

Efeitos da adição de nanocompósito híbrido baseado em hidrogel de polissacarídeo e nanoargila nas propriedades nos estados fresco e endurecido de argamassas cimentícias

(Effects of addition of hybrid nanocomposite based on polysaccharide hydrogel and nanoclay on the fresh and hardened properties of cementitious mortars)

M. A. F. Calesco¹, A. Watanuki Filho^{2*}, M. R. de Moura³, F. A. Aouada³

¹Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Departamento de Engenharia Civil, Ilha Solteira, SP, Brasil

²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, Departamento de Construção Civil, Al. Tucuruí 164, Ilha Solteira, SP, Brasil

³Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Departamento de Física e Química, Ilha Solteira, SP, Brasil

Resumo

As argamassas são compósitos heterogêneos cujo ganho de resistência ocorre por meio de uma sucessão de reações químicas entre a água e o cimento Portland. Nesse sentido, polímeros hidrofílicos capazes de absorver água e liberá-la posteriormente vêm sendo desenvolvidos para melhorar as propriedades das argamassas. Assim, hidrogel à base de poliácridamida, carboximetilcelulose e nanoargila foi sintetizado e aplicado em argamassas cimentícias preparadas com diferentes relações água/cimento ($w/c = 0,40, 0,48$ e $0,50$). A sua aplicação nas argamassas reduziu o índice de consistência e a taxa de exsudação, e não ocasionou variação na densidade no estado endurecido destas. Já os índices de absorção de água das argamassas com hidrogel com $w/c = 0,40$ e $0,50$ reduziram cerca de 6,1% e 6,7%, respectivamente. Esse mesmo comportamento também foi observado para a resistência à compressão. Em suma, o desenvolvimento e aplicação de hidrogéis capazes de absorver e liberar água é uma área bastante promissora para a construção civil. **Palavras-chave:** construção civil, resistência à compressão, nanocompósito, hidrogel, cimento Portland.

Abstract

Mortars are heterogeneous composites that gain strength through a succession of chemical reactions between water and Portland cement. In this sense, hydrophilic polymers that can absorb water and release it later have been developed to improve their properties. Thus, a hydrogel-based on polyacrylamide, carboxymethylcellulose and nanoclay was synthesized and applied in cement mortars prepared with different water/cement (w/c) ratios (0.40, 0.48, and 0.50). Its application in mortars reduced the consistency index and the exudation rate and did not cause variation in density in the hardened state. The water absorption rate of mortars with hydrogel with $w/c = 0.40$ and 0.50 reduced ~6.1% and 6.7%, respectively. This same behavior was also observed for compressive strength. In summary, the development and application of hydrogels capable of absorbing and releasing water is a very promising area for civil construction.

Keywords: civil construction, compressive strength, nanocomposite, hydrogel, Portland cement.

INTRODUÇÃO

As argamassas obtidas a partir da mistura de cimento Portland, agregado miúdo e água são materiais compósitos heterogêneos [1] amplamente utilizados na construção civil. Estes materiais se destacam em função de sua versatilidade de aplicação, seja como elementos ligantes

de outros materiais, como blocos, tijolos e pedras, ou como revestimentos superficiais, tais como rebocos e base de revestimentos cerâmicos [2]. Contudo, por se tratar de um material cimentício, esta classe de compósito possui algumas características que comprometem seu desempenho mecânico, tais como baixa resistência à fissuração, pequena deformação e baixa resistência à flexão em comparação com a resistência à compressão [3]. Além disso, as argamassas por apresentarem uma microestrutura porosa tendem a facilitar o transporte de água para o seu interior e, assim, ocasionar danos químicos à estrutura em função do transporte de alguns

*watanuki@ifsp.edu.br

<https://orcid.org/0000-0001-5112-2356>

íons [1]. Mediante estas condições, vêm sendo desenvolvidos e aplicados novos materiais com o intuito de melhorar as propriedades físicas e mecânicas, reduzindo patologias que possam comprometer a durabilidade e o desempenho destes materiais cimentícios [4]. Uma das alternativas se refere à aplicação de aditivos químicos como parte integrante das dosagens destes materiais [5], pois uma das vantagens está no fato de que sua aplicação pode alterar a relação água/aglomerante, sem modificar a dosagem dos demais materiais constituintes, o que melhora as propriedades mecânicas e mantém a trabalhabilidade dessas argamassas [6, 7]. Como o endurecimento e ganho de resistência destes materiais se efetivam a partir de reações de hidratação do cimento com a água, a produção de compósitos cimentícios recebe destaque principalmente ao que concerne aos procedimentos de cura dos materiais cimentícios [8, 9], pois, além do tradicional método de cura por imersão, existem alternativas que atuam internamente junto à microestrutura do material cimentício, disponibilizando uma certa quantidade de água para melhorar a hidratação das partículas de cimento, evitando assim perda de umidade relacionada à evaporação para o meio externo [10]. Destacam-se então os agregados leves [11] e os polímeros superabsorventes [12], sendo estes as alternativas mais utilizadas para os procedimentos de cura interna (CI) de materiais cimentícios.

Neste sentido, o presente estudo se propôs a analisar a influência de um hidrogel sintetizado à base de poliácridamida (PAAm), carboximetilcelulose (CMC) e nanoargila do tipo Cloisita-Na⁺ nas propriedades dos estados fresco e endurecido de argamassas cimentícias, produzidas com diferentes relações água/cimento (a/c). A aplicação deste polímero parte do pressuposto que este pode atuar como agente de cura interna, assim como os superabsorventes sintéticos comerciais (SAP), porém com a premissa de que este nanocompósito apresenta propriedades físicas e de biodegradabilidade melhoradas [13] em relação aos polímeros comerciais, tendo em vista a combinação da nanoargila e do polissacarídeo CMC utilizados em sua síntese. Esse hidrogel é caracterizado por ser polímero hidrofílico e de estrutura tridimensionalmente reticulada [14, 15], capaz de absorver água devido à pressão osmótica e reter-la dentro de sua estrutura, para que esta possa ser

liberada posteriormente de forma gradual e inteligente [16]. Este hidrogel, também denominado como nanocompósito híbrido, apresenta como vantagens: i) comportamento mecânico satisfatório [17] e ii) excelentes propriedades térmicas [18], quando comparado aos hidrogéis comerciais. Isto se deve ao fato de que a presença do argilomineral Cloisita-Na⁺ associada a um polissacarídeo como CMC, ou outros [19], pode melhorar as propriedades hidrofílicas desse nanocompósito [20], pois a nanoargila, além de atuar como um agente de reforço na matriz polimérica, pode prolongar o processo de liberação de água. O processo de absorção e liberação de água otimizado é a característica mais interessante para os materiais cimentícios, visto que esta condição pode melhorar o procedimento de autocura e garantir uma melhor hidratação das partículas de cimento [16]. Assim, os nanocompósitos híbridos atuam como inserções carregadas de água [21] na matriz cimentícia e esses pequenos reservatórios de água fazem com que o procedimento de cura interna ou externa potencialize a hidratação dos materiais cimentícios, reduzindo a perda de umidade para o meio externo. Assim, pretende-se com este estudo entender o efeito que este tipo de hidrogel nanocompósito híbrido proporciona nas propriedades do estado fresco e endurecido de argamassas produzidas com diferentes relações a/c, visando uma futura aplicação como agente de cura interna. Com isto, espera-se que esse material traga avanços e melhorias para os estudos de tecnologia de materiais cimentícios, para que futuramente possa ser aplicado no campo da construção civil.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais: o nanocompósito híbrido baseado em hidrogel e nanoargila foram preparados utilizando acrilamida (AAM, Fluka, >98%), polissacarídeo CMC (M_v=114000 g/mol, Synth, P.A.), N',N'-metilenobisacrilamida (MBAAM, Sigma-Aldrich, 99%), N,N,N',N'-tetrametiletilenodiamina (TEMED, Sigma-Aldrich, 99%), nanoargila Cloisita-Na⁺ (Southern Clay Products) e persulfato de sódio (Na₂S₂O₈, Sigma-Aldrich, >98%). Já para a produção das argamassas foi utilizado cimento Portland do tipo CPII-Z-32 (Ciplan Cimentos), cujas características físicas e químicas estão

Tabela I - Composição química (% em massa) do cimento Portland do tipo CPII-Z-32 [22].
[Table I - Chemical composition (wt%) of Portland cement type CPII-Z-32 [22].]

