto com (reta laranja) e sem adição de pseudoboemita (reta lilás).



O Gráfico 6 apresenta os resultados de resistência a compressão dos corpos-de-prova aditivados com 2,5% e 5% em massa de pseudoboemita liofilizada em relação a massa de cimento.

**Gráfico 6:** Comparação entre a resistência a compressão de concreto com e sem adição de pseudoboemita; curva azul = sem adição de pseudoboemita; curva vermelha = 2,5% de adição de pseudobemita; curva verde = 5% de adição de pseudobemita



Analisando o Gráfico 6 observa-se que a adição de pseudoboemita liofilizada reduziu a resistência a compressão dos corpos-de-prova de concreto após 28 dias de cura. A



tendência da curva mostra que a maior concentração de pseudoboemita acarretou em maior consumo de água diminuindo a resistência mecânica.

Os dados de velocidade de propagação da onda ultrassônica foram comparados com os dados do Quadro 5.

**Quadro 5:** Velocidade de propagação da onda ultrassônica X qualidade do concreto

CLASSIFICAÇÃO DA QUALIDADE DO CONCRETO EM FUNÇÃO DA VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DA ONDA ULTRASSÔNICA	
Velocidade da onda ultrassônica (m/s)	Qualidade do concreto
$V > 4.500$	Excelente
$3.500 < V < 4.500$	Ótimo
$3.000 < V < 3.500$	Bom
$2.000 < V < 3.000$	Regular
$V < 2.000$	Ruim

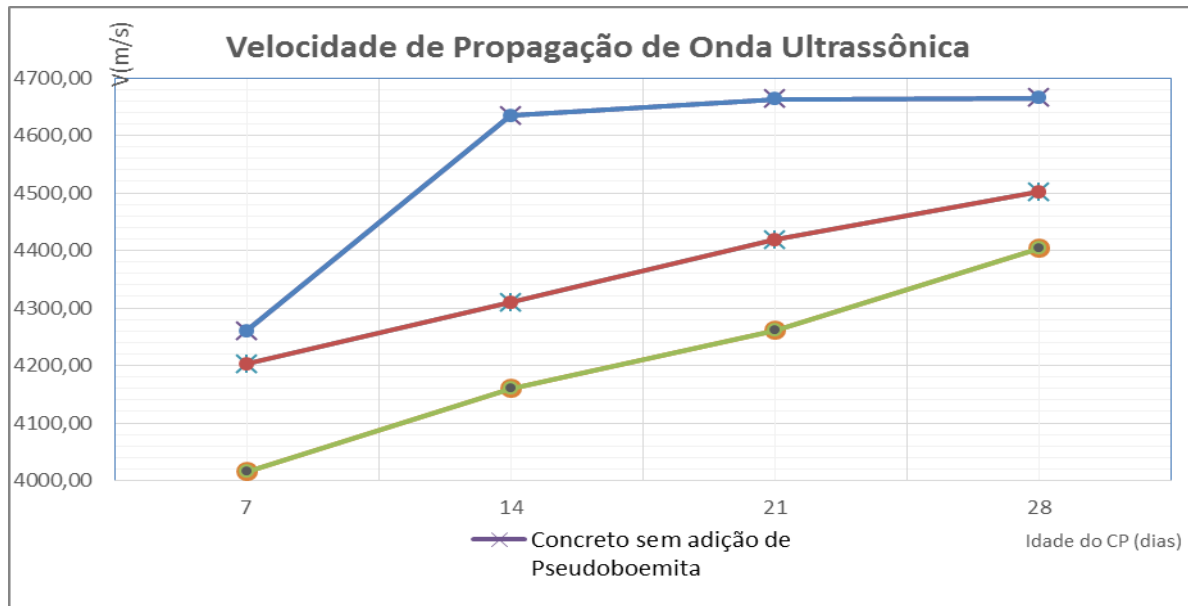
Fonte: A. M. I Gomes et al.

Para as amostras em que foi adicionada pseudoboemita na forma de gel úmido observou-se um aumento da velocidade do pulso ultrassônico de 2,62% após 28 dias de cura.

