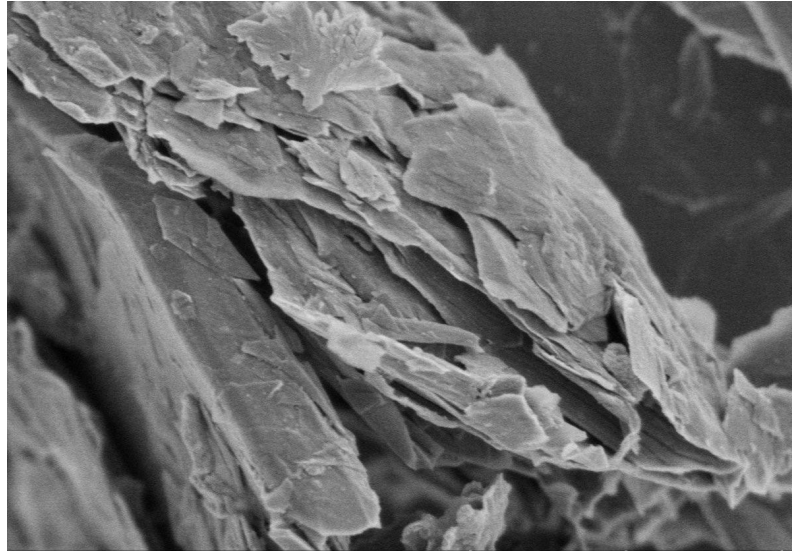




INSTITUTO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE LISBOA

Área Departamental de Engenharia Civil



**Análise comparativa do desempenho das propriedades
mecânicas de pastas de cimento e argamassas com
adição de Óxido de Grafeno**

IBRAIM ARAGÃO OLIVEIRA JUNIOR

Licenciado em Engenharia Civil

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Civil

Orientadores:

Doutor Pedro Soares Raposeiro da Silva - DEC/ISEL

Doutor Luís Manuel Rocha Evangelista - DEC/ISEL

Júri:

Presidente: Doutor Filipe Manuel Vaz Pinto Almeida Vasques - DEC/ISEL

Vogais: Doutora Maria Idália da Silva Gomes - DEC/ISEL

Doutor Pedro Soares Raposeiro da Silva - DEC/ISEL

Dezembro de 2022

Agradecimentos

Agradeço profundamente a minha família pela educação proporcionada a mim, mostrando sempre o caminho correto e sendo meus melhores exemplos. Ao meu pai pelo esforço imensurável de me proporcionar uma boa educação, sendo incessante no incentivo a assiduidade às aulas e a priorização dos estudos. A minha mãe pelo amor incondicional, estando presente dia após dia independente das circunstâncias, sempre me apoiando e me dando forças para continuar.

Aos meus orientadores Dr. Pedro Raposeiro e Dr. Luís Evangelista por me darem a honra de desfrutar de seus conhecimentos, proporcionando ideias e sugestões valiosas para o sucesso desta pesquisa, além da confiança depositada em meu trabalho desde o princípio. Ao coordenador Paulo Mendes e todos os professores do curso de Edificações pelo apoio, troca de conhecimentos e por proporcionarem uma experiência singular e indispensável para minha vida acadêmica e profissional.

Aos meus ilustres companheiros em minha jornada acadêmica, Bruno Diniz, Erike Pereira e Gustavo Ferreira, proporcionando um auxílio mútuo sem quaisquer interesses, além do grandioso incentivo durante toda esta jornada.

Resumo

O óxido de grafeno (OG) é, atualmente, um dos materiais mais resistentes do mundo e possui características que levaram diversos pesquisadores a realizarem experimentos para analisar sua influência em materiais à base de cimento. Através de campanhas experimentais realizadas, foi possível perceber que a utilização deste nanomaterial gerou resultados positivos nas propriedades mecânicas dos materiais à base de cimento, porém reduziu-se sua fluidez, aumentou a viscosidade e diminuiu o tempo de presa. Por esses motivos, a utilização de aditivo superplastificante é comum nas campanhas aqui relatadas, buscando a redução desses efeitos negativos. A utilização desse nanomaterial gera nas propriedades mecânicas das pastas de cimentos e argamassas uma melhoria significativa. Na resistência à compressão chega a ter taxas de aumento de até 60% em relação à amostra de controle. E os melhores resultados da resistência à compressão estão nas adições de 0,04% a 0,06% de OG em relação à massa de cimento. Nas resistências à flexão e à tração são as propriedades que o OG gera melhores resultados e são de até 80% de taxa de aumento em relação às amostras de controle. A adição ótima para estas duas resistências mecânicas é a adição de 0,03% de OG em relação à massa de cimento. Essa diferença de resultados de acordo com a quantidade de OG inserido na mistura pode ser explicada pela formação dos cristais de hidratação do cimento. Nas adições de até 0,03% de OG, são formados cristais de hidratação com o formato de flores e que geram melhoria nas resistências à flexão e à tração. E, a partir da adição de 0,04% de OG, são formados cristais poliédricos, os quais geram melhorias na resistência à compressão. Portanto, o óxido de grafeno, além de melhorar as propriedades mecânicas dos materiais à base de cimento em até 80%, este material pode controlar a formação de cristais de hidratação e, conseqüentemente, as melhorias em diferentes propriedades mecânicas.

Palavras-chave: Óxido de grafeno; argamassa; pasta de cimento, propriedades mecânicas.

Abstract

Graphene oxide (GO) is currently one of the strongest materials in the world and has properties that have led several researchers to carry out experiments to analyze its influence on cement-based materials. Through experimental campaigns carried out, it was possible to perceive that the use of this nanomaterial generated positive results in the mechanical properties of cement-based materials, however its workability was reduced, the viscosity was increased, and the setting time was reduced. For these reasons, the use of superplasticizer additive is common in the campaigns reported in this dissertation, seeking to reduce the negative effects. The use of this nanomaterial generates a significant improvement in the mechanical properties of cement pastes and mortars. In compressive strength, it has an increase rate of up to 60% compared to the control sample. And the best results of the compressive strength are in the additions of 0.04% to 0.06% of GO in relation to the cement mass. The flexural and tensile strengths are the properties that the GO generates the best results and are up to 80% increase rate in relation to the control samples. The optimal addition for these two mechanical strengths is the addition of 0.03% GO in relation to the cement mass. This difference in results according to the amount of GO inserted in the mixture can be explained by the formation of the hydration crystals of the cement. In the additions up to 0.03% of GO, hydration crystals with the shape of flowers are formed, which improve the flexural and tensile strengths. And, from the addition of 0.04% of GO, polyhedral crystals are formed, which generate improvements in the compressive strength. Therefore, graphene oxide, in addition to improving the mechanical properties of cement-based materials by up to 80%, this material can control the formation of hydration crystals and, consequently, improvements in different mechanical properties.

Keywords: Graphene oxide; mortar; cement paste, mechanical properties.

ÍNDICE GERAL

ÍNDICE DE TABELAS	IV
ÍNDICE DE FIGURAS	V
LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS	VII
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Considerações iniciais	1
1.2 Objetivos e metodologia	2
1.3 Estrutura da dissertação.....	2
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Óxido de Grafeno na construção civil.....	5
2.2 Descrição geral das campanhas experimentais	7
3 Propriedades da argamassa e pasta de cimento com Óxido de Grafeno	17
3.1 Propriedades da Adição do Óxido de Grafeno no estado fresco.....	17
3.2 Propriedades da Adição do Óxido de Grafeno no estado endurecido.....	20
4 CONCLUSÃO	53
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição das amassaduras da pasta de cimento.....	8
Tabela 2.2 – Composição das amassaduras da argamassa.....	8
Tabela 2.3 – Composição química do óxido de grafeno.....	9
Tabela 2.4 – Composição das amassaduras da argamassa.....	9
Tabela 2.5 – Dimensões das folhas de OG com diferentes tempos de tratamento por ultrassom.....	11
Tabela 2.6 – Proporção dos materiais da pasta de cimento.....	13
Tabela 2.7 – Proporção dos materiais da pasta de cimento com o composto PC/OG	13
Tabela 2.8 – Proporção da massa de OG e GR no híbrido OG/GR em relação à massa de cimento.....	14
Tabela 2.9 – Resumo das informações disponibilizadas pelas pesquisas abordadas.....	15
Tabela 3.1 – Efeito do OG nas propriedades da pasta de cimento no estado fresco.....	18
Tabela 3.2 – Efeito do OG na fluidez da argamassa.....	19
Tabela 3.3 – Resistências à tração, flexão e compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG.....	24
Tabela 3.4 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “A” (430 nm/27,6 nm) aos 28 dias de cura.....	28
Tabela 3.5 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “B” (180 nm/9,5nm) aos 28 dias de pega.....	29
Tabela 3.6 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “C” (72 nm/3,4 nm) aos 28 dias de cura.....	30
Tabela 3.7 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG.....	33
Tabela 3.8 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de PC/OG.....	34
Tabela 3.9 – Resistências à flexão e compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura.....	38
Tabela 3.10 – Distribuição do tamanho dos poros da argamassa com adição de OG/GR.....	40

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Imagens SEM das nanofolhas de grafeno e de óxido de grafeno.....	2
Figura 2 – Estrutura molecular do grafite, grafeno e óxido de grafeno.....	5
Figura 3 – Diferença de camadas do grafite e óxido de grafeno	6
Figura 4 – Imagens de SEM de folhas de OG tratadas com ultrassom por diferentes tempos: (a) 0 min; (b) 20 min; (c) 40 min; (d) 60 min	10
Figura 5 – Efeito do OG e PC na fluidez da pasta de cimento	19
Figura 6 – Resistência à compressão da pasta de cimento.	21
Figura 7 – Resistência à flexão da pasta de cimento	21
Figura 8 – Resistência à compressão da argamassa.....	22
Figura 9 – Resistência à flexão da argamassa.....	22
Figura 10 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 28 dias de pega.	23
Figura 11 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da argamassa após 28 dias de pega	26
Figura 12 – Resultados das resistências à tração, flexão e compressão da adição de 0,03% de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura	27
Figura 13 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “A” (430 nm/27,6 nm) após 28 dias de pega	28
Figura 14 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “B” (180 nm/9,5 nm) após 28 dias de pega	30
Figura 15 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “C” (72 nm/3,4 nm) após 28 dias de pega	31
Figura 16 – Resultados da resistência à flexão da adição de 0,03% de OG nos tipos “A”, “B”, “C” e a amostra de controle aos 28 dias de pega.....	32
Figura 17 – Resultados da resistência à compressão da adição de 0,04% de OG nos tipos “A”, “B”, “C” e a amostra de controle aos 28 dias de pega.	32
Figura 18 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 28 dias de cura	34
Figura 19 - Efeito da dosagem do composto PC/OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 7 (<i>a - c</i>) e 28 (<i>d - f</i>) dias de pega	35

Figura 20 – Comparação dos melhores resultados da resistência à compressão das adições de OG e de PC/OG com a amostra de controle aos 3, 7 e 28 dias de cura.....	36
Figura 21 – Comparação dos melhores resultados da resistência à flexão das adições de OG e de PC/OG com a amostra de controle aos 3, 7 e 28 dias de cura	36
Figura 22 – Dispersão das amostras com agitação e com descanso de 24 horas.	39
Figura 23 – Fluxo de calor das amostras de argamassa com híbrido OG/GR.	40
Figura 24 – Resultados da resistência à flexão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura	41
Figura 25 – Resultados da resistência à compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura.....	41
Figura 26 – Comparação dos resultados de resistência à compressão da pasta de cimento aos 28 dias de cura.	43
Figura 27 – Comparação da relação dos resultados de resistência à compressão da pasta de cimento com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.....	44
Figura 28 – Comparação dos resultados de resistência à flexão da pasta de cimento aos 28 dias de cura.....	45
Figura 29 – Comparação da relação dos resultados de resistência à flexão da pasta de cimento com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.....	45
Figura 30 – Comparação dos resultados de resistência à compressão da argamassa aos 28 dias de cura.....	46
Figura 31 – Comparação da relação dos resultados de resistência à compressão da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.	47
Figura 32 – Comparação dos resultados de resistência à flexão da argamassa aos 28 dias de cura.	48
Figura 33 – Comparação da relação dos resultados de resistência à flexão da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.	48
Figura 34 – Resultado da adição de OG na resistência à tração da argamassa aos 28 dias de cura.	49
Figura 35 – Relação dos resultados de resistência à tração da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.....	50

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

OG	Óxido de Grafeno
GR	Grafeno
PC	Superplastificante de Policarboxilato
A/C	Relação água/cimento
mm	Milímetro
μm	Micrómetro
nm	Nanometro
NP	Norma Portuguesa
EN	Norma Europeia
2D	Duas dimensões
g	Gramas
min	Minuto
ml	Mililitro

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

Há anos que, diversos estudiosos vêm fazendo pesquisas buscando formas de potencializar as propriedades do betão, um dos materiais da construção civil mais utilizados no mundo. No mundo, hoje, há diversos tipos de construções e mega construções onde é necessário betão com alto desempenho, como grandes edifícios, pontes, túneis submarinos e obras hidráulicas ou marítimas (Wang et al., 2015).

Atualmente, já há a utilização da adição de diversos materiais na composição do betão para que haja a melhoria de suas propriedades. O uso de aditivos é uma alternativa que vem obtendo muito sucesso, devido ao fato de agregar benefícios em vários aspectos ao betão. Tendo esta afirmação comprovada a partir de melhorias nas propriedades físicas, mecânicas, e até de transporte, como a aceleração ou retardamento do tempo de presa, aumento da fluidez conservando a resistência mecânica, aumento da resistência à compressão, etc (Bauer, 2012).

Os nanomateriais já são utilizados em áreas da ciência como: medicina, biotecnologia, mecânica, entre outras. Com o desenvolvimento da ciência de materiais, pôde-se perceber que os nanomateriais apresentam características ideais para diversas utilidades também no campo da construção civil. Como, por exemplo, atuar na microestrutura da pasta de cimento, tornando-a mais densa e, conseqüentemente, gerando melhorias nas propriedades mecânicas do betão (Liu et al., 2016).

As nanofolhas de grafeno e as nanofolhas de óxido de grafeno são nanomateriais à base de grafeno, os quais são estruturas tipo folhas em 2D, como ilustradas na Figura 1, em que, à esquerda, são as nanofolhas do grafeno com diâmetro de cerca de 7 μm e, à direita, são as nanofolhas do óxido de grafeno com diâmetro por volta dos 0,5 μm . E que, ao longo de toda a bibliografia, estes nanomateriais conseguem gerar melhorias extraordinárias nas propriedades mecânicas de produtos cimentícios (Liu et al., 2016).

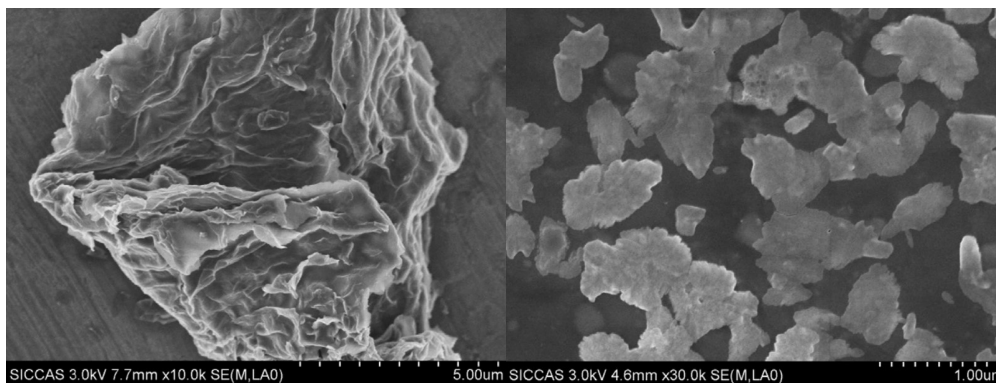


Figura 1 – Imagens SEM das nanofolhas de grafeno e de óxido de grafeno (Liu et al., 2016)

1.2 Objetivos e metodologia

Neste presente documento, é apresentado uma revisão bibliográfica com o objetivo principal de avaliar as propriedades mecânicas referentes a incorporação do nanomaterial óxido de grafeno na produção de argamassas e pastas de cimento. A pesquisa foi realizada com base em artigos internacionais e teve a recolha de informação dos seguintes temas:

- Características dos materiais utilizados na produção da argamassa, como cimento, superplastificante, entre outros materiais;
- Características e tratamento do óxido de grafeno;
- Composição das amassaduras;
- Resultados dos ensaios nos estados fresco e endurecido;
- Análise e discussão dos resultados.

1.3 Estrutura da dissertação

O trabalho se inicia com uma breve apresentação do óxido de grafeno e sua utilização na construção civil (2.1). Em seguida, há a descrição das campanhas experimentais realizadas pelos autores das publicações selecionadas, relatando quais foram os materiais utilizados, o tratamento e as propriedades do óxido de grafeno utilizado e a composição quantitativa das amassaduras das pastas de cimento e argamassas (2.2).

Após a descrição das campanhas, temos as propriedades das pastas de cimento e argamassas com adição de óxido de grafeno (0), assim como a análise dos resultados obtidos através dos ensaios realizados, tanto no estado fresco, o qual são relatados os resultados de propriedades, como a fluidez, a viscosidade aparente e o tempo de pega (3.1), como no estado endurecido, o qual abrange as seguintes propriedades: calor de hidratação, resistência à compressão, resistência à flexão, resistência à tração, morfologia da microestrutura e porosidade (3.2).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Óxido de Grafeno na construção civil

O grafeno (GR) e o óxido de grafeno (OG) são nanomateriais derivados da grafite (Figura 2). O estudo desses materiais vem sendo feito e utilizado para diversas finalidades, inclusive na construção civil. Sua adição em materiais à base de cimento obteve bons resultados nas propriedades mecânicas, porém a capacidade de dispersão na mistura do grafeno é baixa, tornando seu uso limitado (Sun et al., 2020).

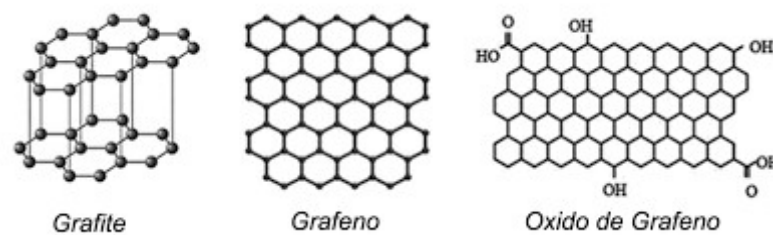


Figura 2 – Estrutura molecular do grafite, grafeno e óxido de grafeno (Henrique & Marques, 2021)

Entretanto, o OG passa pelo processo de oxidação e traz oxigênio para sua composição, como os grupos funcionais: carboxil, hidroxilo e epóxi. Estes grupos dão-lhe uma repulsão electrostática que permite uma melhor dispersão em água, gerando assim, uma possibilidade maior da utilização deste nanomaterial na ciência (Miguel & Steinmann, 2015).

Ou seja, o grafite para se transformar em OG passa pelos processos de oxidação, purificação e exfoliação. Todos esses processos fazem, basicamente, o grafite se tornar em uma folha de uma única camada, ao invés de sua estrutura com diversas camadas (Figura 3), sendo esta a principal diferença entre eles (Miguel & Steinmann, 2015).



Figura 3 – Diferença de camadas do grafite e óxido de grafeno (Hofmeister, 2019)

Para além da melhor dispersão em água, o OG também apresenta uma superfície áspera que, em adição à materiais a base de cimento, podem gerar uma melhor ligação com os produtos de hidratação do cimento. Sendo assim, o OG virou alvo de diversos pesquisadores na busca pelo aprimoramento das propriedades mecânicas de materiais a base de cimento (Sun et al., 2020).

Por exemplo, as utilizações do óxido de grafeno, em todas as pesquisas citadas neste trabalho, geram melhorias significativas nas resistências mecânicas à flexão, tração e compressão, os quais serão citados na descrição de cada uma das campanhas experimentais, mostrando seus diferentes processos, porém, sempre apresentando resultados positivos e consistentes.