CaO	SiO ₂	SO ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	SrO	MnO	Outros
75,29	16,19	3,70	3,11	1,11	0,25	0,24	0,04	0,07

Tabela II - Propriedades físicas do cimento Portland do tipo CPII-Z-32 [23].
[Table II - Physical properties of Portland cement type CPII-Z-32 [23].]

Perda ao fogo (%)	Tempo de cura		Superfície específica Blaine (m ² /kg)	Resistência à compressão (MPa)			
	Inicial (min)	Final (min)		1 dia	3 dias	7 dias	28 dias
7,10	141	214	463,4	14,60	22,10	26,40	33,10

descritas nas Tabelas I e II. Ressalta-se que a composição química do cimento foi obtida através de análise por espectroscopia por fluorescência de raios X [22]. Areia de quartzo (Castilho, SP), com massa específica de 2650 kg/m³ e módulo de finura de 2,05, foi utilizada como agregado miúdo. Ressalta-se ainda que o cimento utilizado conteve entre 6% e 14% de adição pozolânica e até 10% em massa de adição de material carbonático (filer) [23].

Síntese de hidrogel nanocompósito híbrido: o hidrogel nanocompósito híbrido constituído por PAAm, CMC e Cloisita-Na⁺ foi sintetizado por meio de polimerização via radical livre (Fig. 1), seguindo os procedimentos descritos por Aouada et al. [13] e Nascimento et al. [21]. O hidrogel foi sintetizado utilizando 6,0% (massa/volume) do monômero AAm em solução aquosa contendo 1,0% (massa/volume) de CMC, 10% (massa/massa em relação à massa de acrilamida) de nanoargila do tipo Cloisita-Na⁺, 2,0% (mol em relação ao monômero de acrilamida) de N'-N-metilenobisacrilamida (MBAAm) como agente de reticulação, 6,67 mmol/L de N,N,N',N'-tetrametiletenodiamina (TEMED) como catalisador e 3,5 mmol/L de persulfato de sódio (Na₂S₂O₈) como iniciador de reação. Após a etapa de síntese, o hidrogel foi dialisado em água destilada por 7 dias, macerado (Fig. 2a) e seco em estufa a 40±1 °C durante aproximadamente 48 h, ou até que fosse verificada uma variação de massa menor que 0,50%. Após o processo de secagem, o material foi manualmente macerado (Fig. 2b) de modo a adequar sua granulometria para a referida aplicação. Ressalta-se que a concentração de 10% de nanoargila utilizada na síntese deste hidrogel foi otimizada em estudos prévios realizados por Nascimento et al. [21]. Já a aplicação desta composição de hidrogel se justificou pelo fato deste apresentar um grau de intumescimento satisfatório de 23,9±0,8 g/g. Esse valor do grau de intumescimento foi utilizado para calcular a quantidade de água necessária para as argamassas, de modo a garantir que a relação a/c do sistema fosse mantida constante. Destaca-se também que o hidrogel foi aplicado previamente intumescido, não sendo realizado previamente nenhum ensaio específico para determinar a granulometria das partículas do hidrogel utilizado.

Caracterização espectroscópica e morfológica do hidrogel nanocompósito: como intuito de verificar a eficiência da síntese e a incorporação da nanoargila na matriz do

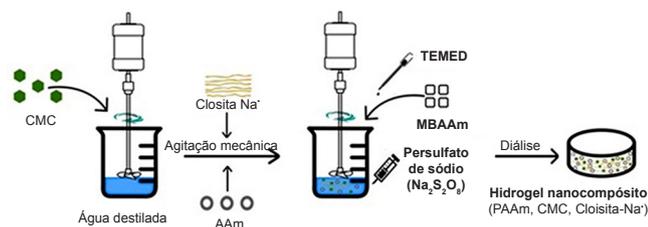


Figura 1: Representação esquemática da possível formação do hidrogel nanocompósito à base de PAAm, CMC e nanoargila do tipo Cloisita-Na⁺.

[Figure 1: Schematic representation of the possible formation of nanocomposite hydrogel based on PAAm, CMC, and Cloisite-Na⁺ nanoclay.]



Figura 2: Imagens mostrando o aspecto do hidrogel nanocompósito à base de PAAm, CMC e nanoargila do tipo Cloisita-Na⁺ macerado após diálise (a) e após processo de secagem (b).

[Figure 2: Images showing the appearance of the macerated nanocomposite hydrogel based on PAAm, CMC, and Cloisite-Na⁺ nanoclay after dialysis (a) and after drying process (b).]

hidrogel foram realizadas caracterizações de espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os espectros de FTIR da nanoargila, hidrogel puro e hidrogel nanocompósito foram obtidos usando um espectrofotômetro (NEXUS 670, Nicolet). O preparo das amostras, em formato de pastilhas prensadas, foi realizado a partir da mistura de 0,50 mg de amostra seca em 100 mg de KBr. Todas as medidas foram registradas pelo acúmulo de 128 varreduras entre as regiões espectrais de 400 a 4000 cm⁻¹ com resolução de 2 cm⁻¹. A análise morfológica do hidrogel foi realizada utilizando um microscópio eletrônico (EVO/LS15, Zeiss) operado a uma tensão de aceleração de 12 kV. Amostra de hidrogel foi inicialmente intumescida em água destilada até o seu estágio de equilíbrio. Em seguida, foi congelada em nitrogênio líquido e posteriormente liofilizada por 24 h em um liofilizador (Enterprise II, Terroni). Por fim, a amostra foi fraturada e acondicionada em um porta-amostra, onde foi recoberta com uma fina camada de ouro antes desta caracterização.

Preparo das argamassas cimentícias: foi proposta a confecção de uma argamassa de assentamento com dosagem 1:2,16 (cimento:areia) e adição de 0,5% de hidrogel intumescido (em relação à massa de cimento). Esta proporção de hidrogel foi baseada em resultados das propriedades mecânicas obtidos por Santos et al. [24] e Cilli et al. [25]. A escolha para a dosagem inicial (Tabela III) foi baseada nos parâmetros de produção da argamassa para o ensaio de determinação da resistência à compressão de corpos cilíndricos, proposta pela norma NBR 7215 [26], cuja relação a/c inicial apresentada é de 0,48. Posteriormente, um intervalo da relação água/cimento (0,40-0,50) foi definido com o objetivo de entender a influência do hidrogel nas propriedades frescas e endurecidas das argamassas, em condições de menor e maior disponibilidade de água de amassamento e, assim, estabelecer um comparativo entre as três condições. As argamassas foram produzidas utilizando-se uma argamassadeira de bancada (Solotest, Brasil) seguindo as especificações propostas pelas normas NBR 16541 [27] e NBR 7215 [26]. Inicialmente, o cimento, a água e o hidrogel intumescido foram misturados por 30 s em velocidade baixa (rotação em torno do eixo de 125 rpm e movimento

planetário de 62 rpm). Após este tempo, sem interrupção da operação, toda a areia foi adicionada em um intervalo de 30 s. Concluída esta etapa de incorporação do agregado miúdo, aumentou-se a velocidade da argamassadeira (rotação em torno do eixo de 220 rpm e movimento planetário de 125 rpm), misturando todos os materiais por mais 30 s. Após este tempo, o procedimento foi interrompido para a retirada dos materiais aderidos nas paredes laterais da cuba, reiniciando a homogeneização mecanizada em velocidade alta até completar o ciclo de 5 min. As moldagens das amostras foram realizadas imediatamente após o preparo das argamassas e com maior agilidade possível. Estas foram vertidas em moldes com dimensões variáveis em conformidade com os ensaios realizados. Com o intuito de eliminar as bolhas de ar incorporadas durante a agitação mecânica, foi realizado o procedimento de adensamento das argamassas nos moldes, de forma manual ou mecânica com mesa vibratória (Solotest, Brasil), e de acordo com o ensaio realizado. Para as caracterizações das propriedades mecânicas no estado endurecido, as amostras foram desmoldadas após 24 h do preparo e acondicionadas, conforme norma NBR 9479 [28], em câmara úmida (umidade relativa >95% a 27 ± 2 °C) até a idade de realização dos ensaios.

