UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

LUISA DE OLIVEIRA VERÇOSA

EFEITOS DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM ARGAMASSAS DE REPARO ESTRUTURAL SUBMETIDAS À CARBONATAÇÃO

BELO HORIZONTE 2022

LUISA DE OLIVEIRA VERÇOSA

EFEITOS DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM ARGAMASSAS DE REPARO ESTRUTURAL SUBMETIDAS À CARBONATAÇÃO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Materiais de Construção Civil da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais como parte dos requisitos para a obtenção do título de "Mestra em Construção Civil".

Orientadora: Professora Doutora Adriana Guerra Gumieri Coorientador: Professor Doutor José Marcio Fonseca Calixto

> Belo Horizonte 2022

Verçosa, Luisa de Oliveira. V482e Efeitos da adição de óxido de grafeno em argamassas de reparo estrutural submetidas à carbonatação [recurso eletrônico] / Luisa de Oliveira Verçosa. - 2022. 1 recurso online (129 f. : il., color.) : pdf. Orientadora: Adriana Guerra Gumieri. Coorientador: José Marcio Fonseca Calixto. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. Apêndices: f. 100-129. Bibliografia: f. 92-99. Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader. 1. Construção civil - Teses. 2. Materiais de construção - Teses. 3. Óxido de grafeno - Teses. 4. Nanomateriais - Teses. 5. Argamassa -Teses. 6. Carbonatação - Teses. 7. Propriedades mecânicas - Teses. I. Gumieri, Adriana Guerra. II. Calixto, José Marcio Fonseca, 1957-. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título. CDU: 691(043)

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Roseli Alves de Oliveira CRB/6 2121 Biblioteca Prof. Mário Werneck, Escola de Engenharia da UFMG



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CONSTRUÇÃO CIVIL



FOLHA DE APROVAÇÃO

Efeitos da Adição de Óxido de Grafeno em Argamassas de Reparo Estrutural Submetidas à Carbonatação

LUÍSA DE OLIVEIRA VERÇOSA

Dissertação submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em CONSTRUÇÃO CIVIL, como requisito para obtenção do grau de Mestre em CONSTRUÇÃO CIVIL, área de concentração TECNOLOGIA NA CONSTRUÇÃO CIVIL.

Aprovada em 21 de dezembro de 2022, pela banca constituída pelos membros:

Adriana Guerra Gumieri Digitali yignet by Adriana Guerra Guerra Gumieri Digitali yignet by Adriana Guerra Guerra G

Prof(a). Adriana Guerra Gumieri - Orientador UFMG

Prof(a). José Márcio Fonseca Calixto Universidade Federal de Minas Gerais/CTNANO

Prof(a). Fernando do Couto Rosa Almeida Universidade Federal de Minas Gerais

Prof(a). Tarcizo da Cruz Costa de Souza Gerdau Graphene

Belo Horizonte, 21 de dezembro de 2022.

AGRADECIMENTOS

À orientadora desta pesquisa, Professora Adriana Guerra Gumieri, pela disponibilidade, prontidão em ajudar, dedicação e paciência, sempre me auxiliando e me incentivando.

Ao coorientador deste trabalho, Professor José Márcio Calixto, pelas observações, correções e contribuições essenciais para o desenvolvimento desta pesquisa.

Ao Doutor Tarcizo Souza, pelas contribuições intelectuais e pela grande ajuda na execução dos procedimentos de laboratório, juntamente com o pessoal do CTNano.

Aos funcionários atuantes nos laboratórios de Cimento e de Minas e Metalurgia da UFMG, pela boa vontade em ajudar na preparação dos materiais.

À colega de pesquisa Izabella Fernandes, por acompanhar o procedimento experimental e me auxiliar em todas as etapas com muita dedicação.

Aos demais professores da UFMG que tiveram sua passagem neste trabalho, seja com contribuições intelectuais, composição da banca ou ajuda nos procedimentos laboratoriais.