Porém, a adição de óxido de grafeno também possui desvantagens. E uma delas é a viabilidade. A produção deste material em laboratório tem um alto custo e é morosa. E para atender a grandes demandas como a utilização em estruturas de betão, isto torna-se inviável. Outra desvantagem é a redução da trabalhabilidade devido à sua elevada superfície específica, a qual gera uma maior necessidade de hidratação da mistura e, conseqüentemente, as alterações de todas as características que envolvam a relação a/c (Miguel & Steinmann, 2015).

Portanto, para analisar as vantagens e desvantagens na utilização do óxido de grafeno, esta pesquisa é baseada nos trabalhos dos principais pesquisadores desta área de materiais da construção civil e que envolvem o estudo do óxido de grafeno.

2.2 Descrição geral das campanhas experimentais

Para este estudo, foram selecionadas publicações, as quais seus autores produziram pastas de cimento e argamassas com adição de óxido de grafeno. Porém, cada um dos autores abordou o tema de forma diferente, com materiais diferentes e obtendo resultados diferentes. E são estas semelhanças e diferenças que serão analisadas neste trabalho.

Para iniciar esta análise, é feita a descrição de cada uma das campanhas experimentais onde são apresentadas as seguintes informações:

- Características dos materiais usados na produção da argamassa;
- Tratamento do Óxido de Grafeno;
- Propriedades do Óxido de Grafeno;
- Composição quantitativa das amassaduras realizadas.

Estas informações são essenciais para a análise das campanhas em estudo, já que todas analisaram a influência da adição de óxido de grafeno na produção de argamassas e pastas de cimento, tendo 2 autores que foram além apenas do uso do OG e criaram uma forma híbrida deste material, que foram: S. H. Lv et al. (2016) e Sun et al. (2020).

Como primeiro trabalho temos a campanha de Wang et al. (2015), cujo título é “Influência das adições de óxido de grafeno na microestrutura e resistência mecânica do cimento”, em que os materiais utilizados foram o cimento Portland tipo 42,5 e areia padrão. Foi utilizado superplastificante de policarboxilato. O óxido de grafeno possui um teor de sólidos em sua dispersão de 4 mg/ml. A caracterização com um microscópio de força atômica de SPI3800N / SPA400, mostrou que as nanofolhas de OG possuíam uma variação de tamanho entre 100 e 1000 nm e uma espessura de 0,7 nm.

Para definir a proporção de materiais para a pasta de cimento, os autores se basearam na norma GB / T8077-2000 e tiveram dosagens do OG variando entre 0,01 e 0,05%. A dosagem do agente redutor de água fora de 0,5% em relação à quantidade de cimento. Sendo assim, as proporções da pasta de cimento estão relacionadas na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Composição das amassaduras da pasta de cimento (Wang et al., 2015).

Dosagem de GO (P/%)	Cimento (g)	PC (g)	Água (ml)
0			87
0,01			79,5
0,02			72
0,03	300	1,5	64,5
0,04			57
0,05			49,5

Para a argamassa, Wang et al. (2015) utilizaram uma proporção de mistura projetada de acordo com GB/T2419-2005, mas alegaram modificar alguns parâmetros de acordo com o teste em questão. A relação água/cimento (A/C) fora de 0,37, a dosagem de agente redutor de água fora de 0,5% e a dosagem de OG variando de 0 a 0,05% ambos em relação à massa de cimento, como é demonstrado na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Composição das amassaduras da argamassa (Wang et al., 2015).

Dosagem de OG (P/%)	Cimento (g)	PC (g)	Areia Padrão (g)	Água (ml)
0				165
0,01				150
0,02				72
0,03	450	3,5	1350	64,5
0,04				57
0,05				49,5

Na pesquisa cujo tema é “Efeito das nanofolhas de óxido de grafeno na microestrutura e nas propriedades mecânicas dos compostos do cimento” dos autores Lv et al. (2013), utilizou-se o cimento Portland 42,5R, areia padrão e aditivo superplastificante policarboxilato. O óxido de grafeno desta pesquisa foi preparado em laboratório pelos próprios autores.

De acordo com Lv et al. (2013), a preparação do OG fora feita da seguinte forma:

- 1) Os itens a seguir foram sequencialmente adicionados a um frasco de fundo redondo colocado em um banho de gelo ($< 5^{\circ}\text{C}$) sob agitação: 5 g de grafite, 30 g de 98% de H_2SO_4 e 2 g de NaNO_3 .
- 2) Com agitação contínua, 6 g de KMnO_4 foram adicionados lentamente ao frasco. Quando a cor de a solução se tornou verde, foi mantida a 5°C durante 1 hora.

- 3) A solução fora aquecida a 35°C e a temperatura mantida por 12 horas em agitação contínua.
- 4) Em seguida, 100 ml de água desionizada foram adicionados lentamente à solução, a temperatura subiu para 90°C e 300 ml de água desionizada e 30 g de H₂O₂ (0,50 mol) foram adicionados lentamente à solução. A cor da solução mudou de marrom para amarelo brilhante.
- 5) A solução foi purificada por filtração por sucção a vácuo e lavado com água desionizada repetidamente até a lavagem a água não contém SO₄²⁻.
- 6) Para finalizar, 300 ml de água desionizada foram adicionados ao OG e fora agitado e disperso por ultrassonicação a 325 W por 1 hora. E assim se obteve uma solução estável e aquosa de dispersão de nanofolhas de OG. A concentração de OG foi controlada em 0,2%.

A composição química do OG obtido neste experimento está apresentada na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Composição química do óxido de grafeno (S. Lv et al., 2013).

	Elemento (%)					
	C	O	Si	Al	S	Mg
Grafite	96,28	3,72	0	0	0	0
OG	65,61	29,75	1,78	0,68	1,67	0,51

A argamassa produzida por Lv et al. (2013) tem sua composição descrita na Tabela 2.4. Foram feitas amostras com dimensões diferentes para fazer os ensaios. Para os ensaios de resistência à compressão e à flexão foram feitos provetes com dimensões 40x40x160 mm. Enquanto para o ensaio de resistência à tração foram feitos provetes com as dimensões 100x70x70 mm. Os moldes foram retirados após 24 horas e as amostras continuaram a ser curadas em uma câmara de cura com 20°C e humidade relativa de 95% até serem testados.

Tabela 2.4 – Composição das amassaduras da argamassa (S. Lv et al., 2013).

Dosagem de GO (P/%)	Cimento (g)	PC (g)	Areia Padrão (g)	Água (ml)
0				
0,01				
0,02				
0,03	450	0,9	1350	165
0,04				
0,05				

S. Lv et al. (2014) buscaram averiguar se as formas e quantidade dos cristais de hidratação do cimento poderiam ser controladas com o uso do OG e, conseqüentemente, gerar benefícios nas propriedades mecânicas.

Nessa pesquisa, os autores utilizaram o cimento Portland 42,5R, superplastificante de policarboxilato e a relação a/c de 0,3. As dosagens de OG e PC foram calculadas em relação ao peso do cimento. A preparação da pasta de cimento seguiu a norma chinesa GB/T8077-2000. Os moldes tiveram dimensões 40x40x160 mm e foram curados a 20°C +/- 1°C e com 90% de umidade relativa até a execução dos testes (S. Lv et al., 2014).

Para provar o efeito do grau de dispersão das folhas de OG no tamanho dos cristais de hidratação e na resistência mecânica da pasta de cimento, os autores primeiramente mediram o tamanho e espessura das folhas por imagens SEM. Na Figura 4 pode-se obter as dimensões de folhas de OG com diferentes tempos de tratamento por ultrassom (S. Lv et al., 2014)

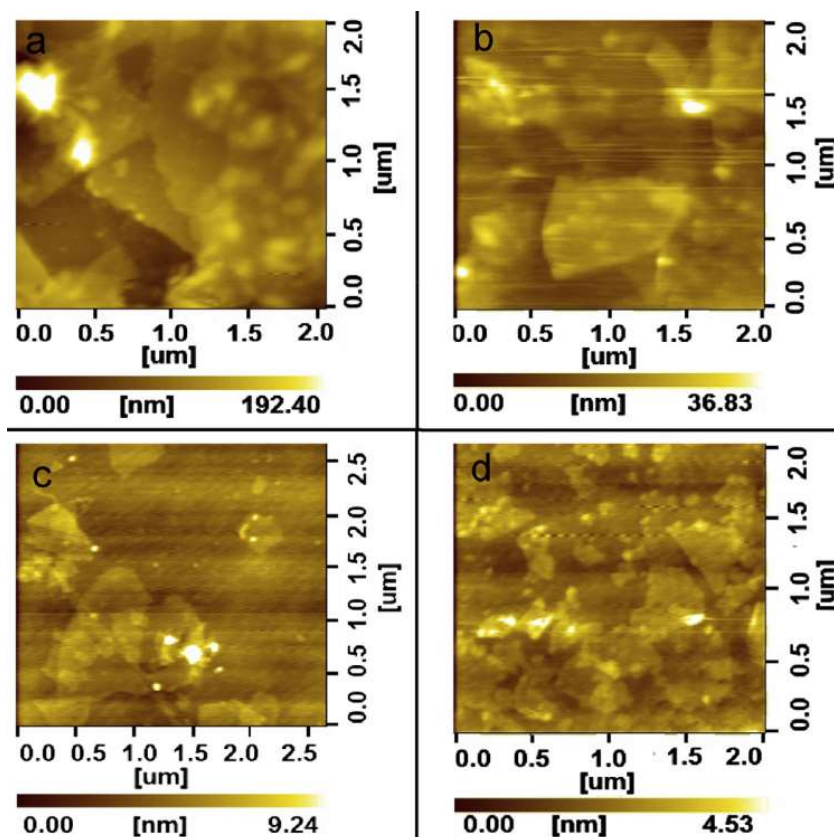


Figura 4 – Imagens de SEM de folhas de OG tratadas com ultrassom por diferentes tempos: (a) 0 min; (b) 20 min; (c) 40 min; (d) 60 min (S. Lv et al., 2014).

Os resultados obtidos por uma análise estatística para o tratamento com ultrassom podem ser verificados na Tabela 2.5, os quais indicam que as folhas de OG dispersas em

água em nano escala possuem dimensões muito diferentes das folhas de OG originais (S. Lv et al., 2014).

Tabela 2.5 – Dimensões das folhas de OG com diferentes tempos de tratamento por ultrassom (S. Lv et al., 2014).

Ultrassom (min)	Tamanho (nm)	Espessura (nm)
0	760	124
20	430	27,6
40	180	9,5
60	72	3,4

Pode-se notar que quando as folhas de OG são tratadas por 20 e 40 minutos, apenas as espessuras alcançam a nano escala. E que somente com o tratamento de 60 minutos que é alcançado a nano escala em ambos, tamanho e espessura (S. Lv et al., 2014).

S. H. Lv et al. (2016) estudaram a “Fabricação de compósitos de policarboxilato/nanofolhas de óxido de grafeno por copolimerização para reforço e endurecimento do cimento”. Os autores utilizaram o conhecimento de pesquisas anteriores, que indicavam que o OG diminui drasticamente a fluidez dos compósitos de cimento, e decidiram fazer um composto de óxido de grafeno com superplastificante de policarboxilato.

Neste estudo, fora analisado a adição do OG e do PC como materiais separados e a adição do composto PC/OG na pasta de cimento para verificar se é válido fazer o processo de copolimerização destes 2 componentes. Os principais materiais usados foram o grafite em pó, superplastificante de policarboxilato e cimento Portland (42,5R). E a relação A/C de 0,29. As amostras foram de dimensões 40 mm x 40 mm x 160 mm e curadas a 20°C e 90% de umidade relativa até o teste (S. H. Lv et al., 2016).

Para obter as nanofolhas de OG, S. H. Lv et al. (2016) fizeram os seguintes procedimentos:

- 1) Inicialmente, foi colocado um frasco de três gargalos em um banho de gelo à 5°C em que foram adicionados 3g de grafite em pó, 60g de H₂SO₄ concentrado e 3 g de NaNO₃ e foram intensamente misturados.
- 2) Em seguida, 12g de KMnO₄ foram adicionados lentamente ao frasco durante 15 minutos sob agitação. A temperatura da reação foi mantida a 5°C por 1 hora e depois a 35°C por 6 horas.

- 3) Foram adicionados 200 ml de água desionizada ao balão e aquecido a 70°C. Após isto, 30g de H₂O₂ foi sendo gotejado no frasco ao longo de 60 min.
- 4) O produto final foi purificado por centrifugação, precipitação e lavagem repetida com água desionizada até a água de lavagem chegar a um pH de 7,0.
- 5) Por fim, o processamento ultrassônico do óxido de grafite aquoso gera as nanofolhas de óxido de grafeno.

Após a obtenção das nanofolhas de OG, S. H. Lv et al. (2016) fabricaram o composto copolimérico de PC/OG da seguinte forma:

- 6) Uma solução de monômeros foi obtida pela mistura de 17g de MPE, 2g MAA, 1g de SAS e 20g de água desionizada em um funil de gotejamento.
- 7) A solução iniciadora (I) foi preparada dissolvendo 0,3g de APS em 15g água desionizada em outro funil de gotejamento.
- 8) A solução iniciadora (II) foi obtida pela dissolução de 0,3g de NaHSO₃ em 15g de água desionizada no terceiro funil de gotejamento.
- 9) A solução de monômeros e as soluções iniciadoras (I) e (II) foram então simultaneamente adicionadas gota a gota a um frasco de três gargalos com a solução de nanofolhas de óxido de grafeno suspensas a 50°C durante 1 hora.
- 10) A copolimerização foi então permitida para prosseguir a 50°C por 2 horas;
- 11) Finalmente, a temperatura da reação foi reduzida para 30°C e seu pH foi ajustado para 7,0 com uma solução de NaOH.

Na Tabela 2.6 e na Tabela 2.7, é possível verificar as proporções utilizadas para as amostras da pasta de cimento neste estudo. Todas estas proporções em relação ao peso do cimento. Na Tabela 2.6 estão as proporções referentes às amostras que levaram o OG e o PC em separados. Já a Tabela 2.7, mostra-nos as dosagens do composto PC/OG utilizados, assim como a proporção entre o OG e o PC nesse composto copolimérico.

Tabela 2.6 – Proporção dos materiais da pasta de cimento (S. H. Lv et al., 2016).

Dosagem de OG (%)	PC (%)	Relação A/C
0	0,18	
0,01	0,21	
0,02	0,24	
0,03	0,27	0,29
0,04	0,30	
0,05	0,33	

Tabela 2.7 – Proporção dos materiais da pasta de cimento com o composto PC/OG (S. H. Lv et al., 2016).

Dosagem de PC/OG (%) - (%PC/%OG)	PC (%)	Relação A/C
0,18 (0,18/0,00)	0	
0,075 (0,065/0,01)	0,12	0,29
0,15 (0,13/0,02)	0,06	
0,22 (0,195/0,03)	0	

Sun et al. (2020) estudaram o efeito do híbrido óxido de grafeno/grafeno nas propriedades mecânicas da argamassa de cimento. Os autores percebiam que o grafeno (GR) gerava bons resultados para as propriedades mecânicas, porém tinha pobre capacidade de dispersão. E esperavam que o OG agisse como um dispersante para GR. Para isto, produziram o híbrido OG/GR.

O híbrido fora preparado em diferentes proporções, descritas na Tabela 2.8, mantendo-se a quantidade total (0,08% em relação à massa de cimento) constante. Cada híbrido foi disperso usando um dispositivo ultrassônico por 10 minutos a 400W.

Tabela 2.8 – Proporção da massa de OG e GR no híbrido OG/GR em relação à massa de cimento. (Sun et al., 2020).

OG/GR	OG (%)	GR (%)
0:0	0	0
1:0	0,08	0
3:1	0,06	0,02
1:1	0,04	0,04
1:3	0,02	0,06
0:1	0	0,08

As argamassas de cimento foram preparadas com a mistura de cimento, areia superplastificante e o híbrido OG/GR. O cimento utilizado fora o Portland 42,5R. A areia com tamanho das partículas variando entre 0,08 e 2 mm e proporção utilizada fora de 1:3 em relação à massa de cimento. O superplastificante policarboxilato com teor de sólidos em 55% e dosagem utilizada na mistura fora de 0,6% também em relação à massa de cimento. E a relação a/c fora de 0,35. Os moldes utilizados para a argamassa eram de dimensões 40 x 40 x 160 mm e foram curados em temperatura de 20 ± 3 °C e umidade relativa de 95% até à realização dos testes (Sun et al., 2020).

Na Tabela 2.9, apresenta-se o resumo de todas as informações relevantes disponibilizadas pelas pesquisas abordadas. Onde, inicialmente, há a apresentação das características e quantidades dos materiais utilizados em cada pesquisa, o quais já foram citados acima. E também apresenta os ensaios nos estados fresco e endurecido de cada pesquisa, assunto que será tratado no próximo capítulo “Propriedades da argamassa e pasta de cimento com óxido de grafeno”. A marcação com “x” representa que os autores citam aquele determinado assunto em suas pesquisas.

Tabela 2.9 – Resumo das informações disponibilizadas pelas pesquisas abordadas.

		Artigos	Wang et al. (2015)	Lv et al. (2013)	S. H. Lv et al. (2016)	S. Lv et al. (2014)	Sun et al. (2020)
MATERIAIS	% OG		0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
			0,02	0,02	0,02	0,02	0,04
			0,03	0,03	0,03	0,03	0,06
			0,04	0,04	0,04	0,04	0,08
			0,05	0,05	0,05	0,05	
						0,06	
	% Grafeno						0,02
							0,04
							0,06
							0,08
		Tratamento OG		x	x		x
	Cimento	42,5	42,5	42,5	42,5	42,5	
	Propriedades do cimento	x		x	x		
	Superplastificante	PC	PC	PC	PC	PC	
	Relação A/C	0,37	0,37	0,29	0,30	0,35	
ENSAIOS	FRESCO	Fluidez	x		x		
		Viscosidade	x				
		Tempo de presa	x				
	ENDURECIDO	Compressão	x	x	x	x	x
		Flexão	x	x	x	x	x
		Tensão		x			
		Calor de hidratação	x				
		Imagens SEM	x	x	x	x	
		Porosidade	x		x	x	x

3 Propriedades da argamassa e pasta de cimento com Óxido de Grafeno

Neste subcapítulo estão as propriedades analisadas por cada autor e são apresentados os resultados obtidos em forma de gráfico e/ou tabela para que possam ser realizadas as comparações tanto com a amostra de controle, como entre os resultados obtidos dos diferentes autores.

No estado fresco, apenas alguns autores relataram seus testes e resultados obtidos, sendo a fluidez, a viscosidade aparente e o tempo de pega, as propriedades comentadas e avaliadas neste estudo.

Já no estado endurecido há mais propriedades sendo avaliadas e mais autores a relatar seus resultados. Sendo as seguintes propriedades comentadas: calor de hidratação, resistência a compressão, resistência à flexão, resistência à tração e porosidade.

Todas as campanhas obtidas têm a adição de óxido de grafeno como principal aditivo a ser avaliado, havendo, porém, diferenças entre as pesquisas como a adição de outros materiais e até a incorporação deles com o OG o transformando em um material híbrido, e também, a diferença entre as dosagens utilizadas. Tudo isso foi levado em conta para analisar os resultados e relatar os aspectos similares positivos e negativos que se encontram nas pesquisas relatadas.

3.1 Propriedades da Adição do Óxido de Grafeno no estado fresco

As pesquisas avaliadas neste estudo realizaram ensaios nas amostras de pasta de cimento e argamassa com adição de OG em seu estado fresco, analisando as seguintes propriedades: fluidez, viscosidade aparente e tempo de pega. Sendo sempre comparadas com a amostra de controle que não há qualquer adição do nanomaterial em questão.

Em Wang et al. (2015), os ensaios no estado fresco analisaram a fluidez, a viscosidade e o tempo de presa da pasta de cimento. A fluidez e o tempo de pega foram baseados, respectivamente, nas normas: GB/T8077-2000 e GB/T1346-2001. Já a viscosidade fora testada por um medidor de viscosidade giratório digital NDJ-5S. Os resultados são encontrados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Efeito do OG nas propriedades da pasta de cimento no estado fresco (Wang et al., 2015).

