

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS**  
**DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

**RAFAEL VIÇOSO DE MIRANDA**

**ESTUDO DA PENETRAÇÃO DE CLORETOS E SULFETOS EM COMPÓSITOS  
CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO**

**BELO HORIZONTE**

**2023**

**RAFAEL VIÇOSO DE MIRANDA**

**ESTUDO DA PENETRAÇÃO DE CLORETOS E SULFETOS EM COMPÓSITOS  
CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO**

**Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Engenharia Civil  
do Centro Federal de Educação  
Tecnológica de Minas Gerais como  
requisito para obtenção do título de  
Mestre em Engenharia Civil.**

**Orientadora: Profa. Dra. Júnia Nunes de Paula**

**Coorientador: Prof. Dr. Péter Ludvig**

**BELO HORIZONTE**

**2023**

M672e Miranda, Rafael Viçoso  
Estudo da penetração de cloretos e sulfetos em compósitos cimentícios com  
adição de óxido de grafeno / Rafael Viçoso Miranda. – 2023.  
79 f. : il., gráfs, tabs., fotos.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de  
Civil.  
Orientadora: Júnia Nunes de Paula.  
Coorientador: Péter Ludvig.  
Bibliografia: f. 64-72.  
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas  
Gerais, Departamento de Engenharia Civil.

1. Grafeno – Teses. 2. Cimento – Teses. 3. Materiais nanoestruturados –  
Teses. 4. Materiais de construção – Vida útil – Teses. 5. Propriedades mecânicas  
– Teses. I. Paula, Júnia Nunes de. II. Ludvig, Péter. III. Centro Federal de  
Educação Tecnológica de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Civil.  
IV. Título.

CDD 620.11

## RESUMO

Prevê-se que a indústria de produção de cimento seja responsável por cerca de 6% do total das emissões globais de gases de efeito estufa. Buscar materiais mais duráveis e eficientes tornou-se indispensável para reduzir a quantidade de recursos necessários para construções e intervenções de edificações, se traduzindo em menor impacto ambiental. A presente pesquisa tem por objetivo avaliar a durabilidade de compostos cimentícios com a adição de óxido de grafeno (OG). Foram realizadas moldagens de argamassa com cimento CPV de traço 1:3, com os teores de adição de OG de 0% e 0,08 em relação à massa de cimento. Foram realizados ensaios de resistência mecânica, trabalhabilidade, porosidade e resistência aos agentes agressivos sulfatos e cloretos. Os resultados indicaram que a adição de 0,08% de óxido de grafeno em argamassas de cimento Portland CPV proporciona melhoria do desempenho mecânico e da resistência à cloretos e sulfatos. A maior diferença observada na resistência a compressão foi aos 91 dias, com um acréscimo de 5,05% e na resistência à tração por compressão diametral também na idade de 91 dias, com um acréscimo de 9,32% em relação a referência. A trabalhabilidade das amostras, medida pelo ensaio de flow table, mostrou uma redução de aproximadamente 12% do diâmetro de espalhamento. Foi observada uma absorção de água, índice de vazios e massa específica maior nas amostras com Óxido de Grafeno em relação as amostras controle. Frente a penetração de cloretos, as amostras com OG tiveram uma redução de aproximadamente 25%. No ensaio de resistência ao ataque por sulfatos, foi constatado que as amostras com 0,08% de OG expandiram em média 1,88% menos que as amostras referência. Os resultados sugerem grande potencial para se obter compósitos cimentícios aprimorados com óxido de grafeno devido as propriedades específicas desse material.

PALAVRAS-CHAVE: Óxido de grafeno. Cimento. Nanomateriais. Durabilidade. Propriedades mecânicas.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Síntese do óxido de grafeno a partir do óxido de grafite .....	15
<b>Figura 2</b> - Estrutura molecular do óxido de grafeno.....	16
<b>Figura 3</b> - Ação do Óxido de Grafeno sobre o processo de hidratação do cimento.....	17
<b>Figura 4</b> - Solução aquosa de óxido de grafeno na concentração de 5g/L.....	30
<b>Figura 5</b> - Análise termogravimétrica (TGA) do OG sólido.....	31
<b>Figura 6</b> - Microscopia eletrônica de transmissão (MET), obtida pela deposição da dispersão de OG em grades de cobre/carbono.....	32
<b>Figura 7</b> - Métodos e procedimentos da pesquisa.....	33
<b>Figura 8</b> - Execução do ensaio de trabalhabilidade.....	37
<b>Figura 9</b> - Corpos de prova desmoldados, curados por 7 dias e com seus topos retificados.....	39
<b>Figura 10</b> - Corpo de prova prestes a ser submetido ao ensaio de resistência à compressão.....	40
<b>Figura 11</b> - Execução do ensaio de resistência à tração por compressão diametral...41	
<b>Figura 12</b> - Pesagem da amostra com balança hidrostática à vácuo com pressão.....	44
<b>Figura 13</b> - Saturação a vácuo das amostras utilizando bomba à vácuo com pressão de 70kPa .....	45
<b>Figura 14</b> - Detalhe do corpo de prova fixado nas células de carga .....	46
<b>Figura 15</b> - Execução do ensaio de duas amostras simultaneamente .....	47
<b>Figura 16</b> - Corpos de prova após cura inicial de 48 horas em ambiente de laboratório, prestes a serem desmoldados .....	49
<b>Figura 17</b> - Corpos de prova após desmoldagem, antes de serem imersos no tanque de água saturada com cal .....	49
<b>Figura 18</b> - Execução da medição no ensaio de Sulfatos.....	50
<b>Figura 19</b> - Resistência média à Compressão Axial e desvio padrão aos 7, 28 e 91 dias. ....	54
<b>Figura 20</b> - Resistência média à Tração por Compressão Diametral e desvio padrão aos 7, 28 e 91 dias. ....	56

## LISTA DE QUADROS

**Quadro 1** - Dimensão dos corpos de prova realizados.

## LISTA DE TABELAS

**Tabela 1** - Análise química do cimento e limites normativos.

**Tabela 2** - Dosagem da argamassa.

**Tabela 3** - Dosagem da argamassa para o ensaio de Trabalhabilidade.

**Tabela 4** - Dosagem de argamassa para ensaio de penetração de íons sulfatos.

**Tabela 5** - Quantitativo de corpos de prova executados.

**Tabela 6** - Classificação quanto ao risco de penetração aos íons cloreto de acordo com a carga passante.

**Tabela 7** - Resultados do ensaio de trabalhabilidade.

**Tabela 8** - Resistência média à Compressão, Desvio Padrão e Variação em relação à referência em cada idade.

**Tabela 9** - Resistência média à Tração, Desvio Padrão e Variação em relação à referência em cada idade.

**Tabela 10** - Resultados do ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica.

**Tabela 11** - Resultados do ensaio de penetração de cloretos.

**Tabela 12** - Resultados das amostras submersas em solução de Sulfatos.

**Tabela 13** - Resultados das amostras submersas em solução de água com cal.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

a/c – Água/cimento

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ACI – *American Concrete Institute*

CEFET-MG – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

cm – Centímetro

COPASA – Companhia de Saneamento de Minas Gerais

CPV-ARI – Cimento Portland do tipo V de alta resistência inicial

CTNano – Centro de Tecnologia em Nanomateriais

g – Grama

g/L – Grama por litro

HWR - Aditivo redutor de água de alta gama

kN – Quilonewton

kPa – Kilopascal

mg/L – Miligrama por litro

ml – Miligrama

mm – Milímetro

mmHg – Milímetro de mercúrio

µm – Micrômetro

MPa – Mega Pascal

N – Newton

NBR – Norma Brasileira

nm – Nanômetro

NM – Norma Mercosul

OG – Óxido de grafeno

PC – Policarboxilato

pH – Potencial hidrogeniônico

REF – Argamassa de referência

s - Segundos

V – Volt

TGA – Análise termogravimétrica

MET - Microscopia eletrônica de transmissão

## LISTA DE SÍMBOLOS

Al – Alumínio

$\text{Al}_2\text{O}_3$  – Óxido de alumínio

$^{\circ}\text{C}$  – Graus Celcius

$\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$  – Etringita

Ca – Cálcio

$\text{Ca}(\text{OH})_2$  – Hidróxido de Cálcio

$\text{Ca}_3\text{Si}(\text{OH})_6(\text{CO}_3)(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  – Taumasita

$\text{CaCO}_3$  – Carbonato de Cálcio

$\text{CaSO}_4$  – Sulfato de cálcio

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  – Gipsita

$\text{Cl}^-$  – Íons cloretos

$\text{CO}_2$  – Dióxido de carbono

$\text{CO}_3^{2-}$  – Íon carbonato

C-S-H – Silicato de cálcio hidratado

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  – Óxido de ferro

$\text{H}_2\text{CO}_3$  – Ácido Carbônico

$\text{MgSO}_4$  – Sulfato de magnésio

mol/L – Mol por litro

NA – Não se aplica

$\text{Na}_2\text{SO}_4$  – Sulfato de sódio

$\text{Na}_2\text{SO}_4$  – Sulfato de sódio

$\text{NaOH}$  – Hidróxido de Sódio

$\text{NH}_4\text{SO}_4$  – Sulfato de amônia

$\text{SO}_4^{2-}$  – Íons sulfatos

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
1.1	PERGUNTA DE PESQUISA .....	13
1.2	OBJETIVOS .....	13
1.3	JUSTIFICATIVA DA PESQUISA .....	13
1.4	RESTRIÇÕES E LIMITAÇÕES DA PESQUISA .....	14
<b>2</b>	<b>REVISÃO TEÓRICA</b> .....	<b>14</b>
2.1	NANOTECNOLOGIA.....	14
2.2	ÓXIDO DE GRAFENO .....	15
2.3	DURABILIDADE E ATAQUE DOS MATERIAIS CIMENTÍCIOS POR ÍONS DE CLORETO E SULFATOS .....	18
2.3.1	<b>Ataque dos materiais cimentícios por íons de cloreto e sulfatos.....</b>	<b>19</b>
2.4	ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS.....	21
2.4.1	<b>Trabalhabilidade.....</b>	<b>22</b>
2.4.2	<b>Resistência mecânica .....</b>	<b>23</b>
2.4.3	<b>Porosidade.....</b>	<b>24</b>
2.4.4	<b>Ataque por cloretos e sulfatos.....</b>	<b>26</b>
<b>3</b>	<b>MÉTODOS E MATERIAIS</b> .....	<b>28</b>
3.1	MATERIAIS .....	28
3.1.1	<b>Cimento .....</b>	<b>28</b>
3.1.2	<b>Agregado miúdo .....</b>	<b>29</b>
3.1.3	<b>Óxido de Grafeno .....</b>	<b>30</b>
3.1.4	<b>Água .....</b>	<b>32</b>
3.2	MÉTODOS UTILIZADOS .....	32
3.2.1	<b>Dimensionamento e dosagem das argamassas .....</b>	<b>33</b>
3.2.2	<b>Preparação e confecção da argamassa .....</b>	<b>35</b>
3.2.3	<b>Ensaio de trabalhabilidade .....</b>	<b>36</b>
3.2.4	<b>Moldagem dos corpos de prova de argamassa.....</b>	<b>37</b>
3.2.5	<b>Cura dos corpos de prova de argamassa .....</b>	<b>38</b>

3.2.6	Ensaio de resistência à compressão.....	39
3.2.7	Ensaio de resistência à tração por compressão diametral .....	40
3.2.8	Ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica .....	42
3.2.9	Ensaio de penetração de íons cloretos .....	44
3.2.10	Ensaio de penetração de íons sulfatos .....	48
<b>4</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>52</b>
4.1	ENSAIO DE TRABALHABILIDADE .....	52
4.2	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	53
4.3	ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL .....	55
4.4	ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA, ÍNDICE DE VAZIOS E MASSA ESPECÍFICA .....	57
4.5	ENSAIO DE PENETRAÇÃO DE ÍONS CLORETOS .....	58
4.6	ENSAIO DE PENETRAÇÃO DE ÍONS SULFATOS.....	60
<b>5</b>	<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>61</b>
5.1	CONCLUSÕES .....	61
5.2	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS .....	63
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>64</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A construção civil é um dos setores que mais impactam o meio ambiente. O concreto é um dos materiais mais consumidos do planeta e sua utilização tende a se expandir gradativamente devido ao crescimento da população mundial, podendo a demanda por concreto chegar em 2050 em cerca de 18 bilhões de toneladas por ano (PROSKURINA et al., 2016; TOBBALA et al., 2022). Anualmente, a produção de Cimento Portland, que é o componente fundamental do concreto, aumenta em 10% em todo o mundo. Esse crescimento representa um perigo ambiental, devido à enorme quantidade de CO<sub>2</sub> descarregada no ambiente durante o processo de fabricação (AKKOURI et al., 2022; MADHESWARAN; GNANASUNDAR; GOPALAKRISHNAN, 2013).

Prevê-se que a indústria de produção de cimento seja responsável por cerca de 6% do total das emissões globais de gases de efeito estufa (AMRAN et al., 2020; GHOUCHANI; ABBASI; NAJAF, 2022). A geração de resíduos de construção e demolição é considerada uma atividade insustentável que causa deterioração progressiva do meio ambiente (MEJÍA et al., 2015).

Materiais mais eficientes diminuem a quantidade necessária de recursos para uma mesma aplicação, se traduzindo em menor impacto ambiental. Para minimizar as consequências negativas relacionadas à produção e emprego de concreto, materiais alternativos podem ser utilizados como aditivos ao cimento (AGWA et al., 2022; AMIN et al., 2022).

As principais características que regem a eficiência de carga e vida útil de um projeto estrutural em material cimentício são: resistência e durabilidade. A resistência é a capacidade de resistir a carregamentos, como compressão, tração e flexão (MOHAMMED et al., 2015). Durabilidade refere-se ao período que o material atenderá as condições a que foi proposto e está relacionada com a facilidade com que líquidos e gases penetram no material (BRUNET et al., 2013). Ela possui relação com a distribuição, conectividade e tamanho dos poros, com a porosidade total e com o comportamento de sua microestrutura (CHEAH; RAMLI, 2014; DE et al., 2014). Maior durabilidade se traduz em menor quantidade de intervenções ou construção de novas edificações.

O cimento Portland é o principal material utilizado em todo o mundo no setor, da construção civil devido a suas características, propriedades e disponibilidade. Ele possui alta resistência à compressão, porém existem limitações estruturais devido à sua baixa resistência à tração e sua vida útil estimada (PAN et al., 2015). Os produtos à base de cimento, apesar de apresentarem boa resistência à compressão, são materiais frágeis e porosos.

Dessa forma, o uso de materiais de reforço tornou-se uma sugestão atrativa para aprimorar as propriedades de materiais à base de cimento e gerar ganhos significativos em resistência e durabilidade. Os nanomateriais, especialmente o grafeno e seus derivados, são materiais com possibilidades de implementação em diferentes elementos devido às suas propriedades específicas, como dimensões em nanoescala, elevada resistência mecânica, alto módulo de elasticidade e excelente condutividade elétrica (AHMAD et al., 2015; CHUAH et al., 2014a; OGNG et al., 2015; RAMIREZ et al., 2015; TIWARI et al., 2020). Nanoaditivos como o OG, buscam aprimorar a hidratação do cimento Portland resultando em um aperfeiçoamento de sua microestrutura, interagindo em níveis nano ou micro e modificando a permeabilidade, levando a melhoria macroestrutural do cimento (BARAK et al., 2014)

O óxido de grafeno (OG) é um potencial candidato para reforçar compósitos cimentícios porque possui alta área superficial e excelente resistência mecânica (ZHU et al., 2010). Devido a suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas, ele tem despertado o interesse de pesquisadores desde a sua descoberta em 2004 (HAN et al., 2022).

Além disso, o nanomaterial pode modificar a estrutura dos poros devido a sua dimensão reduzida, de tal forma que aumente a resistência a penetração de fluidos e ataques químicos subsequentes, influenciando na durabilidade (LI et al., 2019; LV et al., 2013). O nanomaterial promove o preenchimento dos vazios, formando materiais endurecidos com maior coesão, resistentes e mais impermeáveis (DE ABREU et al., 2017). Se uma estrutura com OG puder ser efetivamente controlada dentro da matriz cimentícia, poderá atuar como uma barreira contra o ataque de elementos agressivos (MOHAMMED et al., 2015).

Diferente dos nanomateriais hidrofóbicos que possuem elevada dificuldade para dispersão em fluidos, o OG é um material hidrofílico por possuir grupos contendo oxigênio, como hidroxil, carbonil e carboxil (LIU et al., 2015). Entretanto, mesmo com

a boa dispersão em fluidos, a dispersão na matriz de cimento alcalino é complexa devido à interação eletrostática com íons carregados na solução cimentícia (CHUAH et al., 2014).

### 1.1 PERGUNTA DE PESQUISA

Diante dos fatos, buscou-se, neste trabalho, responder a seguinte pergunta de pesquisa: Qual a influência da adição de óxido de grafeno na durabilidade de compósitos cimentícios frente aos ataques por cloretos e sulfatos?

### 1.2 OBJETIVOS

Este trabalho de pesquisa tem por objetivo geral avaliar a influência da adição de OG na resistência ao ataque por cloretos e sulfatos de compostos cimentícios. Para o alcance do objetivo principal, foi necessário definir os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar a interferência da incorporação de OG na trabalhabilidade de argamassas.
- Avaliar o comportamento mecânico de argamassas com adição de OG.
- Verificar a porosidade de argamassas com a incorporação de OG.
- Analisar a influência da incorporação de OG na resistência ao ataque por cloretos.
- Analisar a influência da incorporação de OG na resistência ao ataque por sulfatos.

### 1.3 JUSTIFICATIVA DA PESQUISA

Diante da perspectiva de sustentabilidade do século XXI, encontrar materiais mais duráveis e eficientes tornou-se uma necessidade. Especialmente as economias emergentes precisam fazer maiores esforços para desenvolver, promover e aplicar tecnologias e materiais que emitem baixa quantidade de carbono em suas construções. Reduzir esses impactos é de suma importância para mitigar as mudanças climáticas (HUANG et al., 2018). Desde 2004, o grafeno é tratado como

uma das principais conquistas recentes no campo da ciência e da tecnologia (TIWARI et al., 2016). O grafeno e seus derivados possuem grande potencial para diversas aplicações, tais como a utilização em materiais compósitos, no monitoramento eletroquímico, na biomedicina e em sistemas eletromecânicos, devido a sua elevada resistência, alta área superficial, ausência de impurezas metálicas, alta condutividade e abundância de fontes acessíveis para sua síntese (CHEN et al., 2011; LV et al., 2014; VILAR; SEGUNDO, 2016). Atualmente, investigações profundas sobre esses novos nanosistemas estão em andamento, com resultados positivos e crescentes aplicações distintas (TIWARI et al., 2020).

Baseado na necessidade de aperfeiçoar o desempenho ambiental de materiais cimentícios, reduzir os impactos e obter materiais com maior eficiência, esta pesquisa visa avaliar a durabilidade frente aos ataques por cloretos e sulfatos de materiais cimentícios com a incorporação de óxido de grafeno.