À Intercement pelo patrocínio e fornecimento do cimento, contribuindo com o desenvolvimento tecnológico.

À FAPEMIG pela bolsa concedida e pelo incentivo ao desenvolvimento científico.

À minha família, sobretudo à minha mãe, pelo apoio constante e incondicional, sempre me ensinando a valorizar a educação e buscar aprender mais a cada dia.

RESUMO

O grafeno e seus derivados têm se mostrado promissores no aprimoramento de compósitos cimentícios. Dentre esses derivados, destaca-se o óxido de grafeno (OG), com sua grande área superficial específica, resistência mecânica e boa estabilidade química. Misturado ao Cimento Portland, suas folhas podem contribuir fisicamente para uma maior resistência mecânica do compósito final. Além disso, segundo a literatura específica, o OG mostrou-se capaz de influenciar na hidratação do cimento, atuando como nucleador de produtos de hidratação e refinando a estrutura de poros do cimento hidratado. Essas características são muito desejáveis em um material de reparo estrutural, uma vez que a redução da penetração de agentes agressivos na matriz cimentícia evita sua carbonatação e o desencadeamento do processo de corrosão das armaduras. Neste trabalho, foi estudado o efeito do OG em argamassas de reparo estrutural (graute) submetidas à carbonatação. O graute foi desenvolvido com cimento Portland, pó de pedra, areia e OG em 3 concentrações (0,00 %, 0,03 % e 0,10 % em relação à massa de cimento). Foram realizados ensaios de trabalhabilidade pela consistência flow table no estado fresco, ensaios de resistência mecânica à compressão e à tração por compressão diametral bem como a análise do avanço da frente de carbonatação, em processo de carbonatação acelerada. Verificou-se que a argamassa contendo 0,03 % de OG em relação à massa de cimento apresentou os melhores resultados de resistência à tração e de profundidade de carbonatação. Notou-se, também, dificuldade na moldagem homogênea das amostras com adição de OG no teor de 0,1 %, resultando em uma redução na resistência à compressão dos corpos de prova e em uma maior variabilidade de resultados dos mesmos. Desta maneira, considerando os resultados positivos dos ensaios, entende-se que o óxido de grafeno é um material promissor e que pode contribuir para o aprimoramento de materiais cimentícios.

PALAVRAS-CHAVE: Oxido de grafeno. Nanomateriais. Argamassa de reparo estrutural. Carbonatação. Grautes. Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Graphene and its derivatives have shown great results in the improvement of cementitious composites. Graphene oxide (GO) stands out among these derivatives, with its large specific surface area, high mechanical strength, and good chemical stability. Mixed with Portland Cement, its layers physically can contribute to a greater mechanical strength of the final composite. In addition, according to specific literature, GO can influence the cement hydration process, acting like a nucleator of the cement hydration products and refining the pore structure of the hydrated cement. These characteristics are very desirable in a structural repair material for reinforced concrete since the reduction of the penetration of aggressive agents in the cementitious matrix avoids its carbonation and, therefore, the triggering of the corrosion process of the steel bars. This work studied the effect of GO in structural repair mortars (grout) subjected to carbonation. The grout was developed with Portland Cement, stone powder, sand and GO at three different rates (0.00 %, 0.03 %, and 0.10 % to the cement mass). Workability tests in the fresh state (using a flow table) were carried out. The tensile and compressive strength of the material in the hardened state and the advance of the carbonation front, in an accelerated carbonation process, were also evaluated. It was verified that the mortar with 0.03% of GO presented the best results in terms of tensile strength and carbonation depth. It was also noted difficulty in the homogeneous molding of the samples with the addition of OG in the content of 0.1 %, resulting in a reduction in their compressive strength and greater variability of their results. Thus, considering the positive results of the tests, it is understood that graphene oxide is a promising material that can contribute to the improvement of cementitious materials.