Índice de consistência: com o intuito de caracterizar a influência do hidrogel híbrido nanocompósito na propriedade de trabalhabilidade da argamassa no seu estado fresco, utilizou-se a técnica para determinação do índice de consistência, em conformidade com as recomendações das normas NBR 13276 [29] e ASTM C1437-15 [30]. Após a produção da argamassa, segundo as prescrições da norma NBR 7215 [26], esta foi acondicionada em um molde troncônico em três camadas. A primeira camada foi adensada manualmente e, com auxílio de uma haste, aplicaram-se 15 golpes de forma aleatória sobre a camada. A segunda e a terceira camada também foram adensadas manualmente, aplicando 10 e 5 golpes, respectivamente. Posteriormente, o excesso de argamassa na parte superior do molde foi retirado para garantir o seu nivelamento, bem como foi realizada a retirada de qualquer resíduo de argamassa que pudesse estar presente na mesa de adensamento. Após o preenchimento, o molde foi imediatamente retirado de forma vertical, sendo

aplicados 30 golpes durante 30 s na mesa de adensamento (Conteco, Brasil) para promover o abatimento do tronco de cone de argamassa. Finalmente, após o adensamento, três medidas em diferentes direções do diâmetro da base do tronco de cone de argamassa foram realizadas com o auxílio de um paquímetro (Mitutoyo, 150 mm). O índice de consistência foi obtido pela média aritmética das leituras dos diâmetros. *Taxa de exsudação:* uma das características dos hidrogéis trata-se da liberação controlada de água. Assim, uma das técnicas que pode contribuir para essa análise trata-se da determinação da quantidade de água que exsuda de uma amostra no seu estado fresco. Esse método permite avaliar se parte da água, que se encontra armazenada no interior dos hidrogéis, pode contribuir para uma melhor retenção de água e evitar segregação de fases da argamassa. O método de ensaio utilizado seguiu as recomendações da norma RILEM MR-6 [31], que consistiu na determinação do volume de água exsudada para a superfície da argamassa em períodos pré-determinados de 15, 30, 60, 120, 180 e 240 min, após seu preparo. O ensaio foi realizado com 14 amostras com volume de 500 mL cada, depositadas e adensadas manualmente em béqueres. As extrações do volume de água exsudada foram realizadas com auxílio de uma pipeta graduada. A taxa de exsudação foi calculada pela relação entre a quantidade de água exsudada pela área superficial de cada béquer. *Densidade no estado endurecido:* as densidades das argamassas no estado endurecido foram determinadas seguindo as recomendações das normas NBR 13280 [32] e ASTM C1754 [33]. Neste caso, foram analisadas 6 amostras cilíndricas (diâmetro $\varnothing=5$ cm e altura $h=10$ cm) de cada composição de argamassa produzida. As aferições das massas e dimensões das amostras foram realizadas antes do ensaio de compressão axial, nas idades previamente determinadas de 7, 14 e 28 dias. Neste caso, como as amostras se encontravam em câmara úmida (umidade relativa >95% e 27 ± 2 °C) até a realização do ensaio, foi considerado que os corpos de prova se encontravam saturados. Para cada idade, a massa das amostras foi registrada em uma balança semianalítica (BL-3200H, Shimadzu) e o volume foi calculado de acordo com suas dimensões (diâmetro x altura), aferidas com auxílio de um paquímetro tipo lâmina (Mitutoyo, 150 mm)

Tabela III - Dosagens das argamassas analisadas.
[Table III - Dosages of the analyzed mortars.]

Nomenclatura	Cimento CPII-Z-32 (kg/m ³)	Areia (kg/m ³)	Dosada	Água (L/m ³)		Relação a/c		Hidrogel intumescido ^b (%)	Hidrogel seco ^b (%)
				Hidrogel ^a	Total	a/c _{total}	a/c _{efetiva}		
Controle a/c=0,40	650,3	1404,71	260,13	-	260,13	0,40	-	-	-
Controle a/c=0,48	618,2	1335,25	296,72	-	296,72	0,48	-	-	-
Controle a/c=0,50	610,6	1318,94	305,31	-	305,31	0,50	-	-	-
Ahidrog. a/c=0,40	650,3	1404,71	257,02	3,11	260,13	0,40	0,39	0,50	0,02
Ahidrog. a/c=0,48	618,2	1335,25	293,76	2,96	296,72	0,48	0,47	0,50	0,02
Ahidrog. a/c=0,50	610,6	1318,94	302,39	2,92	305,31	0,50	0,49	0,50	0,02

^a: valor correspondente à quantidade de água absorvida e armazenada pelo hidrogel em sua microestrutura; ^b: fração estabelecida em relação à massa de cimento utilizada.

em três pontos distintos do corpo de prova. A densidade de cada amostra foi determinada pela razão entre a massa e o volume, e o valor final, que expressa a densidade média, foi obtido pela média aritmética das densidades das amostras de cada tipo de argamassa ensaiada. *Índice de absorção de água por imersão*: a determinação de absorção de água por imersão trata-se de um processo pelo qual a água é conduzida e tende a ocupar os poros permeáveis de um corpo sólido poroso. O ensaio foi realizado em conformidade com as normas NBR 9778 [34] e ASTM C1403-15 [35], onde foram moldadas amostras com volume aproximado de 150 cm³. Aos 28 dias, as amostras foram secas em estufa (105±2 °C) por 72 h até que não apresentassem variações de massas, sendo as medidas realizadas a cada 24 h. Posteriormente, estas foram imersas em água em temperatura ambiente (27±2 °C) e mantidas por 72 h nessa condição até a saturação completa. Ressalta-se que as leituras das massas das amostras imersas em água também foram realizadas a cada 24 h. A determinação do índice de absorção de água, de cada amostra, foi realizada pela relação entre a diferença da massa saturada (m_{sat}) e massa seca (m_{seca}), pela massa seca da amostra (m_{seca}). O valor final do índice de absorção de água foi obtido pela média aritmética das amostras de cada tipo de argamassa ensaiada. *Compressão axial*: através de ensaios de compressão axial em corpos de prova cilíndricos foi possível verificar a influência do hidrogel no comportamento mecânico na matriz cimentícia. Todos os procedimentos foram realizados conforme as normas ASTM C109 [36] e NBR 5739 [37]. Para cada idade de ruptura, nas idades características de 7, 14 e 28 dias, foram moldados 6 corpos de provas cilíndricos ($\varnothing=5$ cm e $h=10$ cm), que permaneceram acondicionados em câmara úmida (umidade relativa >95% e 27±2 °C) até sua ruptura. Estas amostras foram ensaiadas utilizando uma prensa universal (DL 30000, Emic, Brasil) com carga limite de 200 ton operando a uma taxa de carga de 0,25±0,05 MPa/s. Os resultados foram apresentados como valor da média aritmética das resistências à compressão para as argamassas com hidrogel em diferentes relações água/cimento (a/c) propostas (0,40, 0,48 e 0,50) e comparadas com seus respectivos controles.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização espectroscópica e morfológica do hidrogel nanocompósito: para verificar a eficiência da síntese da matriz polimérica e a incorporação da nanoargila Cloisita-Na⁺ em sua matriz, foram realizadas análises de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), cujos espectros são apresentados na Fig. 3, e de microscopia eletrônica de varredura (MEV), representadas pelas imagens da Fig. 4. Pode-se observar a partir da Fig. 3, similaridades espectroscópicas entre os espectros do hidrogel puro e do nanocompósito contendo nanoargila. Ambos apresentaram a ocorrência de um pico alargado na região de 3420 cm⁻¹ relacionado às ligações de hidrogênio do grupamento -OH [17, 38, 39], picos referentes às vibrações de estiramento dos grupamentos