#### 1.4 RESTRIÇÕES E LIMITAÇÕES DA PESQUISA

A pesquisa se limita a incorporação de OG nas porcentagens de 0% e 0,08% em relação ao peso de cimento, e ao tipo de cimento CPV. Esses valores foram determinados com base na revisão da literatura, que mostrou ganhos de resistência à tração na flexão de até 80% com a incorporação de 0,08% de OG, indicando uma possível melhoria nas propriedades relacionadas à durabilidade e à microestrutura do material (LU et al., 2016).

## 2 REVISÃO TEÓRICA

A seguir será apresentada a revisão teórica utilizada na pesquisa.

### 2.1 NANOTECNOLOGIA

Nanotecnologia é a ciência que manipula a nanoescala (partículas inferiores a 100nm) com a finalidade de entender, controlar e reestruturar a matéria para criar materiais com novas propriedades e funções (SRIVASTAVA *et al.*, 2011). Novas soluções com a utilização desses materiais estão sendo implementadas a fim de

mitigar os vários problemas energéticos e ambientais causados pela globalização (AHIRE et al., 2022; KUMAR DAS et al., 2022).

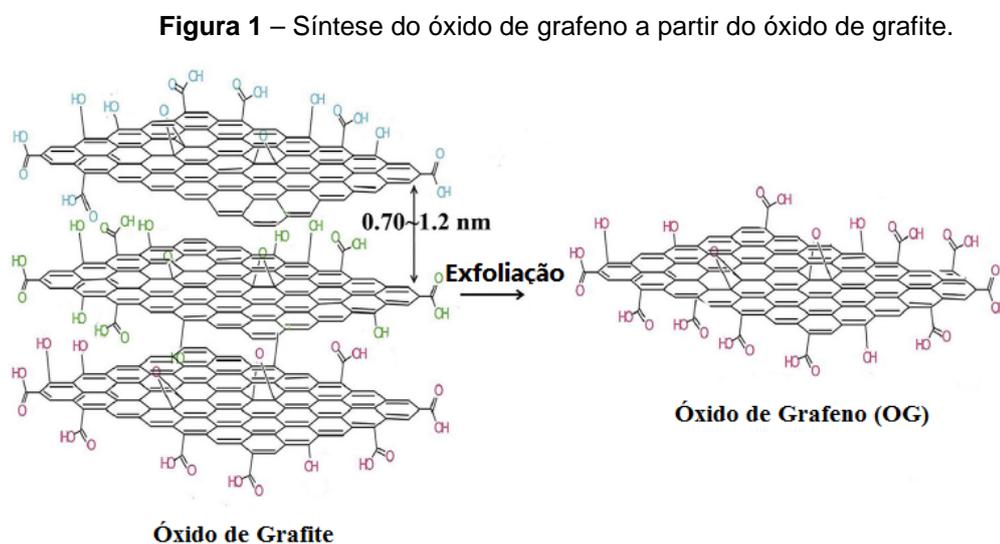
Os nanoreforços em materiais cimentícios são mais eficazes do que os reforços com barras e fibras de aço convencionais, pois eles podem controlar fissuras no estágio inicial, em nanoescala, antes de se transformarem em rachaduras de tamanho micro (KONSTA-GDOUTOS; METAXA; SHAH, 2010).

Além da melhoria nas propriedades mecânicas e o controle de fissuras em uma escala reduzida, os nanomateriais baseados em carbono como o grafeno podem melhorar a microestrutura da matriz de cimento e suas propriedades de transporte, ou seja, reduzir a permeabilidade, porosidade e absorção de fluidos (ABU AL-RUB et al., 2012; HAN et al., 2013; MANZUR; YAZDANI; EMON, 2014).

## 2.2 ÓXIDO DE GRAFENO

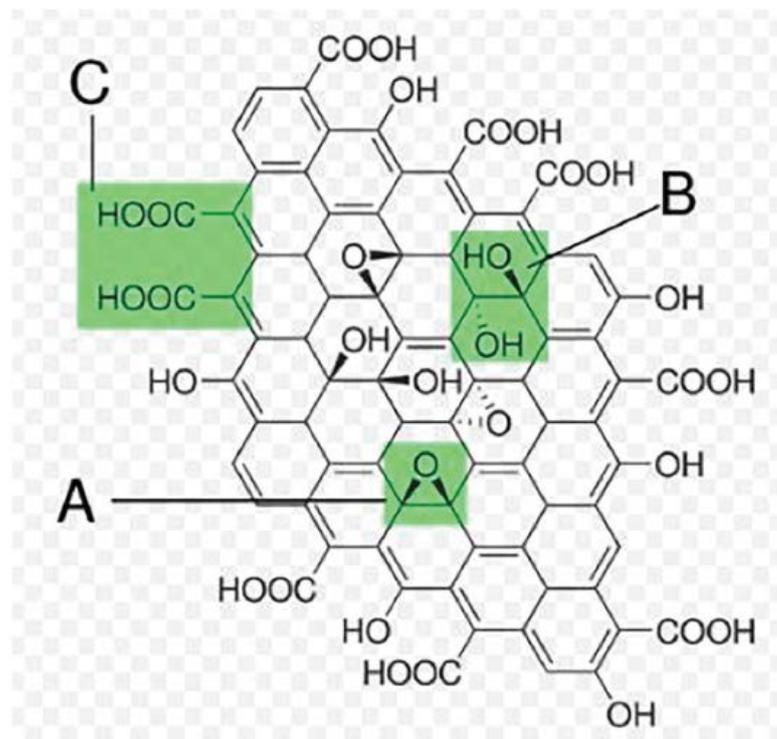
O óxido de grafeno é um uma rede hexagonal de átomos de carbono com orbitais hibridizados  $sp^2$  e  $sp^3$ , funcionalizado por uma mistura de radicais carboxila, hidroxila e epóxi (CAO et al., 2011; HUANG et al., 2011; MKHOYAN et al., 2009). Ele possui altos valores de resistência à tração e grande área superficial (XU; GAO, 2011).

O OG pode ser obtido a partir da dispersão aquosa do óxido de grafite, sintetizado pela oxidação do pó natural de grafite, que é um material de baixo custo e fácil acesso (RIBEIRO, 2018). O processo está sintetizado na Figura 1.



Os grupos funcionais de oxigênio, fixados nos planos e bordas basais do OG, alteram significativamente as interações das ligações de Van der Waals, tornando o óxido de grafeno hidrofílico e, portanto, melhorando sua dispersão na água (DREYER et al., 2010; KIM et al., 2010; QIU et al., 2010; SINGH et al., 2011; STANKOVICH et al., 2006). Entretanto, a dispersão na solução cimentícia é mais complexa em razão da presença de íons carregados (ZHAO et al., 2017). A Figura 2 mostra a estrutura molecular e a presença dos grupos funcionais de oxigênio.

**Figura 2** – Estrutura molecular do óxido de grafeno.



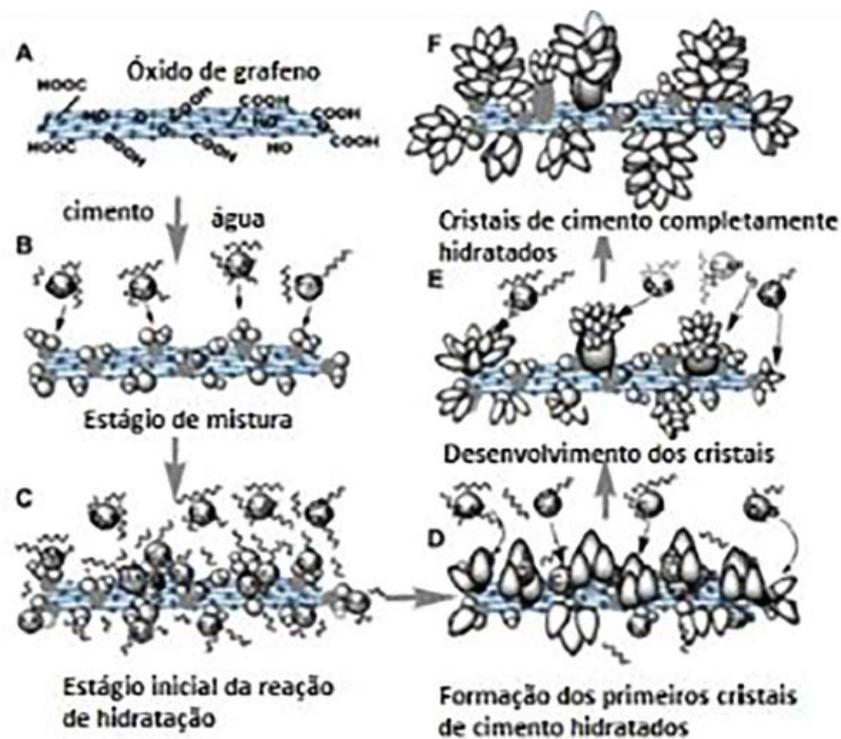
**Fonte:** LU et al., 2016.

Por possuir grande área superficial, as nanopartículas de OG exigem maior quantidade de água para molhar sua superfície, reduzindo o conteúdo de água livre utilizado para a hidratação do cimento. Dessa forma, interfere na fluidez e reduz a trabalhabilidade do material (CHUAH et al., 2014).

Segundo LV et al. (2013), uma hipótese para explicar o comportamento do compósito cimentício com o OG, seria que os grupos funcionais de oxigênio atuam como sítios de adsorção para as moléculas de água e para os componentes do cimento (C3S, C2S, C3A e C4AF), que reagem formando pontos de nucleação para os produtos de hidratação. Esses pontos de nucleação se desenvolvem e geram os

primeiros cristais de cimento hidratados em formatos de bastonetes. Esses cristais se desenvolvem e adquirem o formato de colunas, e quando estão completamente hidratados, o formato de flor. Em seguida, se separam das folhas do OG, e preenchem os poros da matriz cimentícia. Os cristais de cimento em formato de flor, quando estão totalmente hidratados, são estruturas entrelaçadas com alta resistência à tração. Além disso, os cristais de C-S-H em forma de poliedro apresentam alta resistência à compressão devido a estrutura compacta e densa. Entretanto, por se tratar de um assunto relativamente novo, não há um consenso completo sobre todos os detalhes da interação do OG com o material cimentício. A Figura 3 mostra a hipótese da ação do Óxido de Grafeno sobre o processo de hidratação do cimento, segundo LV et al. (2013).

**Figura 3** – Ação do Óxido de Grafeno sobre o processo de hidratação do cimento.



Fonte: LV et al., 2013.

Esses fatores, por si só, indicam o potencial do OG para aprimorar as propriedades dos compósitos cimentícios, podendo se tornar uma excelente opção para prolongar a vida útil do material, ou torna-lo mais nobre para ser utilizado em materiais de reparo. Diversos autores também relataram o potencial de utilizar o OG para melhorar as características dos materiais cimentícios. Devido a morfologia

rugosa, Pan et al (2015) afirmou que o OG proporciona o travamento da matriz do cimento. Segundo Mohammed et al. (2015) o OG preenche os poros do compósito em escala nano, resultando em uma estrutura menos suscetível a fissuras e ação de agentes agressivos, e com maior durabilidade. Segundo Lin et al. (2016), o OG possui elevada superfície específica para interação com os produtos de hidratação do cimento, permitindo a redução no conteúdo de água livre, redução da porosidade e aumento de resistência mecânica. Wang et al. (2015) afirma que o OG reduz a porosidade e aumenta a compactação do material, através da regulação da formação dos cristais de C-S-H em um arranjo regular e alinhado. ZHAO et al. (2017) relata que o OG é capaz de dificultar a iniciação e propagação de fissuras no compósito devido a sua elevada resistência à tração alto módulo de elasticidade.

### 2.3 DURABILIDADE E ATAQUE DOS MATERIAIS CIMENTÍCIOS POR ÍONS DE CLORETO E SULFATOS

A durabilidade consiste na capacidade da estrutura resistir às influências ambientais previstas e definidas em conjunto pelo autor do projeto estrutural e o contratante, no início dos trabalhos de elaboração de um projeto (ABNT NBR 6118, 2014b). Ela está associada com a penetração e mobilidade de fluidos no material, e possui relação com a quantidade, tamanhos e a conectividade dos poros (BRUNET et al., 2013; MOHAMMED et al., 2015).

As estruturas de materiais cimentícios devem ser projetadas e construídas de modo que conservem sua segurança, estabilidade e aptidão em serviço durante o período correspondente à sua vida útil, desde que sejam utilizadas conforme preconizado em projeto e sob as condições ambientais inicialmente previstas (ABNT NBR 6118, 2014b).

De acordo com o comitê 201 do ACI (*American Concrete Institute*), durabilidade é definida como a capacidade do compósito cimentício resistir à ação das intempéries, ataques químicos, abrasão ou qualquer outro processo de deterioração, ou seja, o material durável conservará a sua forma original, qualidade e capacidade de utilização quando exposto ao meio ambiente para o qual foi projetado (MEHTA; MONTEIRO; CARMONA FILHO, 1994).

Os custos de manutenção das estruturas são elevados, e com a crescente ênfase no custo do ciclo de vida e não apenas no custo inicial, a consciência dos

aspectos de durabilidade está em ascensão. A demanda cada vez maior por materiais cimentícios devido aos requisitos de infraestrutura com a industrialização maciça tem aumentado a produção mundial de cimento e além de consumir muitos recursos naturais e energia, também emite dióxido de carbono e muitas substâncias poluentes do ar, resultando em poluição ambiental (HAKEEM et al., 2022; ZHENG et al., 2022).

A tecnologia das estruturas avança para uma maior durabilidade com a adoção de materiais cimentícios com maior resistência, apresentando reduzida relação água/cimento (a/c), baixa porosidade, baixa permeabilidade e maior controle de ações. Entretanto, não existe um modelo ou metodologia padrão para realização de um estudo da durabilidade. As pesquisas voltadas para o tema procuram entender as diretrizes que estão correlacionadas, e como elas interferem. Indubitavelmente, a permissibilidade para a entrada de agentes é uma das principais propriedades associadas à durabilidade. Dessa forma, degradações químicas como a carbonatação, ataques por sulfatos e cloretos comumente são proporcionais à porosidade e a permeabilidade do concreto (MATOS; HELENE, 2000; SOUZA, 2008).

### **2.3.1 Ataque dos materiais cimentícios por íons de cloreto e sulfatos**

Os íons cloretos são um dos agentes patológicos aos materiais cimentícios com forte contribuição para a corrosão de armaduras, pois são capazes de despassivar o aço mesmo com o pH elevado (FILHO, 2010). A concentração dos cloretos ocorre devido a presença dos íons nos componentes da mistura (água, agregados ou aditivos), ou por penetração através da rede de poros, especialmente em ambientes marinhos e com ocorrência de névoa salina. A quantidade de cloretos é incrementada temporalmente e é capaz de atacar toda a superfície da armadura e provocar intensas corrosões, prejudicando os compostos cimentícios que trabalham em conjunto com o aço (FILHO, 2010; MOTA et al., 2012; POLDER; PEELEN, 2002).

Os cloretos cuja presença possui origem na mistura dos materiais anteriormente ao seu enrijecimento são denominados incorporados. Após o endurecimento, a porosidade do material permite que cloretos provenientes do meio externo como regiões marinhas, áreas industriais, locais de degelo, águas contaminadas, penetrem em seu interior pelos poros capilares, alcançando as armaduras e iniciando o processo corrosivo (SILVA, 2006).

A NBR 7211 (ABNT, 2009) determina que o teor de cloretos nos agregados para concreto armado seja no máximo 0,1% da massa do agregado e para concreto protendido de 0,01% da massa do agregado. Já a NBR 12655 (ABNT, 2015a) especifica a quantidade máxima de íons cloreto nas estruturas de concreto armado sujeitas a exposição de cloretos em 0,15% e em 0,4% as estruturas que não estejam em áreas agressivas, ambos em relação ao peso do cimento. Por outro lado, a norma brasileira NBR 6118 (ABNT, 2014b), limita o teor máximo de cloretos em 500 mg/L em relação à água de amassamento do concreto. A diferença nos teores e a dificuldade de se obter um limite seguro está relacionada com os vários parâmetros integrantes, como o tipo de cimento, a quantidade de cimento, a relação a/c, o teor de umidade, a agressividade do meio, o adensamento e a cura.

Os íons cloretos ( $\text{Cl}^-$ ), em contato com a armadura produzem uma redução do pH do concreto, que passivado se encontra entre os valores de 12,5 a 13,5, para valores de até 5. Os íons não reduzem a resistência do compósito, mas atingem a armadura de forma localizada, destruindo a camada passivadora e resultando em uma corrosão pontual. Depois de instaurado o processo corrosivo, ele reduz gradativamente o diâmetro da barra de aço, podendo levar o material ao colapso (MATOS; HELENE, 2000; MOTA et al., 2012). A taxa de penetração do cloreto depende de diversos fatores como o local onde a estrutura está localizada (incluindo o micro clima e a situação de contato com o cloreto), a presença de água e o oxigênio (MEDEIROS; HELENE, 2003).

Os íons sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) são deletérios aos materiais cimentícios e seu ataque pode ocorrer das seguintes formas: formação de etringita ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ ) e gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), incorporação do íon sulfato na pasta cimentícia, cristalização dos sais de sulfato, e formação de taumasita ( $\text{Ca}_3\text{Si}(\text{OH})_6(\text{CO}_3)(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ). O ataque de íons sulfatos pode causar a perda progressiva de resistência, rigidez e massa do composto cimentício. Além disso, sua manifestação pode também ocorrer de forma puramente física associada à expansão do material, resultante da tensão provocada pela cristalização de sais como sulfatos de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) e sulfatos de magnésio ( $\text{MgSO}_4$ ). Ambas as degradações podem ocorrer separadamente ou em conjunto, de acordo com a concentração e origem dos íons sulfato e com a constituição química do cimento utilizado (BROWN, 2002; COSTA, 2004).

Em sua forma de ataque mais comum, os sulfatos resultantes do meio externo se difundem no material cimentício através de sua rede porosa. Os sais de sulfato penetram no interior do material por capilaridade, permeabilidade ou difusão. Existem outros fatores que também influenciam o ataque de sulfatos, como a temperatura e o processo de molhagem e secagem (SOUZA, 2006; ASTM, 1995).

Os sulfatos podem ser encontrados no solo, no mar, nas águas de rios, nas águas de pântanos, na decomposição de matéria orgânica, em esgotos, em ambientes industriais, no ar, em lençóis freáticos ou mesmo no próprio agregado constituinte de pastas, argamassas ou concretos. Solos compostos por minério da gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), associados à ação de águas de chuva e lençóis freáticos são uma das maiores fontes de sulfatos no ataque à estruturas cimentícias, visto que esses depósitos minerais geralmente são de origem marinha e contém elevados teores de sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) e sulfato de magnésio ( $\text{MgSO}_4$ ). Dentro da pasta de cimento hidratada, os sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) reagem com o cálcio (Ca) para formar gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), e com as fontes de cálcio (Ca) e alumínio (Al) para formar etringita ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ ). Em virtude da baixa resistência à tração das argamassas, deformações provenientes da expansão resultantes da formação de etringita ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ ) durante o ataque de sulfato, podem levar à fissuração e consequente redução da resistência e desempenho da peça. Os danos mais comuns as estruturas cimentícias são: perda de resistência, fissuração das camadas superficiais e desintegração do material (COSTA, 2004; SOUZA, 2006).