KEYWORDS: Graphene oxide. Nanomaterials. Structural repair. Carbonation. Grouts. Mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura molecular do grafeno e seus derivados (grafite, fulereno e nanotubo de
carbono)
Figura 2 - Nanomateriais à base de carbono25
Figura 3 - Estrutura do óxido de grafeno com seus grupos funcionais contendo oxigênio 26
Figura 4 - Morfologia do OG com (a) 20 % de teor de oxigênio e (b) 33 % de teor de oxigênio.
Os átomos de carbono, hidrogênio e oxigênio são cinzas, brancos e vermelhos,
respectivamente
Figura 5 - Efeito do óxido de grafeno na aproximação das partículas de cimento
Figura 6 – Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do
cimento, aos 28 dias, na escala de 1,0 μ m. Formação de matriz densa de C-S-H34
Figura 7 - Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do
cimento, aos 28 dias, na escala de 200,0 μ m. Nucleação do C-S-H ao redor do OG35
Figura 8 - Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do
cimento, aos 28 dias, na escala de 200,0 μ m. Nucleação do C-S-H ao redor do OG35
Figura 9 - Folhas de grafeno se comportando como filtros para a penetração de íons cloreto.
Figura 10 - Diagrama de Pourbaix de equilíbrio termodinâmico. Potencial x pH para o sistema
$Fe - H_2O$ a 25°C, delimitando os domínios de corrosão, passivação e imunidade44
Figura 11 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 10 % de CO2, por 7
dias
Figura 12 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 20 % de CO2, por 7
dias
Figura 13 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 30 % de CO2, por 7
dias
Figura 14 - Micrografias de OG sólido fixado em porta amostra de alumínio54
Figura 15 - EMIC® DL 20.000
Figura 16 - EMIC® DL 10.00063
Figura 17 – Corpo de prova do grupo ArRef, carbonatado, rompido à tração por compressão
diametral aos 43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação), após aspersão de
solução de fenolftaleína. Area central demarcada em AutoCAD65
Figura 18 - Graute de mercado sendo vertido em tronco de cone
Figura 19 - Medição do espalhamento do graute de mercado
Figura 20 - TGA e DTG do material passante na peneira #200 do graute de mercado70

Figura 21 - Mistura da argamassa de traço referente ao Ajuste 175
Figura 22 - Corpo de prova rompido à tração por compressão diametral, aos 7 dias, da
argamassa de traço referente ao Ajuste 175
Figura 23 – Resistência à compressão da argamassa desenvolvida em laboratório
Figura 24 – Corpo de prova rompido à tração por compressão diametral, aos 7 dias de idade,
do grupo ArOG-0,10
Figura 25 - Evolução da resistência à tração por compressão diametral das amostras não
carbonatadas da argamassa desenvolvida em laboratório81
Figura 26 – Resistência à tração por compressão diametral da argamassa desenvolvida em
laboratório83
Figura 27 – Avanço da frente de carbonatação da argamassa desenvolvida em laboratório.
Figura 28 – Coeficiente de Carbonatação da argamassa desenvolvida em laboratório 86
Figura 29 – Corpo de prova do grupo ArOG-0,10, carbonatado, rompido à tração por
compressão diametral aos 43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação)
Figura 30 – Corpos de prova, carbonatados, rompidos à tração por compressão diametral aos
43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação), após aspersão de solução de
fenolftaleína