Dosagem de GO (P/%)	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05
Fluidez da Pasta de Cimento (mm)	236	187	201	92	81	70
Viscosidade Aparente (mPa.s)	988,5	1200,7	2268,8	5154,4	12788,4	19284
Tempo de Pega Inicial (min)	170	170	165	155	140	130
Tempo de Pega final (min)	330	325	320	305	310	300

De acordo com os dados exibidos na Tabela 3.1, Wang et al. (2015) puderam averiguar que com o aumento da dosagem de OG, a fluidez da pasta de cimento diminui, a viscosidade da pasta de cimento aumenta e o tempo de presa da pasta de cimento é encurtado. Especialmente, quando a adição de OG é de até 0,03%, há uma mudança evidente na fluidez, viscosidade e tempo de pega. Isso ilustra que a adição de OG pode tornar o pasta de cimento mais espessa e pode acelerar a hidratação do cimento.

Segundo Wang et al. (2015), a diminuição da fluidez e o aumento da viscosidade podem ser atribuídos ao efeito do tamanho nanométrico e superfície química do OG. A larga área específica junto com grupos funcionais de OG contendo oxigênio podem aumentar sua interação com o cimento hidratado, levando à agregação do cimento granular.

O grande número de grupos funcionais na superfície e as extremidades do OG também podem produzir reações químicas no ambiente alcalino do cimento, acelerando a hidratação do cimento e encurtamento do tempo de presa. Embora a adição do OG possa resultar na redução do tempo de pega, esta não é superior a 0,5 h, que está dentro da faixa do padrão nacional e não tem efeito negativo sobre o uso de cimentos (Wang et al., 2015).

Na argamassa, a fluidez foi medida de acordo com GB/T2419-2005 e obtiveram os resultados obtidos na Tabela 3.2, onde pode-se perceber que a adição do OG gera uma redução na fluidez da argamassa, a qual fica mais evidente a partir da dosagem de 0,03% de adição de OG na argamassa (Wang et al., 2015).

Tabela 3.2 – Efeito do OG na fluidez da argamassa (Wang et al., 2015).

Dosagem de OG (P/%)	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05
Fluidez (mm)	197	196	187	188	172	167

Assim, os autores concluem que a adição de OG pode aumentar a viscosidade e encurtar o tempo de pega da pasta de cimento. Quando a dosagem de OG é 0,05%, a viscosidade aumenta acentuadamente e o tempo de presa é reduzido em 30 min. E que fluidez da argamassa de cimento tem a mesma tendência que a pasta de cimento (Wang et al., 2015).

No estudo de S. H. Lv et al. (2016), houve a análise da fluidez da pasta de cimento, representada na Figura 5. Os autores fizeram experimentos diversos com a pasta de cimento de diferentes proporções de adição de OG, em que aumentava a proporção de adição do PC para buscar o alcance da fluidez em relação à amostra de controle. E obtiveram o resultado que a cada aumento de 0,01% de OG é necessário que aumente a dosagem de PC em 0,03% para obter níveis de fluidez próximos à amostra de controle. Ou seja, a cada aumento de 0,01% de OG na mistura, deve ser adicionado mais 0,03% de PC e os resultados chegariam quase a compensar a perda de fluidez.

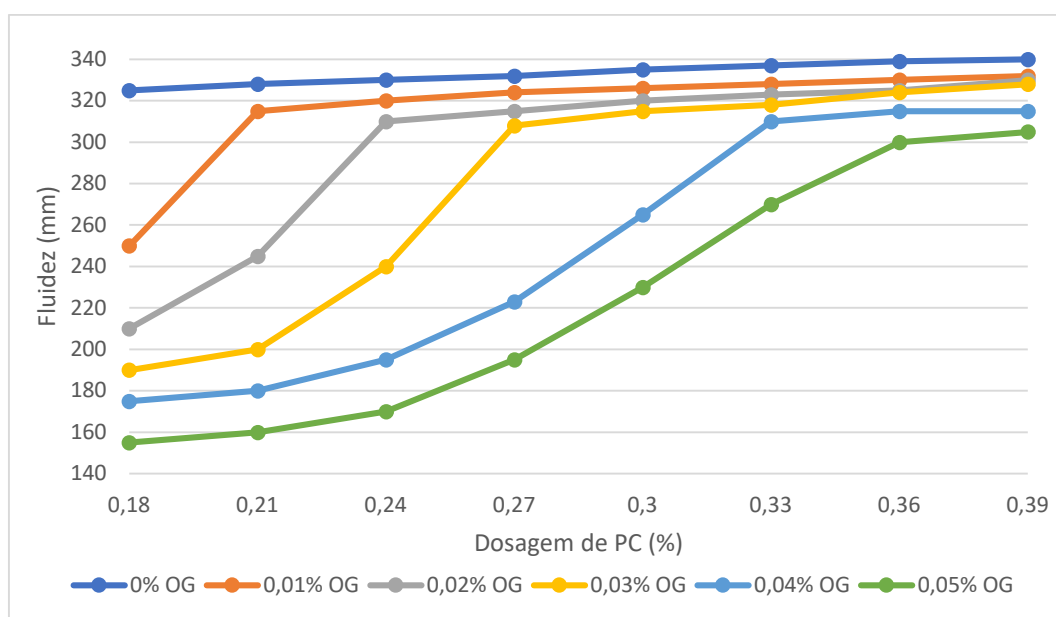


Figura 5 – Efeito do OG e PC na fluidez da pasta de cimento (S. H. Lv et al., 2016).

S. H. Lv et al. (2016) também analisaram os efeitos do composto PC/OG na fluidez e verificaram que há uma ligeira melhora na fluidez quando relacionada à amostra de controle. Portanto, os autores puderam concluir que a utilização do superplastificante pode eliminar os efeitos negativos do OG na fluidez da pasta de cimento.

3.2 Propriedades da Adição do Óxido de Grafeno no estado endurecido

As pesquisas envolvidas neste estudo avaliaram as amostras com adição de OG nas seguintes propriedades do estado endurecido: calor de hidratação, resistência à compressão, resistência à flexão, resistência à tração e porosidade.

Quanto ao estado endurecido, Wang et al. (2015), em sua pesquisa, realizaram apenas os ensaios referentes ao calor de hidratação, resistência mecânica à compressão, à flexão e morfologia da superfície. De acordo com os autores, a adição de dosagens a partir de 0,02% de OG, geram uma redução acentuada, por volta de 50%, da liberação de calor do cimento em relação à amostra padrão. Mas que entre as dosagens 0,02% até a dosagem 0,05% não há grande diferença e se mantém, praticamente, no mesmo nível de redução.

As resistências mecânicas à compressão e à flexão da pasta de cimento estão evidenciadas na Figura 6 e na Figura 7, respectivamente. Todas as proporções de adição do OG geraram um aumento em ambas as resistências quando avaliado à solução sem adição alguma de OG. O aumento é progressivo de acordo com a quantidade de adição do OG (Wang et al., 2015).

Aos 3, 7 e 28 dias, a adição de 0,05% gerou um aumento na resistência à compressão de, respectivamente, 52,4%, 46,5% e 40,4%, respectivamente, enquanto para a resistência à flexão o aumento fora de 86,1%, 68,5% e 90,5%, para as mesmas idades (Wang et al., 2015).

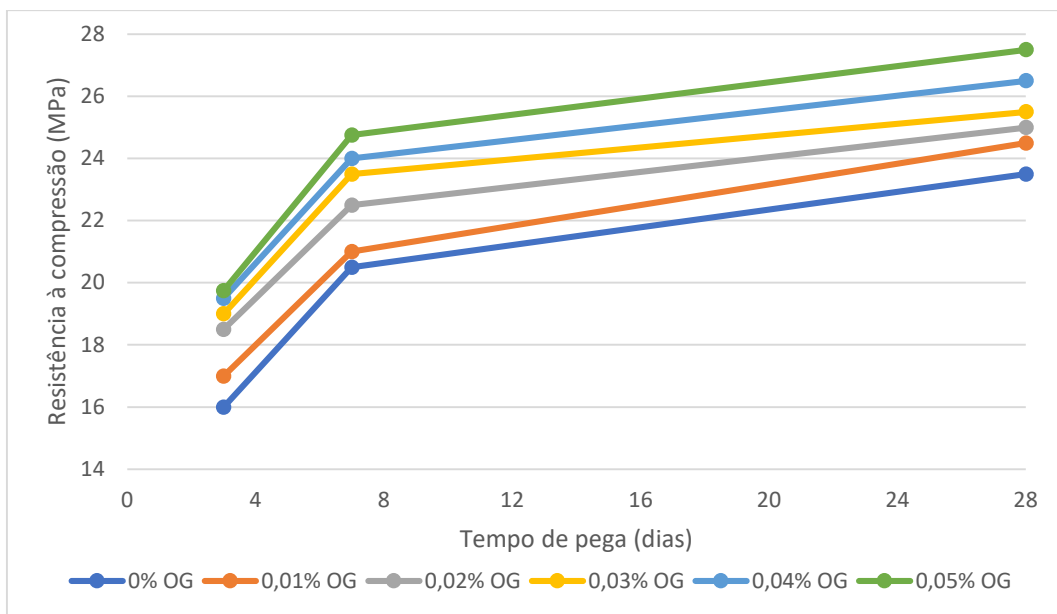


Figura 6 – Resistência à compressão da pasta de cimento (Wang et al., 2015).

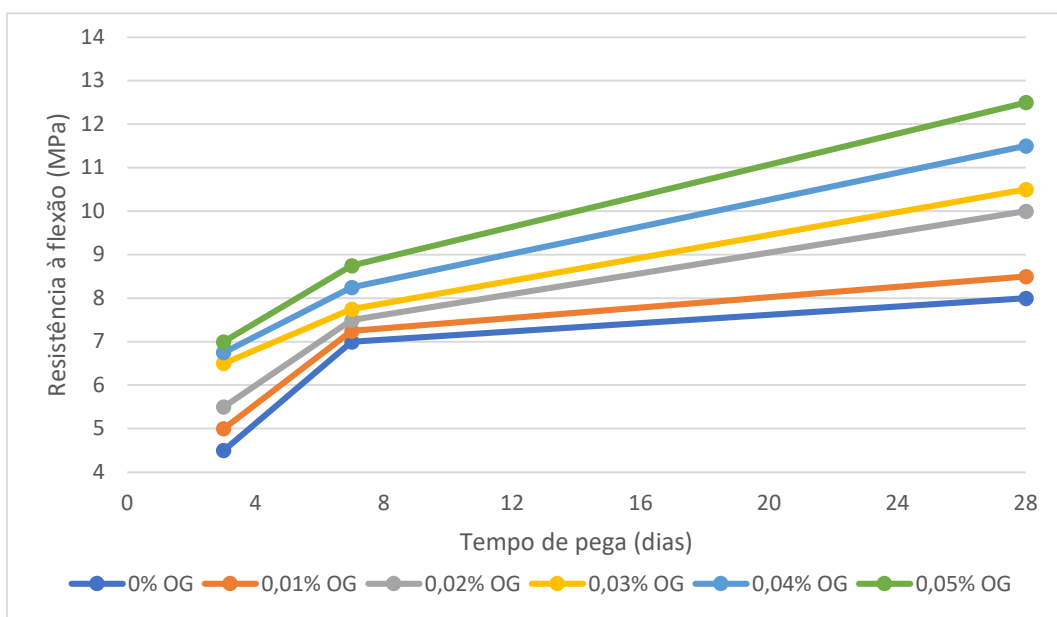


Figura 7 – Resistência à flexão da pasta de cimento (Wang et al., 2015).

Para a argamassa, o resultado foi o mesmo. O resultado das resistências mecânicas à compressão e flexão subiram de acordo com o aumento da dosagem de OG, como pode-se observar na Figura 8 e na Figura 9. Com a adição de 0,05% de OG, na resistência à compressão foram obtidos os resultados de 43,2%, 33% e 24,4% aos 3, 7 e 28 dias, respectivamente. Para estes mesmos períodos de cura, na resistência à flexão foram obtidos os resultados de 69,4%, 106,4% e 70,5%, respectivamente (Wang et al., 2015).

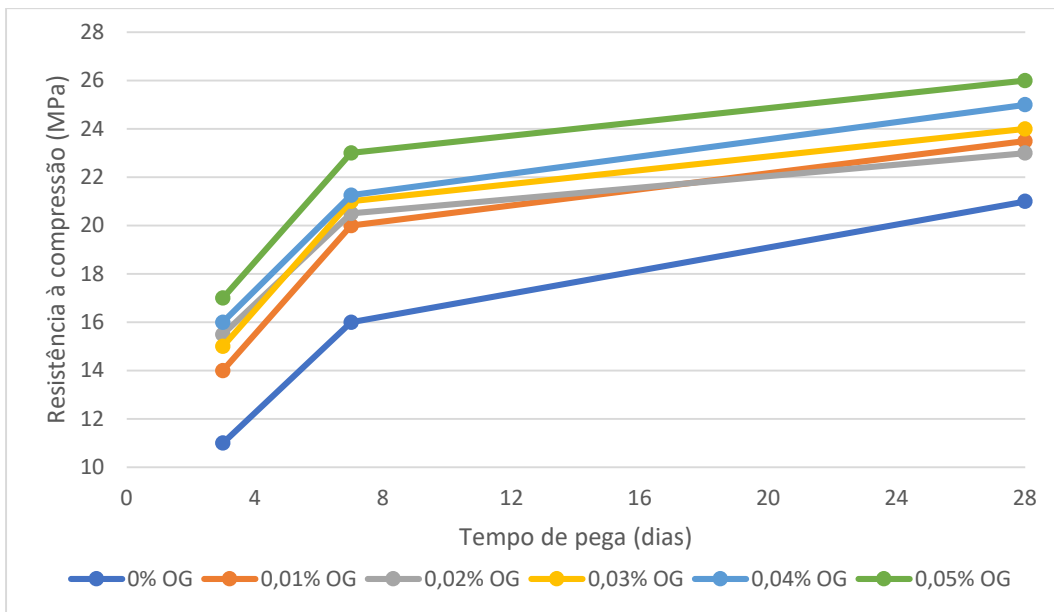


Figura 8 – Resistência à compressão da argamassa (Wang et al., 2015).

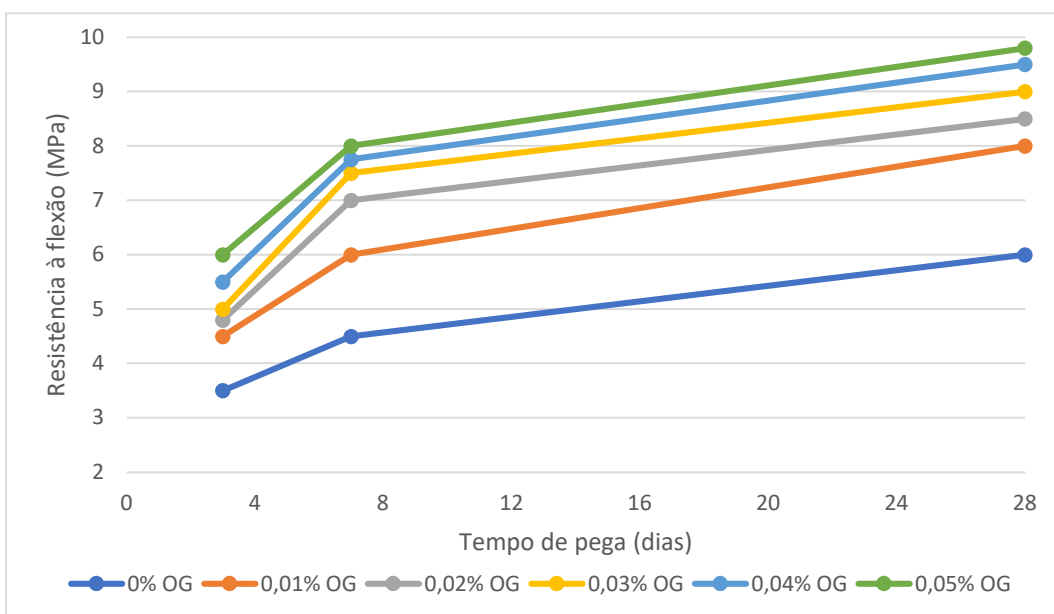


Figura 9 – Resistência à flexão da argamassa (Wang et al., 2015).

Dessa forma, podemos verificar que a adição do OG na pasta de cimento e na argamassa gera resultados positivos em todas as proporções de adição. Porém, na resistência à flexão é onde a adição de OG gera um benefício significativamente maior em ambas as misturas.

A análise da morfologia da pasta de cimento foi feita através de imagens SEM. A Figura 10 mostra um conjunto de 6 imagens referentes a cada uma das amostras da pasta de cimento aos 28 dias de cura. A Figura 10 (a) mostra a morfologia da pasta de cimento

endurecido da amostra sem adição de OG. Onde pode-se observar que há o intercrescimento dos cristais e uma grande quantidade de poros (Wang et al., 2015).

Da Figura 10 (b) a Figura 10 (f) mostrou a morfologia de pasta de cimento endurecido com o adição de OG de 0,01% a 0,05%, respectivamente. Na Figura 10 (c) a Figura 10 (e) podem ser observados cristais semelhantes ao formato de uma flor. E que à medida que aumenta a quantidade de OG na mistura, maiores são os cristais em forma de flor, proporcionando assim, uma diminuição nos poros prejudiciais e, conseqüentemente, tornando mais compacta a estrutura da textura (Wang et al., 2015).

Este fenômeno ilustra que a adição de OG pode acelerar a hidratação do cimento e produção de cristais mais regulares que pode melhorar o defeito cristalino e contribuir para o aumento da resistência à flexão e resistência à compressão (Wang et al., 2015).

É importante notar que, quando se compara as imagens (e) e (f) da Figura 10, apesar de haver uma maior quantidade de cristais, maior também é a quantidade de imperfeição do cristal e arranjos desordenados. Este fenômeno pode ajudar a explicar os resultados acima mencionados que a resistência à flexão da pasta de cimento e argamassa a 0,05% não tem aumento notável em comparação com 0,04% (Wang et al., 2015).

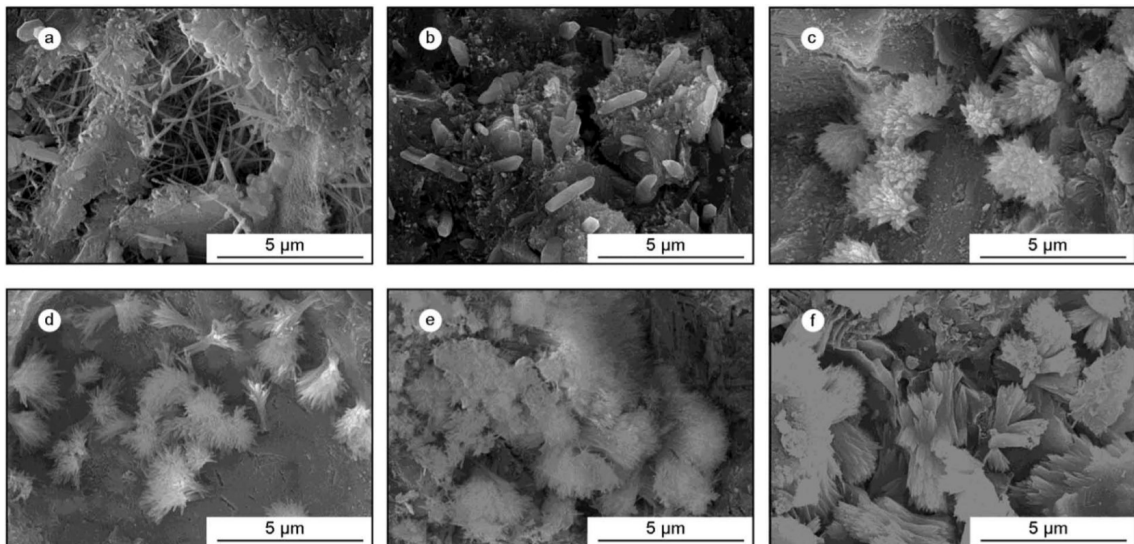


Figura 10 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 28 dias de pega (Wang et al., 2015).

Para a adição do OG no estado endurecido da pasta de cimento e argamassa, os autores puderam concluir que a adição OG pode reduzir o calor de hidratação do cimento

e isso pode ser atribuído à absorção de calor na reação de oxidação-redução entre OG e cimento (Wang et al., 2015).