O Gráfico 7 apresenta os dados da velocidade de propagação da onda ultrassônica para concreto com e sem adição de pseudoboemita liofilizada. Analisando o Gráfico 7 com os dados do Quadro 5 observa-se que a qualidade do concreto sem adição de pseudoboemita é melhor que a qualidade do concreto com adição de pseudoboemita liofilizada.

**Gráfico 7:** Velocidade de propagação da onda ultrassônica.

Curva azul escura = concreto sem adição de pseudoboemita; curva azul turquesa = concreto com adição de 2,5% de pseudoboemita liofilizada; curva laranja = concreto com adição de 5% de pseudoboemita liofilizada.



Os dados de densidade e temperatura para os corpos aditivados com gel de pseudoboemita são apresentados na Tabela 5. A temperatura aumentou em 1,1 ° C com a adição do gel de pseudoboemita. Pela interferência no calor de hidratação a partir da adição do nanomaterial, conclui-se que a reação química se acelerou. Este dado é comprovado pela análise do Gráfico 5 onde observa-se um aumento da resistência a compressão da amostra contendo pseudoboemita.

Para os dados de densidade aos 7 dias de cura (Tabela 4) também observa-se um aumento da densidade dos corpos contendo gel de pseudoboemita, mostrando uma menor fração volumétrica de poros e portanto uma maior resistência mecânica o que está de acordo com o Gráfico 5.

**Tabela 3:** Comparativo entre temperaturas imediatamente após a mistura do concreto com adição de pseudoboemita na forma de gel e sem a adição.

Amostra	Temperatura após mistura (°C)
Concreto puro	39,8
Concreto com 5% de gel	40,9

**Tabela 4:** Comparativo entre densidades do concreto com adição de pseudoboemita na forma de gel e sem a adição.

Amostra	Densidade aos 7 dias $\pm$ desvio padrão
Concreto puro	2310,5 $\pm$ 24,1
Concreto com 5% de gel	2334 $\pm$ 9,8

## 5 CONCLUSÕES

Para adição de pseudoboemita na forma de gel conclui-se:

A elevação de 1,1 °C mostra de maneira clara a rápida atuação do nanomaterial pseudoboemita na forma de gel no concreto utilizado como aditivo na ordem de 5% em massa de cimento. Outra alteração significativa foi o aumento da resistência à compressão ( $f_{ck}$ ) aos 28 dias, elevada de 16,54 MPa para 19,94 MPa com a adição do gel. Os dados de densidade, mostrando o aumento da densidade com a adição da pseudoboemita são coerentes, mostrando uma redução da fração volumétrica de poros e portanto uma maior resistência mecânica. A velocidade do pulso ultrassônico através do concreto, que é o resultado do tempo gasto pelo pulso para percorrer a pasta de cimento endurecida e o agregado aumentou em 2,62%. Esse aumento de velocidade evidencia a diminuição do índice de vazios internos ao concreto aditivado com 5% de Pseudoboemita.

Para a adição da pseudoboemita liofilizada conclui-se:

A adição de pseudoboemita liofilizada não promoveu o aumento da resistência mecânica e reduziu a velocidade de propagação da onda ultrassônica. Este fato provavelmente está relacionado a pequena aglomeração das partículas durante o processo de liofilização e que não promoveu uma distribuição tão homogênea como no caso do gel.

Portanto, a adição de pseudoboemita na forma de gel é a mais adequada para promover o aumento da resistência mecânica do concreto.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar experimentos com pseudoboemita na forma de sol gel em porcentagens intermediárias entre 2,5 % e 5,0%, verificando também se a temperatura após a mistura de altera de forma sensível.

Realizar experimentos com pseudoboemita na forma liofilizada, alterando o fator água/cimento, de forma que a reação química para a hidratação do concreto deixe também água livre para a reidratação da pseudoboemita.