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Valores percentuais de redução da trabalhabilidade, obtidos pelo ensaio de mini-
slump, em diferentes pesquisas para compostos cimentícios acrescidos de OG32
Tabela 2 – Resistência à compressão, aos 28 dias, de argamassas acrescidas de OG38
Tabela 3 – Resistência à tração na flexão, aos 28 dias, de argamassas acrescidas de OG. 39
Tabela 4 - Resistência à tração por compressão diametral, aos 28 dias, de argamassas
acrescidas de OG
Tabela 5 – Redução da porosidade total de argamassas acrescidas de OG40
Tabela 6 – Informações do produto de mercado.50
Tabela 7 – Parâmetros do cimento utilizado e sua conformidade com a normatização brasileira 51
Tabela 8 – Granulometria da areia normal brasileira utilizada para composição do graute52
Tabela 9 – Características do MC-PowerFlow 1180 da MC - Bauchemie
Tabela 10 – Nomenclatura e quantidade de CP's de argamassa com diferentes teores de OG. 61
Tabela 11 - Relação da quantidade de corpos de prova de cada grupo rompidos em cada
ensaio e suas respectivas idades de rompimento61
Tabela 12 – pH da pasta de cimento com e sem adição de óxido de grafeno. 67
Tabela 13 – Índice de consistência da argamassa de mercado69
Tabela 14 – Resultado do peneiramento do graute de mercado. 69
Tabela 15 – Perda de massa resultante do aquecimento, a 800 °C, do graute de mercadopassante na peneira #20071
Tabela 16 – Cálculo da composição do material passante na peneira #200 do material de
mercado e de sua perda ao fogo no ensaio termogravimétrico72
Tabela 17 – Estimativa das proporções do graute comercial analisado
Tabela 18 – Traço inicial, em massa (kg), e consumo dos materiais do graute sem OG a ser
composto, para 25 kg de graute anidro73
Tabela 19 – Primeiro ajuste do traço da argamassa de referência desenvolvida em laboratório. 74
Tabela 20 – Segundo ajuste do traço da argamassa desenvolvida. 76
Tabela 21 – Resistência à compressão da argamassa desenvolvida em laboratório77
Tabela 22 – Resistência à tração por compressão diametral da argamassa desenvolvida em
laboratório80

Tabela	23	—	Profundidade	média	de	carbonatação	da	argamassa	desenvolvida	em
laborató	ório									86
Tabela	24 -	- Re	esistência à co	mpressã	io e	resistência à tra	ação	por compre	ssão diametral	das
argama	ssas	s nã	o carbonatada	s com ó	xido	de grafeno				88
Tabela	25 -	- Pr	ofundidade da	frente c	le ca	arbonatação e r	esist	ência à traçã	ão por compres	são
diametra	al da	as a	rgamassas ca	rbonatad	das d	com óxido de gr	afen	0		88

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
a/c	Água/cimento
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
C60	Fulereno com 60 átomos de carbono
C ₃ A	Celita ou aluminato tricálcico
Ca ₃ .Al ₂ O ₃ .3CaSO ₃ .32H ₂ O	Etringita
CaCO₃	Carbonato de cálcio
Ca(HCO ₃) ₂	Bicarbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio ou cal
CaO.Fe ₂	Ferrato de cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio, portlandita ou cal hidratada
CaSO ₄	Sulfato de cálcio (forma o mineral anidrita)
CaSO ₄ .2H ₂ O	Gipsita
CaSO ₄ .0,5H ₂ O	Sulfato de cálcio hemidratado ou hemidrato
СН	Hidróxido de cal
Cl-	Íon cloreto
CO ₂	Dióxido de carbono
-COO ⁻	Grupo carboxila após perder um íon H+
-COOH	Grupo carboxila
COPASA MG	Companhia de Saneamento de Minas Gerais
СР	Corpo de prova

CP III RS 40	Cimento Portland de Alto-Forno, Resistente a Sulfatos, da classe de resistência de 40 MPa
CP V - ARI	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial
C ₂ S	Belita ou silicato dicálcico
C ₃ S	Alita ou silicato tricálcico
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
CTNano	Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno
D	Dimensão
DRM	Desvio relativo máximo
DTG	Termogravimetria derivada
Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro (III), óxido férrico ou ferrugem
Fe(OH) ₃	Hidróxido de ferro (III) ou hidróxido férrico
OG	Óxido de grafeno
H+	Cátion hidrogênio ou hídron
H ₂ CO ₃	Ácido carbônico
H ₂ O	Água
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
K ₂ O	Monóxido de potássio
K ₂ SO ₄ .CaSO ₄ .H ₂ O	Singenita
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MgO	Óxido de magnésio
NBR	Norma Brasileira
-OH	Grupo hidroxila
SiO ₂	Dióxido de silício ou sílica
SO₃	Trióxido de enxofre, óxido sulfúrico ou anidrido sulfúrico

sp ²	Hibridização do carbono que estabelece ligação dupla
sp ³	Hibridização do carbono que estabelece quatro ligações sigma
TGA	Análise termogravimétrica ou termogravimetria
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais

LISTA DE SÍMBOLOS

π	Pi
μm	Micrômetro
°C	Graus Celsius
AI	Alumínio
С	Carbono
Ca	Cálcio
CI	Cloro
cm	Centímetros
d	Dias
d_{cp}	Diâmetro do corpo de prova
dm	Variação da massa
dt	Variação do tempo
F	Força máxima obtida em ensaio de compressão
fC	Resistência à compressão
f _{ct,sp}	Resistência à tração por compressão diametral
Fe	Ferro
g	Gramas
h	Horas
Н	Hidrogênio
J	Jaules
К	Potássio
kg	Quilograma
kN	Quilonewton
L	Litros
l_{cp}	Altura do corpo de prova
m	Metro

N /	Manuaíaia
MA	IVIANNESIN
IVIG	magnosio
	5

min Minutos

m.k Metro.Kelvin

mL Mililitros

mm Milímetros

MPa Magapascals

N Newtons

nm Nanômetros

O Oxigênio

Pa Pascal

R_d Resistência à compressão do corpo de prova cujo valor mais se afastou da média do seu respectivo grupo

R_{med} Resistência média à compressão

s Segundos

S Enxofre

Si Silício

TPa Terapascal

V Volts

W Watts

Abertura nominal de peneira

SUMÁRIO

1. IN	TRODUÇÃO	. 18
1.1 J	lustificativa	. 19
1.2 0	Dbjetivos	. 20
1.2.1	Objetivo Geral	. 20
1.2.2	Objetivos Específicos	. 20
2. RI	EVISÃO BIBLIOGRÁFICA	. 22
2.1 N	Nanotecnologia e Nanomateriais	. 22
2.2 N	Vanoestruturas de Carbono	. 23
2.3 Č	Óxido de Grafeno (OG)	. 26
2.3.1	Métodos de Produção do OG	. 27
2.3.2	Dispersão do OG na Pasta de Cimento	. 28
2.4 C	Desempenho de Argamassas com OG	. 28
2.4.1	Efeitos do OG no Estado Fresco de Pastas e Argamassas	. 29
2.4.2	Efeitos do OG nas Propriedades Físicas e Mecânicas de Pastas e Argamassas	. 32
2.4.3	Efeitos do OG na Durabilidade de Pastas e Argamassas	. 40
3. PF	ROGRAMA EXPERIMENTAL	. 49
3.1 N	Aateriais Utilizados	. 50
3.1.1	Argamassa Estrutural Comercial	. 50
3.1.2	Cimento	.51
3.1.3	Agregado Miúdo	. 52
3.1.4	Fíler de Calcário	. 52
3.1.5	Aditivo	. 52
3.1.6	Óxido de Grafeno	. 53
3.1.7	Água	. 54
3.2 E	Ensaios Preliminares de Verificação do pH de Pastas Contendo OG	. 54
3.3 C	Dosagem das Argamassas e Ensaios de Consistência	. 55
3.3.1	Análise de Material Comercial	. 55
3.3.1.1	1 Consistência por Espalhamento	. 55
3.3.1.2	2 Peneiramento	. 56
3.3.1.3	3 Análises Termogravimétricas	. 57
3.3.1.4	4 Perda de Massa na Mufla	. 58
3.3.2	Traço da Argamassa	. 59