de -N-H e -CH₃ em aproximadamente 3190 cm⁻¹ [40, 41] e 2920 cm⁻¹ [39, 42, 43], respectivamente, que indicaram a formação da matriz PAAm-CMC. Outras evidências espectroscópicas da formação da matriz polimérica foram associadas à presença dos picos de vibração das amins secundárias -C-N atribuídas aos grupamentos amina da PAAm [44] e MBAAM na região próxima a 1456 cm⁻¹ [39, 45]. Já as vibrações espectroscópicas relacionadas ao estiramento -COO⁻ na região de 1665 cm⁻¹ [38, 39] e 1420 cm⁻¹ [17, 46] caracterizaram a presença do polissacarídeo CMC na matriz do hidrogel. Em relação à incorporação da nanoargila no espectro do hidrogel nanocompósito híbrido, foi possível observar o aparecimento ou intensificação de bandas características da nanoargila [44], sendo as principais destacadas em 1120 cm⁻¹ [17, 38, 45], 1042 cm⁻¹ [47-49], 913 cm⁻¹ [50], 526 cm⁻¹ [39, 43] e 462 cm⁻¹ [15, 43, 50], que corresponderam às vibrações Si-O-Si, vibrações Si-O-Si da camada tetraédrica da nanoargila, vibrações de flexão das ligações Al-OH, vibrações de Si-O-Si e flexão das ligações Si-O-Al, respectivamente. Isto indicou que a nanoargila foi incorporada à matriz do hidrogel durante o processo de polimerização e se manteve mesmo após o processo de diálise. Outra forma de confirmação sobre a eficiência da síntese foi através da análise das propriedades morfológicas do hidrogel nanocompósito por meio de MEV. A partir das micrografias na Fig. 4, foi possível observar que a matriz do hidrogel apresentou morfologia característica de estrutura foliácea porosa, com tamanhos de poros heterogêneos. Tal morfologia é atribuída à presença do polissacarídeo CMC entrelaçado nas cadeias do hidrogel [51]. Além disso, a presença de nanoargila na estrutura do polímero pode ser evidenciada pela rugosidade nas paredes dos poros (indicada pelos círculos na Fig. 4b).

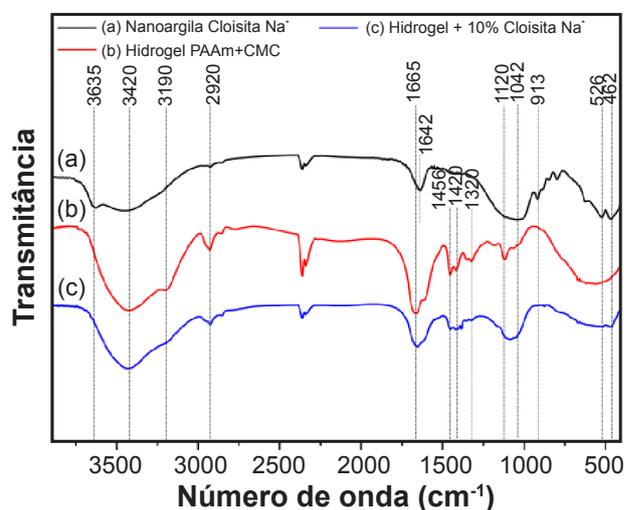


Figura 3: Espectros de FTIR referentes a: a) Cloisite-Na⁺; b) hidrogel (PAAm e CMC) puro; e c) hidrogel (PAAm, CMC e 10% de nanoargila) híbrido.

[Figure 3: FTIR spectra of: a) Cloisite-Na⁺; b) pure hydrogel (PAAm and CMC); and c) hybrid hydrogel (PAAm, CMC, and 10% nanoclay).]

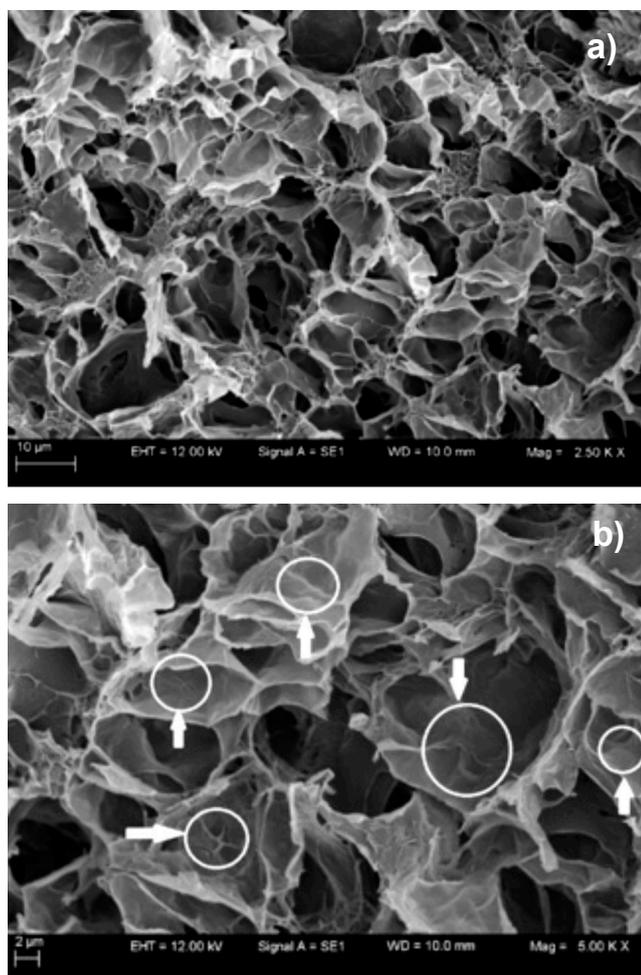


Figura 4: Micrografias obtidas por MEV de hidrogel constituído por PAAm, CMC e 10% de nanoargila do tipo Cloisite- Na^+ com diferentes ampliações.

[Figure 4: SEM micrographs of hydrogel containing PAAm, CMC, and 10% Cloisite- Na^+ nanoclay at different magnifications.]

Índice de consistência do compósito argamassa-hidrogel: a Fig. 5 apresenta os resultados para os índices de consistência obtidos para as argamassas produzidas com e sem hidrogel para diferentes relações a/c. De modo geral, foi possível avaliar que o aumento da quantidade de água na dosagem das argamassas aumentou os índices de consistência das argamassas, tanto nas amostras de controle como nas produzidas com 0,50% de hidrogel. Este comportamento é relacionado à redução do atrito entre as partículas sólidas da mistura ocasionada pelo aumento do teor de água [52]. Em uma análise comparativa entre as argamassas com adição de hidrogel, verificou-se para todas as relações a/c avaliadas uma redução do índice de consistência em relação à amostra controle. Esta redução foi menos acentuada para relações a/c maiores. Para a/c=0,50, os índices de consistência foram estatisticamente iguais, confirmando que o hidrogel teve maior efeito em relações água/cimento menores. Por exemplo, para a/c=0,40, a redução foi de aproximadamente 10% e, para a/c=0,48, a redução foi de apenas 4%. Isto era esperado, visto que a retenção de água pelo polímero afetou as propriedades reológicas da argamassa, especialmente

em relações a/c baixas [53]. Nestas condições, a pouca presença de água livre pode provocar um aumento na tensão de escoamento e na viscosidade da fase cimentícia [4], o que pode ser constatado pela pequena redução da trabalhabilidade da mesma devido à diminuição de água disponível durante o preparo [53, 54]. Isto também pode ser em virtude da retenção de parte desta pelo nanocompósito. Como o hidrogel foi previamente intumescido, essa quantidade de água absorvida pelo mesmo foi retirada do montante utilizado no preparo das argamassas com hidrogel (Tabela III). Além disso, a presença da nanoargila na matriz do polímero ocasionou uma retenção de água de dosagem em sua estrutura reticulada. Este efeito é atribuído ao aumento do entrelaçamento físico entre as cadeias formadoras do hidrogel e as lamelas da nanoargila [55, 56], que permite uma liberação controlada da água ao longo do tempo. Sendo assim, a quantidade de água disponível inicialmente para o amassamento foi menor, acarretando uma pequena redução no índice de consistência das argamassas com adições de hidrogel. Esta condição, *a priori*, pode não ser satisfatória em função da diminuição da trabalhabilidade de argamassa. Contudo, a retenção de água (para ser liberada posteriormente) é um dos fatores que torna interessante sua aplicação, em função da redução de patologias relacionadas à variação volumétrica, tais como surgimento de fissuras que podem comprometer sua durabilidade ao longo da vida útil.

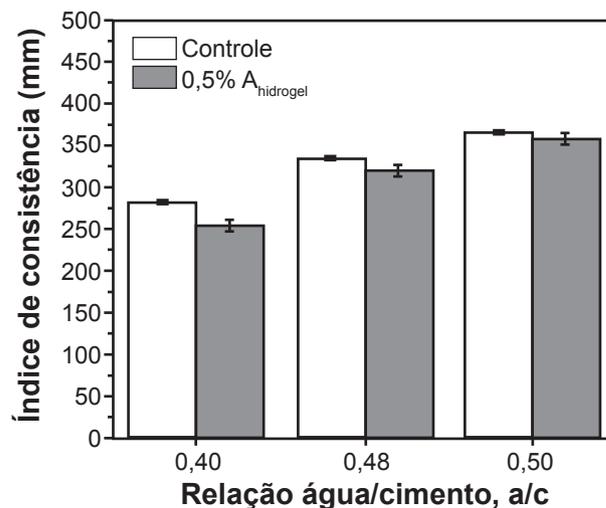


Figura 5: Índice de consistência de argamassas de controle e com concentração de 0,5% de hidrogel para diferentes relações a/c, com respectivo desvio padrão.