**ANEXO 1 – DADOS DOS ENSAIOS EM CONCRETO COM PSEUDOBOEMITA  
NA FORMA DE GEL**

**Tabela 5** : Resultados dos ensaios realizados, com pseudoboemita na forma de gel, com variação de 0,0 e 5,0%.

Moldagem dos corpos-de-prova:  
04/05/2018

		11/05/18	18/05/18	25/05/18	01/06/18
		7 dias	14 dias	21 dias	28 dias
0% Amostra 1	Identificação do CP	CP100	CP200	CP300	CP400
	diâmetro Ø (cm)	10,51	9,99	10,00	10,00
	comprimento L (cm)	19,56	19,51	19,51	19,51
	massa (kg)	3,60	3,64	3,64	3,62
	Resistência à compressão fck (kgf)	13550	16400	18300	15750
	fck (MPa)	13,3	16,1	17,9	15,4

0% Amostra 2	Identificação do CP	CP101	CP201	CP301	CP401
	diâmetro Ø (cm)	10,23	10,00	10,03	10,00
	Comprimento L (cm)	19,50	19,55	19,56	19,62
	massa (kg)	3,66	3,64	3,64	3,64
	Resistência à compressão fck (kgf)	13880	17800	19000	18000
	fck (MPa)	13,61	17,45	18,63	17,65

5% Amostra 1	Identificação do CP	CP500	CP600	CP700	CP800
	diâmetro Ø (cm)	9,98	9,96	9,96	9,98
	comprimento L (cm)	19,30	19,69	19,53	19,63
	massa (kg)	3,54	3,6	3,56	3,54
	Resistência à compressão fck (kgf)	14400	16700	20000	20300
	fck (MPa)	14,12	16,38	19,61	19,91

5% Amostra 2	Identificação do CP	CP501	CP601	CP701	CP801
	diâmetro Ø (cm)	9,98	10,00	10,03	9,95
	comprimento L (cm)	19,39	19,65	19,56	19,71
	massa (kg)	3,58	3,58	3,58	3,58
	Resistência à compressão fck (kgf)	14700	17700	19800	19750
	fck (MPa)	18,44	17,36	19,42	19,37

ANEXO 2 – DADOS DOS ENSAIOS EM CONCRETO COM PSEUDOBOEMITA  
LIOFILIZADA

Os resultados das dimensões do diâmetro  $\varnothing$  e comprimento L dos corpos-de-prova retificados, massa e resistência à compressão são apresentados na Tabela 4.

**Tabela 6:** Resultados dos ensaios realizados, com pseudoboemita liofilizada, com variação de 0,0; 2,5 e 5,0%.

Identificação do CP	diâmetro do CP $\varnothing$ (cm)	Área da carga axial (cm <sup>2</sup> )	Carga P (kgf)	Resistência à compressão - fck (kgf/cm <sup>2</sup> )	fck (MPa)	fck (MPa) médio
0%						
CP 1	5,02	19,79	2420	122,27	11,99	11,83
CP2	5,01	19,71	2380	120,73	11,84	
CP 3	5,04	19,95	2360	118,29	11,60	
CP4	5,02	19,79	2400	121,26	11,89	
CP 5	5,01	19,71	3650	185,15	18,16	16,98
CP6	5,01	19,71	3240	164,35	16,12	
CP 7	5,01	19,71	3300	167,40	16,42	
CP8	5,01	19,71	3460	175,51	17,21	
CP 9	5,01	19,71	3560	180,59	17,71	19,15
CP10	4,96	19,32	4040	209,09	20,50	
CP 11	5,00	19,63	3880	197,61	19,38	
CP12	5,02	19,79	3840	194,01	19,03	
CP 13	5,03	19,87	4350	218,91	21,47	21,71
CP14	4,99	19,56	4360	222,94	21,86	
CP 15	5,01	19,71	4340	220,15	21,59	
CP16	4,99	19,56	4370	223,46	21,91	
2,5%						
CP 17	5,00	19,63	2940	149,73	14,68	14,02
CP18	5,03	19,87	2920	146,95	14,41	
CP 19	5,04	19,95	2760	138,34	13,57	
CP20	5,05	20,03	2740	136,80	13,42	
CP 21	5,02	19,79	3500	176,84	17,34	17,77
CP22	5,03	19,87	3440	173,11	16,98	
CP 23	5,03	19,87	3680	185,19	18,16	
CP24	5,01	19,71	3740	189,72	18,60	
CP 25	5,04	19,95	3820	191,48	18,78	18,66
CP26	5,09	20,35	3800	186,75	18,31	
CP 27	5,01	19,71	3780	191,75	18,80	
CP28	5,02	19,79	3785	191,24	18,75	
CP 29	5,04	19,95	4000	200,50	19,66	20,71
CP30	5,01	19,71	4100	207,98	20,40	
CP 31	4,98	19,48	4240	217,68	21,35	
CP32	5,03	19,87	4340	218,41	21,42	