A intensidade do ataque varia de acordo com o íon que está ligado ao radical  $\text{SO}_4^{2-}$ . A ordem crescente de agressividade é: sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ ), sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), sulfato de magnésio ( $\text{MgSO}_4$ ) e sulfato de amônia ( $\text{NH}_4\text{SO}_4$ ), embora o de sódio e magnésio sejam mais solúveis (COSTA, 2004).

## 2.4 ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Os tópicos seguintes relatam a influência do uso de óxido de grafeno em diferentes propriedades de materiais cimentícios, de acordo com pesquisas realizadas por diferentes autores.

### 2.4.1 Trabalhabilidade

A adição de nanomateriais a base de carbono em matrizes cimentícias resulta na redução da consistência do composto, diminuindo a trabalhabilidade das misturas comparadas as amostras sem o nanomaterial. Isso se deve ao fato dos materiais em escala nano possuírem grande área superficial, absorvendo parte da água disponível. O OG apresenta grupos hidrofílicos em sua superfície que também contribuem para a perda de consistência (BARBOSA, 2015; PAN et al., 2015).

No estudo de Pan *et al.*, (2015) foram realizados testes de mini-slump conforme método de Kantro (1980), em pastas de cimento com adição de óxido de grafeno. Foi observado uma redução na trabalhabilidade de 42% com a incorporação de 0,05% de OG em relação a massa de cimento. Ele ratifica que esse resultado pode estar relacionado com a grande área de superfície de uma folha de OG que reduz a água disponível na mistura fresca.

Na pesquisa de Li *et al.*, (2017) a trabalhabilidade da pasta de cimento foi reduzida com a presença do OG. O diâmetro de espalhamento da pasta foi medido imediatamente após a mistura, através do teste de mini-slump realizado pelo método adotado por Collins et al. (2012). Os resultados mostraram que a amostra com a incorporação de 0,02% de OG em relação a massa de cimento obteve uma redução de 5,26% no diâmetro do espalhamento da amostra no estado fresco. Já as amostras com adição de 0,03% e 0,04% de OG, as reduções foram de aproximadamente 21%.

No estudo de Devi e Ahmad (2019) foi verificado a trabalhabilidade incorporando óxido de grafeno em concreto de acordo com IS: 6461 (Parte VII) - 1973 e BS EN 12350-2. A mistura de concreto com a maior porcentagem de incorporação de óxido de grafeno (0,08% em relação à massa de cimento), obteve o valor mínimo de *slump*, aproximadamente 6% inferior a amostra referência.

No estudo de Zhao *et al.* (2017a), foi utilizado superplastificante a base de policarboxilato (PC) para controlar essa redução na trabalhabilidade de argamassas com adição de óxido de grafeno. As amostras de argamassa com 0,022% de OG em relação a massa de cimento e 0,5g de superplastificante obtiveram um aumento no diâmetro de fluidez de 13,79% em relação a amostra simples sem o nanomaterial, através do método *flow table* especificado pela norma ASTM C1437-13. Nas argamassas com 0,066% de OG e 3g de aditivo, o diâmetro de fluidez aumentou

26,89%. O autor relata que o superplastificante garantiu a fluidez necessária das amostras de argamassa com OG, criando uma camada de carga sobre os grãos de cimento, que ajudou a promover a repulsão eletrostática entre eles. A água liberada pela floculação do cimento compensou a água absorvida pelo OG, abrandando assim o efeito adverso do OG na fluidez.

#### **2.4.2 Resistência mecânica**

O acréscimo de resistência mecânica de um material cimentício após a adição do óxido de grafeno está relacionado com o fato do nanomaterial possuir excelentes propriedades mecânicas, preencher os poros de maior dimensão e acelerar a hidratação da matriz. Além disso, o OG funciona como uma ponte entre fissuras devido à sua morfologia e as fortes interações entre aglomerados e matriz (LI et al., 2017).

Em um estudo de Lv *et al.* (2013), foram realizados testes de resistência mecânica em argamassas, com o teor de incorporação de 0,03% de óxido de grafeno e 0,2% de superplastificante PC, ambos em relação à massa de cimento. A relação a/c utilizada foi de 0,37. Observou-se um acréscimo de 38,9% na resistência à compressão, 78,6% na resistência à tração direta e de 60,7% na resistência à tração na flexão.

O aumento da resistência à compressão em um estudo de Gong *et al.* (2015) foi relatado como 46,0% na pasta de cimento com incorporação de 0,03% de OG em relação a massa de cimento e com a relação a/c de 0,5. Não foi utilizado superplastificante, e a resistência à tração direta das amostras com o mesmo teor aumentou aproximadamente 50% em relação a amostra referência.

O acréscimo de resistência à compressão no estudo de Pan *et al.* (2015) foi de cerca de 33% na pasta de cimento contendo 0,05% de OG em relação a massa de cimento com a relação a/c 0,5 e na resistência à tração na flexão de aproximadamente 59,0%. Não foi utilizado superplastificante.

No estudo de Liu et al. (2016) foi realizado a incorporação de distintas proporções de óxido de grafeno em argamassas de cimento. Foram implementadas diferentes quantidades de superplastificante PC, até que a trabalhabilidade estivesse similar em todos os traços. O ensaio de resistência à compressão foi executado de

acordo com a norma ASTM 109. Para a relação a/c de 0,5, os teores de OG de 0,025% e 0,05% em relação a massa de cimento obtiveram resultados de resistência inferiores a amostra referência, respectivamente em 15,9% e 6,40%. Por outro lado, o teor de incorporação de 0,1% de OG não resultou em diferenças significativas em relação a referência. O teor de 1,6% de OG obteve acréscimo de resistência à compressão de cerca de 14,5%, valor próximo ao acréscimo de 12,6% encontrado na incorporação de 3,20% de OG. A incorporação de 6,40% de OG obteve o pior resultado, com uma redução da resistência à compressão de aproximadamente 19% em relação a amostra referência. O melhor resultado foi encontrado na relação a/c de 0,6 e com o teor de óxido de grafeno de 1,6% em relação à massa de cimento, que significou um acréscimo de cerca de 40% da resistência à compressão em relação à referência.

No estudo de Lu *et al.* (2016), foram realizadas amostras de argamassas com relação a/c de 0,2, adição de 0,2% de superplastificante PC e de 0,08% de OG, ambas porcentagens em relação à massa de cimento. Foi constatado um acréscimo de 24,8% na resistência à compressão, 37,7% na resistência à tração direta e 80,6% na resistência à tração na flexão.

No estudo de Sharma e Kothiyal (2016) foi relatado um acréscimo de aproximadamente 40% da resistência à tração em argamassas preparadas com a relação a/c de 0,45 e com a incorporação de 0,125% de óxido de grafeno em pó e 0,15% de superplastificantes PC, ambos em relação a massa de cimento.

No estudo de Zhao *et al.* (2017) foi adicionado óxido de grafeno e superplastificante PC em amostras de argamassa com a relação a/c 0,42 e executou-se ensaios de resistência mecânica. Com a adição de 0,22% de superplastificante e 0,022% de óxido de grafeno, ambos em relação a massa de cimento, foi relatado um acréscimo de cerca de 34% na resistência à compressão, 30% na resistência à tração na flexão e 33% no módulo de Young.

### **2.4.3 Porosidade**

Os compósitos cimentícios são materiais que apresentam grande quantidade de poros capilares e espaços vazios, o que causa redução da resistência mecânica e de sua durabilidade (LI; WANG; ZHAO, 2005). O óxido de grafeno pode melhorar a estrutura de poros da matriz de cimento e conseqüentemente aprimorar a

permeabilidade dos compostos cimentícios para resistirem à entrada de fluidos e ataques químicos. Além disso, pode desempenhar uma função importante para impedir o processo de corrosão do reforço de aço e postergar a durabilidade do material (MOHAMMED et al., 2015).

No estudo de Long et al. (2017) foram realizados testes de porosimetria por intrusão de mercúrio em argamassas com incorporação de óxido de grafeno. Elas foram preparadas utilizando areia reciclada com relação a/c de 0,66. A massa de superplastificante adicionada foi 30% a mais que o peso de óxido de grafeno adicionado. A argamassa com 0,2% de óxido de grafeno em relação a massa de cimento apresentou uma redução de aproximadamente 50% da porosidade na faixa de diâmetro de 0,01  $\mu\text{m}$  em relação a argamassa referência, sem adição de OG. Como os poros de materiais endurecidos à base de cimento só podem ser preenchidos por produtos de hidratação formados continuamente, a porosidade reduzida sugere que o OG promove uma aceleração na hidratação do cimento e pode resultar em uma resistência inicial mais elevada. Além disso, foi calculada a área de vazios de ar em cada porcentagem de incorporação de OG a partir de imagens obtidas por câmera profissional e tratadas através do software Image J. Foi registrado uma redução de até 39,1% na porosidade total da argamassa contendo 0,2% de OG aos 28 dias. Seus resultados demonstram que a incorporação de OG na pasta de cimento ou na argamassa pode reduzir e refinar significativamente os poros e que o aumento da porcentagem de OG até 0,2% reduziu a quantidade e o diâmetro dos poros progressivamente.

Em um estudo de Long et al. (2018) a estrutura de poros das amostras de pasta de cimento com idade de 28 dias foram examinadas por meio de porosimetria por intrusão de mercúrio. As pastas foram preparadas com a relação a/c de 0,66. A massa de superplastificante adicionada foi o peso de óxido de grafeno da mistura, acrescido de 30%. Foi observado que a adição de 0,1% de OG em relação a massa de cimento, reduziu o grau de porosidade na faixa de diâmetro de 0,01  $\mu\text{m}$  em aproximadamente 25% em relação a amostra referência.

No estudo de Mohammed et al. (2015) foram realizados testes de porosimetria por intrusão de mercúrio em argamassas com adição de OG, nas proporções de 0,01%, 0,03% e 0,06% de OG em relação à massa de cimento. Foram utilizados a relação a/c de 0,34 e 0,2% de aditivo redutor de água (HWR) em relação à massa de

cimento, para proporcionar trabalhabilidade à mistura de argamassa. As amostras com adição de OG obtiveram um aumento na porção de poros capilares na faixa de 10nm à 15nm e 100nm à 1000nm que pode ser atribuído as folhas tridimensionais de OG que se interligaram e formaram uma estrutura porosa. Com isso, a adição de OG diminuiu a quantidade de poros que variam entre 400nm à 10.000nm, principalmente da mistura com 0,06% de OG. Em suma, o óxido de grafeno densificou a matriz de cimento, criando um sistema poroso devido às suas formas irregulares, diminuindo a quantidade de poros de maior dimensão e aumentando a quantidade de poros com dimensão reduzida. A mistura com 0,01% de OG obteve uma porosidade total 14,8% maior que a mistura controle, sem adição de OG. A mistura com 0,03% e 0,06% de OG também obtiveram elevação da porosidade total, sendo um aumento de 13,3% e 3,9%, respectivamente.

#### **2.4.4 Ataque por cloretos e sulfatos**

A adição de OG em compostos cimentícios pode formar um revestimento protetor que tem a capacidade de aumentar a resistência à corrosão e impedir o transporte de elementos agressivos (L.P. et al., 2019).

No trabalho de MOHAMMED et al., (2015) foi realizado teste de penetração de cloretos em amostras de argamassa de cimento com a incorporação de OG, em solução aquosa, nas porcentagens 0,01%, 0,03% e 0,06% em relação ao peso de cimento. Foi utilizado o fator a/c de 0,34 e 1,8g de aditivo redutor de água (HWR) para proporcionar trabalhabilidade à mistura de argamassa. O método Nordest NT Build 443 foi adotado para estimar a resistência à penetração de cloretos. Na mistura referência, sem a incorporação de OG, a profundidade de penetração do cloreto foi de 26mm e na mistura com a incorporação de 0,01% de OG de apenas 5mm, resultando em uma redução de 80,7%. Para as misturas com 0,03% e 0,06% de OG, a penetração de cloretos foi reduzida, respectivamente, 53,8% e 34,6%, em relação a amostra referência. Segundo o autor, isso mostra que uma concentração muito baixa de OG na argamassa pode aumentar expressivamente a resistência à penetração de cloretos. Além disso, possui relação com a estrutura interligada gerada pelo OG, que pode confinar os íons cloreto e restringir sua entrada na matriz de cimento,

melhorando a durabilidade e aumentando a vida útil de estruturas implementadas com argamassas e concretos.

No estudo de JIANG et al. (2018a) foram realizados testes em argamassas preparadas com adição de sílica ativa, cinzas volantes, superplastificante PC, agente antiespumante, óxido de grafeno e fibra de álcool polivinílico. A relação água cimento foi de 0,42 e todas as amostras foram preparadas com 620g de Cimento Portland, 300g de cinzas volantes, 80g de sílica ativa, 1000g de areia, 260g de água, 1,0% de superplastificante de policarboxilato em relação à massa de cimento e 0,5g de agente antiespumante. O que variou foi a adição de 0,08% de óxido de grafeno em relação à massa de cimento e o acréscimo de 5g de fibra de álcool polivinílico. O teste rápido de migração de cloretos foi conduzido de acordo com o método chinês GBT50082. O traço que havia apenas fibra de álcool polivinílico reduziu o coeficiente de migração de cloretos em 9,58% em relação à referência (sem OG ou fibra), enquanto o traço com 0,8% de OG em relação à massa de cimento e sem fibra, o coeficiente de migração de cloretos diminuiu 35,6%. O traço com a adição da fibra de álcool polivinílico juntamente com 0,8% de OG em relação a massa de cimento resultou em uma redução do coeficiente de migração de cloretos de 41,1%. O autor ressaltou que esse resultado está relacionado com a atuação das fibras como pontes na matriz de cimento inibindo a expansão da fissura, e com a ação do OG refinando a estrutura porosa e promovendo o acúmulo de produtos de hidratação. Isso leva a uma microestrutura mais densa, com porosidade reduzida e menos suscetível à penetração do íon cloreto. Também foi realizado teste de resistência à sulfatos, imergindo as amostras de argamassa após a cura padrão de 28 dias em solução de sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) à 5% de concentração. Posteriormente foram realizados testes de resistência mecânica para verificar a influência dos aditivos frente a exposição na solução de sulfatos. A amostra com adição de 0,08% de OG, obteve um aumento na resistência à compressão de 16,60% após 90 dias de imersão. Aos 135 dias de exposição, a amostra reduziu 3,8% da sua resistência em relação aos 90 dias, mas ainda ficou 12,16% maior que a amostra antes da imersão. Esse comportamento foi similar em todos os traços e nos ensaios de resistência à tração, sendo o pico máximo de resistência sempre após 90 dias de exposição, e o valor de resistência reduzindo após essa idade. O autor relaciona esse acréscimo contínuo da resistência até os 90 dias com a hidratação contínua do cimento que não havia sido hidratado

nas amostras na cura padrão de 28 dias, que pode produzir mais hidratos e levar a uma matriz de argamassa mais compacta e com maior resistência mecânica. Entretanto, o decréscimo de resistência após a idade de 90 dias pode ser relacionado com o fato dos íons  $\text{SO}_4^{2-}$  penetrarem na argamassa e reagirem com os componentes dos materiais cimentícios para formar minerais intumescentes, como a etringita, resultando em expansão e rachaduras na argamassa e queda na resistência mecânica.

### **3 MÉTODOS E MATERIAIS**

A seguir serão descritos os procedimentos e os materiais utilizados para conduzir a pesquisa.

#### **3.1 MATERIAIS**

Os materiais utilizados para a confecção das argamassas são: cimento CPV-ARI da marca Intercement, solução aquosa contendo óxido de grafeno fornecida pelo CTNano (Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno), areia normal brasileira, produzida pelo IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas) conforme as prescrições da ABNT NBR 7214 - Areia normal para ensaio de cimento e água fornecida pela Companhia de Saneamento de Minas Gerais (COPASA).

##### **3.1.1 Cimento**

Com o objetivo de verificar a influência do OG em relação as propriedades da argamassa e minimizar as influências advindas de outros materiais, foi utilizado um cimento com alta resistência inicial, o CPV-ARI, da fornecedora Intercement. Dessa forma poderá ser testada a aplicabilidade do OG em argamassas utilizadas em obras correntes e na indústria de concreto ou pré-fabricados. O cimento CPV é um tipo de cimento com menor quantidade de adições em sua fórmula, sendo composto de 90% a 100% por clínquer (ABNT NBR 16697, 2018).

Os ensaios físicos e químicos dos cimentos utilizados foram realizados e disponibilizados pelo fabricante. A Tabela 1 apresenta esses dados e correlaciona com os limites normativos estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018).

**Tabela 1** - Análise química do cimento e limites normativos.

Parâmetros	CPV-ARI	
	Intercement	Limite NBR 16697 (ABNT,2018)
Data de ensacamento	28/03/2018	-
# 75 µm (nº 200) (%)	-	≤6
# 325 µm (%)	2,35	-
Finura Blaine (cm <sup>2</sup> /g)	4790	-
Início de pega (min)	120	≥60
Fim de pega (min)	180	≤600
Água de consistência (%)	-	-
SO <sub>3</sub> (%)	3,82	≤4,5
MgO (%)	2,7	≤6,5
SiO <sub>2</sub> (%)	19,6	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	4,6	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	2,3	-
CaO (%)	61,4	-
Na <sub>2</sub> O (%)	-	-
K <sub>2</sub> O (%)	0,8	-
CO <sub>2</sub> (%)	-	≤5,5
Perda ao fogo (%)	3,89	≤6,5
Resíduo insolúvel (%)	-	≤3,5

Fonte: Intercement, 2019; NBR 1669, 2018.

### 3.1.2 Agregado miúdo

O agregado miúdo utilizado na pesquisa foi a areia normal brasileira, produzida pelo IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas) conforme as prescrições da ABNT NBR 7214 - Areia normal para ensaio de cimento.

### 3.1.3 Óxido de Grafeno

O óxido de grafeno utilizado na pesquisa foi fornecido pelo laboratório do Centro de Tecnologia de Nanomateriais e Grafeno (CTNano), em solução aquosa na concentração de 5,0g/L. Sua síntese é realizada através de esfoliação por meio da oxidação com ácidos, resultando em estruturas com 1 a 7 camadas de espessura com dimensões laterais de aproximadamente 5 $\mu$ m e com grau de oxidação de cerca de 40% em massa. O método executado é conforme a patente BR 102016005632-2 A2, que envolve três etapas: oxidação, esfoliação e purificação. Na oxidação, o grafite é submetido à oxidação por meio de agentes químicos oxidantes em meio ácido (utiliza-se os ácidos KMnO<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Com esse procedimento, grupos funcionais de oxigênio como hidroxila (-OH), carboxila (-COOH) e carbonila (C=O) são inseridos na estrutura molecular do grafite convertendo-o em óxido de grafite. A adição desses grupos funcionais de oxigênio causa o distanciamento das folhas de grafeno e o enfraquecimento das ligações intermoleculares, fazendo o óxido de grafite se tornar um material hidrofílico (que possui boa dissolução em meio aquoso).