Quando a dosagem de OG é de 0,05%, o calor de hidratação do cimento pode ser reduzido em 54%. O OG tem um efeito de reforço e tenacidade nos compósitos a base de cimento. A adição de OG pode gerar um aumento significativo nas resistências à compressão e flexão da pasta cimento e da argamassa, apresentando bons resultados na fase inicial. Mas, aos 28 dias de presa, ainda apresentam bons resultados, sendo para a pasta de cimento os valores de 90,5% e 40,4% e para a argamassa os valores de 70,5% e 24,4% para as resistências à flexão e à compressão, respectivamente (Wang et al., 2015).

O OG pode participar da reação de hidratação do cimento, acelera a nucleação, crescimento e separação de fases de produtos hidratados, promove o procedimento de hidratação, faz o cristal ficar alinhado regularmente, o que resulta em uma modificação da estrutura dos poros e melhoria da estanqueidade da pasta de cimento endurecido (Wang et al., 2015).

Em Lv et al. (2013), foram testadas as propriedades mecânicas: resistências à compressão, flexão e tração com a adição de OG em 0,01%, 0,02%, 0,03%, 0,04% e 0,05% em relação ao peso do cimento, como mostra a Tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Resistências à tração, flexão e compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG (S. Lv et al., 2013).

Dosagem de GO (P/%)	Tração (MPa)/Taxa de aumento (%)		Flexão (MPa)/Taxa de aumento (%)		Compressão (MPa)/Taxa de aumento (%)	
	3 dias	28 dias	3 dias	28 dias	3 dias	28 dias
0	1,94 / 0	3,83 / 0	5,63 / 0	8,84 / 0	36,74 / 0	59,31 / 0
0,01	2,47 / 28,0	5,63 / 47,0	8,55 / 21,9	13,41 / 51,7	41,23 / 12,2	67,24 / 13,4
0,02	2,48 / 27,8	6,11 / 59,5	8,68 / 54,2	11,75 / 32,9	48,33 / 31,5	75,66 / 27,6
0,03	2,93 / 51,0	6,84 / 78,6	9,61 / 70,7	14,21 / 60,7	53,32 / 45,1	82,36 / 38,9
0,04	2,42 / 24,7	5,23 / 36,6	7,23 / 28,4	11,54 / 30,5	56,42 / 53,6	84,35 / 42,2
0,05	2,41 / 24,2	5,20 / 35,8	7,21 / 28,1	11,51 / 30,2	58,45 / 59,0	87,69 / 47,9

Lv et al. (2013) puderam notar que a resistência à tração e a resistência à flexão aumentaram com o aumento da dosagem de OG até 0,03%. À medida que aumentou a dosagem de OG acima dos 0,03%, percebeu-se que as resistências à tração e flexão foram diminuindo ligeiramente. As resistências à tração e flexão com dosagem de OG de 0,03% em 28 dias aumentaram em 78,6% e 60,7%, respectivamente, o que é notavelmente maior

do que aqueles sem OG. A resistência à compressão fora aumentando até a dosagem de 0,05% de OG, e aos 28 dias aumentou em 47,9%.

Ao analisar os resultados, os autores também indicaram que o aumento da tração e flexão são pontos fortes notáveis, sugerindo que OG gerou um forte aumento na tenacidade quando a dosagem é de 0,03%. Geralmente, há uma correlação significativa entre a resistência à tração e flexão e tenacidade (S. Lv et al., 2013).

Para melhor explicar os resultados obtidos para as propriedades mecânicas, Lv et al. (2013) obtiveram as imagens SEM das amostras (Figura 11), a fim de analisar a microestrutura dos compósitos de cimento com adições de OG.

Na Figura 11, há uma imagem para cada quantidade de adição de OG, no mesmo tempo de presa (28 dias), em forma crescente, sendo que a Figura 11 (a) é referente à amostra sem adição e a Figura 11 (f), a amostra com maior adição (0,05%) de OG. É possível verificar que há mudanças visíveis nos cristais à medida que aumenta a adição de OG (S. Lv et al., 2013).

Na Figura 11 (a) é possível ver que os cristais que surgem na superfície da fratura têm formas de agulhas e barras, sendo estes os cristais de hidratação do cimento. Quando começa a serem analisadas as amostras com adição de OG, é possível verificar uma mudança na forma dos cristais. Na Figura 11 (b), a qual representa a dosagem de 0,01%, já há uma mudança visível, onde pode-se ver uma pequena quantidade de cristais e que parecem com flores não abertas (S. Lv et al., 2013).

Para a dosagem de 0,02% (Figura 11 (c)), já é possível observar uma grande quantidade de cristais tipo flor com muitas pétalas, bem dispersos e uniformemente distribuídos. Na Figura 11 (d), os cristais de hidratação tipo flor se tornaram mais densos e tenderam a se agregar. Na dosagem de 0,04% (Figura 11 (e)), o formato já não aparenta ser de flores, pois os cristais estão tão agregados que começa a tomar forma de um poliedro. E na Figura 11 (f), é possível notar perfeitamente os cristais em forma de poliedros (S. Lv et al., 2013).

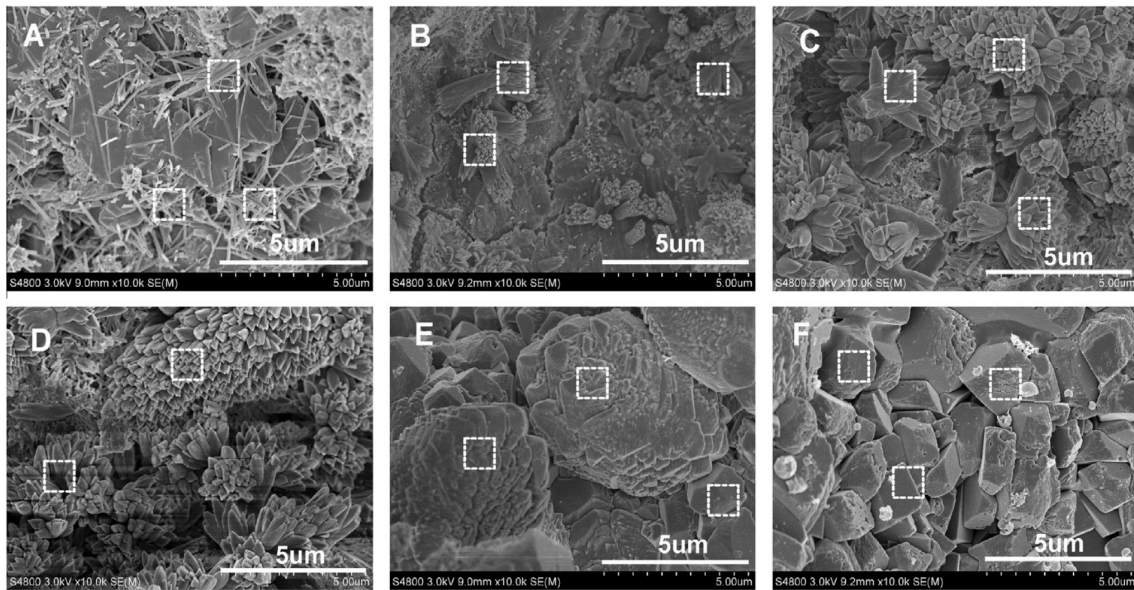


Figura 11 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da argamassa após 28 dias de pega (S. Lv et al., 2013).

Quando se avalia essa mudança de cristais tipo flor para tipo poliedros, combinado com os resultados da Tabela 3.3, é possível indicar que os cristais tipo flor são os que mais geram benefícios para as resistências à tração e à flexão, enquanto os cristais tipo poliedro são os que geram maior benefício para a resistência à compressão (S. Lv et al., 2013).

De acordo com Lv et al. (2013), os cristais em forma de flor geram um entrelaçamento entre eles, havendo um certo espaço que é capaz de absorver o movimento, portanto, para a tração e flexão se tornam mais benéficos. Já os cristais em forma de poliedro geram uma estrutura compacta e, assim, gera um maior benefício para a resistência à compressão.

Lv et al. (2013) puderam concluir que o OG desempenhou um papel vital na regulação eficaz da microestrutura de cristais de hidratação, reduzindo nitidamente sua fragilidade e aumentando significativamente a resistência mecânica à tração, flexão e compressão. E é a adição de 0,03% de OG que gera melhores resultados para a argamassa, sendo, aos 28 dias de presa, 78,6% para a resistência à tração, 60,7% para a resistência à flexão e 38,9% para a resistência à compressão, quando comparados à amostra de controle (Figura 12).

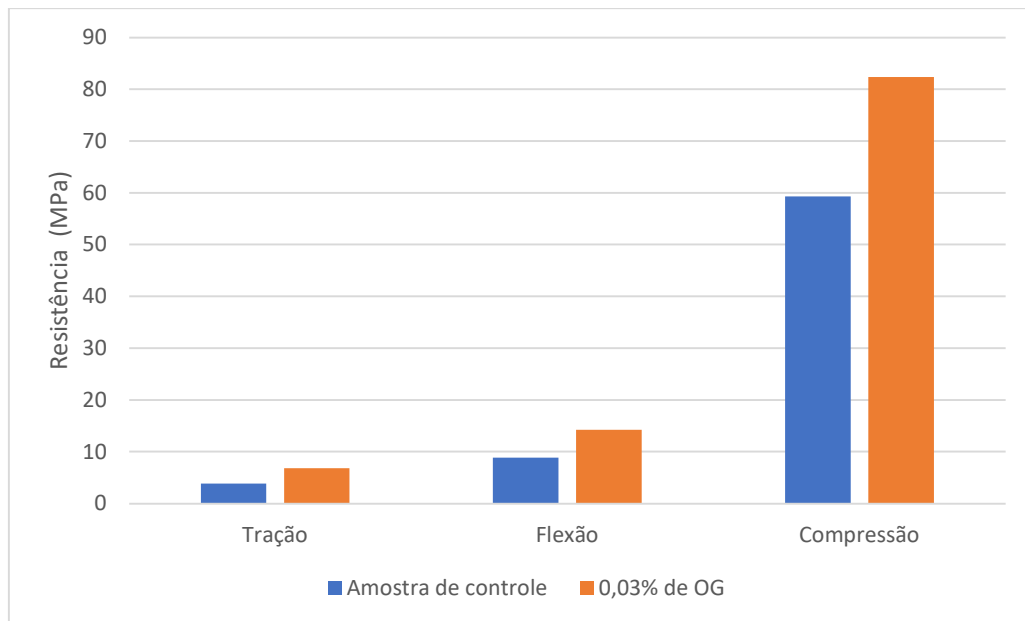


Figura 12 – Resultados das resistências à tração, flexão e compressão da adição de 0,03% de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura. (S. Lv et al., 2013).

A pesquisa de S. Lv et al. (2014) também analisou as resistências mecânicas à compressão e à flexão, e a morfologia dos cristais de hidratação do cimento através de imagens SEM. A grande diferença desta pesquisa em relação às demais pesquisas aqui citadas é que há a análise da adição das folhas de OG em diferentes graus de dispersão. Portanto, as amostras foram classificadas de acordo com o tamanho e espessura das nanofolhas de OG, respectivamente, como A (430 nm/27,6 nm), B (180 nm/9,5 nm) e C (72 nm/3,4 nm).

Os resultados das resistências à flexão e à compressão, aos 28 dias de cura, da amostra A estão expressas na Tabela 3.4. E indicam que à medida que se aumenta a dosagem de OG, aumenta as resistências mecânicas até a dosagem de 0,04% para a resistência à flexão e 0,05% para a resistência à compressão. A resistência à flexão atinge o maior resultado na dosagem de 0,04% de OG, sendo 30,8% de aumento quando comparado à amostra de controle. (S. Lv et al., 2014).

Já a resistência à compressão para a amostra com adição de nanofolhas do tipo A (430 nm/27,6 nm) tem maior resultado quando a dosagem é de 0,05% de OG e atinge o aumento de 27,5% em relação à amostra de controle. Mesmo havendo, no aumento máximo da resistência à compressão, uma dosagem maior de OG, o resultado na resistência à flexão se mantém maior. Portanto, estes resultados provam que o aumento na resistência à flexão é maior que à compressão (S. Lv et al., 2014).

Tabela 3.4 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “A” (430 nm/27,6 nm) aos 28 dias de cura (S. Lv et al., 2014).

Dosagem de GO (P/%)	Flexão (Mpa)/Taxa de aumento (%)	Compressão (Mpa)/Taxa de aumento (%)
0	8,84 / 0	59,31 / 0
0,01	10,22 / 15,6	65,24 / 10
0,02	10,71 / 21,2	68,31 / 15,2
0,03	11,25 / 27,3	71,24 / 20,1
0,04	11,56 / 30,8	74,51 / 25,6
0,05	11,55 / 30,7	75,62 / 27,5
0,06	11,55 / 30,7	75,23 / 27,4

Estes resultados podem ser explicados através da morfologia dos cristais de hidratação do cimento (Figura 13). Nas dosagens de OG de 0,01% a 0,04%, os cristais de hidratação possuem, principalmente, formas de barras e flores. E na dosagem de 0,04% há a mais densa sobreposição e reticulação de cristais em forma de barra, o que explica esta dosagem corresponder ao maior aumento da resistência à flexão (S. Lv et al., 2014).

Quando a dosagem utilizada é acima de 0,05% de OG, os cristais de hidratação do cimento possuem formas poliédricas e isto gera uma influência positiva na resistência à compressão. Portanto, os resultados indicam que uma menor dosagem de OG geram cristais em forma de flor e melhoram a resistência à flexão, e que dosagens mais altas geram cristais em forma de poliedros, os quais melhoram a resistência à compressão (S. Lv et al., 2014).

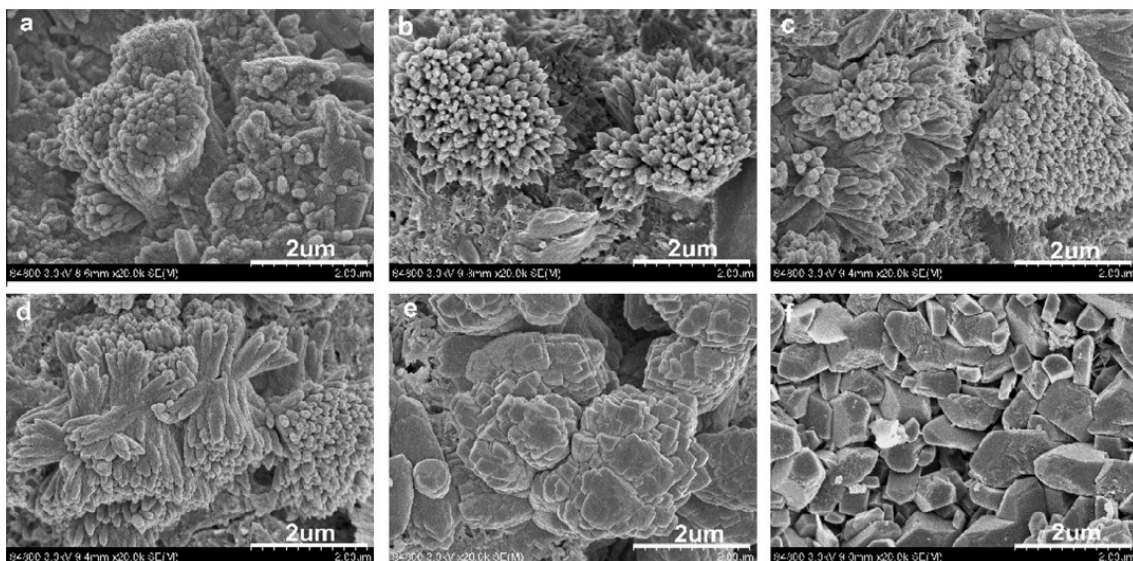


Figura 13 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “A” (430 nm/27,6 nm) após 28 dias de pega (S. Lv et al., 2014).

Para a amostra com adição de nanofolhas do tipo B (180 nm/9,5 nm), as resistências à flexão e à compressão, aos 28 dias de cura, temos os resultados expressos na Tabela 3.5. Estes resultados indicam que, assim como a amostra A, as resistências à flexão e à compressão aumentam de acordo com o aumento da dosagem de OG até a dosagem de 0,03% para a flexão e de 0,04% para a compressão (S. Lv et al., 2014).

O maior resultado para resistência à flexão alcançado fora o aumento de 43,2% com a dosagem de 0,03% de OG. E para a resistência à compressão fora o aumento de 34,5% com a dosagem de 0,04% de OG. Ambos em relação à amostra de controle. Estes resultados mostram que a amostra B precisou de 0,01% de dosagem de OG a menos que a amostra A para atingir seu aumento máximo. Além disso, a amostra B tem maiores resultados em ambas as resistências quando comparada à amostra A. (S. Lv et al., 2014).

Tabela 3.5 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “B” (180 nm/9,5nm) aos 28 dias de pega (S. Lv et al., 2014).

Dosagem de GO (P/%)	Flexão (Mpa)/Taxa de aumento (%)	Compressão (Mpa)/Taxa de aumento (%)
0	8,84 / 0	59,31 / 0
0,01	10,86 / 22,9	66,51 / 12,1
0,02	11,52 / 30,3	72,48 / 22,2
0,03	12,66 / 43,2	76,31 / 28,6
0,04	12,57 / 42,1	79,72 / 34,5
0,05	12,56 / 42,1	79,06 / 33,3
0,06	11,43 / 39,3	79,86 / 34,7

Para explicar o fato de haver esta melhoria entre as amostras A e B, primeiro temos de associar aos fatos de que os cristais de hidratação do cimento do tipo flor geram melhores resultados na resistência à flexão e os cristais do tipo poliedro geram melhores resultados para a resistência à compressão. Na Figura 14, podemos averiguar que na dosagem de 0,03% há uma densa formação de cristais do tipo flor e, que a partir de 0,04% já encontramos cristais do tipo poliedros. Portanto, a resistência à flexão nesta amostra se encontra em sua máxima taxa de aumento na dosagem de 0,03% pelo fato de esta ser a dosagem que gera maior sobreposição de cristais do tipo flor (S. Lv et al., 2014).

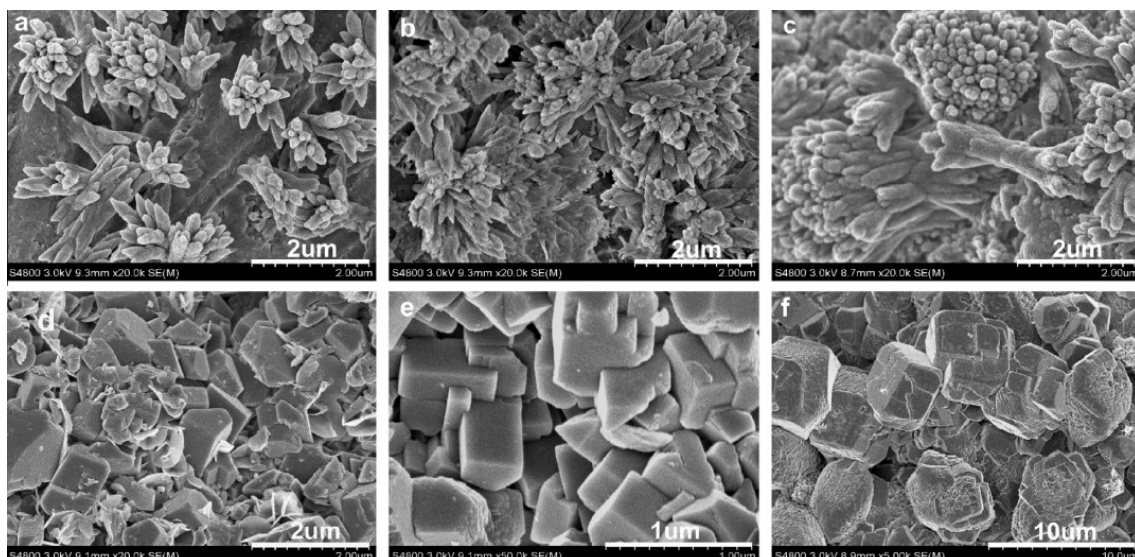


Figura 14 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “B” (180 nm/9,5 nm) após 28 dias de pega (S. Lv et al., 2014).

E para averiguar se quanto menor forem as nanofolhas de OG, maiores são os resultados obtidos, tem-se a última amostra: C (72 nm/3,4 nm). Esta é a amostra com as menores dimensões das nanofolhas de OG e tem os resultados quanto as resistências mecânicas à flexão e à compressão, aos 28 dias de pega, descritas na Tabela 3.6. (S. Lv et al., 2014).