5,0%

CP 33	5,03	19,87	2520	126,82	12,44	11,61
CP34	5,01	19,71	2420	122,76	12,04	
CP 35	5,00	19,63	2300	117,14	11,49	
CP36	5,00	19,63	2100	106,95	10,49	15,68
CP 37	5,01	19,71	3040	154,21	15,12	
CP38	4,97	19,40	3100	159,79	15,67	
CP39	5,03	19,87	3160	159,02	15,59	16,30
CP40	5,04	19,95	3320	166,41	16,32	
CP 41	5,01	19,71	3300	167,40	16,42	
CP42	5,01	19,71	3280	166,38	16,32	16,33
CP 43	5,03	19,87	3265	164,31	16,11	
CP44	5,02	19,79	3300	166,73	16,35	
CP 45	5,03	19,87	3220	162,04	15,89	16,33
CP46	5,01	19,71	3540	179,57	17,61	
CP 47	5,07	20,19	3280	162,47	15,93	
CP48	5,00	19,63	3180	161,96	15,88	

Os resultados da propagação das ondas ultrassônicas são apresentados na Tabela 5:

**Tabela 7:** Propagação das ondas ultrassônicas nos corpos-de-prova com pseudoboemita liofilizada, com variação de 0,0; 2,5 e 5,0%.

Identificação do CP	L(cm)	t (μs)	V (m/s)	V (m/s) - média
CP 1	9,50	22,6	4204	4259,5
CP2	9,90	23,3	4249	
CP 3	9,80	22,6	4336	
CP4	9,90	23,3	4249	
CP 5	9,80	21,1	4645	4634,75
CP6	9,85	21,3	4601	
CP 7	9,80	21,2	4623	
CP8	9,90	21,2	4670	
CP 9	9,80	21,3	4601	4663
CP10	9,80	20,8	4712	
CP 11	9,80	20,7	4734	
CP12	9,80	21,5	4605	
CP 13	9,84	22,2	4414	4465
CP14	9,85	22,2	4414	
CP 15	9,85	21,7	4516	
CP16	9,83	21,7	4516	

2,5%

CP 17	9,70	23,1	4199	4202,75
CP18	9,80	23,1	4254	
CP 19	9,50	22,6	4204	
CP20	9,80	23,6	4154	
CP 21	9,90	23,3	4249	4309,5
CP22	9,80	22,6	4336	
CP 23	9,80	22,7	4317	
CP24	9,80	22,6	4336	
CP 25	9,76	21,7	4516	4418
CP26	9,80	22,2	4414	
CP 27	9,87	22,6	4381	
CP28	9,90	22,7	4361	
CP 29	9,81	22,0	4455	4501,75
CP30	9,79	21,8	4495	
CP 31	9,85	21,8	4495	
CP32	99,3	21,7	4562	

5,0%

CP 33	9,80	24,6	3984	4015,5
CP34	9,40	23,1	4069	
CP 35	9,70	24,1	4025	
CP36	9,80	24,6	3984	
CP 37	9,41	22,6	4159	4159,5
CP38	9,64	23,7	4051	
CP39	9,51	22,6	4204	
CP40	9,78	23,2	4224	
CP 41	10,00	23,4	4274	4261,25
CP42	9,80	22,7	4317	
CP 43	9,60	23,2	4130	
CP44	9,60	22,2	4324	
CP 45	9,70	22,3	4350	4403,5
CP46	9,39	21,1	4455	
CP 47	9,90	22,3	4395	
CP48	9,78	22,2	4414	

## REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA), MINISTÉRIO DA SAÚDE, BRASIL. Resolução n° 899, de 29 de maio de 2003. Dispõe sobre o guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 2 jun. 2003 .