[Figure 5: Consistency index of control mortars and mortars with 0.5% hydrogel concentration for different w/c ratios, with respective standard deviation.]

Taxa de exsudação: os resultados relacionados à influência do nanocompósito híbrido na taxa de exsudação das argamassas cimentícias com diferentes relações a/c são apresentados na Fig. 6. A importância da análise da taxa de exsudação se refere ao fato desta indicar a incapacidade da mistura cimentícia em reter a água de amassamento, em sua totalidade, resultando em uma separação de fase, na qual

parte da água de mistura tende a migrar para a superfície da pasta, argamassa ou concreto recém-lançado [52]. Os resultados apresentaram, em geral, uma taxa de exsudação máxima aos 60 min após o início do ensaio. Constatou-se que o hidrogel atuou satisfatoriamente, retendo água, em

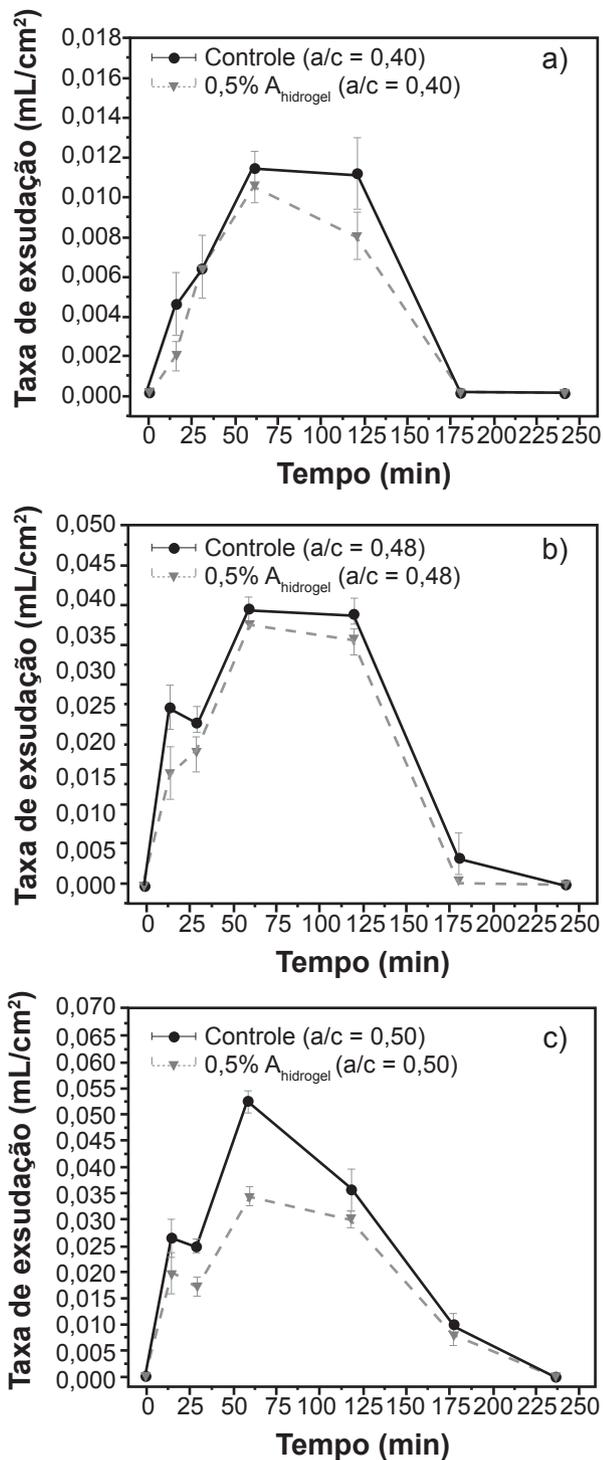


Figura 6: Taxa de exsudação de argamassas de controle e com 0,5% de hidrogel em função da variação da relação água/cimento (a/c): a) 0,40; b) 0,48; e c) 0,50.

[Figure 6: Exudation rate of control mortars and mortars with 0.5% hydrogel as a function of water/cement (w/c) ratio: a) 0.40; b) 0.48; and c) 0.50.]

todas as relações a/c analisadas. Isto porque a natureza iônica e a estrutura da cadeia interconectada do hidrogel aumentaram a afinidade química com as moléculas de água, aumentando respectivamente o nível de absorção e retenção de água por um período [55]. Neste caso, a atuação do hidrogel como agente hidrorretentor contribuiu para o melhor controle da perda de água por evaporação da matriz e, conseqüentemente, diminuiu a probabilidade de ocorrência de retração plástica. Em uma avaliação mais pontual, foi possível constatar que a variação da taxa de exsudação foi mais evidente para argamassas com maiores relações a/c, como foi o caso da relação a/c=0,50 (Fig. 6c). Nesta condição, o volume exsudado de água diminuiu em torno de 35% (aos 60 min), quando comparado à amostra controle. Estes resultados corroboraram os resultados obtidos para os índices de consistência, que também foram menores à medida que a relação a/c foi reduzida. Estes resultados confirmaram que a presença do hidrogel em sua matriz causou uma pequena redução na trabalhabilidade. Tal comportamento foi similar ao apresentado por Baloch et al. [57], cuja aplicação foi avaliada com uso de hidrogéis comerciais sintéticos. Essa tendência permitiu concluir que a presença da nanoargila de fato contribuiu para melhorar a retenção de água no polímero [55], e conseqüentemente no interior da matriz cimentícia. Esses resultados foram satisfatórios, visto que a adição de polímeros absorventes de liberação controlada pode garantir uma melhor retenção de água e hidratação da matriz cimentícia atuando como agente de cura interna [58], reduzindo patologias relacionadas à retração plástica [59], redução de fissuras [60-62] e, assim, aumentando seu desempenho e durabilidade. Além disso, a redução da capacidade de exsudação das argamassas, devido à presença do hidrogel, contribuiu para que a relação a/c efetiva fosse diminuída [63]. Esses resultados apontaram a eficiência dos hidrogéis como hidrorretentores capazes de realizar uma cura interna eficiente de materiais cimentícios.

Densidade no estado endurecido: os resultados de densidade no estado endurecido das argamassas produzidas em diversas condições de relação a/c, com e sem adição de hidrogel, estão indicados na Fig. 7. Os valores de densidade no estado endurecido das argamassas, para todas as condições de preparo e tempo de cura, não apresentaram variações significativas ao longo do tempo, sendo observado um valor médio de $2,15 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$. A pouca ou nenhuma variação de densidade das amostras pode estar relacionada a dois fatores, sendo eles: i) a pouca quantidade de hidrogel (0,5% em relação à massa de cimento) adicionada na argamassa, o que não interferiu significativamente na massa específica do conjunto; e ii) o procedimento de cura utilizado, o qual interferiu diretamente no efeito do hidrogel como agente de cura interna. Isto porque todas as amostras foram acondicionadas em câmara úmida (umidade relativa $>95\%$ e $27 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$) até a idade do ensaio. Devido à alta taxa de umidade, as amostras encontravam-se totalmente saturadas. Assim, o hidrogel presente na microestrutura do material cimentício provavelmente encontrava-se também totalmente intumescidos, não ocorrendo a liberação de água, atuando

como materiais inertes na microestrutura da argamassa. Para constatar o efeito real do hidrogel na argamassa, o ideal seria que esta fosse exposta a condições de pouca umidade, proporcionando ao hidrogel uma condição ambiental favorável para que ocorra a liberação de água de forma eficiente e mais controlada. Com isso, a hidratação contínua das partículas de cimento poderia ser eficiente para reduzir sua retração, conforme reportado por outros pesquisadores [58, 63, 64].