Na amostra C, a resistência à flexão apresenta um resultado de 52,4% e a resistência à compressão uma taxa de aumento de 37,5% como melhores resultados, ambos em relação à amostra de controle (S. Lv et al., 2014).

Tabela 3.6 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG “C” (72 nm/3,4 nm) aos 28 dias de cura (S. Lv et al., 2014).

Dosagem de GO (P/%)	Flexão (Mpa)/Taxa de aumento (%)	Compressão (Mpa)/Taxa de aumento (%)
0	8,84 / 0	59,31 / 0
0,01	10,36 / 17,2	67,46 / 13,7
0,02	12,33 / 39,5	76,51 / 29,0
0,03	13,47 / 52,4	79,64 / 34,3
0,04	13,52 / 52,9	81,56 / 37,5
0,05	13,46 / 52,3	81,89 / 38,1
0,06	13,43 / 51,9	81,95 / 38,2

Assim como a amostra B, esta amostra tem seus melhores resultados nas dosagens de 0,03% e 0,04%. Isto pode ser verificado ao comparar a Figura 15 com a Figura 14, em

que ambas possuem cristais tipo flor até a dosagem de 0,03% e cristais do tipo poliedro a partir de 0,04%. Mas, apesar de terem suas taxas de aumento máximo nas mesmas dosagens, a amostra C apresenta taxas de aumento superiores (S. Lv et al., 2014).

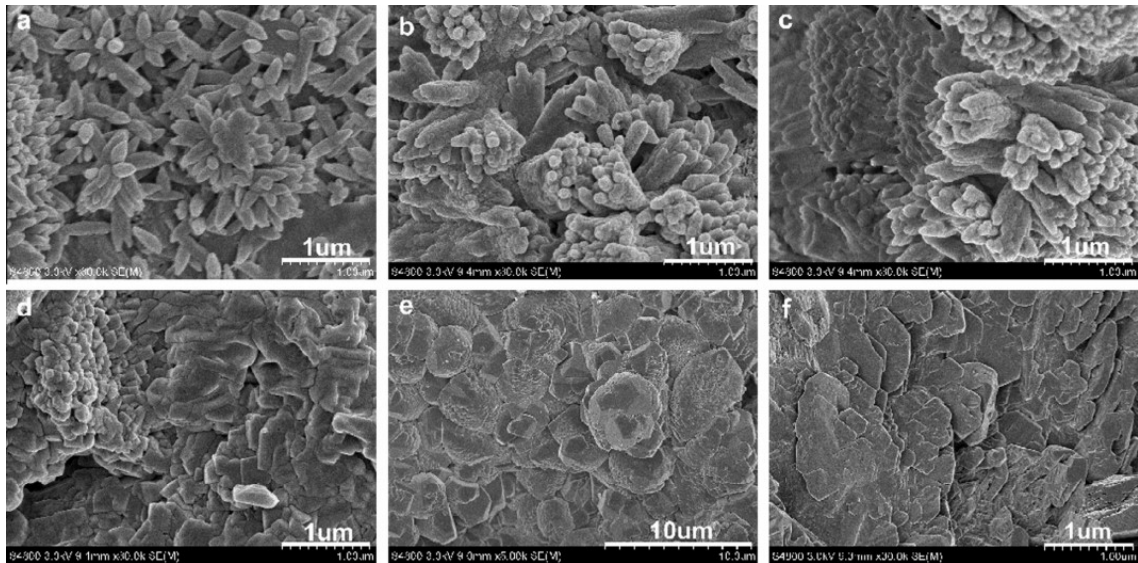


Figura 15 – Imagens SEM das amostras de pasta de cimento com adição de folhas de OG “C” (72 nm/3,4 nm) após 28 dias de pega (S. Lv et al., 2014).

Ao analisar os resultados das amostras, percebe-se que, para resistência à flexão, a adição de 0,03% é a que possui melhores resultados. E é a adição de 0,04% de OG que gerou melhores resultados para a resistência à compressão. Estes resultados podem ser observados na Figura 16 e Figura 17 e indica que o OG com menores dimensões é o que gera melhores resultados (S. Lv et al., 2014).

Portanto, os autores puderam relatar que a adição de OG pode regular as propriedades dos cristais de hidratação do cimento e, conseqüentemente, controlar os resultados quanto as resistências mecânicas à flexão e à compressão da pasta de cimento. A resistência à flexão possuindo taxas de aumento substancialmente maiores que a resistência à compressão (S. Lv et al., 2014).

Perceberam também que a adição do OG afeta a produção de cristais, indicando que com adições menores de OG são gerados cristais em forma de flor que geram grande impacto na estrutura dos poros pelo fato de preencherem os furos e fissuras na pasta de cimento, diminuindo a porosidade e o diâmetro dos poros. O que pode explicar melhores resultados para as adições de OG quando comparadas às amostras de controle (S. Lv et al., 2014).

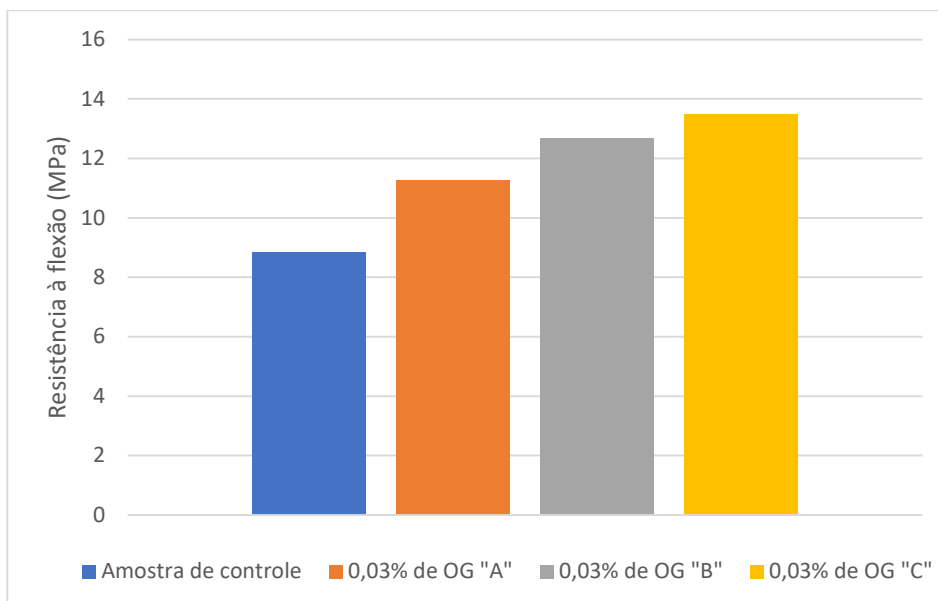


Figura 16 – Resultados da resistência à flexão da adição de 0,03% de OG nos tipos “A”, “B”, “C” e a amostra de controle aos 28 dias de pega (S. Lv et al., 2014).

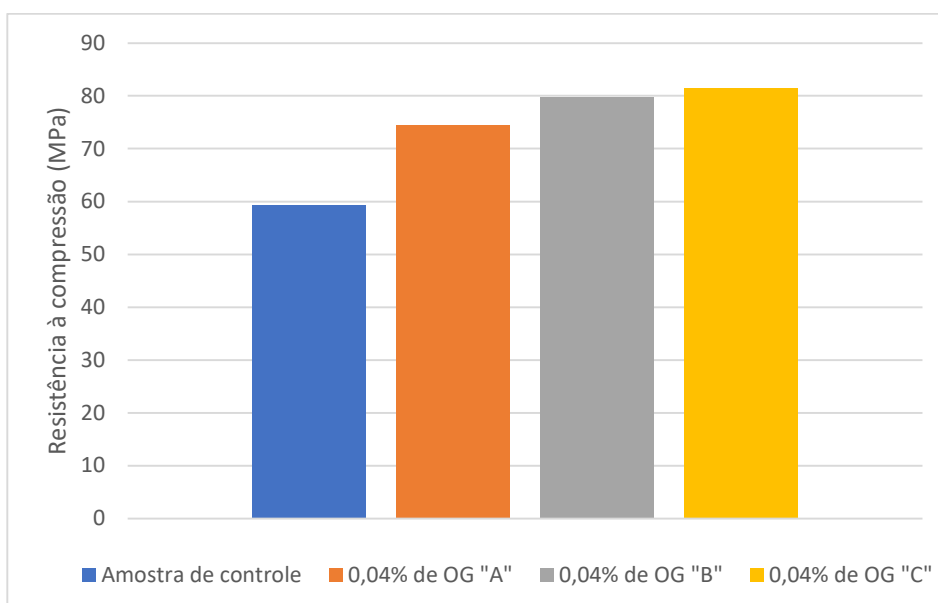


Figura 17 – Resultados da resistência à compressão da adição de 0,04% de OG nos tipos “A”, “B”, “C” e a amostra de controle aos 28 dias de pega. (S. Lv et al., 2014).

Os autores puderam concluir que quanto maior for a dispersão das nanofolhas de OG, maior a capacidade de regular os cristais de hidratação do cimento e fortalecer a resistência mecânica da pasta de cimento. Indicando que a adição de OG em materiais à base de cimento pode ser uma nova maneira de melhorar a resistência, principalmente à flexão e possui potencial para aplicação prática. (S. Lv et al., 2014).

A pesquisa dos autores S. H. Lv et al. (2016) abordou os efeitos da adição do OG e do composto PC/OG nas resistências à compressão, flexão e na microestrutura da pasta de cimento. Foram feitas duas análises para que pudessem comparar os resultados da adição do OG com a adição do composto PC/OG.

Como análise base dos efeitos no estado endurecido, os autores têm as amostras com adição apenas de OG. E os resultados obtidos para as resistências à compressão e à flexão com o tempo de pega de 28 dias estão descritos na Tabela 3.7.

Tabela 3.7 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de OG (S. H. Lv et al. 2016).

Dosagem de OG (P/%)	Dosagem de PC (%)	Compressão (Mpa)			Flexão (Mpa)		
		3 dias	7 dias	28 dias	3 dias	7 dias	28 dias
0	0,18	26,34	45,32	57,36	3,11	6,82	8,31
0,01	0,21	27,32	49,56	58,61	3,25	7,12	8,86
0,02	0,24	28,64	53,25	62,58	3,36	7,24	9,12
0,03	0,27	34,53	68,56	75,45	4,12	9,87	13,75
0,04	0,30	32,45	68,45	75,75	3,89	8,64	13,65
0,05	0,33	32,14	69,43	75,13	3,64	8,19	13,51

Com estes resultados, os autores puderam averiguar que ambas as resistências têm um resultado positivo com a adição de OG e que a adição com melhores resultados é a de 0,03%, tendo aumentos de 32,5% e 65,5% na compressão e flexão, respetivamente, quando comparados aos resultados da amostra de controle. E vale ressaltar que a resistência à flexão é amplamente mais beneficiada do que a resistência à compressão.

E a razão pela qual a adição de 0,03% é a que possui melhores resultados pode ser explicada pela formação de uma estrutura mais densa devido aos cristais tipo flor gerados, Figura 18 (d), onde pode-se verificar que há maiores cristais e estes preenchem a depressão, garantindo assim, uma função reparadora (S. H. Lv et al. 2016).

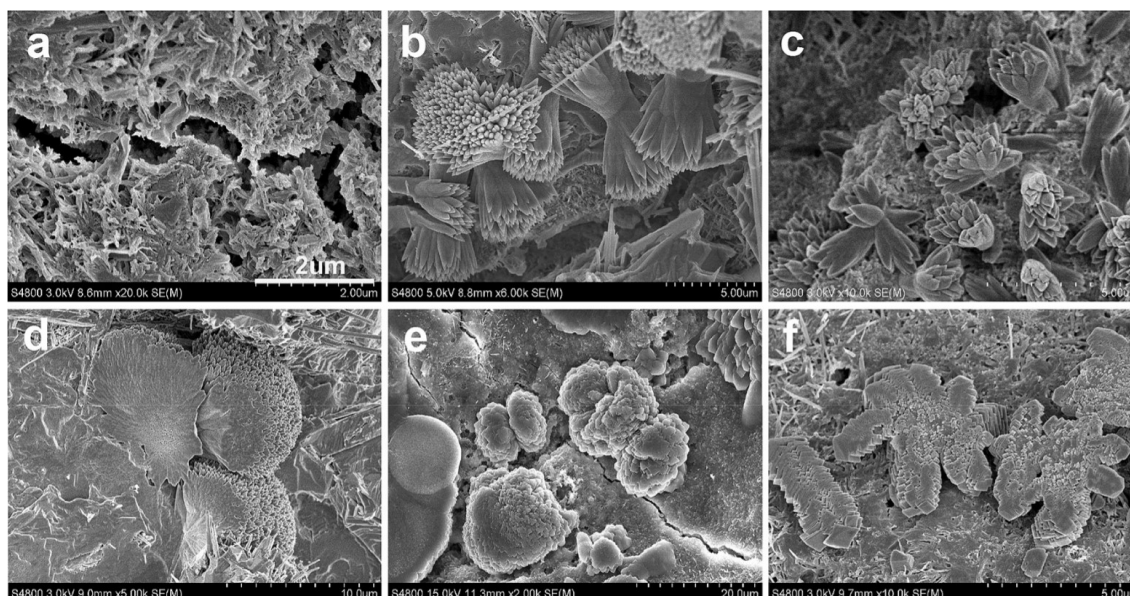


Figura 18 - Efeito da dosagem de OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 28 dias de cura (S. H. Lv et al. 2016).

Ao analisar as propriedades mecânicas da pasta de cimento com adição do composto PC/OG, os autores obtiveram os resultados descritos na Tabela 3.8. E relataram que o composto pode gerar melhorias em ambas as resistências mecânicas. Como pode-se verificar na tabela, a dosagem do composto que obteve melhores resultados fora a de 0,15%, o qual obteve aumento na resistência à compressão e à flexão de 56,5% e 77,6% em relação à amostra de controle, respectivamente (S. H. Lv et al. 2016).

Tabela 3.8 – Resistências à flexão e compressão da pasta de cimento com diferentes dosagens de PC/OG (S. H. Lv et al. 2016).

Dosagem de PC/OG (%) - (%PC/%OG)	Dosagem de PC (%)	Compressão (Mpa)			Flexão (Mpa)		
		3 dias	7 dias	28 dias	3 dias	7 dias	28 dias
0,18 (0,18/0,00)	0	26,34	45,32	57,36	3,11	6,82	8,31
0,075 (0,065/0,01)	0,12	29,62	63,51	75,73	3,72	8,46	11,71
0,15 (0,13/0,02)	0,06	37,65	75,55	89,78	4,86	10,62	14,76
0,22 (0,195/0,03)	0	37,62	75,61	89,64	4,85	10,61	14,75

Os resultados da Tabela 3.8 ao serem comparados com os resultados da Tabela 3.7, nos mostram que o composto copolímero gera melhores resultados e com dosagens menores do que ao utilizar a mistura simples de OG e PC.

Quanto aos efeitos na microestrutura da pasta de cimento com a adição do composto PC/OG, temos a Figura 19, onde as imagens *a* e *d* têm a dosagem de 0,01% de OG no

composto PC/OG, as imagens *b* e *e* têm 0,02% e as imagens *c* e *f* têm 0,03%. Sendo as imagens *a*, *b* e *c* aos 7 dias de pega e as imagens *d*, *e* e *f* aos 28 dias de pega (S. H. Lv et al. 2016).

Nas imagens *a* e *d* podemos verificar que aos 7 dias são formados cristais do tipo flor com uma distribuição uniforme e que aos 28 dias tendem a se tornar mais compactas. Nas imagens *b* e *e*, há a formação de uma rede entrelaçada formada por cristais tipo poliedros e tipo bastão aos 7 dias, com uma estrutura mais densa aos 28 dias. E as imagens *c* e *f* mostram uma estrutura densa com apenas cristais do tipo poliedro aos 7 dias e aos 28 dias proporciona uma agregação completa de cristais poliédricos (S. H. Lv et al. 2016).

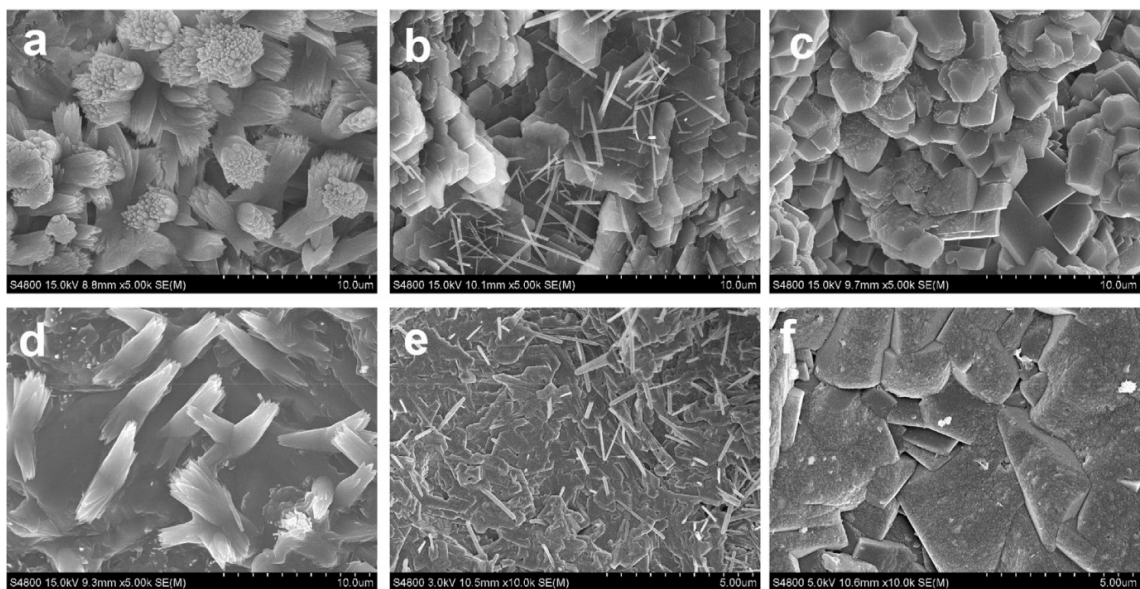


Figura 19 - Efeito da dosagem do composto PC/OG em imagens SEM das amostras da pasta de cimento após 7 (*a - c*) e 28 (*d - f*) dias de pega (S. H. Lv et al. 2016).

Estes resultados indicam que as pastas de cimento com OG do composto PC/OG formam uma microestrutura compacta e ordenada e que os cristais de hidratação do cimento podem ser controlados pela adição de OG. Isto mostra que o composto PC/OG faz a reparação da microestrutura não deixando buracos e rachaduras e acabam por melhorar significativamente os efeitos de reforço e tenacidade (S. H. Lv et al. 2016).

Portanto, os autores puderam concluir que a adição de OG na pasta de cimento gera resultados positivos. Porém, o composto PC/OG chegou a resultados ainda melhores para as resistências à flexão e compressão, e utilizando a adição de 0,15% do composto PC/OG, que tem apenas 0,02% de OG em sua composição. Para a resistência à compressão, a adição de 0,03% de OG gerou uma taxa de aumento de 32,5%, enquanto a

adição de 0,15% de PC/OG gerou 56,5%, ambos aos 28 dias (Figura 20). Enquanto para a resistência à flexão, o OG obteve uma taxa de aumento de 65,5% e o PC/OG obteve 77,6% também aos 28 dias de pega (Figura 21).