ALMEIDA FILHO, C. et al Síntese de alumina ativada via sol-gel, Anais do 43º congresso Brasileiro de Cerâmica, 2 a 6/6/1999) – Florianópolis-SC, p.24-901-13-10, ABC, São Paulo, SP.

A. M. I. Gomes et al. Anais do XII Cobreap - Congresso Brasileiro de Avaliações e Perícias, Belo Horizonte, 2003.

ANDRIOLO, F.R. e SGARBOZA, B.C. Inspeção e controle de qualidade do concreto. São Paulo: Newswork, 1993.

ASADI, Amir Atabak; Alavi, Seyed Mahdi; Royae, Seyed Javid and Bazm, Mansour. Ultradeep Hydrodesulfurization of Feedstock Containing Cracked Gasoil through NiMo/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalyst Pore Size Optimization, *Energy & Fuels*, 2017.

ASKELAND, D.R., PHULÉ, P.P. Ciência e engenharia dos materiais. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Guia Básico de Utilização de cimento Portland. São Paulo, 2002

\_\_\_\_\_. NBR 5738: Moldagem e cura de corpos-de-prova cilíndricos ou prismáticos de concreto. Rio de Janeiro, 2009.

\_\_\_\_\_. NBR 5739: Concreto – Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2007.

\_\_\_\_\_. NBR 7211: Agregados para concreto – Ensaio de caracterização. Rio de Janeiro, 2009.

\_\_\_\_\_. NBR 8802: Concreto endurecido – Determinação da velocidade de propagação de onda ultra-sônica. Rio de Janeiro, 2013.

\_\_\_\_\_. NBR 10908: Aditivos para argamassa e concreto – Ensaio de caracterização. Rio de Janeiro, 2008.

\_\_\_\_\_. NBR 11768: Aditivos químicos para concreto Portland. Rio de Janeiro, 2011

\_\_\_\_\_. NBR 12317: Verificação de desempenho de aditivos para concreto. Rio de Janeiro, 1992.

\_\_\_\_\_. NBR 12655: Concreto de cimento Portland – Preparo, controle e recebimento - Procedimento. Rio de Janeiro, 2006.

\_\_\_\_\_. NBR NM 67: Concreto – Determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone. Rio de Janeiro, 1998.

AYROSA, A. M. I. B. Liofilização Ciência ou Arte? Disponível em: <[www.fiap.br/revista\\_faap/engenharia](http://www.fiap.br/revista_faap/engenharia)>. Acesso em 22 ago 2018.



BARUFFALDI, R., OLIVEIRA, M. N. Fundamentos de tecnologia de alimentos. São Paulo: Atheneu, 1998. 317p. EBSA. Aplicação de produtos liofilizados na indústria. Disponível em: <<http://www.ebsa.com.br>>. Acesso em: 22 ago 2018.

BAUER, L.A.F. Materiais de Construção. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1980.

CALLISTER JR, W.D.; Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução, 5a. Ed., Rio de Janeiro, RJ, ed. LTC, 2002

CORDERO-LANZAC, T.; Aguayo, A.T.; Gayubo, A.G.; Castaño, P.; Bilbao, J. Simultaneous modeling of the kinetics for n-pentane cracking and the deactivation of a HZSM-5 based catalyst, Chemical Engineering Journal, 331, 818-830, 2018.

DURAN, N. MATTOSO, L. H. C., MORAIS, P. C. de **NANOTECNOLOGIA: INTRODUÇÃO, PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOMATERIAIS E EXEMPLOS DE APLICAÇÃO**. 1. ed. – São Paulo: Artliber Ed, 2006, 208p.