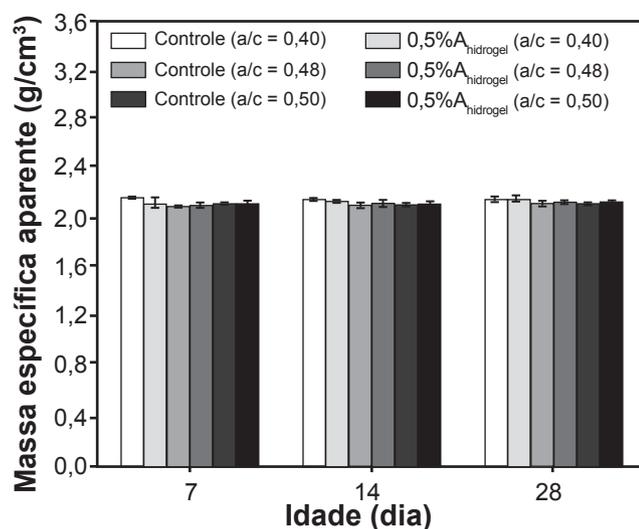


Figura 7: Massa específica aparente de argamassas de controle e com concentração de 0,5% de hidrogel para diferentes relações a/c, ao longo do tempo, com respectivo desvio padrão.

[Figure 7: Specific gravity of control mortars and mortars with 0.5% hydrogel concentration for different w/c ratios over time, with respective standard deviation.]

Índice de absorção de água por imersão: a análise deste índice permite quantificar a quantidade de água absorvida em função da alteração da microestrutura do material cimentício devido à presença do hidrogel em sua matriz. A Fig. 8 apresenta uma análise comparativa dos índices de absorção de água por imersão de amostras de argamassas cimentícias produzidas com e sem hidrogel, aos 28 dias de cura. Ainda que os valores do índice de absorção de água sejam similares para todas as argamassas ensaiadas, foi possível constatar que o hidrogel foi capaz de diminuir a taxa média de absorção de água. Um dos fatores que pode ter influenciado foi a relação a/c das argamassas, visto que a quantidade de água na mistura atua diretamente na porosidade da matriz cimentícia, facilitando uma maior conexão e entrada de água [65, 66]. Assim, as argamassas de referência (controle) com relação a/c de 0,48 e 0,50 foram as que apresentaram maiores valores de absorção, em torno de 10,7% e 10,4%, respectivamente. Para a relação a/c=0,48, o efeito do hidrogel não foi significativo quando comparado à amostra de referência, apresentando um valor de 10,5%. Já para as demais relações a/c, o efeito do hidrogel foi mais evidente, apresentando reduções de aproximadamente 6,1% e 6,7% para as relações a/c de 0,40 e 0,50, respectivamente. Essas reduções podem estar atreladas à porosidade do material

alterada em função da cinética de liberação de água pelo polímero inserido na matriz cimentícia, conforme reportado por outros autores [67, 68], que observaram uma redução na interconexão entre os poros e que, conseqüentemente, dificulta a entrada de água [68]. Contudo, para esta hipótese ser comprovada faz-se necessário a realização de outros ensaios para uma melhor análise da microestrutura dessas argamassas com adições de hidrogel.

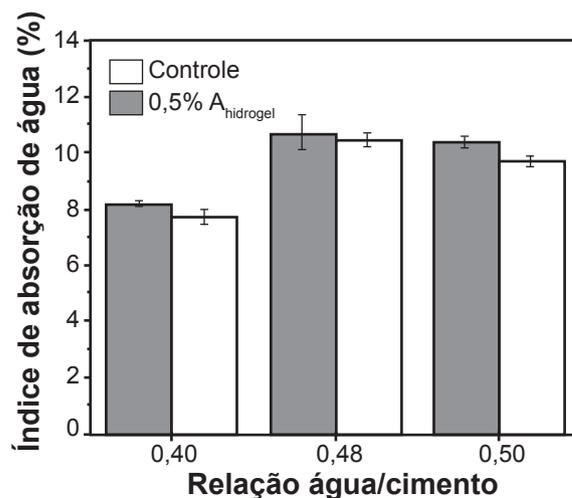


Figura 8: Absorção de água de argamassas de controle e com concentração de 0,5% de hidrogel após 72 h de imersão, para diferentes relações a/c, com respectivo desvio padrão.

[Figure 8: Water absorption of control mortars and mortars with 0.5% hydrogel concentration after 72 h of immersion for different w/c ratios, with respective standard deviation.]

Resistência à compressão: a Fig. 9 apresenta os resultados dos ensaios de resistência à compressão em função da idade de cura, para as argamassas de referência e para as produzidas com hidrogel. Os resultados dos ensaios mecânicos para as argamassas de referência confirmaram que a resistência à compressão é uma propriedade que depende diretamente da quantidade de água disponível na matriz cimentícia, seguindo as condições apresentadas pelas curvas de dosagem de Abrams [69]. Neste caso, para relações a/c mais baixas, os valores desta propriedade mecânica foram maiores, sendo mais evidente essa diferença aos 28 dias de cura. O mesmo comportamento pode ser observado para as argamassas produzidas com hidrogel, onde foi observado que argamassas com relações a/c menores possuíam maiores valores de resistência à compressão, principalmente em idades mais avançadas de cura. Contudo, os resultados também indicaram que aos 7 e 28 dias de cura, as argamassas produzidas com hidrogel apresentaram valores médios de resistências à compressão inferiores, quando comparadas com as argamassas de referência. Aos 7 dias, a redução de resistência à compressão, comparada às amostras de controle, foi mais significativa para relação a/c de 0,50, apresentando um decréscimo de 22%, enquanto para relação a/c de 0,40 esta redução foi de apenas 12%. Já aos 28 dias, o mesmo comportamento de

redução das resistências à compressão foi observado em todas as argamassas com hidrogel, sendo mais acentuado nas argamassas com relações a/c maiores. Essas reduções podem estar relacionadas à inclusão de um material de baixa resistência mecânica, neste caso o hidrogel, quando comparado aos demais materiais constituintes da argamassa, ou então, em função da formação de macroporos provocados pelo hidrogel após seu processo de dessorção de água na matriz cimentícia, conforme apresentado por Levefer et al. [70].

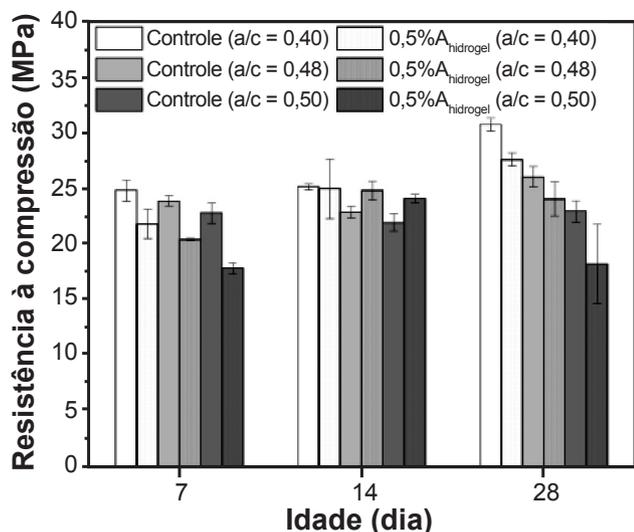


Figura 9: Evolução de resistência à compressão de argamassas com e sem hidrogel, para diversas relações a/c , ao longo do tempo.

[Figure 9: Evolution of compressive strength of mortars with and without hydrogel, for various w/c ratios, over time.]

No caso do presente estudo, descartou-se a hipótese de formação de macrovazios, visto que as condições de cura as quais as amostras foram submetidas influenciaram diretamente na cinética de liberação de água pelo polímero no interior da matriz cimentícia, devido às condições de saturação (umidade relativa >95%) até a realização do ensaio. Esta condição possivelmente manteve o hidrogel totalmente intumescido. Esse mesmo comportamento pode ser observado nos resultados de massa específica da argamassa no estado endurecido, onde as condições de secagem foram fatores preponderantes para pouca ou nenhuma variação daquela propriedade. Esse comportamento acerca da resistência à compressão de argamassas com hidrogel justifica-se pelo fato do hidrogel estar atuando como inclusão carregada de água [16] no interior da argamassa, com baixa resistência mecânica, causando um efeito de dispersão da força [58, 71], comprometendo a propriedade mecânica do material cimentício. Sendo assim, uma tentativa de atenuar esta redução foi a utilização do hidrogel híbrido, pois a nanoargila aplicada pode contribuir para melhoria das propriedades mecânicas do polímero [72-74]. Assim, para avaliar o efeito do hidrogel como agente de cura interna, ensaios com as amostras estão previstos, porém em condições controladas de umidade e temperatura, ou seja, em condições de baixa

umidade. Apesar da discreta diminuição da resistência mecânica das argamassas ocasionada pela presença do hidrogel, os valores médios de resistência à compressão aos 28 dias ainda atenderam as especificações para argamassas cimentícias preconizadas pelas normas ASTM C1329 [75] e NBR 6118 [76], sendo possível considerar que estas argamassas, com inserção de hidrogel, possuem potencial tecnológico para sua aplicação na construção civil.