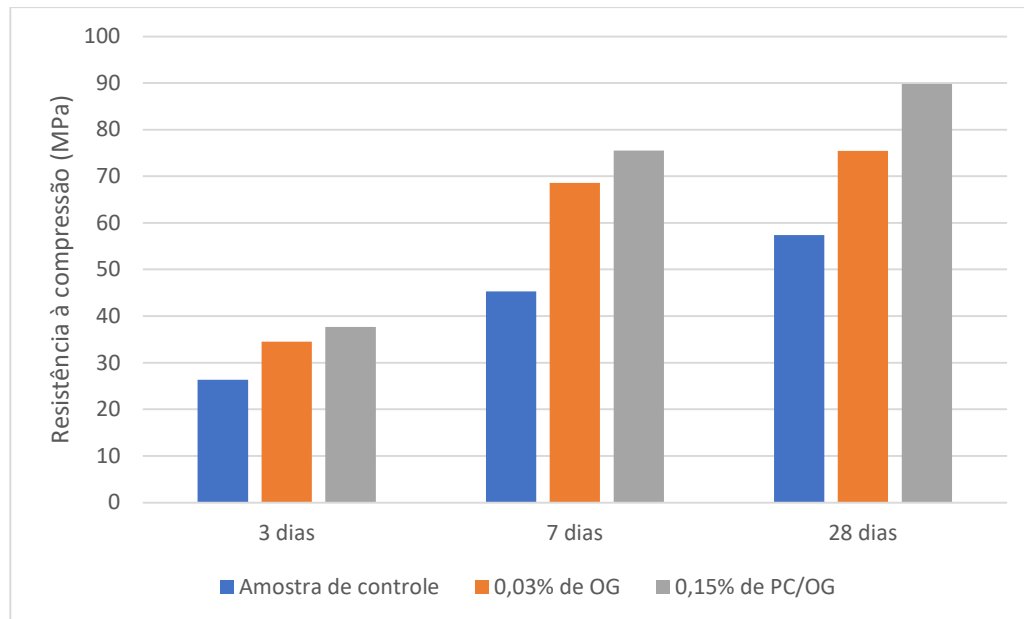


Figura 20 – Comparação dos melhores resultados da resistência à compressão das adições de OG e de PC/OG com a amostra de controle aos 3, 7 e 28 dias de cura (S. H. Lv et al. 2016).

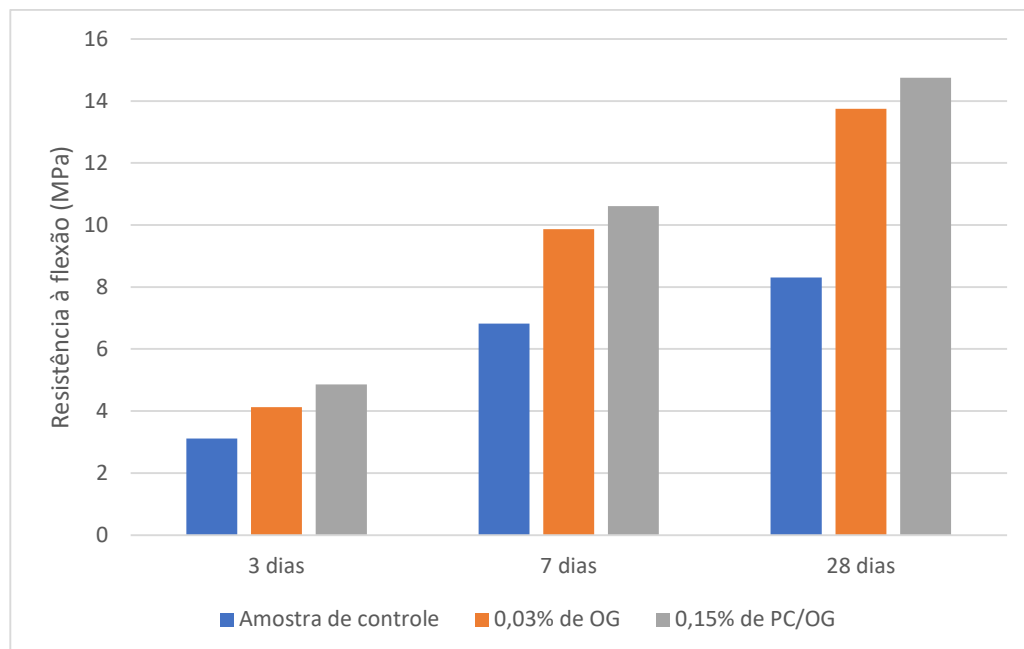


Figura 21 – Comparação dos melhores resultados da resistência à flexão das adições de OG e de PC/OG com a amostra de controle aos 3, 7 e 28 dias de cura (S. H. Lv et al. 2016).

Sun et al. (2020) analisaram as resistências mecânicas à flexão e à compressão da argamassa com adição de diferentes proporções de OG e GR. Podendo assim, verificar a utilização somente do GR, como só do OG e com os dois componentes juntos. Na Tabela 3.9 estão descritos os resultados e respectivas taxas de aumento em relação à amostra de controle (OG:GR = 0:0) aos 28 dias de cura.

Ao analisar os resultados das amostras contendo apenas OG (OG:GR = 1:0) ou GR (OG:GR = 0:1) pode-se verificar que ambos possuem aumento nas resistências em relação à amostra de controle. A amostra com somente OG apresentou uma taxa de aumento de 6,25% em relação à resistência à flexão e 13,23% para a resistência à compressão. Já a amostra contendo apenas GR obteve resultados maiores para as resistências à flexão e compressão de 22,19% e 14,89%, respectivamente. Indicando que GR possui uma melhor propriedade para reforçar a argamassa (Sun et al., 2020).

Quando é analisada a utilização do híbrido OG/GR, temos resultados ainda melhores para ambas as resistências mecânicas. A amostra OG:GR = 1:1 foi a que obteve os valores máximos, tendo taxas de aumento para as resistências à flexão e a compressão de 30,73% e 19,50%, respectivamente (Sun et al., 2020).

Apesar da amostra OG:GR = 1:1 ser a que contém melhores resultados, ainda é interessante notar os resultados das amostras com proporções 3:1 e 1:3 de OG:GR, pois indica que pode-se controlar o aumento de cada resistência mecânica através do uso maior ou não de cada componente (Sun et al., 2020).

A amostra OG:GR = 3:1 indica melhores resultados para a resistência a compressão. Enquanto a amostra OG:GR = 1:3 indica gerar melhores resultados para a resistência à flexão. Concluindo assim, que o híbrido com maior quantidade de OG gera melhores resultados para a compressão e o híbrido com maior quantidade de GR gera melhores resultados para a flexão da argamassa (Sun et al., 2020).

Tabela 3.9 – Resistências à flexão e compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura (Sun et al., 2020).

OG:GR	Flexão (Mpa)/Taxa de aumento (%)	Compressão (Mpa)/Taxa de aumento (%)
0:0	9,60 / 0	56,40 / 0
1:0	10,20 / 6,25	63,30 / 12,23
3:1	11,29 / 17,69	66,40 / 17,73
1:1	12,55 / 30,73	67,40 / 19,50
1:3	11,82 / 23,13	65,20 / 15,60
0:1	11,73 / 22,19	64,8 / 14,89

Na busca de apresentar razões dos resultados obtidos na Tabela 3.9, Sun et al. (2020) investigaram a dispersão, o grau de hidratação e a porosidade das amostras. Para analisar o grau de dispersão das amostras com proporções conforme a Tabela 2.8, tem-se a Figura 22.

Ao analisar as amostras logo após a agitação (0 h), percebe-se que todas as amostras possuem uma boa dispersão, já que todos apresentam uma coloração uniforme. Mas quando se analisa após 24 horas de descanso, é possível perceber que a amostra 1:0 que contém apenas OG é a que apresenta uma melhor dispersão. Em contrapartida, a amostra com maior proporção de GR é a que possui pior dispersão. E as amostras com proporções possuem uma melhoria de acordo com a quantidade de OG na amostra. O que indica que OG melhora efetivamente a dispersão de GR em água (Sun et al., 2020).

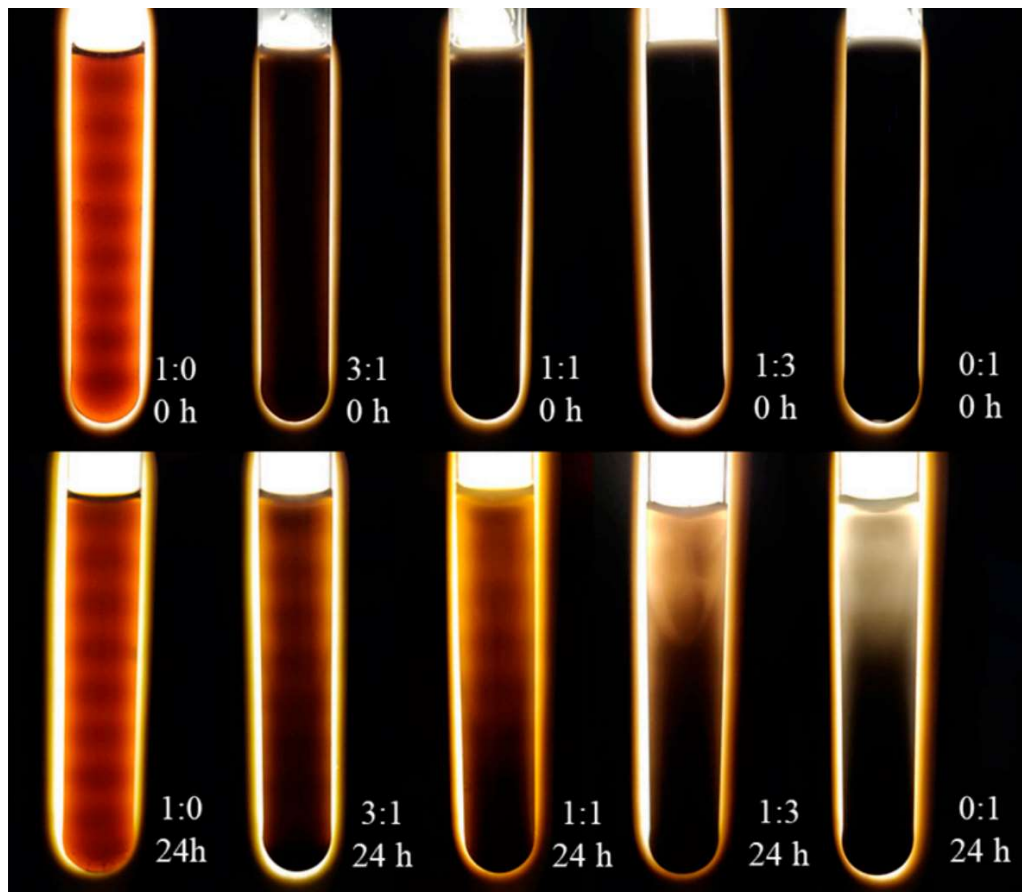


Figura 22 – Dispersão das amostras com agitação e com descanso de 24 horas (Sun et al., 2020).

Para analisar a influência do híbrido OG/GR na hidratação precoce do cimento, foi medido o calor liberado das amostras durante 32 horas de hidratação. Na Figura 23, pode-se observar que a posição do pico exotérmico variou bruscamente nas amostras contendo os componentes sozinhos, enquanto os híbridos mantiveram resultados similares à amostra de controle (Sun et al., 2020).

A amostra com apenas GR apresenta o pico exotérmico primeiro que as restantes. E a amostra com apenas OG apresenta o pico exotérmico por último e com 5 horas de atraso. Ou seja, GR tende a aumentar a hidratação precoce do cimento e o OG retarda o processo (Sun et al., 2020).

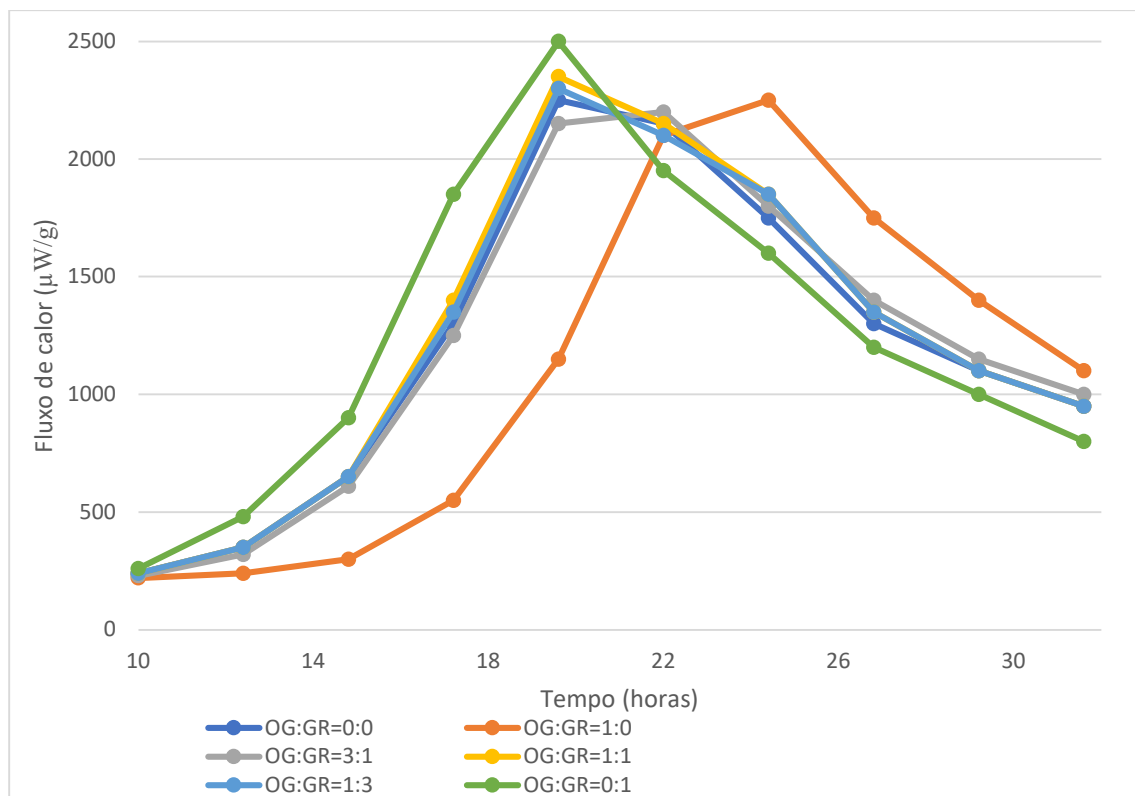


Figura 23 – Fluxo de calor das amostras de argamassa com híbrido OG/GR (Sun et al., 2020).

A porosidade também foi analisada por Sun et al. (2020) e os resultados obtidos estão na Tabela 3.10. Analisando os resultados, pode-se verificar que, em comparação com a amostra de controle, a amostra com o híbrido OG/GR obteve uma significativa melhora na porosidade total com a redução de 50,83%, o diâmetro médio com redução de 50,33% e a proporção de poros menores que 50 nm obteve aumento de 155,79%. Portanto, a melhoria gerada pelo híbrido OG/GR na resistência à compressão da argamassa pode ser explicada por estes resultados.

Tabela 3.10 – Distribuição do tamanho dos poros da argamassa com adição de OG/GR (Sun et al., 2020).

OG/GR	Porosidade (%)	Diâmetro médio dos poros (nm)	Proporção de poros menores que 50 nm (%)
0:0	16,78	119,15	15,54
1:0	10,35	59,18	36,83
3:1	8,31	61,80	36,86
1:1	8,25	64,52	39,75
1:3	10,33	60,19	38,9
0:1	10,56	70,38	32,51

Os objetivos dessa pesquisa foram verificar a dispersão de GR com a incorporação do OG e melhorar as propriedades mecânicas da argamassa. Após análise dos resultados, os autores puderam concluir que GR obteve uma melhor dispersão em água após o OG ser incorporado. A medida que foi aumentando a quantidade de OG no híbrido, foi-se obtendo melhores resultados, como pode ser verificado na Figura 24 e Figura 25 (Sun et al., 2020).

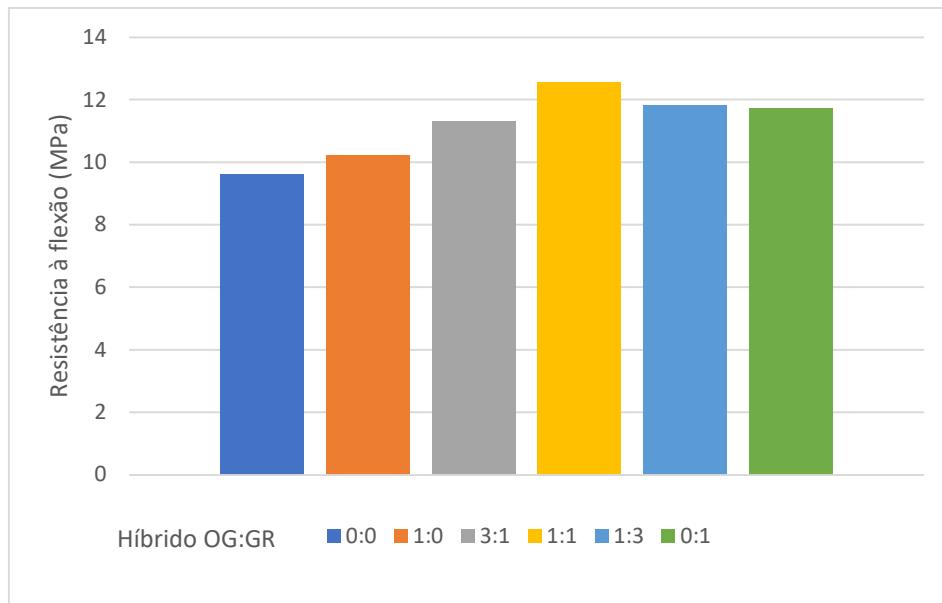


Figura 24 – Resultados da resistência à flexão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura (Sun et al., 2020).

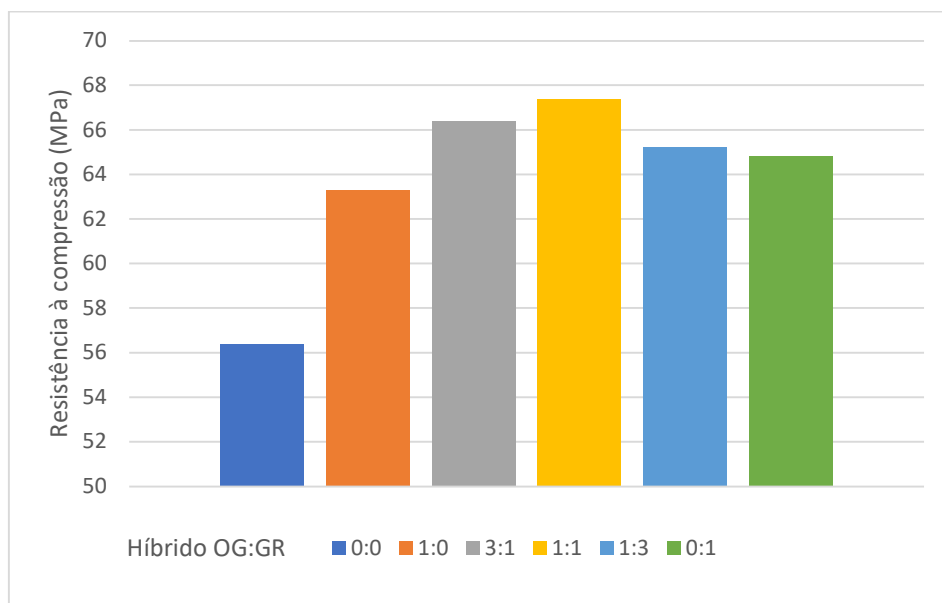


Figura 25 – Resultados da resistência à compressão da argamassa com diferentes dosagens de OG/GR aos 28 dias de cura (Sun et al., 2020).

Foi na proporção em que a adição de OG e GR é constante que os autores obtiveram os melhores resultados nas propriedades mecânicas, indicando que o aumento de OG foi essencial para a dispersão do GR. A confirmação disso é que a medida que foi diminuindo a proporção de GR no híbrido foi-se obtendo redução no desempenho. (Sun et al., 2020).

Abaixo, encontram-se resumos dos resultados das pastas de cimento e argamassas obtidos das campanhas analisadas neste trabalho. Os autores fizeram diversos tipos de análises, todas envolvendo a adição de OG, e foram:

- Entre apenas a percentagem de adição de OG;
- Entre pasta de cimento e argamassa;
- Entre adições de OG com diferentes dimensões;
- Entre OG e o composto PC/OG;
- E entre OG e o híbrido OG/GR.

Foram campanhas muito interessantes e de grande valia para este estudo, pois pelo fato de que foram abordagens completamente diferentes, qualquer semelhança nos resultados pode indicar que realmente a utilização de OG em materiais a base de cimento influencia de forma direta as suas propriedades.

As amostras que envolveram a pasta de cimento foram: Wang et al. (2015); S. Lv et al. (2014) "A"; S. Lv et al. (2014) "B"; S. Lv et al. (2014) "C"; S. H. Lv et al. (2016); e S. H. Lv et al. (2016) - PC/OG. As quais foram comparadas quanto as suas resistências à compressão e à flexão.