Em seguida, é realizado o processo de esfoliação, que é a ultrassonificação do óxido de grafite, obtendo camadas singulares dispersas e resultando no óxido de grafeno. O óxido de grafeno permanece disperso em solução aquosa, e enfim é realizado a purificação do composto pelo tempo médio de 90 dias, utilizando água destilada e filtragem à vácuo para a remoção dos íons remanescentes dos ácidos e dos agentes químicos oxidantes. O nanomaterial preparado é mostrado na Figura 4.

**Figura 4** – Solução aquosa de óxido de grafeno na concentração de 5g/L.

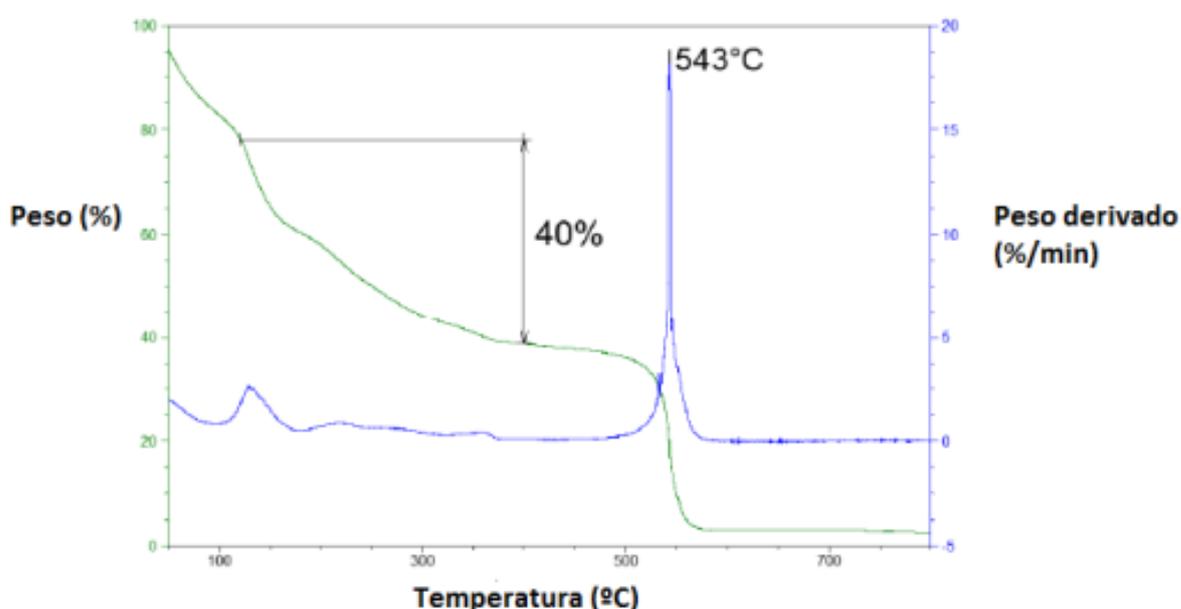


**Fonte:** o autor, 2020.

A equipe técnica do setor de Química do CTNano realizou ensaios de caracterização do óxido de grafeno fornecido para essa pesquisa. Os ensaios realizados foram análise termogravimétrica (TGA) e microscopia eletrônica de transmissão (MET).

No ensaio de TGA foi realizado o aquecimento da amostra na proporção de 5 °C/min e foi constatado que a massa de óxido de grafeno é reduzida em até 40% quando aquecida a uma temperatura de 400°C, o que pode estar relacionado com umidade, formas amorfas de carbono e outras impurezas. Na temperatura de 543°C, a amostra de OG passa praticamente em sua totalidade para o estado gasoso. A Figura 5 demonstra os resultados obtidos na realização do ensaio TGA.

**Figura 5** – Análise termogravimétrica (TGA) do OG sólido.

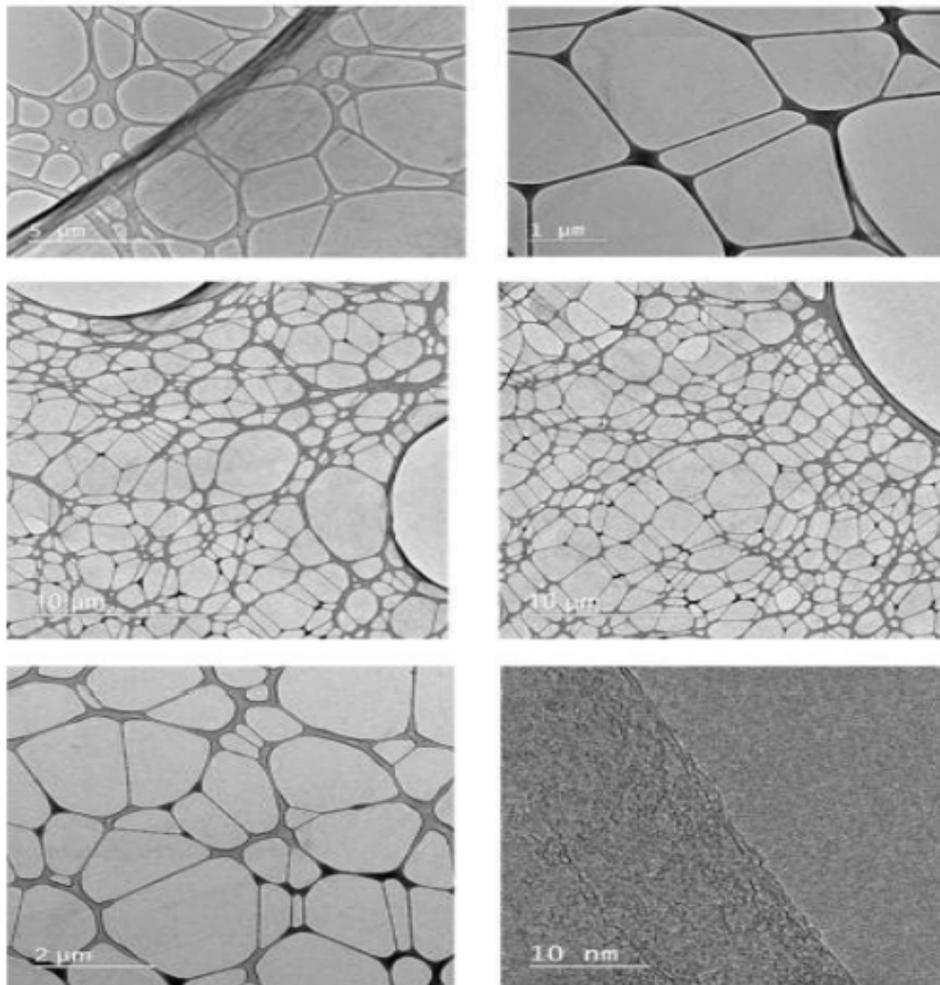


Fonte: CTNano, 2020.

No ensaio de MET foram depositadas amostras da solução de Óxido de Grafeno em grades de cobre/carbono. Desta forma, foi possível observar a estrutura bidimensional das folhas de óxido de grafeno sob as escalas de magnitude de 5µm. São observadas faixas na cor preta/cinza, que são as folhas de OG interligadas. O que aparentam ser “bolhas” são as grades de cobre/carbono.

A Figura 6 relaciona as imagens obtidas no ensaio de MET.

**Figura 6** – Microscopia eletrônica de transmissão (MET), obtida pela deposição da dispersão de OG em grades de cobre/carbono.



**Fonte:** CTNano, 2020.

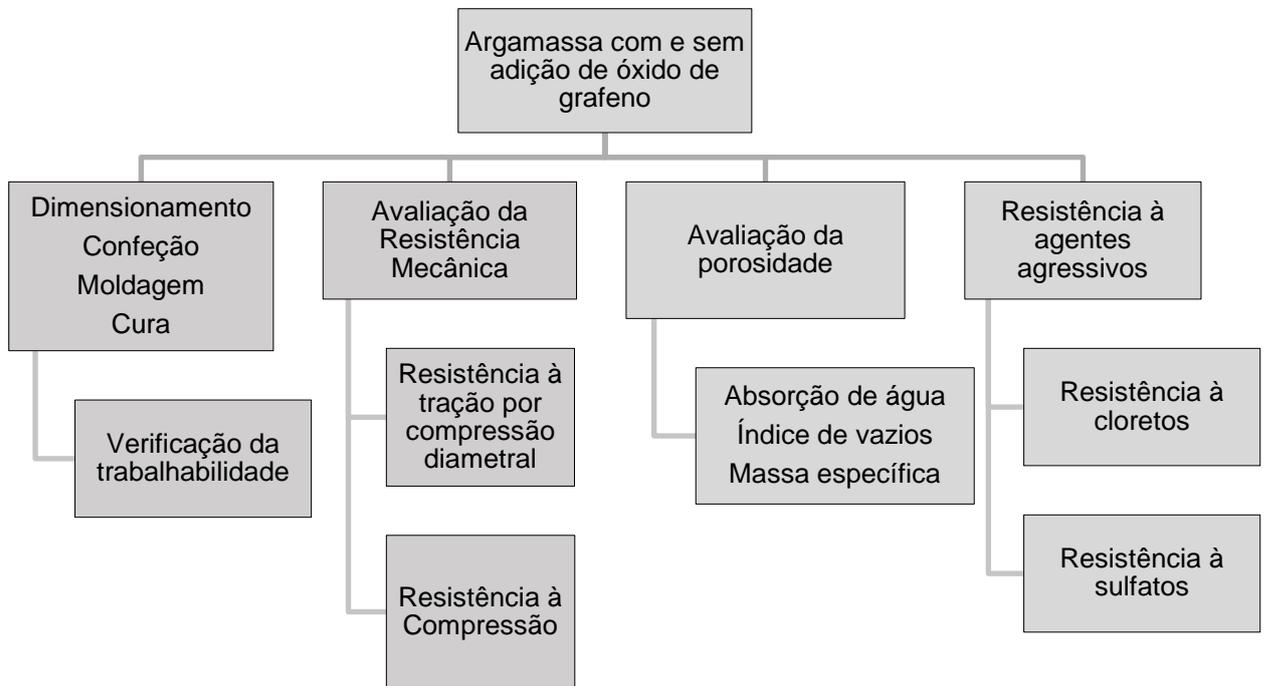
### 3.1.4 Água

A água utilizada foi fornecida pelo sistema de abastecimento municipal, sob responsabilidade da Companhia de Saneamento de Minas Gerais (COPASA).

## 3.2 MÉTODOS UTILIZADOS

Os métodos utilizados serão descritos a seguir. A Figura 7 resume os principais procedimentos que foram desenvolvidos.

**Figura 7** – Métodos e procedimentos da pesquisa.



Fonte: o autor, 2020.

### 3.2.1 Dimensionamento e dosagem das argamassas

Foi observado nos estudos recentes que os teores de adição de OG em argamassas que obtiveram melhores resultados de resistência mecânica, redução da porosidade e da suscetibilidade aos agentes agressivos se encontravam nas proporções entre 0,06% e 0,10% de OG em relação à massa de cimento. Por isso, foi escolhida a proporção de 0,08% em relação à massa de cimento para ser implementada nessa pesquisa. Com isso, foram moldados dois traços em cada ensaio, sendo um traço de referência (REF) sem adição de OG, ou seja, 0% de OG, e um traço com adição de 0,08% de OG em relação à massa de cimento (0,08%OG). Como o óxido de grafeno utilizado está disperso em uma solução aquosa, em cada mistura de argamassa com OG, parte da quantidade de água determinada pelo traço foi substituída pelo volume de solução aquosa adicionado, a fim de manter a quantidade de água preestabelecida em todas as misturas e não haver água em excesso. Não foi utilizado superplastificante para minimizar as variáveis dos ensaios

e tornar o OG o principal agente transformador. A mistura foi elaborada com traço 1:3 em massa (uma parte de cimento para três de areia) e com a relação a/c de 0,5 conforme determina a norma NBR 7215 (ABNT, 2019), exceto para os ensaios de Trabalhabilidade que foi utilizado a relação a/c adaptada para 0,55 para garantir a visualização dos resultados com maior precisão, e para o ensaio de Penetração de Íons Sulfatos, que foi utilizada a relação a/c de 0,6 conforme determina a norma NBR NBR 13583 (ABNT, 2014a).

A dosagem e composição das argamassas utilizadas nos ensaios de Resistência à Compressão, Resistência à Tração por Compressão Diametral, Absorção de água, Índice de Vazios e Massa Específica, Penetração de Íons Cloretos está especificada na Tabela 2.

**Tabela 2** – Dosagem da argamassa.

<b>Identificação</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Areia IPT (g)</b>	<b>Solução com 5,0g/L de OG (mL)</b>	<b>Água (mL)</b>	<b>A/c</b>
<b>CPV-REF</b>	624	1872	0	300	0,48
<b>CPV-0,08%OG</b>	624	1872	99,84	200,16	0,50

**Fonte:** o autor, 2020.

A dosagem e composição das argamassas utilizadas no ensaio de Trabalhabilidade estão detalhadas na Tabela 3.

**Tabela 3** - Dosagem da argamassa para o ensaio de Trabalhabilidade.

<b>Identificação</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Areia IPT (g)</b>	<b>Solução com 5,0g/L de OG (mL)</b>	<b>Água (mL)</b>	<b>A/c</b>
<b>CPV-REF</b>	624	1872	0	343,2	0,55
<b>CPV-0,08%OG</b>	624	1872	62,4	243,36	0,55

**Fonte:** o autor, 2020.

A dosagem e composição das argamassas utilizadas no ensaio de Penetração de Íons Sulfatos podem ser observadas na Tabela 4.

**Tabela 4** - Dosagem da argamassa para o ensaio de Penetração de Íons Sulfatos.

<b>Identificação</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Areia IPT (g)</b>	<b>Solução com 5,0g/L de OG (mL)</b>	<b>Água (mL)</b>	<b>A/c</b>
<b>CPV-REF</b>	500	1600	0	300	0,6
<b>CPV-0,08%OG</b>	500	1600	62,4	237,6	0,6

**Fonte:** o autor, 2020.

### 3.2.2 Preparação e confecção da argamassa

A confecção da argamassa foi baseada na norma NBR 7215 (ABNT, 2019). Em todos os ensaios foram utilizados o tipo de cimento CPV-ARI e as porcentagens de incorporação de OG de 0% e 0,08%, em relação à massa de cimento.

A ordem para colocação dos materiais seguiu a seguinte sequência: adição de água, adição da solução de óxido de grafeno, adição do cimento e adição da areia.

A preparação completa das argamassas procedeu da seguinte forma:

- 1) A quantidade de água especificada para cada traço foi despejada na cuba da argamassadeira da marca Pavitest com capacidade de 5 litros. Em seguida, foi despejada a solução de 5g/L de óxido de grafeno na quantidade determinada para cada traço.
- 2) O cimento foi adicionado gradualmente durante 30 segundos, enquanto a argamassadeira trabalhava com o misturador na velocidade baixa.
- 3) Em seguida, a areia foi adicionada sem paralisar a operação durante 30 segundos.
- 4) Após o término da colocação da areia, misturou-se os materiais por 30s na velocidade alta. Posteriormente, o misturador ficou desligado por 90s, sendo que nos primeiros 30s a argamassa que ficou aderida às paredes da cuba foi retirada com o auxílio de uma espátula metálica, e nos 60s restantes, a argamassa ficou em repouso na cuba.
- 5) Imediatamente após este intervalo, o misturador foi ligado na velocidade alta por mais 60s.

### 3.2.3 Ensaio de trabalhabilidade

O ensaio de trabalhabilidade foi executado com o molde troncônico na mesa para índice de consistência de acordo com a NBR 13276 (ABNT, 2016). Foi realizado um teste para o traço com a proporção de incorporação de OG de 0% e um teste para a proporção de incorporação de OG de 0,08%, a fim de verificar a influência do nanomaterial na trabalhabilidade do composto.

Após a preparação da argamassa, o molde troncônico foi preenchido com três camadas de alturas similares onde foram aplicados manualmente 15 golpes na primeira, 10 golpes na segunda e 5 golpes na terceira, sempre suaves e distribuídos uniformemente com o soquete metálico especificado pela norma. Foi realizado o rasamento da argamassa movendo a régua metálica rente à borda do molde, além da eliminação de qualquer partícula ao seu redor.

O molde foi retirado verticalmente e a manivela da mesa para índice de consistência foi acionada, de modo que a mesa subiu e desceu 30 vezes em 30 segundos de maneira uniforme. Imediatamente após a última descida da mesa, o diâmetro de espalhamento da argamassa foi medido com auxílio de uma régua metálica.

As medidas foram realizadas em três diâmetros tomados em pares de pontos uniformemente distribuídos ao longo do perímetro da amostra espalhada. O índice de consistência foi obtido pela média das três medidas de diâmetro, expressa em milímetros e arredondada ao número inteiro mais próximo. A Figura 8 demonstra o procedimento de realização do ensaio.

**Figura 8** – Execução do ensaio de trabalhabilidade.

Fonte: o autor, 2022.

### 3.2.4 Moldagem dos corpos de prova de argamassa

A moldagem foi realizada conforme indicado na norma NBR 7215 (ABNT, 2019), imediatamente após sua preparação. A argamassa foi colocada em moldes cilíndricos de 50mm de diâmetro e 100mm de altura previamente lubrificadas com óleo mineral. O adensamento foi realizado manualmente em quatro camadas de alturas aproximadamente iguais, realizando 30 golpes uniformes e homogeneamente distribuídos em cada camada com o soquete padrão. Após o adensamento da última camada, foi deixado um excesso da argamassa acima da borda superior do molde para rasar os corpos de prova com o auxílio da espátula metálica, nivelando sua superfície.

A Tabela 5 resume a quantidade total de corpos de prova que foram moldados para os ensaios de trabalhabilidade (TRAB), resistência à compressão (RC), resistência à tração por compressão diametral (RT), absorção de água (ABS), índice

de vazios (IV) e massa específica (ME), penetração de íons cloretos (CLOR), penetração de íons sulfatos (SULF).

**Tabela 5** - Quantitativo de corpos de prova executados.

Identificação	RC	RT	ABS / IV / ME	CLOR	SULF
CPV-REF	12	12	3	6	16
CPV-0,08%OG	12	12	3	6	16
<b>TOTAL</b>	24	24	6	12	32

Fonte: o autor, 2020.

O Quadro 1 apresenta a dimensão dos corpos de prova de cada ensaio realizado.

**Quadro 1** - Dimensão dos corpos de prova realizados.

Ensaio	Dimensão dos corpos de prova
Trabalhabilidade	Molde troncônico de 80x125x60mm
Resistência à compressão	Cilíndrico com diâmetro de 50mm por 100mm de altura
Resistência à tração por compressão diametral	Cilíndrico com diâmetro de 50mm por 100mm de altura
Absorção de água Índice de vazios Massa específica	Cilíndrico com diâmetro de 50mm por 100mm de altura
Penetração de íons cloretos	Cilíndrico com diâmetro de 100mm por 100mm de altura posteriormente divididos ao meio para diâmetro de 100mm por 50mm de altura
Penetração de íons sulfatos	Prismáticos com 25x25x285mm

Fonte: o autor, 2020.