3.3	3.2.	1 Traço Inicial	59
3.3	3.2.2	2 Traço Ajustado	59
3.4	ŀF	Fabricação da Argamassa e Moldagem e preparação dos Corpos de Prova	60
3.5	5 E	Ensaio de Resistência à Compressão	62
3.6	5 E	Ensaio de Resistência à Tração por Compressão Diametral	63
3.7	' E	Ensaio de Carbonatação Acelerada	64
3.8	3 A	Análise Estatística de Dados	65
4.	A	PRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	67
4.1	E	Ensaios de Verificação do pH de Pastas Contendo OG	67
4.2	2	Análise do Graute Comercial	67
4.2	2.1	Consistência por Espalhamento	68
4.2	2.2	Peneiramento	69
4.2	2.3	Análise Termogravimétrica	70
4.2	2.4	Perda de Massa no Forno Mufla	71
4.3	3 7	TRAÇO DO GRAUTE	71
4.3	3.1	Traço Inicial (preliminar)	71
4.3	3.2	Ajustes do Traço	74
4.4	ŀF	Resistência à Compressão	77
4.5	5 F	Resistência à Tração por Compressão Diametral	80
4.6	5 F	Profundidade de Carbonatação	84
4.7	7 (Síntese dos Resultados	88
5.	C	ONCLUSÕES	89
6.	R	EFERÊNCIAS	92
AF	ΡÊΝ	IDICE A – RESULTADOS DA MEDIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	100
1	Dii	mensões da Argamassa ArRef de relação a/c = 0,7 (primeiro traço) e dos Corpos	de
pro	ova	moldados para ajuste de traço	100
2	Dii	mensões da ArRef	101
3	Diı	mensões da ArOG-0,03	103
4	Diı	mensões da ArOG-0,10	105
AF	ΡÊΝ	IDICE B – RESULTADOS DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E À TRAÇÃO P	OR
CC	OMF	PRESSÃO DIAMETRAL	107
1	Re	esistência da Argamassa ArRef de relação a/c = 0,7 (primeiro traço) e dos Corpos	de
pro	ova	moldados para ajuste de traço	107
1	Re	esistência da ArRef	108

2	Resistência da ArOG-0,03110
4	Resistência da ArOG-0,10112
AP	ÊNDICE C – RESULTADOS DA PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO114
1	Corpos de prova do grupo ArRef (M2), rompidos dia 24/02/2022, com 27 dias em câmara
de	carbonatação118
2	Corpos de prova do grupo ArRef (M2), rompidos dia 23/03/2022, com 54 dias em câmara
de	carbonatação120
3	Corpos de prova do grupo ArOG-0,03 (M4), rompidos dia 02/03/2022, com 27 dias em
câi	mara de carbonatação122
4	Corpos de prova do grupo ArOG-0,03 (M4), rompidos dia 29/03/2022, com 54 dias em
câi	mara de carbonatação124
5	Corpos de prova do grupo ArOG-0,10 (M5), rompidos dia 03/03/2022, com 27 dias em
câi	mara de carbonatação126
6	Corpos de prova do grupo ArOG-0,10 (M5), rompidos dia 30/03/2022, com 54 dias em
câ	mara de carbonatação128

1. INTRODUÇÃO

No ano de 2019, a produção mundial de cimento, o principal constituinte dos concretos convencionais, foi de 4,2 bilhões de toneladas (GARSIDE, 2020). No Brasil, a situação não é diferente: dados do *The Statistics Portal* (GARSIDE, 2019) estimam que, em 2018, a produção brasileira de cimento atingiu um total de 52 milhões de toneladas. Tendo em vista a enorme importância do concreto no cenário atual, sua tecnologia vem sendo amplamente explorada, objetivando aperfeiçoar seu desempenho, diminuir os impactos ambientais de sua produção e sanar suas patologias para que ele se torne um material mais durável (BERKE, 2018).

No âmbito das patologias do concreto armado, a mais recorrente é a corrosão das armaduras, que reduz consideravelmente a vida útil de pontes, viadutos, prédios, casas e praticamente todas as outras construções presentes no cenário urbano. Além de gerar gastos com manutenção, sua ocorrência pode comprometer a segurança estrutural, pois enfraquece o concreto e reduz a seção transversal das barras de aço que armam essas estruturas (RIBEIRO *et al.,* 2014).