Na Figura 26 e na Figura 27, é apresentado o resumo dos resultados da resistência à compressão da pasta de cimento aos 28 dias de pega para as diferentes taxas de adição do OG. Ao comparar as campanhas, pode-se perceber que a campanha de S. H. Lv et al. (2016) com a utilização do composto PC/OG obteve resultados muito superiores em relação às demais pesquisas e utilizando menores adições de OG.

E como segunda melhor campanha referente à resistência à compressão da pasta de cimento, fora a campanha de S. Lv et al. (2014) com adição de OG com dimensões entre 72 nm e 3,4 nm, a menor dimensão utilizada em sua pesquisa.

Ao analisar estes gráficos de uma forma geral, pode-se perceber que nenhuma das campanhas obteve resultados negativos com a adição de OG na pasta de cimento e que a adição ótima de OG para a resistência a compressão varia entre 0,04% e 0,06%, pois é onde se obtém os melhores resultados da maioria das campanhas.

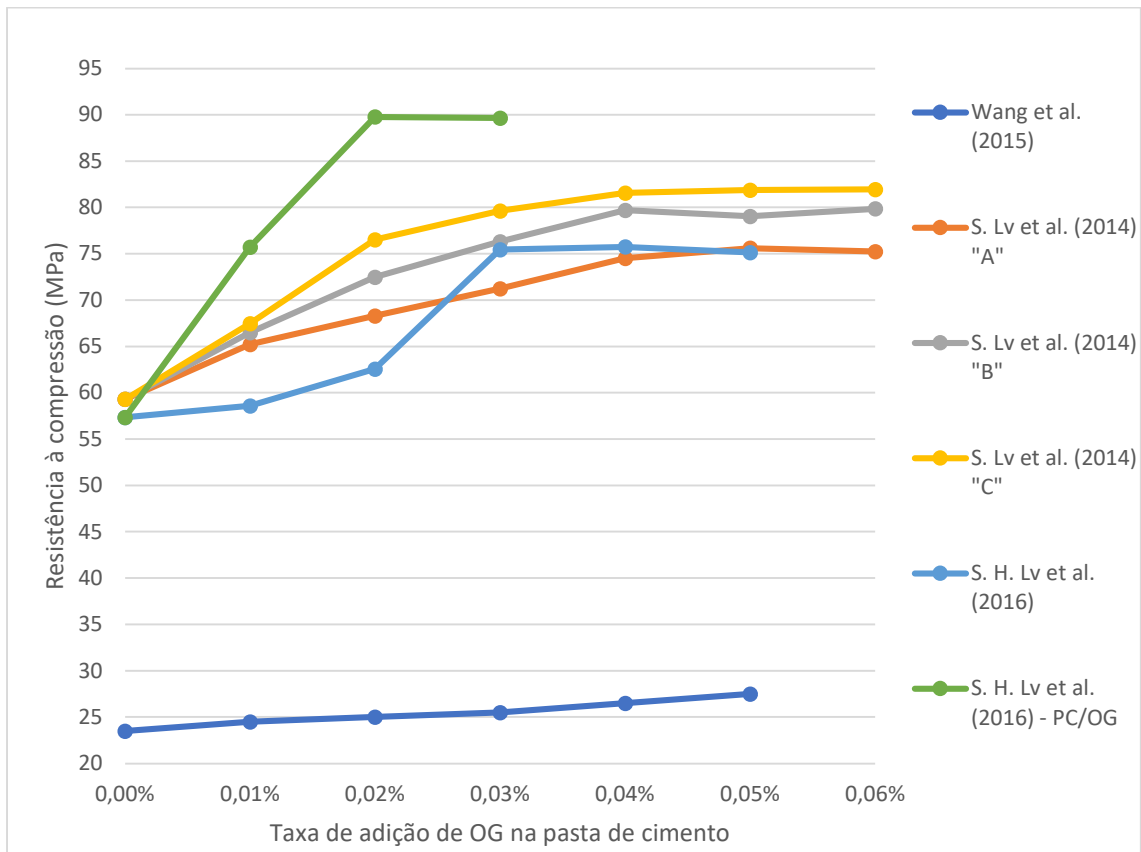


Figura 26 – Comparação dos resultados de resistência à compressão da pasta de cimento aos 28 dias de cura.

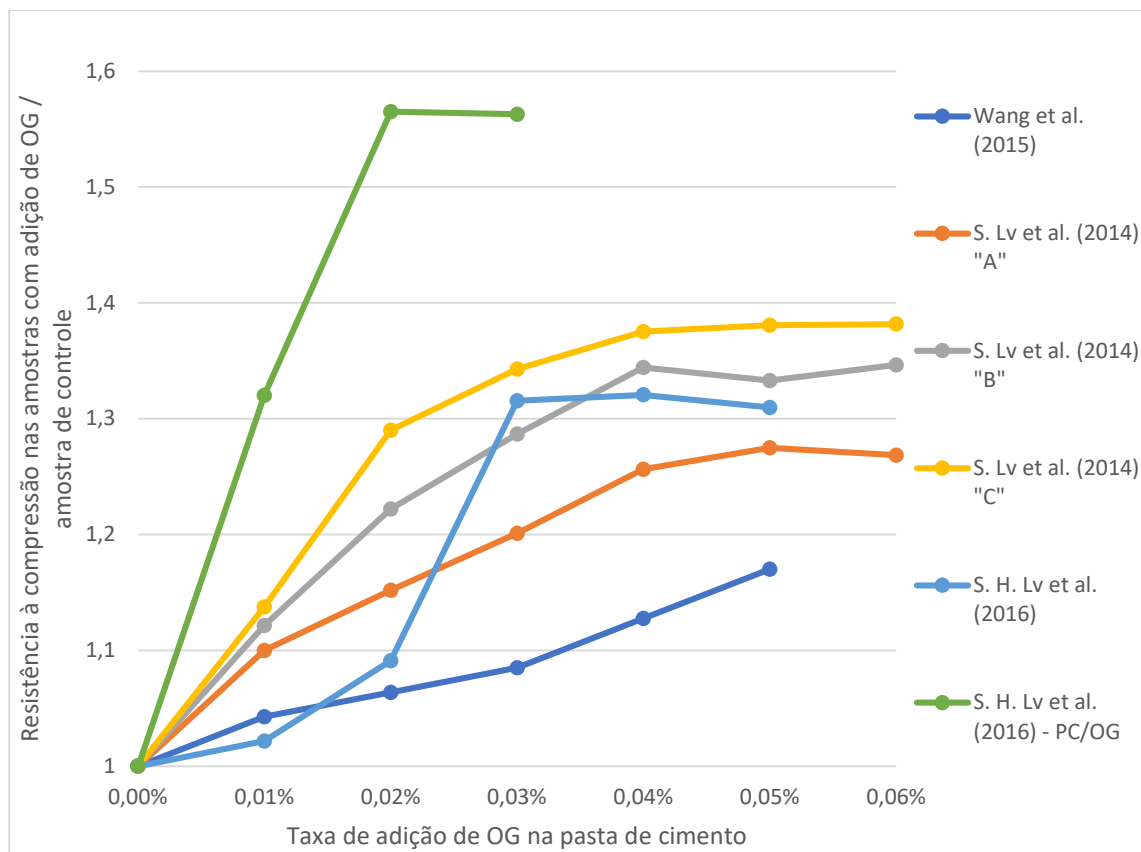


Figura 27 – Comparação da relação dos resultados de resistência à compressão da pasta de cimento com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.

Na Figura 28 e na Figura 29, está o resumo dos resultados da resistência à flexão da pasta de cimento aos 28 dias de pega obtidos dos diferentes autores. Ao compará-los, pode-se perceber que, assim como na resistência à compressão, a campanha de S. H. Lv et al. (2016) com o composto PC/OG foi a que obteve os melhores resultados e com menor utilização de OG.

E os melhores resultados das campanhas quanto à resistência à flexão da pasta de cimento são atingidos, em sua grande maioria, na adição de 0,03% de OG. E pode ser observado que a partir da adição de 0,04%, os resultados começam a regredir ou estabilizar.

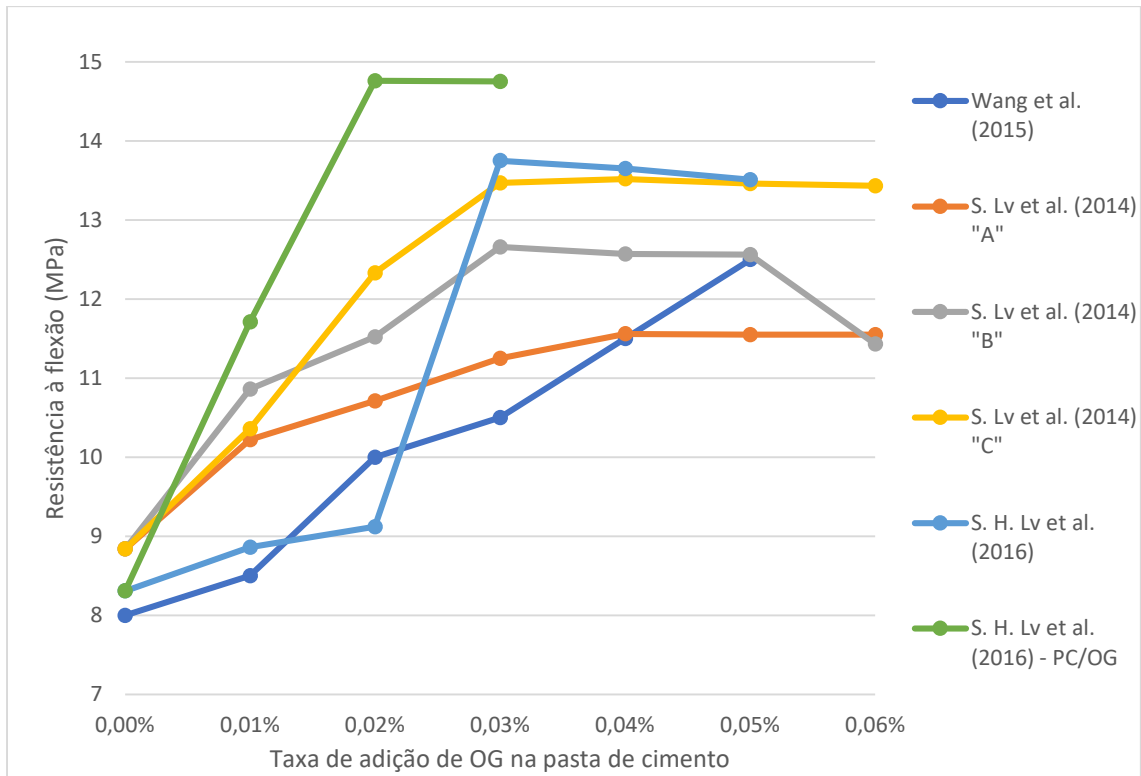


Figura 28 – Comparação dos resultados de resistência à flexão da pasta de cimento aos 28 dias de cura.

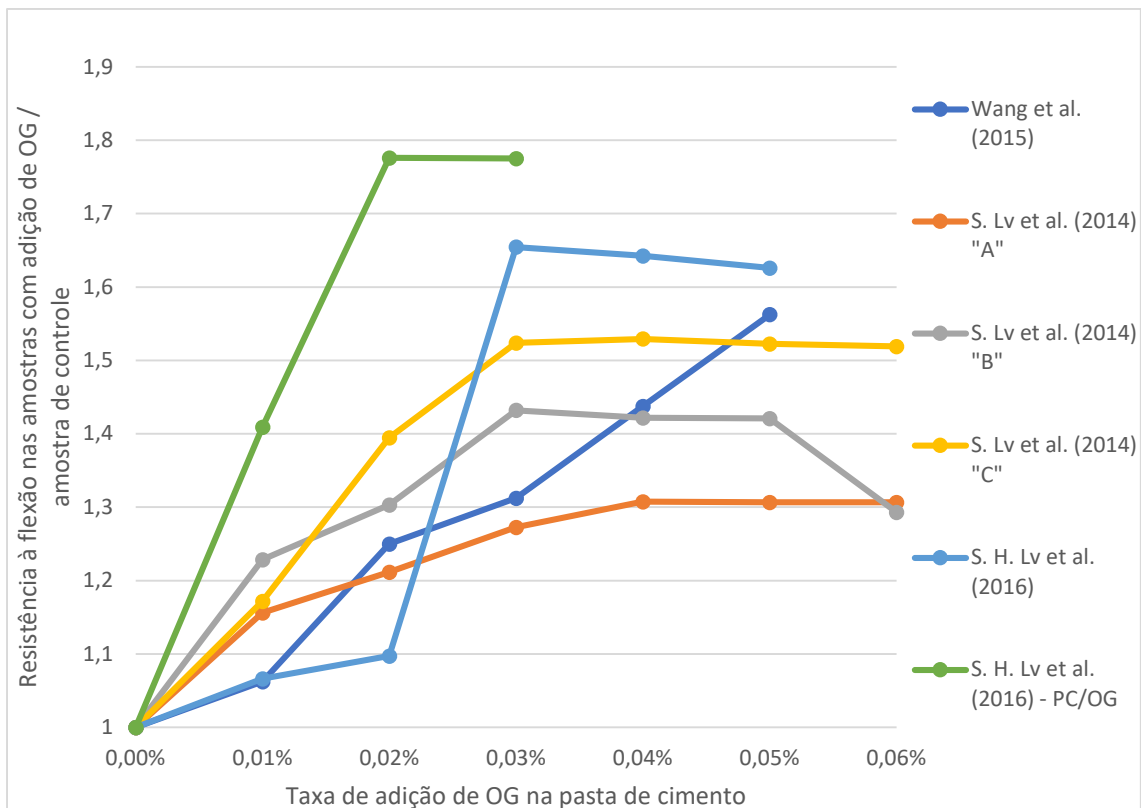


Figura 29 – Comparação da relação dos resultados de resistência à flexão da pasta de cimento com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.

Apenas 3 campanhas fizeram seus testes em argamassas e foram as campanhas de: Wang et al. (2015); Lv et al. (2013); e Sun et al. (2020). Onde foram analisadas as seguintes propriedades mecânicas: resistência à compressão, resistência à flexão e resistência à tração.

O resumo dos resultados da resistência à compressão na argamassa está expresso na Figura 30 e na Figura 31. O estudo de Sun et al. (2020) envolveu uma forma híbrida do óxido de grafeno e grafeno, porém não foi o estudo que obteve melhores resultados. Para a argamassa, Lv et al (2013) obteve melhores resultados com a adição apenas de OG. E pode-se perceber que, assim como na pasta de cimento, a resistência à compressão continua a melhorar em adições acima de 0,03%.

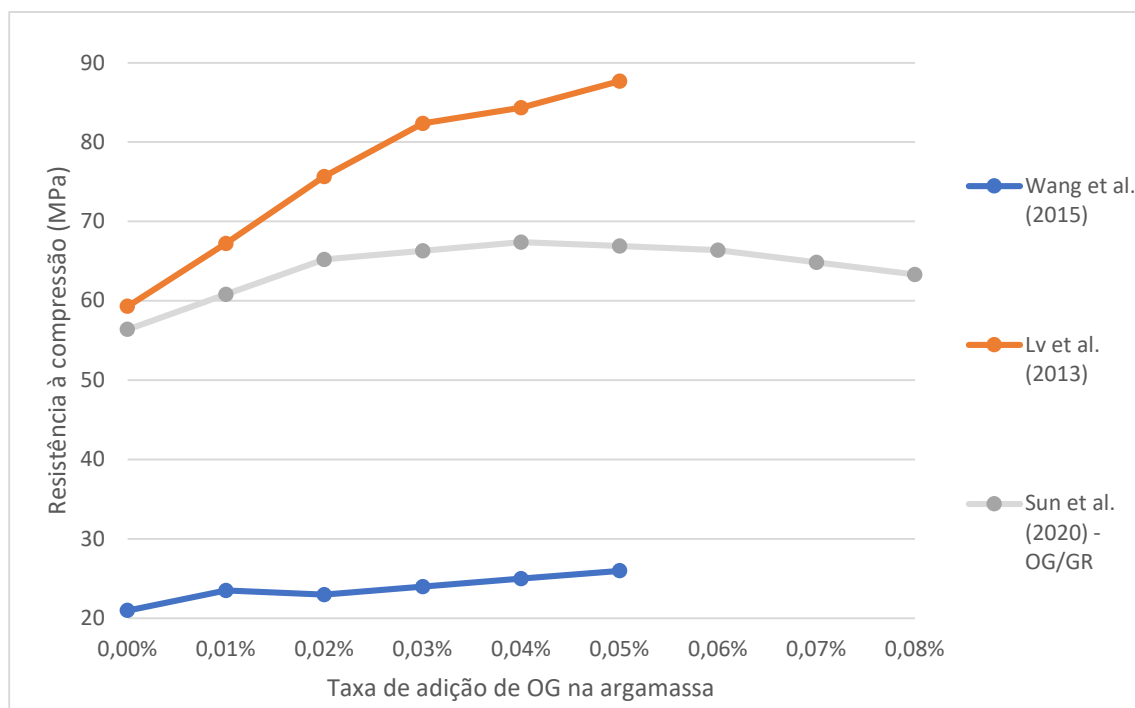


Figura 30 – Comparação dos resultados de resistência à compressão da argamassa aos 28 dias de cura.

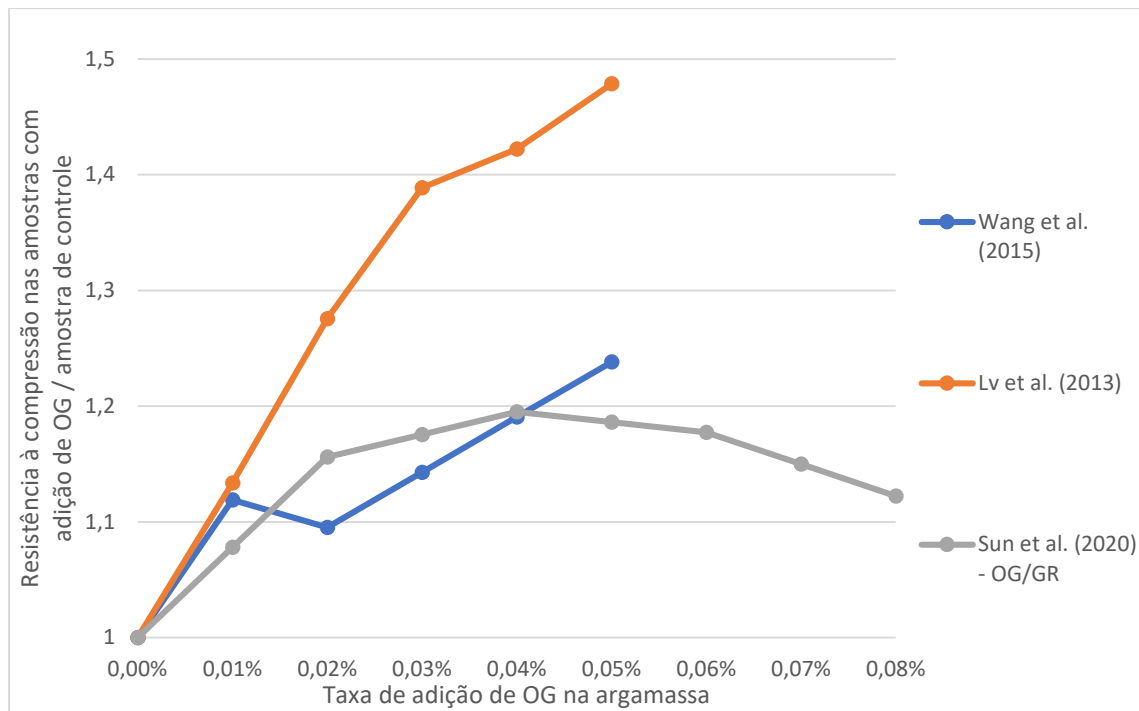


Figura 31 – Comparação da relação dos resultados de resistência à compressão da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.