### 3.2.5 Cura dos corpos de prova de argamassa

O procedimento de cura dos corpos de prova também foi realizado conforme determinado na norma NBR 7215 (ABNT, 2019). Logo após a moldagem, as amostras foram conservadas ainda nos moldes em ambiente de laboratório por 24 horas, com a face superior dos moldes protegida por uma placa de metal. Os corpos de prova de diferentes misturas foram aleatoriamente agrupados em séries distintas de 6 corpos de prova, sendo cada série relativa a uma idade.

Passada as 24 horas de cura inicial, os corpos de prova foram retirados das formas, identificados e imersos no tanque de cura com água saturada de cal, onde

permaneceram até o momento de realização dos ensaios. Os corpos de prova destinados aos ensaios de resistência à compressão foram retificados utilizando a retífica do laboratório do CEFET-MG momentos antes da realização do ensaio. A Figura 9 mostra os corpos de prova após desmoldagem e retificação do topo, após 7 dias de sua moldagem.

**Figura 9** - Corpos de prova desmoldados, curados por 7 dias e com seus topos retificados.



Fonte: o autor, 2020.

### 3.2.6 Ensaio de resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão foi executado conforme estabelecido na NBR 7215 (ABNT, 2019). Foram submetidos ao teste de Compressão Axial 4 corpos de prova cilíndricos de 50mm de diâmetro por 100mm de altura aos 7 dias, aos 28 dias e aos 91 dias, de cada traço, totalizando 12 corpos de prova para cada um dos 2 traços. Foi utilizado a prensa da marca EMIC, modelo DL-30000 que apresenta capacidade de 300kN. Os corpos de prova são colocados no prato inferior da prensa, em posição vertical. O prato superior é ajustado de forma que permaneça o mais próximo possível da amostra, sem encostá-la, de forma a não realizar tensão no corpo de prova até o início do ensaio. A carga é então aplicada continuamente até a ruptura com um incremento de 0,25 MPa/s, e a resistência à compressão ( $F_{cj}$ ) é calculada de acordo com a Equação 3, conforme determina a norma.

$$F_{cj} = \frac{4F}{\pi D^2} \quad (3)$$

Onde:

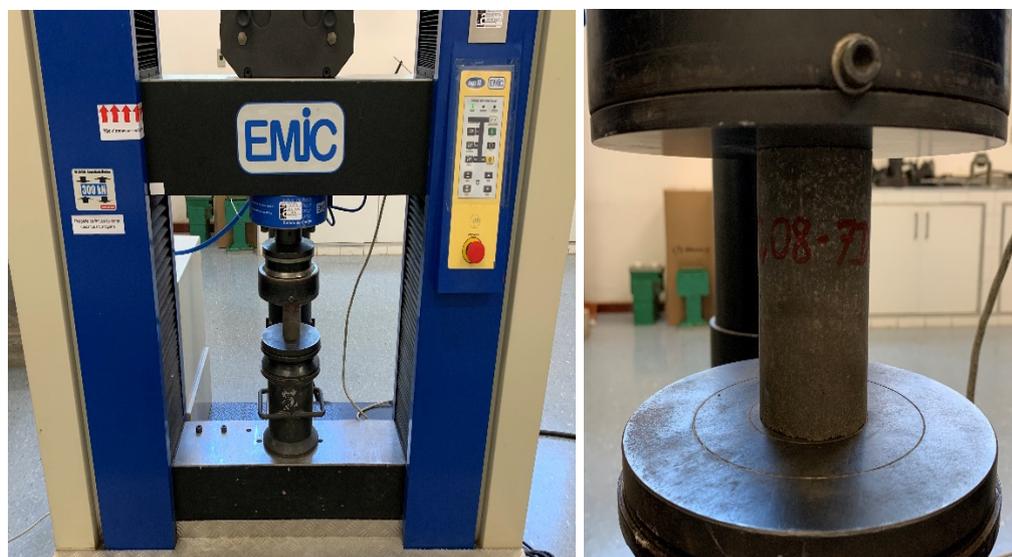
$F_{cj}$  = resistência à compressão axial em Megapascal (MPa);

$F$  = carga de ruptura do corpo de prova em newtons (N);

$D$  = diâmetro médio do corpo de prova em milímetros (mm);

O desvio relativo da série de 4 corpos de prova ensaiados para cada traço foi calculado e caso superior a 6%, uma nova média seria calculada, desconsiderando o valor discrepante. Se o desvio relativo continuasse a ultrapassar 6%, os resultados seriam desconsiderados e o ensaio refeito. Em todas as idades, o desvio se mostrou abaixo de 6% e não houve necessidade de se replicarem os ensaios. A Figura 10 mostra a preparação do ensaio:

**Figura 10** - Corpo de prova prestes a ser submetido ao ensaio de resistência à compressão.



Fonte: o autor, 2020.

### 3.2.7 Ensaio de resistência à tração por compressão diametral

No ensaio de resistência à tração por compressão diametral, 4 corpos de prova cilíndricos de 50mm de diâmetro por 100mm de altura de cada traço serão testados de acordo com a NBR 7222 (ABNT, 2011) nas idades de 7 dias, 28 dias e 91 dias. O

diâmetro utilizado para o cálculo da área da seção transversal será determinado pela média de duas medições, com exatidão de 0,1mm. A altura também será determinada pela média de duas medições, com precisão de 0,1mm.

Os corpos de prova foram colocados em posição horizontal em um molde de aço, e o conjunto foi colocado sobre o centro do prato inferior da prensa, de forma que o plano axial perpendicular ao diâmetro da amostra coincida com o eixo de aplicação da carga. O prato superior é deslocado para o mais próximo possível do molde, sem encosta-lo, e o ensaio é iniciado. A carga é aplicada continuamente e sem choques, com o acréscimo constante de tração, a um incremento de 0,2 MPa/s até a ruptura do corpo de prova.

O cálculo para a resistência à tração por compressão diametral ( $F_t$ ) é realizado de acordo com a Equação 4, conforme determina a norma NBR 7222 (ABNT, 2011).

$$F_t = \frac{2F_{max}}{\pi ld} \quad (4)$$

Onde:

$F_t$  = resistência à tração por compressão diametral em Megapascal (MPa);

$F_{max}$  = força máxima suportada pelo corpo de prova em newtons (N);

$l$  = comprimento do corpo de prova em milímetros (mm);

$d$  = diâmetro em milímetros (mm);

A Figura 11 demonstra o corpo de prova ajustado e pronto para o início do ensaio.

**Figura 11** – Execução do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.



Fonte: o autor, 2020.

O desvio relativo da série de 4 corpos de prova ensaiados para cada traço foi calculado e caso superior a 6%, uma nova média seria calculada, e se continuasse a ultrapassar 6%, os resultados seriam desconsiderados e o ensaio refeito. Em todas as idades, o desvio se mostrou abaixo de 6% e não houve necessidade de se replicarem os ensaios.

### 3.2.8 Ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica

Para a determinação do valor de absorção de água por imersão, do índice de vazios e da massa específica das argamassas, foram utilizadas as recomendações da NBR 9778 (ABNT, 2009b). Foram utilizados 3 corpos de prova cilíndricos de 50mm de diâmetro e 100mm de altura para cada traço, dosados, preparados e moldados conforme a NBR 7215 (ABNT, 2019). Foi utilizada uma balança hidrostática com resolução mínima de 0,05% da massa a ser determinada, recipientes adequados para imersão e fervura das amostras e estufa com a temperatura de 105 °C (tolerância de 5 °C para mais ou menos).

O ensaio obedeceu aos seguintes procedimentos:

- 1) O corpo de prova foi colocado e mantido na estufa com temperatura de 105°C por 72 horas. A massa seca da amostra ( $m_s$ ) foi registrada.
- 2) A amostra foi saturada através de sua imersão e permanência em água à temperatura de 23°C por 72 horas.
- 3) O corpo de prova foi mantido em ebulição por 5 horas, mantendo aproximadamente o volume da água constante. Em seguida, a água esfriou naturalmente até aproximadamente 23 °C e sua massa saturada imersa após a fervura ( $m_i$ ) registrada com o auxílio da balança hidrostática.
- 4) A amostra foi retirada da água, enxugada com um pano úmido e sua massa ( $m_{sat}$ ) será registrada.

A absorção de água ( $A$ ) foi calculada, em porcentagem, de acordo com a Equação 5.

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (5)$$

Onde:

$A$  = Absorção de água da amostra (porcentagem);

$m_{sat}$  = Massa da amostra saturada em água após a imersão e fervura (g);

$m_s$  = Massa da amostra seca em estufa (g);

O índice de vazios ( $l_v$ ) foi calculado, em porcentagem, de acordo com a Equação 6.

$$l_v = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100 \quad (6)$$

Onde:

$l_v$  = Índice de vazios (porcentagem);

$m_{sat}$  = Massa da amostra saturada em água após a imersão e fervura (g);

$m_s$  = Massa da amostra seca em estufa (g);

$m_i$  = Massa da amostra saturada imersa após fervura (g);

A massa específica real ( $\rho_r$ ) foi calculada de acordo com a Equação 7.

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_i} \quad (7)$$

Onde:

$\rho_r$  = massa específica real (g/cm<sup>3</sup>);

$m_s$  = Massa da amostra seca em estufa (g);

$m_i$  = Massa da amostra saturada imersa após fervura (g);

O resultado de cada índice é a média dos valores dos três corpos de prova para cada traço. A Figura 12 mostra uma amostra sendo submetida a pesagem com balança hidrostática.

**Figura 12** – Pesagem da amostra com balança hidrostática.



Fonte: o autor, 2023.

### 3.2.9 Ensaio de penetração de íons cloretos

O ensaio de penetração de íons de cloretos foi realizado conforme orientações da norma C1202-05 (ASTM, 2012). O ensaio consiste na aplicação de uma diferença de potencial de 60V nas extremidades do corpo de prova, sendo que um lado estará imerso em uma solução de cloreto de sódio (NaCl) e a outro em uma solução de hidróxido de sódio (NaOH). A carga total passada está relacionada à resistência da amostra à penetração de íons cloreto. As idades ensaiadas foram 45 dias e 91 dias.

O procedimento foi realizado da seguinte forma:

- 1) Foram moldadas 3 amostras de cada traço, totalizando 6 corpos de prova cilíndricos de aproximadamente 100mm de diâmetro por 100mm de altura, conforme dosagem, moldagem e cura da NBR 7215 (ABNT, 2019).
- 2) Após a desmoldagem, os corpos de prova são cortados ao meio utilizando serra circular, obtendo assim, 12 amostras cilíndricas de aproximadamente 100mm de diâmetro por 50mm de altura que serão levadas à cura imersa.
- 3) Após a cura imersa de 28 dias, as amostras foram mantidas em ambiente de laboratório até o dia de realização do ensaio. Foram realizados testes aos 45 dias com 3 corpos de prova e aos 91 dias com as outras 3 amostras, para cada um dos 2 traços.

- 4) Foi aplicado adesivo epóxi *compound* de média fluidez da marca Vedacit, de proporção massica 1:1 na superfície lateral da amostra para garantir a passagem do fluxo apenas na superfície transversal. A aplicação foi realizada no dia anterior ao ensaio.
- 5) No momento de realização do ensaio foi realizada a saturação a vácuo utilizando bomba à vácuo com uma pressão de aproximadamente 70kPa. O vácuo foi mantido por 3 horas sem a presença de água. Após a saturação, foi drenado água no recipiente até cobrir a amostra, e o corpo de prova submetido a 1 hora de vácuo com a utilização de água. Em seguida a torneira da linha de vácuo foi girada para permitir que o ar entre novamente no dessecador. A Figura 13 mostra as amostras sendo submetidas ao vácuo.

**Figura 13** – Saturação a vácuo das amostras utilizando bomba à vácuo com pressão de 70kPa.

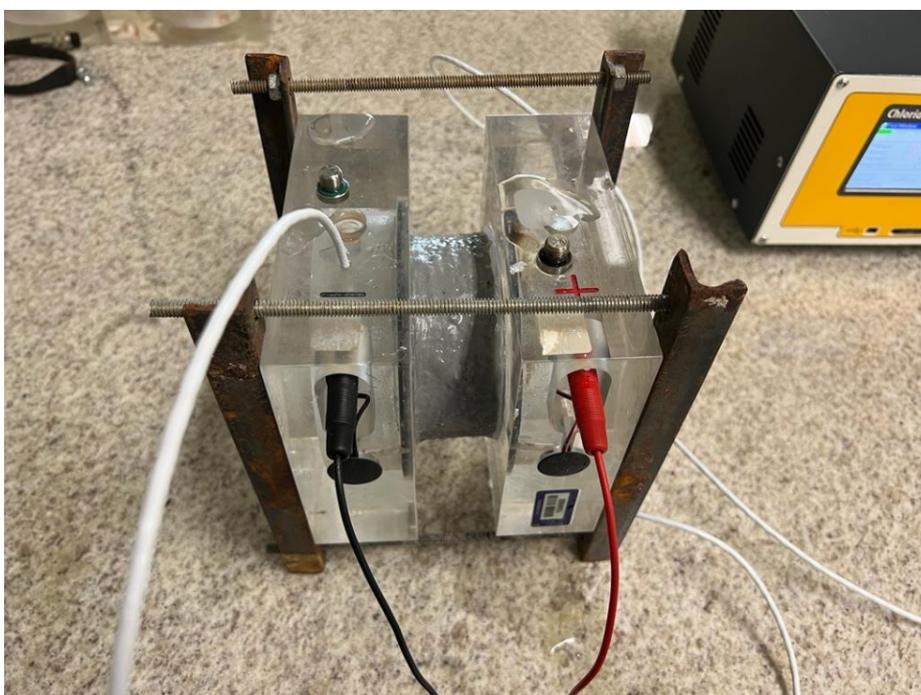


**Fonte:** o autor, 2020.

- 6) A amostra foi submergida por aproximadamente 18 horas. Em seguida foi retirada da água e o excesso de água eliminado. Ela foi transferida para uma lata selada mantendo a amostra com aproximadamente 95% de umidade relativa.
- 7) A amostra foi colocada na célula de acrílico, e foi aplicado selante ao redor do limite da célula de amostra. A tampa de borracha foi colocada no orifício de enchimento da célula para restringir o movimento da umidade.

- 8) Um anel de borracha vulcanizada circular de diâmetro de 100mm por 75mm de diâmetro interno e com 6mm de espessura foi colocado em cada metade do teste célula para garantir a vedação.
- 9) O corpo de prova saturado foi colocado nas células de acrílico com solução de NaCl (cloreto de sódio) 3% por massa no terminal negativo da fonte de alimentação de 60V e o outro lado com solução de NaOH (hidróxido de sódio) 0,3mol/L no terminal positivo. A Figura 14 mostra uma amostra preparada e fixada na célula de carga, pronta para o início do ensaio.

**Figura 14** –Detalhe do corpo de prova fixado nas células de carga.



Fonte: o autor, 2020.

- 10) Os terminais foram submetidos a uma tensão de 60V durante 6 horas, e foi realizada a leitura e o registro da corrente a cada 30 minutos. O total da carga elétrica passante em Coulomb do terminal negativo ao positivo caracteriza a penetrabilidade de íons de cloreto. Um voltímetro foi usado em combinação com um resistor de derivação para a leitura de corrente.
- 11) A amostra é então removida, a célula enxaguada na torneira, e o selante residual descartado.
- A carga passada ( $Q$ ) é calculada através da Equação 9:

$$Q = 900(I_0 + 2I_{30} + 2I_{60} + \dots + 2I_{300} + 2I_{330} + I_{360}) \quad (9)$$

Onde:

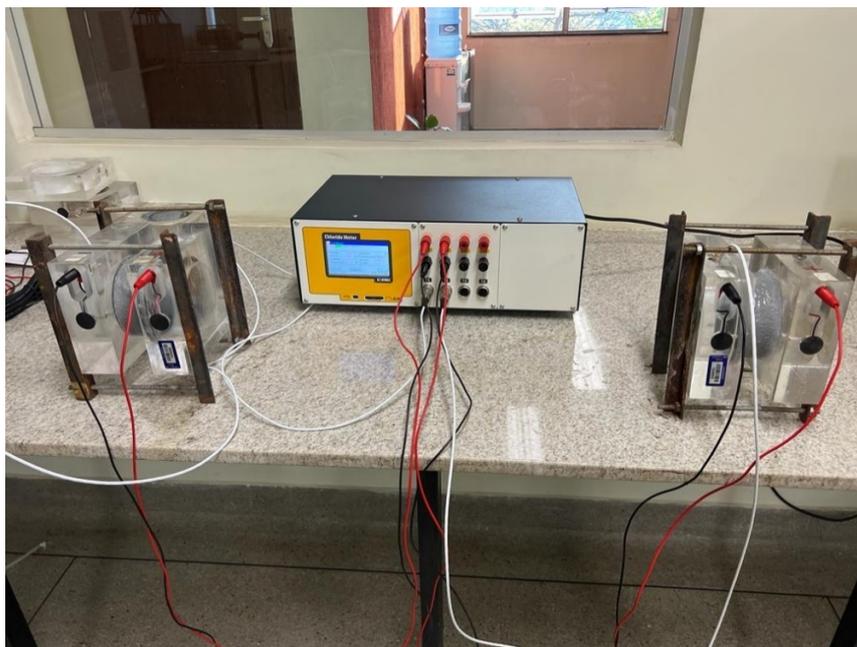
$Q$  = carga passada (coulombs);

$I_0$  = corrente (amperes) imediatamente após a aplicação da tensão;

$I_t$  = corrente (amperes) em  $t$  min após a aplicação da tensão.

O resultado é dado pela média dos 3 corpos de prova que serão utilizados em cada traço e idade. Os resultados não podem diferir em mais de 42% quando forem realizados pelo mesmo operador, ou 51% quando for conduzido por laboratórios diferentes, sendo necessário uma nova execução. A Figura 15, demonstra a execução do ensaio, com dois corpos de prova sendo ensaiados simultaneamente.

**Figura 15** – Execução do ensaio de duas amostras simultaneamente.



**Fonte:** o autor, 2022.

A norma C1202-05 (ASTM, 2012) nos fornece valores de carga elétrica média passante, que pode ser classificado conforme à Tabela 6, retirada da referida norma:

**Tabela 6** – Classificação quanto ao risco de penetração aos íons cloreto de acordo com a carga passante.

<b>Carga passante</b>	<b>Risco de penetração de íons cloreto</b>
<b>&gt;4000</b>	Alto
<b>2000 a 4000</b>	Moderado
<b>1000 a 2000</b>	Baixo
<b>100 a 1000</b>	Muito Baixo
<b>&lt; 100</b>	Insignificante

Fonte: ASTM C1202/05, 2012.

### 3.2.10 Ensaio de penetração de íons sulfatos

O ensaio de penetração de íons sulfatos foi realizado conforme orientações da norma NBR 13583 (ABNT, 2014a). Este método de ensaio abrange a determinação da mudança de comprimento de barras de argamassa prismáticas com 25x25x285mm, imersas em uma solução de sulfato. Foram realizados 8 corpos de prova para cada traço, que foram avaliados nas idades de 14 dias, 28 dias e 42 dias.