ENVSCHM, SOIL CHEMISTRY 2008, Szent István University Faculty of Agricultural and Environmental Sciences, disponível em <http://www.mkk.szie.hu/dep/talt/czi/soilchem/envschm.pdf> <Acesso em 22 ago 2018>

FRANKS, F. Freeze-drying: from empiricism to predictability. The significance of glass transitions. Dev Biol Stand, v.74, p.9-18; discussion 19. 1998 .

GARCIA-FUENTES, M., TORRES, D., ALONSO, M. J. New surface-modified lipid nanoparticles as delivery vehicles for salmon calcitonin. Int J Pharm, v.296, n.1-2 , p.122-32. 2009 .

GLEISE, Philippe. Dosagem do Concreto de Cimento Portland. Cap. 50. In: ISAIA, G. C. (ed.). **CONCRETO. Ensino, Pesquisa e Realizações**. São Paulo, IBRACON, 2007.

HATLEY, R. H. M., FRANKS, F. Applications of DSC in the development of improved freeze-drying processes for labile biologicals. J. Thermal Anal, v.37, p.1905-1914. 1991 .

HELENE, Paulo. Dosagem do Concreto de Cimento Portland. Cap. 15. In: ISAIA, G. C. (ed.). **CONCRETO. Ensino, Pesquisa e Realizações**. São Paulo, Instituto Brasileiro do Concreto IBRACON, 2005.

IBRACON. **MATERIAIS DE CONSTRUÇÃO CIVIL e Princípios de Ciências e Engenharia de Materiais**. ISAIA, G. – São Paulo: Ed. G.C.Isaia, 2007, 2v. 832p. e 1712p.

KRUEGER, Karl Marvin; MALDONADO, Fernando Gabriel, High metals content hydrolysis catalyst for use in the catalytic reduction of sulfur contained in a gas stream, and a method of making and using such composition, *US20170274360A1 US Application*, 2017.

LIVAGE, J.; Henry, M.; Sanchez, C. Prog.solid. state chem., v.18, p.259, 1988.

LOOS, M. R. **NANOCIÊNCIA E NANOTECNOLOGIA: COMPÓSITOS TERMOFIXOS REFORÇADOS COM NANOTUBOS DE CARBONO** – 1. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2014.

MACEDO, J. M. et al. **ESTUDO DA SÍNTESE DE AUMINA PELO PROCESSO SOL-GEL UTILIZANDO UM PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL FATORIAL 2N**. Disponível em <https://www.ipen.br/biblioteca/2006/cbecimat/12552.pdf>. <Acesso em 8 maio 2018>

MARTENS, W.F.; KLOPROGGE, J.T.; FROST, R.L. e BARTLETT A crystallite packing model for pseudoboehmite formed during the hydrolysis of trisecbutoxyaluminium to explain peptizability Journal of colloid and interface Science, v. 247, p. 132-137, 2002

MEHTA, P. K. e MONTEIRO, P. J. M. **CONCRETO. Microestrutura, Propriedades e Materiais.** IBRACON – São Paulo, 2008, 674p.

MEHTA, P. K. e MONTEIRO, P. J. M. **CONCRETO. Estrutura, Propriedades e Materiais.** IBRACON – São Paulo: PINI, 1994, 573p.

MOROZ, E.M.; SHEFER, K.I.; ZYUZIN, D. A.; IVANOVA, A.S.; KULKO, E.V.; GOIDIN, V. and MOLCHANOV, V.V. Local structure of pseudoboehmites, *React.Kinet.Catal.Lett*, Vol. 87, No. 2, 367-375, (2006)

MUNHOZ JR., A.H.; MENEGHETTI PERES, R.; SILVEIRA, L.H.; ANDRADE E SILVA, L. G.; MIRANDA, L. F. DE, Irradiation of a nanocomposite of pseudoboehmite-nylon 6,12 CIMTEC 2010 , 6 pages, Trans Tech Publications, Switzerland, 2010a.