A corrosão das armaduras se dá após a degradação de sua camada passiva protetora. São apresentados, na Norma Brasileira (NBR) 6118:2014 (ABNT, 2014), seus mecanismos de deterioração, sendo os principais a despassivação por carbonatação e por elevado teor de íons cloreto. A probabilidade de ocorrência deste fenômeno pode, então, ser alterada de acordo com a capacidade do concreto em resistir à penetração e ao transporte de substâncias nocivas, o que se relaciona diretamente com a sua estrutura interna de poros que, por sua vez, varia de acordo com a relação água/cimento (a/c) e com os materiais utilizados em sua composição (AÏTCIN, 2016).

No caso de estruturas danificadas ou com fissuras significativas, muitas vezes é preciso substituir ou preencher parte da estrutura de concreto, a fim de manter a integridade da sua armadura e recuperar a resistência do elemento prejudicado. Para esse fim, utilizam-se os grautes, que são argamassas ou microconcretos à base de cimento, com consistência fluida e elevada resistência inicial.

De modo a atingir as características desejadas destes materiais de reparo, é recorrente a utilização de uma alta carga de aditivos e adições, como aditivos superplastificantes, inibidores de corrosão e adições minerais. HELENE e GROCHOSKI (2008) também apontam a importância da compatibilidade do material de reparo com o substrato, de sua retração e aderência. No entanto, não existem, no Brasil, normas ou procedimentos que especifiquem e controlem os materiais de reparo de estruturas, somente normas internacionais, como a EN 1504 - *Repair of Concrete Structures* (2004).

Os nanomateriais representam uma revolução tecnológica e nos fornecem materiais com propriedades térmicas, mecânicas, biológicas e eletrônicas únicas. Tais materiais possuem aplicação inovadora em inúmeras áreas do conhecimento, como física, biologia, computação e engenharia (SCIDA *et al.*, 2011). Dentre eles, o grafeno e seus derivados se destacam por sua grande área superficial, boa estabilidade química e grande potencial para aplicação na engenharia civil, sobretudo no aprimoramento de propriedades mecânicas e no aumento da durabilidade de compósitos cimentícios (LEE *et al.*, 2019; SHAMSAEI *et al.*, 2018).

1.1 JUSTIFICATIVA

A incorporação de óxido de grafeno (OG) no cimento Portland e em seus produtos derivados tem se mostrado promissora no aprimoramento desses materiais. Pesquisas apontam que o OG atua na fase fresca dos compostos cimentícios, reduzindo a distância entre os produtos de hidratação (BABAK *et al.*, 2014; HOU *et al.*, 2017; LV *et al.*, 2013). Como consequência tem-se ganhos em resistência mecânica e redução da permeabilidade dos materiais endurecidos, o que é muito positivo do ponto de vista da durabilidade (CUI *et al.*, 2015; SHARMA e KOTHIYAL, 2015; TONG *et al.*, 2016; ZHENG *et al.*, 2017; LU e OUYANG, 2017; KUDžMA *et al.*, 2019).

Dessa forma, a adição de OG em argamassas de reparo estrutural tem grande potencial, já que ele é um é capaz de reduzir a porosidade do concreto e diminui a sua fissuração, dificultando a penetração de agentes agressivos na estrutura. Isso dificulta a carbonatação do concreto e previne o desencadeamento do processo corrosivo de suas armaduras, evitando a reincidência do problema após o reparo.

Buscou-se neste trabalho estudar o efeito do óxido de grafeno (OG) no graute, com vistas à resistência à carbonatação. Isso foi realizado em duas etapas: a primeira consiste em uma revisão da literatura focada no óxido de grafeno e seu efeito quando adicionado em materiais cimentícios e no processo de carbonatação destes materiais.