CONCLUSÕES

Este estudo se propôs a analisar a influência de hidrogel sintetizado à base de poliacrilamida (PAAm), carboximetilcelulose (CMC) e nanoargila do tipo Cloisita-Na⁺ nas propriedades nos estados fresco e endurecido de argamassas cimentícias produzidas com diferentes relações água/cimento (a/c). Neste caso, os principais resultados e considerações foram: 1) a presença de hidrogel reduziu em até 4% o índice de consistência para as argamassas com relação a/c de 0,48; já para a relação a/c de 0,40, houve uma redução maior, aproximadamente 10%; estes resultados indicaram que o hidrogel inicialmente retém água dentro de sua matriz, o que reduz a disponibilidade de água de dosagem e, conseqüentemente, afeta diretamente na trabalhabilidade da argamassa; 2) a taxa de exsudação das argamassas produzidas com hidrogel reduziu para todas as relações a/c analisadas; neste caso, ficou evidente que para a argamassa com relação $a/c=0,50$, o volume exsudado de água diminuiu em torno de 35% (aos 60 min), quando comparado à amostra controle; esse comportamento pode ser considerado satisfatório, visto que a adição de polímeros absorventes pode garantir uma melhor retenção de água e hidratação da matriz cimentícia, reduzindo patologias relacionadas à perda de água para o meio ambiente e, conseqüentemente, reduzir processos de retração plástica; 3) a densidade no estado endurecido apresentou pouca ou nenhuma variação, apresentando um valor médio de $2,15 \pm 0,03$ g/cm³; esse comportamento foi relacionado a dois fatores, sendo eles: i) a pouca quantidade de hidrogel (0,5% em relação à massa de cimento) adicionada na argamassa, o que não interferiu significativamente na massa específica do conjunto e ii) o procedimento de cura utilizado (cura em câmara úmida UR>95%) que interferiu diretamente no efeito do hidrogel; assim, o hidrogel presente na microestrutura do material cimentício provavelmente encontrava-se totalmente carregado de água; 4) os índices de absorção de água para as argamassas de referência (controle) com relação a/c de 0,48 e 0,50 foram as que apresentaram maiores valores de absorção, em torno de 10,7% e 10,4%, respectivamente; o efeito do hidrogel se demonstrou mais evidente para as relações a/c de 0,40 e 0,50, sendo que as reduções foram de aproximadamente 6,1% e 6,7%, respectivamente; 5) aos 7 dias, a redução de resistência à compressão das argamassas produzidas com hidrogel quando comparada às amostras de controle foi mais significativa para relação a/c de 0,50, apresentando um decréscimo de 22%, enquanto para a/c de 0,40 esta redução foi de apenas 12%; já aos 28 dias, o mesmo comportamento

de redução da resistência à compressão foi observado em todas as argamassas com hidrogel; tal redução pode estar relacionada à inclusão de um material de baixa resistência mecânica, neste caso o hidrogel, já que este possivelmente encontrava-se intumescido, devido às condições de cura às quais as amostras foram mantidas (umidade relativa >95%) até a realização do ensaio. Em suma, o desenvolvimento e aplicação de materiais poliméricos com capacidade de absorção de água e liberação, tais como os hidrogéis, é uma área bastante promissora para a construção civil. O seu efeito nas propriedades no estado fresco das argamassas, tais como redução de trabalhabilidade e taxa de exsudação, foi indicativo que os hidrogéis podem estar retendo água para sua posterior liberação, o que não pôde ser verificado devido às condições de cura. Contudo, espera-se que aplicações de hidrogéis em materiais cimentícios, em condições de umidade mais baixas, possam permitir uma avaliação mais eficiente sobre a função de agente de cura interna.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a PROPE (Processo 53119)/UNESP, IFSP, processos nº 2013/03643-0, 2013/07296-2, 2018/13580-9 e 2018/18697-1, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), CNPq (MRM 312530/2018-8, FAA 312414/2018-8 e 405680/2016-3). Este estudo foi financiado em parte pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - “Código Financeiro 001”.

REFERÊNCIAS

- [1] M. Liu, Y. Hu, Z. Lai, T. Yan, X. He, J. Wu, Z. Lu, S. Lv, *Constr. Build. Mater.* **241**, 12 (2020) 118015.
- [2] H.A. Jaber, R.S. Mahdi, A.K. Hassan, *Mater. Today Proc.* **20**, 4 (2020) 391.
- [3] R. Bagherzadeh, H.R. Pakravan, A.H. Sadeghi, M. Latifi, A.A. Merati, *J. Eng. Fibers Fabr.* **7**, 4 (2012) 1.
- [4] V. Mechtcherine, E. Secrieru, C. Schröfl, *Cem. Concr. Res.* **67**, 1 (2015) 52.
- [5] P.K. Mehta, P.J.M. Monteiro, *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*, Ibracon, S. Paulo (2008).
- [6] L.G. Li, A.K.H. Kwan, *Constr. Build. Mater.* **86**, 12 (2015) 113.
- [7] V.A.S. Siqueri, A. Watanuki Filho, M.R. de Moura, F.A. Aouada, *Macromol. Symp.* **3**, 49 (2020) 2000047.
- [8] J.R. Tenório Filho, E. Mannekens, K. Van Tittelboom, D. Snoeck, N. De Belie, *Constr. Build. Mater.* **238**, 8 (2020) 117751.
- [9] L. Wu, N. Farzadnia, C. Shi, Z. Zhang, H. Wang, *Constr. Build. Mater.* **149**, 19 (2017) 62.
- [10] O.M. Jensen, P. Lura, *Mater. Struct.* **39**, 9 (2006) 817.
- [11] B.J. Olawuyi, A.J. Babafemi, W.P. Boshoff, *Constr. Build. Mater.* **267**, 3 (2021) 121798.
- [12] I.S. Kim, S.Y. Choi, Y.S. Choi, E.I. Yang, *Constr. Build. Mater.* **267**, 3 (2021) 120947.
- [13] F.A. Aouada, B.S. Chiou, W.J. Orts, L.H. Mattoso, *Polym. Eng. Sci.* **49**, 12 (2009) 2467.
- [14] H.X.D. Lee, H.S. Wong, N.R. Buenfeld, *Cem. Concr. Compos.* **88**, 3 (2018) 150.
- [15] R.S. Fernandes, M.R. de Moura, G.M. Glenn, F.A. Aouada, *J. Mol. Liq.* **265**, 16 (2018) 327.
- [16] D. Snoeck, L. Pel, N. De Belie, *Sci. Rep.* **7**, 1 (2017) 1.
- [17] W. Wang, J. Wang, Y. Zhao, H. Bai, M. Huang, T. Zhang, S. Song, *Environ. Pollut.* **257**, 2 (2020) 113574.
- [18] D.M. Nascimento, Y.L. Nunes, M.C.B. Figueiredo, H.M.C. de Azeredo, F.A. Aouada, J.P.A. Feitosa, M.F. Rosa, A. Dufresne, *Green Chem.* **20**, 11 (2018) 2428.
- [19] Q. Chen, W.Y. Wen, F.X. Qiu, J.C. Xu, H.Q. Yu, M.L. Chen, D.Y. Yang, *Chem. Pap.* **70**, 7 (2016) 946.
- [20] M.I. Syakir, N.A. Nurin, N. Zafirah, M.A. Kassim, H.P.S. Abdul Khalil, in “Nanoclay reinforced polymer composites”, M. Jawaid, A. Qaiss, R. Bouhfid (Eds.), Springer, Singapore (2016).
- [21] D.W. Nascimento, M.R. de Moura, L.H. Mattoso, F.A. Aouada, *J. Nanosci. Nanotechnol.* **17**, 1 (2017) 821.
- [22] F.A. Sposito, R.T. Higuti, M.M. Tashima, J.L. Akasaki, J.L.P. Melges, C.C. Assuncao, M. Bortoleto, R.G. Silva, C.F. Fioriti, *J. Build. Eng.* **32**, 1 (2020) 101506.
- [23] Ciplan, “Ficha de informações de segurança de produtos químicos”, Ciplan Cim. Plan., Sobradinho (2020).
- [24] J.C. dos Santos, M.M. Tashima, M.R. de Moura, F.A. Aouada, *Quim. Nova* **39**, 2 (2016) 124.
- [25] S.L. Cilli, H.C. Silva, A. Watanuki Filho, M.R.M. Aouada, F.A. Aouada, *J. Exp. Tech. Instrum.* **2**, 1 (2019) 1.
- [26] NBR 7215, “Cimento Portland: determinação da resistência à compressão”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (1996).
- [27] NBR 16541, “Argamassa industrializada para assentamento de paredes e revestimentos de paredes e tetos: preparo da mistura para realização de ensaios”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2016).
- [28] NBR 9479, “Argamassa e concreto: câmaras úmidas e tanques para cura de corpos de prova”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2006).
- [29] NBR 13276, “Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos: preparo da mistura e determinação do índice de consistência”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2005).
- [30] C1437-15, “Standard test method for flow of hydraulic cement mortar”, Am. Soc. Test. Mater., West Conshohocken (1999).
- [31] RILEM MR-6, “Tendency of water to separate from mortars (bleeding)”, Int. Union Test. Res. Lab. Mater. Struct., France (1982).
- [32] NBR 13280, “Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos: determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (1995).
- [33] C1754, “Standard test method for density and void content of hardened pervious concrete”, Am. Soc. Test. Mater., West Conshohocken (2021).
- [34] NBR 9778, “Argamassas e concretos endurecidos: determinação da absorção de água, índice de vazios e massa