MUNHOZ JR., A. H., MIRANDA, L. F., UEHARA, G. N. Study of pseudoboehmite by sol-gel synthesis. *AST - Advances in Science and Technology.* , v.45, p.260 - 265, 2006.

MUNHOZ JR., A. H.; NOVICKIS, R. W.; FALDINI, S. B. ;RIBEIRO, R. R.; MAEDA, C. Y. ; MIRANDA, L. F. DE, Development of pseudoboehmites for nanosystems to release acyclovir, *Advances in Science and Technology*, v.76, p.184-189, 2010.

MUNHOZ JR., A.H.; SILVA, H.S.; YAMAMOTO, M.V.; MASSON, T.J.; OLIVEIRA, M.O.; MIRANDA, L.F.; ANDRADES, R.C.; PERES, R.M.. Alpha-Alumina Synthesis, **Materials Science Forum**, 912, 27-32, 2018.

NBELAYIM, P.; SAKAMOTO, H.; KAWAMURA, G.; MUTO, H. e MATSUDA, A. Preparation of thermally and chemically robust superhydrophobic coating from liquid phase deposition and low voltage reversible electrowetting. *Thin Solid Films*, 636, 273-282, 2017.

NEVILLE, A. M. **PROPRIEDADES DO CONCRETO.** / A. M. Neville; tradução: Ruy Alberto Cremonini. – 5. ed. – Porto Alegre: Bookman, 2016, 888p.

NOFZ, M.; STÖSSER, R.; SCHOLZ, G.; DÖRFEL, I.; SCHULTZE, D. The thermally induced transformation of pseudoboehmite gels—a comparison of the effects of corundum seeding and iron doping *Journal of the European ceramic society*, v. 25, n.7, p.1095-1107, 2005.

PETRUCCI, E. G. R. **CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND.** 14 ed. Rev. por Vladimir Antonio Paulon. São Paulo: Globo, 2005. 307p.

RAHAMAN, M.N. *Ceramic processing and sintering*, Nova York: Marcel Dekker Inc, 1995.

REED, J.S. *Principles of ceramics processing*, 2.ed., 1995.

RIBEIRO, C. et al Obtenção de filmes finos de SnO<sub>2</sub> pelo método sol-gel. *Anais do 43º congresso Brasileiro de Cerâmica*, 2 a 6/6/1999) – Florianópolis-SC, p.4-601-10, ABC, São Paulo, SP

RICHERSON, D.W. *Modern ceramic engineering*, New York: Marcel Dekker, 1992.

RING, T.A. *Fundamentals of ceramic powder processing and synthesis*, San Diego: Academic Press, 1996. p.340-50

SANTIN, Jorge Luiz. *Ultra-som: técnica e aplicação*. Rio de Janeiro: Qualitymark Ed., 1996.

SANTOS, P.S. *Ciência e Tecnologia de Argilas*, Edgard Blucher, SP, 1992.

SANTOS, P. S.; FARIA, F.P.; SOUZA SANTOS, H. Spatial arrangement of fibrils in concentrated

aqueous sols of fibrillar pseudoboehmite *Materials chemistry and physics*, v.76, p.267-273, 2002.

SANTOS, P.S.; SOUZA SANTOS, H.; TOLEDO, S.P. Standard transition aluminas. *Electron microscopy studies. Materials Research* v. 3, n.4, p.104-114, 2000.

SENAI. Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial. Execução de formas - São Paulo : SENAI-SP Editora, 2016.

SEYTENOV R.A., Lipin V.A., Vlasov E.A., Maltseva N.V. Opportunities of Pseudoboehmite Processing from Aluminum Content Raw Material at Sintering Method. In: Ratvik A. (eds) *Light Metals 2017. The Minerals, Metals & Materials Series*. Springer, Cham, p. 109-113, 2017

SOUZA, A. M. T. de, AVALIAÇÃO DE TOXICIDADE DA PSEUDOBOEMITA PARA LIBERAÇÃO CONTROLADA DE FÁRMACOS, Dissertação de Mestrado, São Paulo, UPMackenzie, 2013.