A dosagem das argamassas para esse ensaio e a relação a/c foi utilizada conforme determina a norma NBR NBR 13583 (ABNT, 2014a). A areia a ser utilizada atende às prescrições da norma NBR 7214 (ABNT, 2015b), por se tratar da areia normal padronizada do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, IPT. Cada mistura é suficiente para 4 corpos de prova de 25x25x285mm, sendo necessários 2 misturas para cada amostra, totalizando 8 corpos de prova por traço e 16 para a realização completa do ensaio. O procedimento de realização do ensaio seguiu as etapas:

- 1) Foi realizada a dosagem correspondente de cada traço e a mistura mecânica obedeceu a norma NBR 7215 (ABNT, 2019), detalhada no item 3.2.2.
- 2) A colocação da argamassa nas formas foi realizada imediatamente após o amassamento com o auxílio da espátula, e adensadas pela mesa vibratória por 30 segundos.
- 3) Os corpos de prova foram submetidos a um período de cura inicial ainda nos moldes em ambiente de laboratório com a face superior protegida de respingos por 48 horas. Em seguida, foram retirados das formas e imersos no tanque de água saturada com cal, onde permaneceram por mais 12 dias. Completado este período, os corpos de prova foram retirados do tanque de cura e foram feitas as leituras iniciais do comprimento de cada barra aos 14

dias, no extensômetro, registrando-se os valores correspondentes. A figura 16 demonstra os moldes com os corpos de prova, 48 horas após a moldagem, prontos para serem desmoldados.

**Figura 16** – Corpos de prova após cura inicial de 48 horas em ambiente de laboratório, prestes a serem desmoldados.



**Fonte:** o autor, 2023.

A Figura 17 mostra os corpos de prova após a desmoldagem, com os pinos de medida que foram moldados juntos com a amostra.

**Figura 17** – Corpos de prova após desmoldagem, antes de serem imersos no tanque de água saturada com cal.



**Fonte:** o autor, 2023.

4) Foi utilizado uma barra-padrão, de liga de aço e comprimento de 295mm, para verificação do comparador de comprimento. O comparador é ajustado por meio da barra-padrão antes e depois de serem realizadas as leituras de cada grupo com 4 corpos de prova. As medidas do comprimento são realizadas girando-se vagorosamente os corpos de prova, e a menor leitura observada no relógio digital foi anotada, conforme é observado na Figura 18:

**Figura 18** – Execução da medição no ensaio de Sulfatos.



Fonte: o autor, 2023.

5) Após as leituras iniciais aos 14 dias, as 8 amostras de cada traço foram separadas em duas séries de 4 corpos de prova, destinando-se uma série ao recipiente contendo a água saturada com cal e a outra ao recipiente contendo 2994mL de solução com concentração de 100g de sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) por litro. Após a colocação das barras totalmente submersas nos recipientes, o que possui a solução de sulfato de sódio foi hermeticamente fechado e o recipiente contendo a água saturada com cal coberto com tampa, a fim de minimizar a evaporação. Ambos foram levados para a estufa, onde

permaneceram sob regime de temperatura constante de  $40 \pm 2$  °C ao longo do ensaio.

6) Nas datas correspondentes às próximas medições das barras, isto é, 28 dias e 42 dias, as amostras foram retiradas da estufa e dos recipientes, identificados e deixados em ambiente de  $23 \pm 2$  °C por 10 minutos para estabilização da temperatura. Em seguida, os corpos de prova foram medidos separadamente no extensômetro, sempre na mesma posição relativa. O comparador por meio da barra-padrão é ajustado antes e depois de fazer a leitura de cada grupo de corpos de prova.

7) As medidas do comprimento são realizadas girando-se vagarosamente os corpos de prova e a menor leitura observada anotada. O aspecto das barras é observado e qualquer anomalia apresentada anotada. A expansão de cada barra, em porcentagem, é dada pela diferença entre o valor medido na idade correspondente e a leitura Inicial da mesma barra, dividido pelo seu comprimento efetivo, em milímetros, e multiplicado por 100.

8) A expansão média é obtida pela média aritmética das expansões individuais, dos quatro corpos de prova ensaiados de cada série. O resultado é expresso pelo aumento ou diminuição da expansão da argamassa, devido ao ataque da solução de sulfato de sódio em relação à expansão da argamassa curada em água, sendo calculada a expansão resultante ( $A_0$ ) conforme a Equação 10.

$$A_0 = E_s - E_a \quad (10)$$

Onde:

$E_s$  é a expansão média das barras curadas em solução agressiva de sulfato de sódio, expressa em porcentagem (%);

$E_a$  é a expansão média das barras curadas em água saturada com cal, expressa em porcentagem (%);

$A_0$  é a expansão resultante, expressa em porcentagem (%).

Quando o desvio relativo máximo for superior a 15%, tanto para  $E_s$  quanto para  $E_a$ , uma nova média deverá ser calculada e o valor discrepante desconsiderado. Caso o desvio continue ultrapassando o limite, o ensaio deverá ser repetido.

## 4 RESULTADOS

A seguir serão descritos os resultados encontrados.

### 4.1 ENSAIO DE TRABALHABILIDADE

Os resultados do ensaio de trabalhabilidade foram obtidos através da média dos três diâmetros medidos ao longo do perímetro de cada amostra espalhada na mesa para índice de consistência, após a realização do procedimento conforme descreve a NBR 13276 (ABNT, 2016).

Os diâmetros médios de espalhamento estão apresentados juntamente com os dados estatísticos de cada amostra na Tabela 7. O sinal negativo indica a redução do diâmetro em relação à amostra referência.

**Tabela 7** – Resultados do ensaio de trabalhabilidade.

<b>Argamassa</b>	<b>CPV-REF</b>	<b>CPV- 0,08% OG</b>
<b>Diâmetro médio de espalhamento (mm)</b>	159,67	140,00
<b>Desvio Padrão (mm)</b>	4,11	4,08
<b>Coefficiente de Variação (%)</b>	2,57	2,92
<b>Variação em relação a REF (%)</b>	NA	-12,32

**Fonte:** o autor, 2022.

A amostra com incorporação de OG mostrou uma redução na trabalhabilidade. Em relação amostra referência, sem a incorporação de óxido de grafeno, a amostra com incorporação de 0,08% de OG em relação à massa de cimento, apresentou redução de 12,32% na trabalhabilidade. A trabalhabilidade é uma das propriedades mais importantes de uma argamassa no seu estado fresco, sendo de difícil quantificação uma vez que está relacionada com a facilidade de manuseamento e aplicação num determinado suporte (GOMES et al., 2012). Com isso, um importante

parâmetro seria conseguir realizar a moldagem de todas as amostras com OG dessa pesquisa, para verificar se essa redução da trabalhabilidade impactaria de forma a inviabilizar a confecção de todos os moldes. Vale ressaltar que mesmo com a redução apresentada nesse estudo, foi possível realizar a moldagem de todos os outros ensaios sem a utilização de aditivos plastificantes.

Na literatura, vários autores também relataram reduções na fluidez dos compósitos de cimento com adição de OG em relação às amostras de referência: Pan *et al.*, (2015), Li *et al.*, (2017), Devi e Ahmad (2019), Zhao *et al.* (2017a). Um dos fatores que causam essa redução na trabalhabilidade é o fato de os nanomateriais possuem a tendência de reaglomerar, devido às interações de van der Waals existentes entre as moléculas, uma vez que, quando ocorre com maior intensidade, resulta na menor fluidez dos materiais cimentícios (JIANG *et al.*, 2018b). Segundo CHUAH *et al.* (2014), por possui grande área superficial, as nanopartículas de OG exigem maior quantidade de água para molhar sua superfície, reduzindo o conteúdo de água livre utilizado para a hidratação do cimento. Dessa forma, interfere na fluidez e reduz a trabalhabilidade do material pois a água necessária para hidratar a amostra se torna maior.

#### 4.2 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

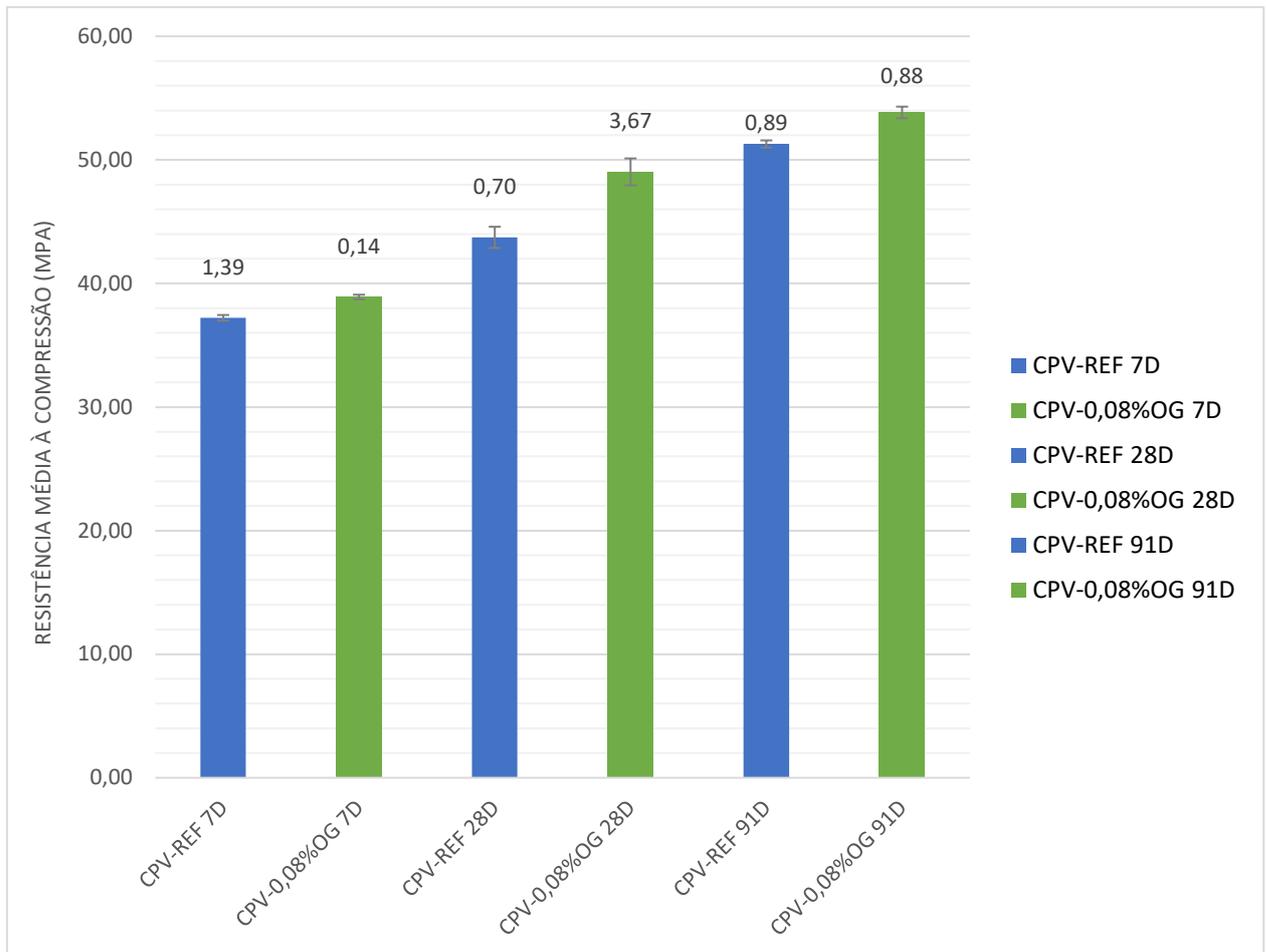
Os resultados do ensaio de resistência à compressão para a idade de 7, 28 e 91 dias estão apresentados na Tabela 8 e evidenciados na Figura 19:

**Tabela 8** – Resistência média à Compressão, Desvio Padrão e Variação em relação à referência em cada idade.

Identificação	Resistência média à Compressão (Mpa)	Desvio Padrão	Variação em relação à referência (%)
CPV-REF 7D	37,22	1,39	-
CPV-0,08%OG - 7D	38,90	0,14	4,51
CPV-REF - 28D	43,73	0,70	-
CPV-0,08%OG - 28D	49,03	3,67	12,11
CPV-REF - 91D	51,29	0,89	-
CPV-0,08%OG - 91D	53,84	0,88	4,97

**Fonte:** o autor, 2022.

**Figura 19** – Resistência média à Compressão Axial e desvio padrão aos 7, 28 e 91 dias.



Fonte: o autor, 2022.

Nota-se que houve um ganho de resistência média nas argamassas de cimento CPV e incorporação de OG no teor de 0,08% de OG em relação a massa de cimento, em relação aos corpos de prova referência, sem a incorporação do óxido de grafeno.

Foi realizado um estudo estatístico (teste *t-Student*) para verificação de diferenças entre os resultados com um nível de confiança de 95%. A amostra que obteve o melhor desempenho e houve diferença significativa entre as suas médias foi com a incorporação de 0,08% de OG aos 91 dias, onde a resistência média a compressão foi 4,97% superior a amostra referência, sem a incorporação de óxido de grafeno. Nas amostras com incorporação de óxido de grafeno aos 7 dias e 28 dias, de acordo com o teste *t-Student* e o índice de confiança de 95%, não houveram diferenças significativa entre os resultados.

Estes resultados são condizentes com aqueles encontrados por Liu et al. (2016), Lu et al. (2016), Zhao et al. (2017), Lv et al. (2013), Gong et al. (2015), Pan et

al. (2015) que obtiveram acréscimos nas resistências à compressão de amostras de compósitos cimentícios com óxido de grafeno, em relação as amostras de referência.

No trabalho LV et al. (2014a), foi notado através de ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura que a forma dos cristais de hidratação do cimento se alteraram à medida que era aumentada a dosagem de OG, influenciando de maneira diferente as propriedades mecânicas. Para concentrações de OG entre 0,01 e 0,03% em relação ao peso de cimento, verificou-se o predomínio do crescimento de cristais em forma de flor beneficiando as resistências à tração pura e por flexão, possivelmente pela existência de alguns espaços entre os cristais para absorver o movimento. Com o aumento das concentrações de OG acima de 0,04% foi observada a formação de cristais poliedros que, por serem estruturas mais densas, tornaram os produtos mais compactos, aumentando desta forma as resistências à compressão.

#### 4.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

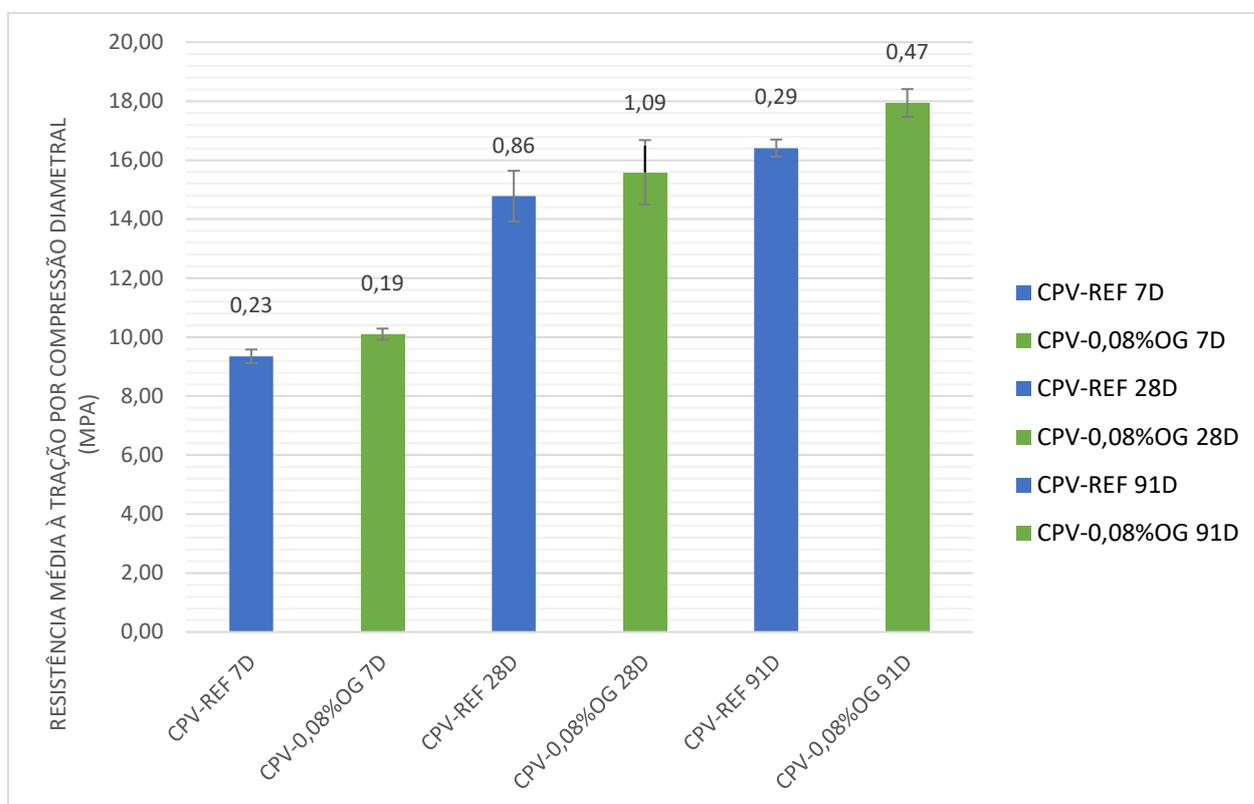
Os resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral aos 7, 28 e 91 dias estão explicitados na Tabela 9 e apresentados na Figura 20:

**Tabela 9** – Resistência média à Tração, Desvio Padrão e Variação em relação à referência em cada idade.

Identificação	Resistência média à Tração (Mpa)	Desvio Padrão	Variação em relação à referência (%)
CPV-REF 7D	9,35	0,23	-
CPV-0,08%OG 7D	10,10	0,19	8,02
CPV-REF 28D	14,78	0,86	-
CPV-0,08%OG 28D	15,59	1,09	5,48
CPV-REF 91D	16,41	0,29	-
CPV-0,08%OG 91D	17,94	0,47	9,32

Fonte: o autor, 2022.

**Figura 20** – Resistência média à Tração por Compressão Diametral e desvio padrão aos 7, 28 e 91 dias.



Fonte: o autor, 2022.

É observado um acréscimo na resistência à tração média das argamassas de cimento CPV com incorporação de 0,08% de OG em relação a massa de cimento, em relação as amostras referências, sem a incorporação do nanomaterial. A partir da análise estatística (Teste *t-Student* com nível de confiança de 95%) as amostras que obtiveram os melhores resultados estatisticamente válidos foram aquelas com 91 dias, resultando em acréscimo de 9,32% da resistência média à Tração por Compressão Diametral das amostras com 0,08% de OG, comparadas às amostras sem o nanomaterial. Na idade de 7 e 28 dias, de acordo com o teste *t-Student* realizado, não houve diferença significativa entre as médias.

É observado que a amostra com a idade de 91 dias foi a única que obteve um acréscimo de resistência estatisticamente válido. Segundo HORTA et al. (2022), isso acontece devido a alteração cinética da reação de hidratação do cimento causado pela adição do OG.