específica”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2006).

- [35] C1403-15, “Standard test method for rate of water absorption of masonry mortars”, Am. Soc. Test. Mater., West Conshohocken (2015).
- [36] C109, “Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars”, Am. Soc. Test. Mater., West Conshohocken (2008).
- [37] NBR 5739, “Concreto: ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2007).
- [38] Y. Bao, J. Ma, N. Li, Carbohydr. Polym. **84**, 1 (2011) 76.
- [39] S. Ganguly, S. Mondal, P. Das, P. Bhawal, P.P. Maity, S. Ghosh, N.C. Das, Int. J. Biol. Macromol. **111**, 7 (2018) 983.
- [40] Z. Zhao, H. Chen, H. Zhang, L. Ma, Z. Wang, Biosens. Bioelectron. **91**, 6 (2017) 306.
- [41] M.M. Ghobashy, M.A. Elhady, Radiat. Phys. Chem. **134**, 5 (2017) 47.
- [42] B. Tanc, N. Orakdogan, Polymer **178**, 19 (2019) 121627.
- [43] D. Romanzini, V. Piroli, A. Frache, A.J. Zattera, S.C. Amico, Appl. Clay Sci. **114**, 12 (2015) 550.
- [44] F. He, Q. Zhou, L. Wang, G. Yu, J. Li, Y. Feng, Appl. Clay Sci. **183**, 17 (2019) 105347.
- [45] Y. Mansoori, S.V. Atghia, M.R. Zamanloo, G. Imanzadeh, M. Sirousazar, Eur. Polym. J. **46**, 9 (2010) 1844.
- [46] S. Nesrinne, A. Djamel, Arab. J. Chem. **10**, 4 (2010) 539.
- [47] S. Kar, B. Kundu, R.L. Reis, R. Sarkar, P. Nandy, R. Basu, S. Das, Eur. J. Pharm. Sci. **135**, 10 (2019) 91.
- [48] M. Shabaniyan, M. Hajibeygi, K. Hedayati, M. Khaleghi, H.A. Khonakdar, Mater. Des. **110**, 22 (2016) 81.
- [49] M. Yadav, S. Ahmad, Int. J. Biol. Macromol. **79**, 8 (2015) 923.
- [50] J. Madejová, J. Vib. Spectrosc. **31**, 1 (2003) 1.
- [51] F.A. Aouada, M.R. de Moura, P.R. Fernandes, A.F. Rubira, E.C. Muniz, Eur. Polym. J. **41**, 9 (2005) 2134.
- [52] A.M. Neville, J.J. Brooks, *Tecnologia do concreto*, 2ª ed., Bookman, Porto Alegre (2013).
- [53] X. Ma, Q. Yuan, J. Liu, C. Shin, Constr. Build. Mater. **195**, 2 (2019) 66.
- [54] L. Senff, R.C.E. Modolo, G. Ascensão, D. Hotza, V.M. Ferreira, J.A. Labrincha, Constr. Build. Mater. **95**, 21 (2015) 575.
- [55] A. Bortolin, F.A. Aouada, L.H. Mattoso, C. Ribeiro, J. Agric. Food Chem. **61**, 31 (2013) 7431.
- [56] D. Snoeck, D. Schaubroeck, P. Dubruel, N. De Belie, Constr. Build. Mater. **72**, 1 (2015) 148.
- [57] H. Baloch, M. Usman, S.A. Rizwan, A. Hanif, Constr. Build. Mater. **203**, 9 (2019) 18.
- [58] O.M. Jensen, P.F. Hansen, Cem. Concr. Res. **31**, 4 (2001) 647.
- [59] J. Yang, J. Huang, X. He, Y. Su, S.K. Oh, J. Build. Eng. **29**, 3 (2020) 101121.
- [60] H. Beushausen, M. Gillmer, Cem. Concr. Compos. **52**, 8 (2014) 1.
- [61] M. Tsuji, K. Shitama, D. Isobe, Zairyo **48**, 11 (1999) 1308.
- [62] D. Li, B. Chen, X. Chen, B. Fu, H. Wei, X. Xiang, Constr. Build. Mater. **247**, 17 (2020) 118521.
- [63] H.S. Sobral, *Propriedades do concreto fresco*, Ass. Bras. Cim. Portland, S. Paulo (2000).
- [64] S. Mönnig, P. Lura, in “Advances in construction materials 2007”, Springer, Berlin (2007).
- [65] M.A.R. Manzano, “Estudo experimental de materiais cimentícios de alta resistência modificados com polímeros superabsorventes (PSAs) como agentes de cura interna”, Tese Dr., UNB, Brasília (2016).
- [66] J. Yang, F. Wang, X. He, Y. Su, Cem. Concr. Compos. **97**, 3 (2019) 54.
- [67] D. Snoeck, O.M. Jensen, N. De Belie, Cem. Concr. Res. **74**, 8 (2015) 59.
- [68] A.N. Lopes, E.F. Silva, D.C. Dal Molin, R.D. Toledo Filho, ACI Mater. J. **110**, 4 (2013) 365.
- [69] L.A.F. Bauer, *Materiais de construção I: novos materiais para construção civil*, 5ª ed., LTC, Rio Janeiro (2000).
- [70] G. Lefever, E. Tsangouri, D. Snoeck, D.G. Aggelis, N. De Belie, D. Van Hemelrijck, Constr. Build. Mater. **251**, 21 (2020) 118966.
- [71] A. Mignon, D. Snoeck, K. D’Halluin, L. Balcaen, F. Vanhaecke, P. Dubruel, S. Van Vlierberghe, N. De Belie, Constr. Build. Mater. **110**, 10 (2016) 169.
- [72] H. Paiva, L.P. Esteves, P.B. Cachim, V.M. Ferreira, Constr. Build. Mater. **23**, 2 (2009) 1141.
- [73] J. Wu, J. Lin, M. Zhou, C. Wei, Macromol. Rapid Commun. **21**, 15 (2000) 1032.
- [74] Y. Liu, M. Zhu, X. Liu, Y.M. Jiang, Y. Ma, Z.Y. Qin, D. Kuckling, H.J.P. Adler, Macromol. Symp. **254**, 1 (2007) 353.
- [75] C1329, “Standard specification for mortar cement”, Am. Soc. Test. Mater., West Conshohocken (2016).
- [76] NBR 6118, “Projeto de estruturas de concreto: procedimento”, Ass. Bras. Norm. Técn., Rio Janeiro (2014). (Rec. 18/03/2021, Rev. 14/07/2021, 18/09/2021, Ac. 23/09/2021)