Para a resistência à flexão das amostras de argamassa, expressa na Figura 32 e na Figura 33, pode-se perceber que Lv et al (2013) também obtém melhores resultados que a adição do híbrido OG/GR. E os gráficos indicam que a adição a partir de 0,04% de OG geram uma redução na resistência à flexão. Porém, em nenhum caso em questão em que tivemos adição de até 0,08% de OG, a adição de OG gerou resultados negativos.

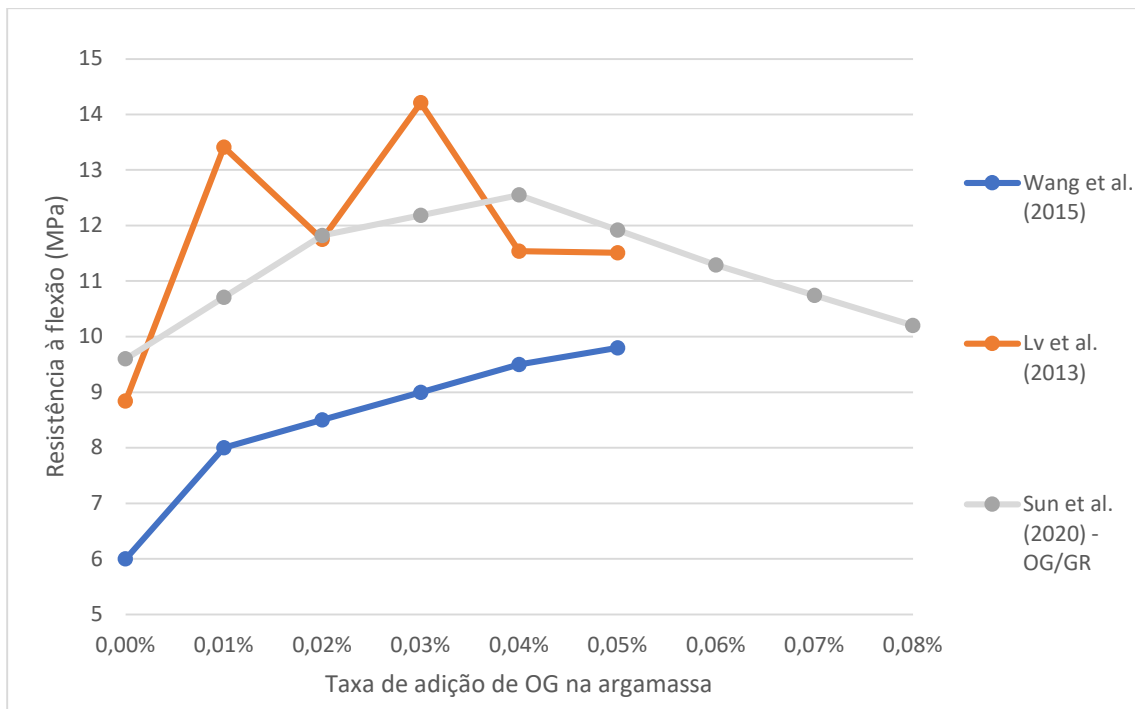


Figura 32 – Comparação dos resultados de resistência à flexão da argamassa aos 28 dias de cura.

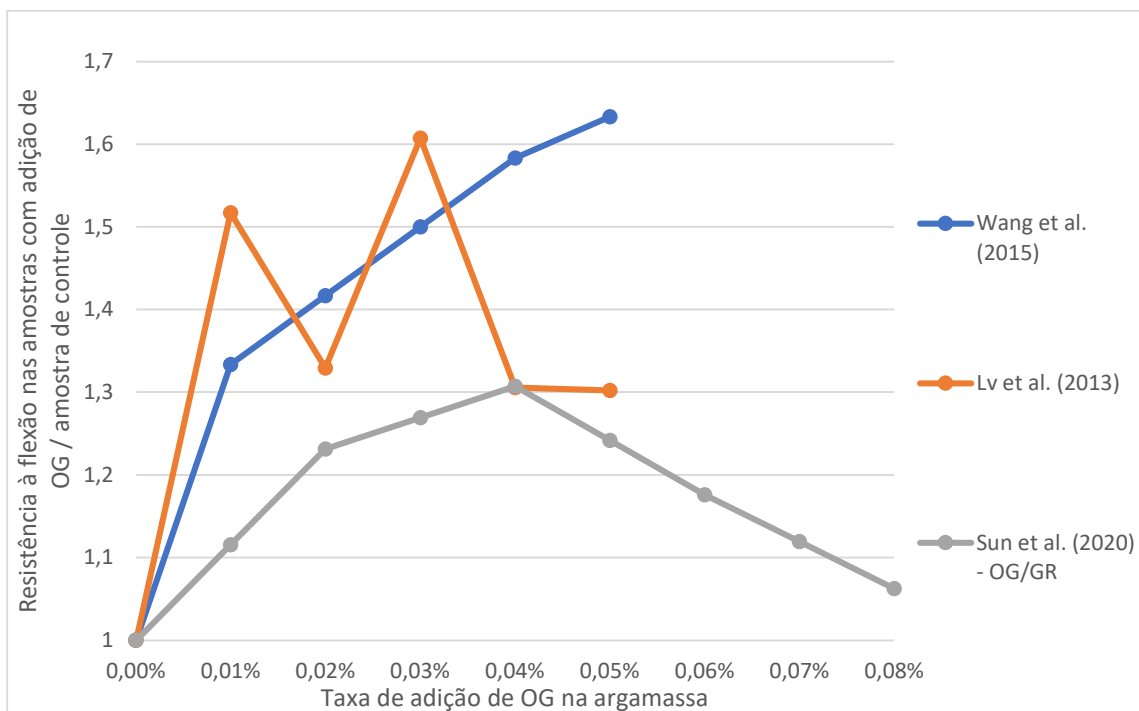


Figura 33 – Comparação da relação dos resultados de resistência à flexão da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.

Dentre as pesquisas selecionadas, apenas Lv et al. (2013) abordou a resistência à tração das amostras de argamassa com adição de OG. Onde, na Figura 34 e na Figura 35, pode-se perceber que a resistência à tração tem melhores resultados com a adição de 0,03% de OG e que a partir de 0,04% começa a obter uma redução brusca nos resultados. E este resultado indica que a forma como a adição de OG age na resistência à tração é similar à forma que age na resistência à flexão.

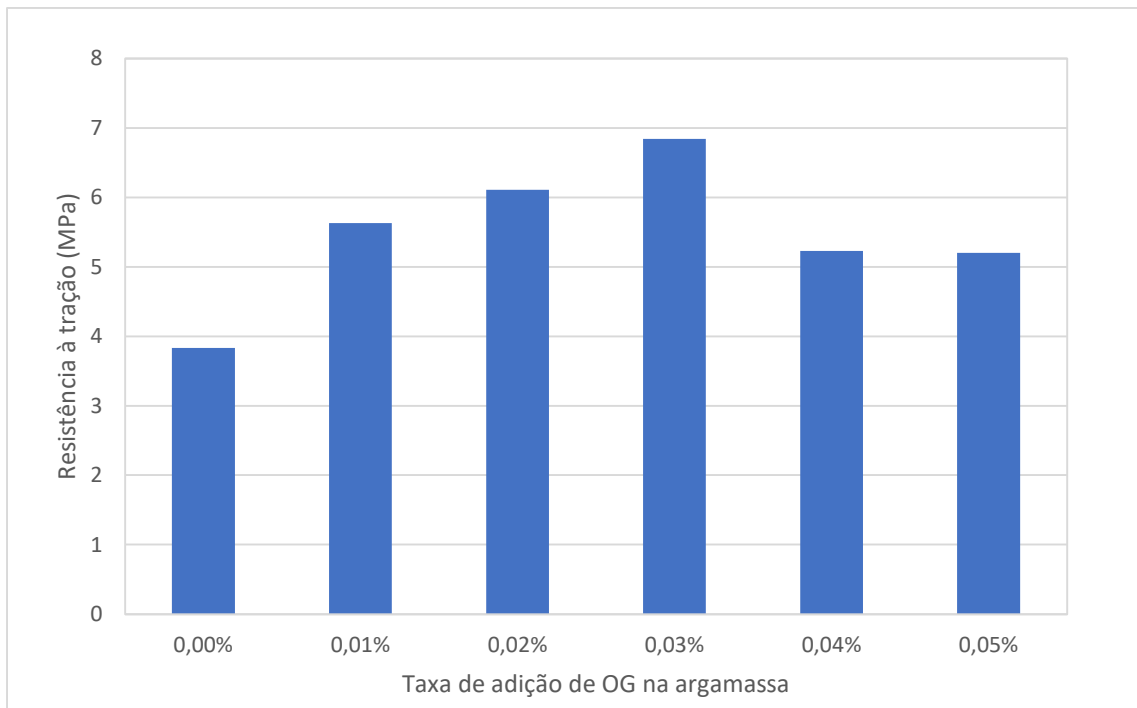


Figura 34 – Resultado da adição de OG na resistência à tração da argamassa aos 28 dias de cura.

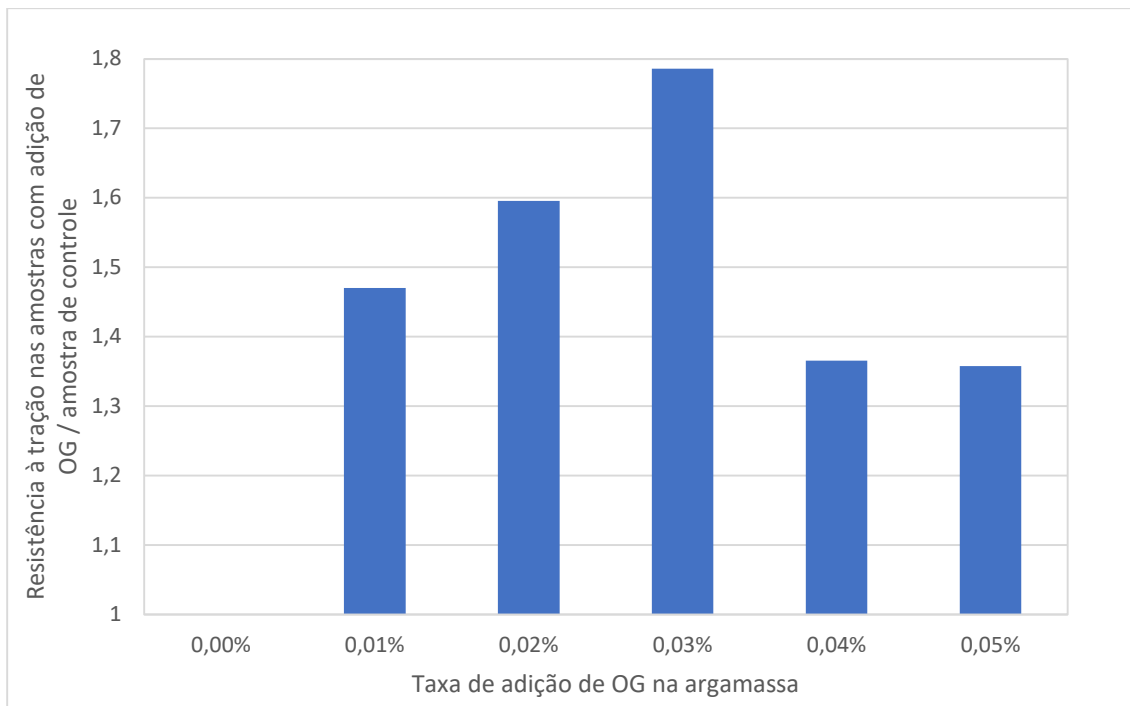


Figura 35 – Relação dos resultados de resistência à tração da argamassa com adição de OG e da amostra de controle aos 28 dias de cura.

A busca pela melhoria das propriedades de materiais à base de cimento é realizada todos os dias por inúmeros pesquisadores, pois esse ainda é um dos materiais mais utilizados na construção civil mundialmente. Materiais aditivos são, comumente, adicionados pelos pesquisadores em pastas de cimento e argamassas na tentativa de obter sucesso em suas campanhas experimentais.

Um material aditivo que vem obtendo sucesso há alguns anos é o óxido de grafeno, o qual é um nanomaterial considerado o mais forte já encontrado e que possui características, como: leve, resistente, condutor de calor e condutor de eletricidade. Sendo assim, pesquisadores fizeram diversos experimentos para analisar as propriedades advindas da adição de óxido de grafeno nos materiais à base de cimento.

E, através do estado da arte aqui realizado, é possível indicar algumas características positivas e negativas comuns em diferentes campanhas experimentais realizadas em pastas de cimento e argamassas com adição de OG. Assim como relatar quantidade de adição ótima do OG nas misturas de acordo com cada propriedade mecânica.

Para as propriedades no estado fresco, Wang et al. (2015) puderam averiguar que com o aumento da dosagem de OG, a fluidez da pasta de cimento diminui, a viscosidade

da pasta de cimento aumenta e o tempo de pega da pasta de cimento é encurtado. Porém, S. H. Lv et al. (2016) tendo conhecimento disso, foram além e criaram o composto PC/OG para que fosse possível vencer esses resultados negativos. E houve sucesso. Concluíram que é possível chegar a níveis semelhantes de fluidez à amostra de controle quando se adiciona 0,03% de PC a cada 0,01% de OG adicionado na mistura.

As propriedades mecânicas no estado endurecido analisadas foram as resistências à compressão, à flexão e à tração. No aspecto geral, essas propriedades apresentam resultados similares entre pastas de cimento e argamassas. Na resistência à flexão e à tração, pode-se concluir que a adição de 0,03% de OG na mistura seria a quantidade ideal, pois a grande maioria das pesquisas indicam que adições acima de 0,03%, estas resistências começam a ter redução nos resultados. Isso é devido ao fato de que até a adição de 0,03% há formação de cristais de hidratação do tipo flor, que são benéficos para as resistências à flexão e à tração.

Na resistência à compressão, ambos apresentam melhores resultados quando há adições iguais ou superiores a 0,04% de OG em sua mistura. Isso pode ser explicado pela forma dos cristais de hidratação do cimento ao reagirem com o OG. A maioria das pesquisas indicaram que quando se adiciona quantidades superiores a 0,03% de OG na mistura, gera-se cristais de hidratação do tipo poliedros e estes formam uma estrutura densa e compacta, que resulta em melhorias na resistência à compressão da amostra.

Dentre as pesquisas aqui analisadas, houve 3 estudos que foram além de somente adicionar o óxido de grafeno na mistura. A campanha de Sun et al. (2020) que criou uma forma híbrida do grafeno e óxido de grafeno, a qual não obteve resultados tão significativos para as propriedades mecânicas, mas obteve sucesso ao provar que o óxido de grafeno aumenta a dispersão do grafeno, gerando uma redução dos efeitos negativos que o grafeno apresentava quando adicionado sozinho.

Outra campanha interessante foi a de S. Lv et al. (2014), a qual analisou a adição de óxido de grafeno com diferentes dimensões e provou que quanto menor for a dimensão das nanofolhas de OG, melhores são os resultados. E, por fim, a campanha de S. H. Lv et al. (2016) que produziu um composto de OG com superplastificante policarboxilato e gerou resultados superiores à todas as outras pesquisas, além de conseguir regular a fluidez das amostras com OG a níveis similares à amostra de controle.

Portanto, os resultados desse estado da arte indicam que uma menor dosagem de OG geram cristais em forma de flor e melhoram a resistência à flexão, e que dosagens mais altas geram cristais em forma de poliedros, os quais melhoram a resistência à compressão. Indica também que a utilização de nanofolhas de OG com menores dimensões, geram melhores resultados. E que produzir compostos de OG com superplastificante pode ser a forma mais eficaz do uso do óxido de grafeno nos materiais à base de cimento.

4 CONCLUSÃO

O objetivo principal desta dissertação foi avaliar as propriedades mecânicas da adição de óxido de grafeno em argamassas e pastas de cimento através de pesquisas já realizadas. E, de acordo com as pesquisas aqui relatadas, podemos verificar que a adição do óxido de grafeno apresenta sempre melhorias consideráveis à resistência mecânica dos materiais à base de cimento.

Neste trabalho, foram escolhidas pesquisas com formas completamente diferentes da utilização do OG para que pudéssemos perceber se havia alguma forma que o OG não gerasse benefícios significativos às argamassas e pastas de cimento. Já que diversas pesquisas com apenas a adição do OG já indicam que este nanomaterial é extremamente benéfico à resistência mecânica. E, pudemos perceber que, mesmo em diferentes formas de utilização do OG nas misturas, este nanomaterial continua a apresentar resultados positivos e consistentes.

As desvantagens do OG que também já tínhamos conhecimento, como a redução da fluidez e trabalhabilidade da mistura, os trabalhos aqui citados já estão mostrando que há soluções como a adição do superplastificante de policarboxilato na mistura e até a utilizar a criação de um composto OG/PC para combater estas desvantagens.

E o que podemos perceber é que o grande impedimento na utilização do OG nas obras é a falta de produção desse material em grande escala. Tem de haver a busca para tornar sua produção menos morosa e mais barata. Já que as outras desvantagens até então, já possuem solução. Ou seja, a construção civil já provou que o OG tem grande valia para melhorias em produtos à base de cimento, os quais ainda são os materiais mais utilizados na construção mundial. Portanto, não é a aprovação do óxido de grafeno que deve ser a pauta da não utilização deste material na construção civil e sim a sua produção.

Para futuras pesquisas, indicamos o estudo experimental que envolva produzir 3 ou mais compostos de óxido de grafeno com superplastificante policarboxilato em que a diferença entre eles seria a dimensão das nanofolhas de OG. Seria um experimento baseado nas duas pesquisas que obtiveram melhores resultados nesta revisão bibliográfica e que pode apresentar a melhor forma de utilizar o óxido de grafeno nas argamassas e pastas de cimento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Bauer, L. A. F. (2012). *Materiais da construção (5ª)*. LTC.
- Henrique, P., & Marques, C. (2021). *Trabalho de Conclusão de Curso Curso de Graduação em Física Preparação de Complexos de Grafeno : Estudo da Fluorescência e Absorção Óptica UV-VIS Orientador Prof. Dr . Fábio Simões de Vicente Rio Claro – SP Instituto de Geociências e Ciências Exatas Camp.*
- Hofmeister, V. (2019). *Desenvolvimento de filmes finos de óxido de grafeno/ nanopartículas de ouro como promotores de adesão para a deposição de cobre em vidro*. Trabalho de diplomação, UFRGS.
- Kaur, R., Kothiyal, N. C., & Arora, H. (2020). Studies on combined effect of superplasticizer modified graphene oxide and carbon nanotubes on the physico-mechanical strength and electrical resistivity of fly ash blended cement mortar. *Journal of Building Engineering*, 30(November 2019), 101304. <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101304>
- Liu, Q., Xu, Q., Yu, Q., Gao, R., & Tong, T. (2016). Experimental investigation on mechanical and piezoresistive properties of cementitious materials containing graphene and graphene oxide nanoplatelets. *Construction and Building Materials*, 127, 565–576. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.10.024>
- Lv, S. H., Deng, L. J., Yang, W. Q., Zhou, Q. F., & Cui, Y. Y. (2016). Fabrication of polycarboxylate/graphene oxide nanosheet composites by copolymerization for reinforcing and toughening cement composites. *Cement and Concrete Composites*, 66, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.11.007>
- Lv, S., Liu, J., Sun, T., Ma, Y., & Zhou, Q. (2014). Effect of GO nanosheets on shapes of cement hydration crystals and their formation process. *Construction and Building Materials*, 64, 231–239. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.061>
- Lv, S., Ma, Y., Qiu, C., Sun, T., Liu, J., & Zhou, Q. (2013). Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites. *Construction and Building Materials*, 49, 121–127. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.022>
- Miguel, F., & Steinmann, E. (2015). *Influência da adição de óxido de grafeno em produtos de acabamento de cal para revestimento de paredes*. Trabalho final de mestrado, FCT.
- Sun, H., Ling, L., Ren, Z., Memon, S. A., & Xing, F. (2020). Effect of graphene oxide/graphene hybrid on mechanical properties of cement mortar and mechanism investigation.

Nanomaterials, 10(1). <https://doi.org/10.3390/nano10010113>

Wang, Q., Wang, J., Lu, C. X., Liu, B. W., Zhang, K., & Li, C. Z. (2015). Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement. *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials*, 30(4), 349–356. [https://doi.org/10.1016/s1872-5805\(15\)60194-9](https://doi.org/10.1016/s1872-5805(15)60194-9)