Os resultados encontrados são condizentes com aqueles encontrados por Lv et al. (2013), Gong et al. (2015), Pan et al. (2015), Lu et al. (2016), Sharma e Kothiyal

(2016) e Zhao *et al.* (2017), que obtiveram acréscimos nas resistências à tração de até 80,6% de amostras de compósitos cimentícios com óxido de grafeno, em relação as amostras de referência.

No trabalho de Pan *et al.* (2015), foi relatado um aumento de até 59% na resistência à tração de pastas contendo apenas 0,05% de OG em relação a massa de cimento, relação a/c 0,5 e sem o uso de aditivos. Isso sugere existir um teor ideal para cada mistura e tipo de óxido de grafeno, uma vez que esse estudo utilizou menor proporção do nanomaterial e obteve um acréscimo superior. Entretanto, o processo de síntese do nanomaterial também pode influenciar os resultados encontrados.

O acréscimo de resistência mecânica de um material cimentício após a adição do óxido de grafeno está relacionado com o fato do nanomaterial possuir excelentes propriedades mecânicas, e com o efeito de nucleação dos produtos de hidratação. Além disso, o OG funciona como uma ponte entre fissuras devido à sua morfologia e as fortes interações entre aglomerados e matriz (LI *et al.*, 2017). A confluência desses resultados reforça o potencial para aprimorar as características mecânicas de compósitos cimentícios, em especial em idades mais prolongadas, o que pode levar a menor quantidade de intervenções necessárias e menor utilização de armaduras para o composto alcançar a resistência à tração desejada.

#### 4.4 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA, ÍNDICE DE VAZIOS E MASSA ESPECÍFICA

Os resultados do ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica estão demonstrados na Tabela 10:

**Tabela 10** – Resultados do ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica.

<b>Traço</b>	<b>Absorção de Água Média (%)</b>	<b>Índice de Vazios Médio (%)</b>	<b>Massa específica Real (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>CPV-REF</b>	8,59	17,71	2,50
<b>CPV-0,08% OG</b>	8,65	17,97	2,53
<b>Diferença percentual em relação à referência (%)</b>	0,69	1,46	1,2

**Fonte:** o autor, 2022.

A partir da análise estatística (Teste *t-Student* com nível de confiança de 95%) das médias das amostras, os resultados mostraram um acréscimo na massa específica real das amostras com Óxido de Grafeno em relação as amostras referência. A absorção de água e índice de vazios não obtiveram diferença significativa entre as médias. O resultado da massa específica real mostrou que a amostra com OG obteve um acréscimo de 1,2% em relação a amostra referência.

No estudo de Long et al. (2017), Long et al. (2018) e Mohammed et al. (2015), a porosidade foi avaliada através do ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio. Long et al. (2017) relatou uma redução de até 39,1% na porosidade total de amostras de argamassa contendo 0,2% de OG aos 28 dias. Long et al. (2018) observou redução de porosidade na faixa de diâmetro de 0,01  $\mu\text{m}$  em aproximadamente 25% em relação a amostra referência.

No estudo de Mohammed et al. (2015), as amostras com adição de OG obtiveram um aumento na porção de poros capilares na faixa de 10nm à 15nm e 100nm à 1000nm e uma redução na quantidade de poros que variam entre 400nm à 10.000nm, principalmente da mistura com 0,06% de OG. Segundo o autor, o óxido de grafeno densificou a matriz de cimento, criando um novo sistema poroso devido às suas formas irregulares, diminuindo a quantidade de poros de maior dimensão e aumentando a quantidade de poros com dimensão reduzida. Essa densificação sugerida pelo autor através do OG, vai de encontro com o resultado dessa pesquisa, que mostrou um aumento na massa específica das amostras com óxido de grafeno, em relação as amostras referência.

#### 4.5 ENSAIO DE PENETRAÇÃO DE ÍONS CLORETOS

O ensaio de penetração de íons cloretos foi realizado conforme orientações da norma C1202-05 (ASTM, 2012). Os resultados do ensaio aos 45 e 91 dias estão apresentados na Tabela 11, onde está demonstrado o traço, a carga elétrica média passante, a classificação de acordo com a penetrabilidade dos íons de cloreto e a diferença percentual da carga elétrica passante em relação ao traço referência.

**Tabela 11** - Resultados do ensaio de penetração de cloretos.

Idade	Traço	Carga Elétrica Média (Coulomb)	Penetrabilidade de Cloretos	Diferença percentual em relação à referência (%)	Desvio Padrão
<b>45 dias</b>	CPV-REF	4198	ALTA	-	723,37
	CPV-0,08% OG	3175	MÉDIA	-24,37	
<b>91 dias</b>	CPV-REF	2634	MÉDIA	-	459,62
	CPV-0,08% OG	1984	BAIXO	-24,68	

**Fonte:** o autor, 2022.

Foi observado uma redução de aproximadamente 24% da carga elétrica média passante nas amostras de argamassa com a incorporação de 0,08% de OG em relação a massa de cimento, em comparação as amostras referência sem a incorporação do nanomaterial. Isso mostra que o OG reduziu a penetrabilidade de cloretos nas amostras ensaiadas e foi capaz de alterar a classificação conforme preconiza a norma, passando de penetrabilidade alta para média na idade de 45 dias, e de média para baixo nas amostras ensaiadas aos 91 dias.

Embora não tenha sido encontrado na literatura, testes de óxido de grafeno em compósitos cimentícios utilizando a mesma metodologia, os resultados observados se aproximaram daqueles encontrado por JIANG et al. (2018a) ao realizar o teste rápido de migração de cloretos de acordo com o método chinês GBT50082, onde foi realizado testes em argamassas preparadas com adição de sílica ativa, cinzas volantes, superplastificante PC, agente antiespumante, óxido de grafeno e fibra de álcool polivinílico. A relação água cimento foi de 0,42 e a adição de óxido de grafeno também foi de 0,08% em relação à massa de cimento. O traço com 0,8% de OG obteve uma redução de 35,6% no coeficiente de migração de cloretos e o traço com adição da fibra de álcool polivinílico juntamente com 0,8% de OG em relação a massa de cimento resultou em uma redução de 41,1% do coeficiente de migração de cloretos. Segundo o JIANG et al. (2018a), o OG refina a estrutura porosa e promove o acúmulo de produtos de hidratação. Isso leva a uma microestrutura mais densa, com porosidade reduzida e menos suscetível à penetração do íon cloreto, melhorando a durabilidade do material.

Os resultados também estão alinhados a pesquisa de MOHAMMED et al., (2015), que realizou testes de penetração de cloretos em argamassas com adição de

óxido de grafeno nas proporções 0,01%, 0,03% e 0,06% em relação ao peso de cimento através do método Nordest NT Build 443. O autor encontrou reduções de até 80% na amostra com 0,01% de OG, comparada a amostra refererência. Nas misturas com 0,03% e 0,06% de OG, a penetração de cloretos foi reduzida, respectivamente, 53,8% e 34,6%. Segundo o autor, a estrutura interligada gerada pelo OG, pode confinar os íons cloreto e restringir sua entrada na matriz de cimento, melhorando a durabilidade e aumentando a vida útil das estruturas.

Os resultados apresentados mostram que naturalmente as amostras vão se tornando menos penetráveis aos sais de Cloretos no decorrer do tempo, que pode estar relacionado com a hidratação tardia dos produtos do cimento. O que sugere que a adição de OG pode exacerbar essa redução. O resultado demonstra o grande potencial de utilização do OG em construções expostas aos sais de cloreto.

#### 4.6 ENSAIO DE PENETRAÇÃO DE ÍONS SULFATOS

O ensaio de penetração de íons sulfatos foi realizado orientações da norma NBR 13583 (ABNT, 2014a). Os resultados da série de amostras que ficaram submersas em solução de Sulfatos estão apresentados na Tabela 12, onde está demonstrado o traço e a expansão média aos 42 dias.

**Tabela 12** – Resultados das amostras submersas em solução de Sulfatos.

Traço	Expansão Média aos 42d (%)	Varição das médias (%)	Desvio Padrão
CPV-REF	2,16	-	
CPV-0,08%OG	2,12	-1,88%	0,03

Fonte: o autor, 2022.

Os resultados da série de amostras que ficaram submersas em solução de água com cal estão apresentados na Tabela 13, onde está demonstrado o traço, a expansão média de cada traço aos 42 dias.

**Tabela 13** – Resultados das amostras submersas em solução de água com cal.

Traço	Expansão Média aos 42d (%)	Varição das médias (%)	Desvio Padrão
CPV-REF	2,09	-	
CPV-0,08%OG	2,08	Sem diferença significativa	0,01

Fonte: o autor, 2022.

Os resultados mostram que as amostras submersas em solução de sulfatos obtiveram uma expansão maior que as amostras submersas em solução de água com cal. Pela análise estatística *t-Student* constatou-se que as argamassas com 0,08% OG submersas em solução de sulfato apresentaram expansão 1,88% inferior àquelas de referência. Para as argamassas submersas em cal (com e sem OG) não houve diferença significativa na média das expansões.

O resultado está alinhado com o estudo de JIANG et al. (2018a), onde autor realizou teste de resistência à sulfatos, imergindo as amostras de argamassa após a cura padrão de 28 dias em solução de sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) à 5% de concentração e posteriormente realizando teste de resistência mecânica. A amostra com adição de 0,08% de OG, obteve um aumento na resistência à compressão de 16,60% após 90 dias de imersão.

## **5 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

### **5.1 CONCLUSÕES**

Esse capítulo visa analisar os resultados obtidos durante a pesquisa, buscando esclarecer os efeitos a da adição de Óxido de Grafeno em compostos cimentícios, principalmente quanto a resistência à ação de agentes agressivos, como sulfatos e cloretos. Além disso, foi analisado as propriedades mecânicas e de trabalhabilidade, pois são propriedades fundamentais para a maioria dos compostos empregados na construção civil. Para isso, foram realizados os seguintes ensaios: Ensaio de trabalhabilidade, ensaio de resistência à compressão, ensaio de resistência à tração por compressão diametral, ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica, ensaio de penetração de íons cloretos e ensaio de penetração de íons sulfatos. Os resultados encontrados atenderam aos objetivos propostos nesse trabalho.

É observado que a trabalhabilidade dos corpos de prova com adição de óxido de grafeno foi reduzida, em cerca de 12%. A redução da trabalhabilidade se manteve satisfatória para a realização das moldagens realizadas sem a utilização de aditivos plastificantes.

A maior diferença observada na resistência à compressão com a incorporação de 0,08% de OG foi aos 91 dias, com um acréscimo de 5,05% em relação à média das amostras de argamassa sem o nanomaterial. Esse acréscimo sugere que o OG altera a microestrutura do material, tornando suas propriedades mecânicas aprimoradas.

Na Resistência à Tração por Compressão Diametral, foi observado um acréscimo de até 9,32% na resistência à tração média das argamassas de cimento CPV com incorporação de 0,08% de OG em relação a massa de cimento, na idade de 91 dias, em relação as amostras referência.

Em relação ao ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica, não foi constatada diferença significativa (através da análise do teste *t-Student* com nível de confiança de 95%), em relação à absorção de água e índice de vazios. O resultado da massa específica real mostrou que a amostra com OG obteve um acréscimo de 1,2% em relação a amostra referência. Esse resultado sugere que o OG possa atuar densificando a estrutura porosa, através da redução da porosidade e permeabilidade, diminuindo a quantidade de poros de maior dimensão e aumentando a quantidade de poros com dimensão reduzida.

Frente aos cloretos, as amostras de argamassa com a incorporação de 0,08% de Óxido de Grafeno em relação a massa de cimento, tiveram uma redução de aproximadamente 25% da penetrabilidade dos agentes agressivos em comparação com as amostras referência, sem adição de OG. Isso mostra grandes melhorias contra a penetração de cloretos e o potencial para se obter compósitos cimentícios com maior resistência a agentes agressivos devido as propriedades específicas dos nanomateriais. A análise foi feita com base nos resultados dos ensaios acelerados de penetração de íons cloretos (segundo a normalização ASTM C1202/05), e evidencia o benefício que esta adição proporciona aos compostos cimentícios expostos a ação desses íons. Isto é demonstrado pela classificação dada pela norma, enquadrando a mistura sem óxido de grafeno como alta penetrabilidade de cloretos enquanto a amostra com adição do nanomaterial foi classificada como média penetrabilidade, na idade ensaiada de 45 dias. No caso dos ensaios realizados aos 91 dias, a norma classificou a mistura sem adição de OG como média penetrabilidade, e o traço com adição do nanomaterial como baixa penetrabilidade.

Em relação ao ensaio de penetração de íons Sulfatos, foi observado que as amostras submersas em solução de sulfatos obtiveram uma expansão maior que as amostras submersas em solução de água com cal. Essa expansão sugere ser resultante da formação de etringita ( $C_6AS_3H_{32}$ ) durante o ataque dos íons sulfatos ao material. Foi constatado na série que estava submersa em solução de sulfatos, as amostras referência expandiram 1,88% a mais que as amostras com adição de 0,08% de Óxido de Grafeno em relação à massa de cimento, o que pode estar relacionado com o fato que os sais de sulfato penetram no interior do material por capilaridade, permeabilidade ou difusão e que o óxido de grafeno pode estar atuando para tornar o material mais denso e menos permeável.

Analisando o resultado atingido e os resultados da literatura, é observado o potencial da incorporação óxido de grafeno em materiais cimentícios para a execução de obras convencionais e para reparo de estruturas, que se exigem materiais com melhores propriedades físicas e químicas, em especial à resistência ao ataque por cloretos e sulfatos. Além disso, pode ser alcançado uma menor quantidade de intervenções necessárias para manter a vida útil do compósito, gerando um menor impacto ambiental.

## 5.2 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

- Analisar a influência de diferentes teores de óxido de grafeno, permitindo uma análise mais abrangente e buscando o teor ideal de incorporação do nanomaterial no do cimento Portland;
- Explorar a influência de diferentes relações a/c nos resultados da incorporação de OG, tentando relações a/c maiores e menores que a utilizada na pesquisa.
- Avaliar a utilização do óxido de grafeno incorporado no cimento Portland, frente a outros agentes agressivos, como carbonatação, relatando suas influencias em questões importantes como a fissuração;
- Examinar incorporação do óxido de grafeno em diferentes tipos de cimento, a fim de verificar se as alterações aqui constatadas são específicas do cimento Portland CPV.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9776. Agregados - Determinação da massa específica de agregados miúdos por meio do frasco chapman - Método de ensaio.** Rio de Janeiro, 1988. 3 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 46. Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75 um, por lavagem.** Rio de Janeiro, 2003a. 6 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 248. Agregados - Determinação da composição granulométrica.** Rio de Janeiro, 2003b. 6 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR NM 45. Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios.** Rio de Janeiro, 2006. 8 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7211. Agregados para concreto - Especificação.** Rio de Janeiro, 2009a. 9 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 9778. Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.** Rio de Janeiro, 2009b. 4 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7222. Concreto e argamassa - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos.** Rio de Janeiro, 2011. 5 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 13583. Cimento Portland - Determinação da variação dimensional de barras de argamassa de cimento Portland expostas à solução de sulfato de sódio.** Rio de Janeiro, 2014a. 14 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 6118. Projeto e Execução de Obras de Concreto Armado.** Rio de Janeiro. 2014b, 238 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 12655. Concreto de cimento Portland - Preparo, controle, recebimento e aceitação – Procedimento.** Rio de Janeiro, 2015a. 23 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7214. Areia normal para ensaio de cimento - Especificação.** Rio de Janeiro, 2015b. 4 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 13276. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência.** Rio de Janeiro, 2016. 2 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16697. Cimento Portland - Requisitos.** Rio de Janeiro, 2018. 12 p.
- \_\_\_\_\_. **NBR 7215. Cimento Portland: determinação da resistência à compressão.** Rio de Janeiro, 2019. 12 p.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C452 - 95: Standard Test Method for Potential Expansion of Portland-Cement Mortars Exposed to Sulfate**. ASTM International, 1995. 3 p.

\_\_\_\_\_. **C1202-05: Standard Test Method for Electrical Indication of Concrete's Ability to Resist Chloride Ion Penetration**. ASTM International, 2005. 6 p.

LNEC E 391 Betões. **Determinação da resistência à carbonatação**. LNEC, 1993, 2 p.

\_\_\_\_\_. **D4404 - 10: Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry**. ASTM International, 2010. 7 p.

RILEM. **CPC-18: Measurement of hardened concrete carbonation depth**. RILEM recommendations for the testing and use of constructions materials, 1988. 3 p.

ABU AL-RUB, R. K. et al. **Mechanical Properties of Nanocomposite Cement Incorporating Surface-Treated and Untreated Carbon Nanotubes and Carbon Nanofibers**. Journal of Nanomechanics and Micromechanics, v. 2, p. 1–6, 2012.

AGWA, I. S. et al. **Effect of different burning degrees of sugarcane leaf ash on the properties of ultrahigh-strength concrete**. Journal of Building Engineering, v. 56, p. 104773, 2022.

AHIRE, S. A. et al. **The Augmentation of nanotechnology era: A concise review on fundamental concepts of nanotechnology and applications in material science and technology**. Results in Chemistry, v. 4, p. 100633, 2022.

AHMAD, I. et al. **Toughening mechanisms and mechanical properties of graphene nanosheet-reinforced alumina**. JMADE, v. 88, p. 1234–1243, 2015.

AKKOURI, N. et al. **Thermophysical characteristics of eco-friendly mortars containing recycled PET as partial sand replacement in dry and wet conditions**. Innovative Infrastructure Solutions, v. 7, n. 4, p. 238, 2022.

AMIN, M. et al. **Influence of recycled aggregates and carbon nanofibres on properties of ultra-high-performance concrete under elevated temperatures**. Case Studies in Construction Materials, v. 16, p. e01063, 2022.

AMRAN, Y. H. M. et al. **Clean production and properties of geopolymer concrete; A review**. Journal of Cleaner Production, v. 251, p. 119679, 2020.

BROWN, P. W. **Thaumasite formation and other forms of sulfate attack**. Cement & Concrete Composites, v. 24, p. 301–303, 2002.