SÜSSEKIND, José Carlos. **CURSO DE CONCRETO: CONCRETO ARMADO. Vol.1** – 5. ed. – São Paulo: Globo, 1991, 280p.

TEOH, GEIK LING; LIEW, KONG YONG; e MARMOOD, WAN A. K. Synthesis and characterization of sol-gel alumina nanofibers. *J.Sol-Gel Sci. Technol*, v.44, p.177-186, 2007

THEO KLOPROGGE, J.; DUONG, L.V.; WOOD, B.J.; FROST, R.L. XPS study of the major minerals in bauxite Gibbsite, bayerite and (pseudo-)boehmite, *Journal of colloid and interface Science*, v. 296, p.572-576, 2006.

TOMA, Henrique E. **O MUNDO NANOMÉTRICO: A DIMENSÃO DO NOVO SÉCULO**. 2. ed. – São Paulo: Oficina de Textos, 2009, 102p.

VIEIRA COELHO, A.C.; ROCHA, G.A.; SOUZA SANTOS, P.; SOUZA SANTOS, H.; KIYOHARA, P.K. Specific surface area and structures of aluminas from fibrillar pseudoboehmite, *Revista Matéria*, v.13, n.2, p.329-341, 2008.

WEFERS, K and BELL, G.M., Oxides and hydroxides of alumina, technical paper No. 19, Alcoa Research Laboratories, (1972) Pittsburgh

ZOTOV, RUSLAN; MESHCHERYAKOV, EUGENE; LIVANOVA, ALLESIA; MINAKOVA, TAMARA; MAGAEV, OLEG; ISUPOVA, LYUBOV and KURZINA, IRINA, 2018. Influence of the composition, structure, and physical and chemical properties of aluminum-oxide-based sorbents on water adsorption ability, *Materials*, 11,132,1-10.

[http://www.ufrgs.br/alimentus1/objetos/veg\\_desidratados/secagem\\_liofiliza%C3%A7%C3%A3o.html](http://www.ufrgs.br/alimentus1/objetos/veg_desidratados/secagem_liofiliza%C3%A7%C3%A3o.html) <acesso em 6 ago 2018>

<https://www.gea.com/pt/stories/freeze-drying-fundamentals.jsp> <acesso em 7 ago 2018>

<http://www.unilago.edu.br/revista/edicaoanterior/Sumario/2013/downloads/2013/LIOFILIZA%C3%87%C3%83O.pdf> <acesso em 4 set 2018>

<https://jorgeteofilo.files.wordpress.com/2011/03/mcm-apostila-capitulo02.pdf> <Acesso em 12 set 2018>

## APÊNDICE

APÊNDICE A - IDENTIFICAÇÃO DOS CP PARA ADIÇÃO DE PSEUDOBOEMITA  
NA FORMA DE SOL-GEL (0% E 5,0%)

adição (%)	Idade do concreto no ensaio (dias)							
	7		14		21		28	
0	CP100	CP101	CP200	CP201	CP300	CP301	CP400	CP401
5,0	CP500	CP501	CP600	CP601	CP700	CP701	CP800	CP801

APÊNDICE B - IDENTIFICAÇÃO DOS CP PARA ADIÇÃO DE PSEUDOBOEMITA  
LIOFILIZADA (0%, 2,5% E 5,0%)

adição (%)	Idade do concreto no ensaio (dias)							
	7				14			
0	CP1	CP2	CP3	CP4	CP13	CP14	CP15	CP16
2,5	CP5	CP6	CP7	CP8	CP17	CP18	CP18	CP20
5,0	CP9	CP10	CP11	CP12	CP21	CP22	CP23	CP24

adição (%)	Idade do concreto no ensaio (dias)							
	21				28			
0	CP25	CP26	CP27	CP28	CP37	CP38	CP39	CP40
2,5	CP29	CP30	CP31	CP32	CP41	CP42	CP43	CP44
5,0	CP33	CP34	CP35	CP36	CP45	CP46	CP47	CP48