- BRUNET, J.-P. L. et al. **Dynamic Evolution of Cement Composition and Transport Properties under Conditions Relevant to Geological Carbon Sequestration.** Energy & Fuels, v. 27, n. 8, p. 4208–4220, 2013.
- CAO, Y. et al. **Compatibilization of Immiscible Polymer Blends Using Graphene Oxide Sheets.** ACS Nano, v. 5,7, p. 5920–5927, 2011.
- CHEAH, C. B.; RAMLI, M. **The fluid transport properties of HCWA – DSF hybrid supplementary binder mortar.** Composites Part B, v. 56, p. 681–690, 2014.
- CHEN, X. et al. **Graphene and graphene-based nanomaterials: The promising materials for bright future of electroanalytical chemistry.** Analyst, v. 136, n. 22, p. 4631–4640, 2011.
- CHUAH, S. et al. **Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide.** Construction and Building Materials, v. 73, p. 113–124, 2014.
- COLLINS, F.; LAMBERT, J.; DUAN, W. H. **The influences of admixtures on the dispersion, workability, and strength of carbon nanotube–OPC paste mixtures.** Cement and Concrete Composites, v. 34, n. 2, p. 201–207, 2012.
- COSTA, R. M. **Análise de propriedades mecânicas do concreto deteriorado pela ação de sulfato mediante utilização do upv.** Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) - Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2004.
- DE ABREU, G. B. et al. **Mechanical properties and microstructure of high performance concrete containing stabilized nano-silica.** Revista Matéria, v. 22, n. 2, 2017.
- DE, I. et al. **Fluid transport in high volume fly ash mixtures with and without internal curing.** Cement and Concrete Composites, v. 45, p. 102–110, 2014.
- DEVI, S. C.; AHMAD, R. **Mechanical and durability performance of concrete incorporating graphene oxide.** Journal Of Materials and Engineering Structures, v. 6, p. 201–214, 2019.
- DREYER, D. R. et al. **The chemistry of graphene oxide.** Chemical Society Reviews, v. 39, n. 1, p. 228–240, 2010.
- FILHO, A. N. C. **Contribuição ao controle tecnológico de concretos estruturais de cimento Portland em ambientes marítimos.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade de São Paulo. São Paulo, 2010.
- GHOUCHANI, K.; ABBASI, H.; NAJAF, E. **Some mechanical properties and**

- microstructure of cementitious nanocomposites containing nano-SiO<sub>2</sub> and graphene oxide nanosheets.** *Case Studies in Construction Materials*, v. 17, p. e01482, 2022.
- GOMES, M. I., GONÇALVES, T. D., & FARIA, P. **Evaluación de la influencia del contenido de agua en la trabajabilidad del mortero de tierra.** *Apuntes*, v. 25, p. 258–257, 2012.
- GONG, K. et al. **Reinforcing effects of graphene oxide on portland cement paste.** *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 27, n. 2, p. 1–6, 2015.
- HAKEEM, I. Y. et al. **Effect of using a combination of rice husk and olive waste ashes on high-strength concrete properties.** *Case Studies in Construction Materials*, v. 17, p. e01486, 2022.
- HAN, B. et al. **Transport Properties of Carbon-Nanotube/Cement Composites.** *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 22, n. 1, p. 184–189, 2013.
- HAN, S. et al. **Graphene-oxide-reinforced cement composites mechanical and microstructural characteristics at elevated temperatures.** *Nanotechnology Reviews*, v. 11, n. 1, p. 3174–3194, 2022.
- HORTA, R.A.S., PAULA, J.N., CALIXTO, J.M.F. **Avaliação do perfil térmico e calor de hidratação de pastas de cimento com adição de óxido de grafeno.** *Revista Matéria*, v. 27, n. 3, p. 1–16, 2022.
- HUANG, L. et al. **Carbon emission of global construction sector.** *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 81, p. 1906–1916, 2018.
- HUANG, X. et al. **Graphene-Based Materials: Synthesis, Characterization, Properties, and Applications.** *Small*, v. 7, p. 1876–1902, 2011.
- JIANG, W. et al. **Cement-based materials containing graphene oxide and polyvinyl alcohol fiber: Mechanical properties, durability, and microstructure.** *Nanomaterials*, v. 8, n. 9, p. 638, 2018a.
- JIANG, S., et al., **Rheological properties of cementitious composites with nano/fiber fillers.** *Construction and Building Materials*, v. 158, p. 786-800, 2018b.
- KANTRO, D. **Influence of Water-Reducing Admixtures on Properties of Cement Paste—A Miniature Slump Test.** *Cement, Concrete and Aggregates*, v. 2, n. 2, p. 95–102, 1980.
- KIM, J. et al. **Graphene oxide sheets at interfaces.** *Journal of the American Chemical Society*, v. 132, n. 23, p. 8180–8186, 2010.

- KONSTA-GDOUTOS, M. S.; METAXA, Z. S.; SHAH, S. P. **Multi-scale mechanical and fracture characteristics and early-age strain capacity of high performance carbon nanotube/cement nanocomposites**. *Cement and Concrete Composites*, v. 32, n. 2, p. 110–115, 2010.
- KUMAR DAS, P. et al. **Nanoparticle assisted environmental remediation: Applications, toxicological implications and recommendations for a sustainable environment**. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, v. 18, p. 100679, 2022.
- L.P., S. et al. **Microstructure improvement of cementitious systems using nanomaterials: A key for enhancing the durability of concrete**. *Mechanics and Physics of Creep, Shrinkage, and Durability of Concrete: A Tribute to Zdeňk P. Bažant*, Proceedings. p. 293–300, 2019.
- LI, C. Y. et al. **Dynamic increased reinforcing effect of graphene oxide on cementitious nanocomposite**. *Construction and Building Materials*, v. 206, p. 694–702, maio 2019.
- LIN, C., WEI, W., HU, Y.H. **Catalytic behavior of graphene oxide for cement hydration process**. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 89, p. 128–133, 2016.
- LI, X. et al. **Effects of graphene oxide agglomerates on workability, hydration, microstructure and compressive strength of cement paste**. *Construction and Building Materials*, v. 145, p. 402–410, ago. 2017.
- LI, G. Y.; WANG, P. M.; ZHAO, X. **Mechanical behavior and microstructure of cement composites incorporating surface-treated multi-walled carbon nanotubes**. *Carbon*, v. 43, n. 6, p. 1239–1245, 2005.
- LIU, Q. et al. **Effects of the charge characteristics of polycarboxylate superplasticizers on the adsorption and the retardation in cement pastes**. *Construction and Building Materials*, v. 2, n. 2, p. 1310–1318, 11 jan. 2015.
- LIU, Q. et al. **Experimental investigation on mechanical and piezoresistive properties of cementitious materials containing graphene and graphene oxide nanoplatelets**. *Construction and Building Materials*, v. 127, p. 565–576, 2016.
- LONG, W. J. et al. **Dynamic mechanical properties and microstructure of graphene oxide nanosheets reinforced cement composites**. *Nanomaterials*, v. 7, n. 12, p. 407, 2017.

- LONG, W. J. et al. **Enhanced dynamic mechanical properties of cement paste modified with graphene oxide nanosheets and its reinforcing mechanism.** *Cement and Concrete Composites*, v. 93, p. 127–139, 2018.
- LU, C. et al. **Effect of graphene oxide on the mechanical behavior of strain hardening cementitious composites.** *Construction and Building Materials*, v. 120, p. 457–464, 2016.
- LU, C., LU, Z., LI, Z., et al. **Effect of graphene oxide on the mechanical behavior of strain hardening cementitious composites.** *Construction & Building Materials*, v. 120, p. 457–464, 2016.
- LV, S. et al. **Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites.** *Construction and Building Materials*, v. 49, p. 121–127, 2013.
- LV, S. et al. **Use of graphene oxide nanosheets to regulate the microstructure of hardened cement paste to increase its strength and toughness.** *CrystEngComm*, v. 16, n. 36, p. 8508–8516, 2014.
- LV, S., LIU, J., SUN, T., MA, Y., & ZHOU, Q. **Effect of GO nanosheets on shapes of cement hydration crystals and their formation process.** *Construction and Building Materials*, v. 64, p. 231–239, 2014.
- MADHESWARAN, C. K.; GNANASUNDAR, G.; GOPALAKRISHNAN, N. **Effect of molarity in geopolymer concrete.** *International Journal of Civil and Structural Engineering*, v. 4, p. 106–115, 2013.
- MANZUR, T.; YAZDANI, N.; EMON, M. A. B. **Effect of Carbon Nanotube Size on Compressive Strengths of Nanotube Reinforced Cementitious Composites.** *Journal of Materials*, v. 2014, p. 1–8, 2014.
- MATOS, O. C.; HELENE, P. R. L. **Influência das características do aço carbono destinado ao uso como armadura para concreto armado no comportamento frente à corrosão.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade de São Paulo. São Paulo, 2000.
- MEDEIROS, M. H. F.; HELENE, P. R. L. **Migração de ions cloretos no concreto - influência da consistência, relação água/cimento e consumo de cimento.** *Revista Ibracon*, v. 11, n. 32, p. 53–66, 2003.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M.; CARMONA FILHO, A. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais.** Editora Pini, 1994.

- MEJÍA, E. et al. **Mineralogical characterization of urban construction and demolition waste: potential use as a nutrient source for degraded soils.** WIT Transactions on Ecology and the Environment, v. 194, p. 399–413, 2015.
- MKHROYAN, K. A. et al. **Atomic and Electronic Structure of Graphene-Oxide.** Nano Letters, v. 9, n. 3, p. 1058–1063, 2009.
- MOHAMMED, A. et al. **Incorporating graphene oxide in cement composites: A study of transport properties.** Construction and Building Materials, v. 84, p. 341–347, 2015.
- MONTEIRO, P. J. M. **Introduction to Concrete.** The University Of California Berkeley, 2003.
- MOTA, J. et al. **Corrosão de Armadura em Estruturas de Concreto Armado devido ao Ataque de Íons Cloreto.** Ibracon - Anais do 54º Congresso Brasileiro do Concreto, p. 16, 2012.
- PAN, Z. et al. **Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide-cement composite.** Cement and Concrete Composites, v. 58, p. 140–147, 2015.
- POLDER, R. B.; PEELLEN, W. H. A. **Characterisation of chloride transport and reinforcement corrosion in concrete under cyclic wetting and drying by electrical resistivity.** Cement and Concrete Composites, v. 24, n. 5, p. 427–435, 2002.
- PROSKURINA, S. et al. **Five years left – How are the EU member states contributing to the 20% target for EU’s renewable energy consumption; the role of woody biomass.** Biomass and Bioenergy, v. 95, p. 64–77, 2016.
- QIU, L. et al. **Dispersing Carbon Nanotubes with Graphene Oxide in Water and Synergistic Effects between Graphene Derivatives.** Chemistry – A European Journal, v. 16, n. 35, p. 10653–10658, 2010.
- RAMIREZ, C. et al. **Elastic properties of silicon nitride ceramics reinforced with graphene nanofillers.** Materials & Design, v. 87, p. 675–680, 2015.
- RIBEIRO, B. C. DE S. J. F. **Sínteses e caracterizações dos óxidos de grafeno funcionalizado com cisteamina e óxido de grafeno reduzido decorado com nanopartículas de ouro, com potencial aplicação em biossensores.** Monografia (Graduação em Química Industrial) - Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2018.
- SALOMA et al. **Mechanics Properties Of Nano-Silica Material Concrete.** p. 8, 2016.

- SHARMA, S.; KOTHIYAL, N. C. **Comparative effects of pristine and ball-milled graphene oxide on physico-chemical characteristics of cement mortar nanocomposites**. *Construction and Building Materials*, v. 115, p. 256–268, 2016.
- SILVA, D. R. **Estudo de Inibidores de Corrosão em Concreto Armado , Visando a Melhoria na sua Durabilidade Estudo de Inibidores de Corrosão em Concreto Armado , Visando a Melhoria na sua Durabilidade**. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2006.
- SINGH, V. et al. **Graphene based materials: Past, present and future**. *Progress in Materials Science*, v. 56, n. 8, p. 1178–1271, 2011.
- SOUZA, J. **Estudo da durabilidade de argamassas utilizando cinzas e casca de arroz**. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2008.
- SOUZA, R. B. **Suscetibilidade De Pastas De Cimento Ao Ataque Por Sulfatos – Método De Ensaio Acelerado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.
- SRIVASTAVA, A.; SINGH, K. **Nanotechnology in civil engineering and construction: a review on state of the art and future prospects**. *Proceedings of Indian Geotechnical Conference December*, v. 15, n. 17, p. 1077–1080, 2011.
- STANKOVICH, S. et al. **Stable aqueous dispersions of graphitic nanoplatelets via the reduction of exfoliated graphite oxide in the presence of poly(sodium 4-styrenesulfonate)**. *Journal of Materials Chemistry*, v. 16, n. 2, p. 155–158, 2006.
- TIWARI, S. K. et al. **Magical Allotropes of Carbon: Prospects and Applications**. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, v. 41, n. 4, p. 257–317, 2016.
- TIWARI, S. K. et al. **Graphene research and their outputs: Status and prospect**. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, v. 5, n. 1, p. 10–29, 2020.
- TOBBALA, D. E. et al. **Performance and microstructure analysis of high-strength concrete incorporated with nanoparticles subjected to high temperatures and actual fires**. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, v. 22, n. 2, p. 85, 2022.
- VILAR, E. O.; SEGUNDO, J. E. D. V. **Grafeno: uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos**. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 11, n. 2, p. 54–57, 2016.

WANG, Q., WANG, J., LU, C., et al. **Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement.** *New Carbon Materials*, v. 30, n. 4, p. 349–356, Ago. 2015.

XU, Z.; GAO, C. **Aqueous Liquid Crystals of Graphene Oxide.** *ACS Nano*, v. 5,4, p. 2908–2915, 2011.

ZHAO, L. et al. **Mechanical behavior and toughening mechanism of polycarboxylate superplasticizer modified graphene oxide reinforced cement composites.** *Composites Part B: Engineering*, v. 113, p. 308–316, 2017.

ZHENG, Y. et al. **Mechanical properties and microstructure of nano-strengthened recycled aggregate concrete.** *Nanotechnology Reviews*. v. 11, n. 1, p. 1499–1510, 2022.

ZHU, B. Y. et al. **Graphene and Graphene Oxide : Synthesis , Properties , and Applications.** *Advanced materials*, v. 22, n. 35, p. 3906–3924, 2010.

## APÊNDICE A – ANÁLISE ESTÁTISTICA (TESTE T DE STUDENT COM NÍVEL DE CONFIANÇA DE 95%) ENSAIO RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

### • 7 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
35,81	38,79	N Variável 1	3
36,70	38,85	N Variável 2	3
39,10	39,10		
		Média Variável 1	37,2033
		Média Variável 2	38,9133
		D.P. amostral Var.1	1,7018
		D.P. amostral Var.2	0,1644
		S_p	1,2089
		Estatística T	-1,7324
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	9,6992E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

#### Resultado

Não há diferença significativa entre as médias!

### • 28 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
44,43	51,04	N Variável 1	3
44,01	52,20	N Variável 2	3
42,78	43,89		
		Média Variável 1	43,7400
		Média Variável 2	49,0433
		D.P. amostral Var.1	0,8575
		D.P. amostral Var.2	4,5004
		S_p	3,2395
		Estatística T	-2,0050
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	6,6020E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

#### Resultado

Não há diferença significativa entre as médias!

- 91 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
50,45	52,57	N Variável 1	3
52,43	54,47	N Variável 2	3
50,75	54,37		
		Média Variável 1	51,2100
		Média Variável 2	53,8033
		D.P. amostral Var.1	1,0671
		D.P. amostral Var.2	1,0693
		S_p	1,0682
		Estatística T	-2,9734
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	1,8545E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

### Resultado

A diferença entre as médias é significativa!

APÊNDICE B – ANÁLISE ESTÁTISTICA (TESTE T DE STUDENT COM NÍVEL DE CONFIANÇA DE 95%) ENSAIO RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

- 7 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
9,63	9,91	N Variável 1	3
9,43	9,99	N Variável 2	3
9,12	10,32		
		Média Variável 1	9,3933
		Média Variável 2	10,0733
		D.P. amostral Var.1	0,2570
		D.P. amostral Var.2	0,2173
		S_p	0,2380
		Estatística T	-3,4996
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	6,4912E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

**Resultado**

Não há diferença significativa entre as médias!

- 28 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
15,23	14,19	N Variável 1	3
13,53	16,84	N Variável 2	3
15,41	15,50		
		Média Variável 1	14,7233
		Média Variável 2	15,5100
		D.P. amostral Var.1	1,0374
		D.P. amostral Var.2	1,3250
		S_p	1,1899
		Estatística T	-0,8097
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	3,0371E-01
		Nível do teste (alpha)	0,05

**Resultado**

Não há diferença significativa entre as médias!

- 91 DIAS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
16,55	17,51	N Variável 1	3
16,40	18,45	N Variável 2	3
16,68	18,23		
		Média Variável 1	16,5433
		Média Variável 2	18,0633
		D.P. amostral Var.1	0,1401
		D.P. amostral Var.2	0,4917
		S_p	0,3615
		Estatística T	-5,1497
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	2,0184E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

### Resultado

A diferença entre as médias é significativa!

APÊNDICE C – ANÁLISE ESTÁTISTICA (TESTE T DE STUDENT COM NÍVEL DE CONFIANÇA DE 95%) ENSAIO ABSORÇÃO DE ÁGUA, ÍNDICE DE VAZIOS E MASSA ESPECÍFICA

• ABSORÇÃO DE ÁGUA

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
8,66	8,66	N Variável 1	3
8,51	8,55	N Variável 2	3
8,77	8,54		
		Média Variável 1	8,6467
		Média Variável 2	8,5833
		D.P. amostral Var.1	0,1305
		D.P. amostral Var.2	0,0666
		S_p	0,1036
		Estatística T	0,7487
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	2,6506E-01
		Nível do teste (alpha)	0,05

**Resultado**

Não há diferença significativa entre as médias!

• ÍNDICE DE VAZIOS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
17,95	17,85	N Variável 1	3
17,76	17,73	N Variável 2	3
18,21	17,54		
		Média Variável 1	17,9733
		Média Variável 2	17,7067
		D.P. amostral Var.1	0,2259
		D.P. amostral Var.2	0,1563
		S_p	0,1943
		Estatística T	1,6813
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	1,5942E-01
		Nível do teste (alpha)	0,05

**Resultado**

Não há diferença significativa entre as médias!

- MASSA ESPECÍFICA

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
2,52	2,50	N Variável 1	3
2,53	2,51	N Variável 2	3
2,53	2,49		
		Média Variável 1	2,5267
		Média Variável 2	2,5000
		D.P. amostral Var.1	0,0058
		D.P. amostral Var.2	0,0100
		S_p	0,0082
		Estatística T	4,0000
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	2,8595E-02
		Nível do teste (alpha)	0,05

**Resultado**

A diferença entre as médias é significativa!

## APÊNDICE D – ANÁLISE ESTÁTISTICA (TESTE T DE STUDENT COM NÍVEL DE CONFIANÇA DE 95%) ENSAIO DE RESISTÊNCIA À SULFATOS

- SÉRIE IMERGIDA EM ÁGUA SATURADA COM CAL

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
2,10	2,09	N Variável 1	4
2,09	2,07	N Variável 2	4
2,08	2,08		
2,07	2,09	Média Variável 1	2,0850
		Média Variável 2	2,0825
		D.P. amostral Var.1	0,0129
		D.P. amostral Var.2	0,0096
		S_p	0,0114
		Estatística T	0,3111
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	3,9439E-01
		Nível do teste (alpha)	0,05

### Resultado

Não há diferença significativa entre as médias!

- SÉRIE IMERGIDA EM SOLUÇÃO AGRESSIVA DE SULFATOS

Variável 1	Variável 2	Estatística	Valor
2,12	2,15	N Variável 1	4
2,11	2,16	N Variável 2	4
2,13	2,18		
2,11	2,17	Média Variável 1	2,1175
		Média Variável 2	2,1650
		D.P. amostral Var.1	0,0096
		D.P. amostral Var.2	0,0129
		S_p	0,0114
		Estatística T	-5,9106
		Modo	Monocaudal
		Tipo	Amostras pareadas
		P-valor	2,4091E-03
		Nível do teste (alpha)	0,05

### Resultado

A diferença entre as médias é significativa!