Já a segunda etapa se refere ao programa experimental, no qual foram realizados testes com um graute desenvolvido com adição de óxido de grafeno produzido e patenteado pelo CTNano (Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno – Belo Horizonte). Foram alisadas as seguintes características do material: consistência do graute fresco, resistência mecânica e de carbonatação do material no estado endurecido.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

Avaliar a adição de óxido de grafeno em argamassas de reparo estrutural submetidas à processos de carbonatação acelerada.

1.2.2 Objetivos Específicos

 Definir traços de argamassas de reparos utilizando diferentes teores de OG, com propriedades similares à produtos convencionais de mercado;

- Avaliar o avanço da frente de carbonatação em argamassas com diferentes teores de OG em ensaio acelerado;
- Verificar as propriedades mecânicas por ensaios de resistência à compressão e à tração diametral dos corpos de prova com adição de OG;
- Avaliar o efeito da carbonatação sobre a resistência à tração das argamassas de reparo com adição de óxido de grafeno.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 NANOTECNOLOGIA E NANOMATERIAIS

Nanomateriais são aqueles cuja estrutura possui ao menos uma dimensão na escala nanométrica (1 nm = 10^{-9} m), ou seja, de 0,1 a 100 nm, o que lhes atribui comportamentos diferentes daqueles observados na escala macroscópica. Os metais nanoestruturados, por exemplo, têm a sua ductilidade aumentada, o que abre um leque de novas aplicações nas mais diversas áreas, como microeletrônica, medicina e engenharia. Isso ocorre porque as forças naturais fundamentais, como gravidade, atrito e eletrostática, mudam de importância com a redução da escala. No universo subatômico, as forças gravitacionais, de atrito e de combustão tornam-se menos relevantes frente às forças eletrostáticas, de van der Walls e ao movimento browniano (DURÁN e MATTOSO, 2006; ZHANG *et al.*, 2013).

A nanotecnologia é o ramo da ciência que estuda esses materiais nanoestruturados e seus comportamentos. No entanto, avanços significativos só ocorreram após o início dos anos 80, devido ao desenvolvimento de instrumentos compatíveis com a análise nanométrica, como os microscópios de força atômica. A longo prazo, o investimento no desenvolvimento da nanotecnologia pode trazer inovações em praticamente todas as áreas do conhecimento (DURÁN e MATTOSO, 2006; SANCHEZ e SOBOLEV, 2010).

No âmbito da construção civil, a nanotecnologia no concreto ainda se encontra limitada devido à viabilidade de produção em escala de mercado, mas concentra avanços no ramo dos materiais cimentícios. Destaca-se que os materiais nanoestruturados, além de possuírem propriedades singulares, também possuem uma grande área superficial específica, resultando em um grande potencial para reações químicas. Assim, explorando essas novas possibilidades, os nanomateriais têm muito a contribuir para o desenvolvimento de materiais construtivos mais duráveis e resistentes (SANCHEZ e SOBOLEV, 2010).

2.2 NANOESTRUTURAS DE CARBONO

Os átomos de carbono podem formar cadeias longas de ligações covalentes simples, duplas ou triplas. Essas ligações são fortes e estáveis, o que facilita a formação de diversas formas moleculares, resultando em mais de dez milhões de compostos conhecidos contendo esse elemento (DINADAYLANE e LESZCZYNSKI, 2010).

Já em sua forma pura, carbonos com diferentes hibridizações, como o grafite (sp²) e o diamante (sp³), resultam em materiais completamente diferentes. Dentre os materiais com carbono de mesma hibridização, também ocorrem variados arranjos e estruturas, resultando em materiais com diferentes propriedades ópticas, térmicas, mecânicas e eletromagnéticas. Carbonos sp², por exemplo, podem formar fulerenos (0D), nanotubos de carbono (1D) e grafeno (2D) (LI *et al.*, 2019), assim como mostra a Figura 1.



Figura 1 - Estrutura molecular do grafeno e seus derivados (grafite, fulereno e nanotubo de carbono). Fonte: Adaptado de DINADAYLANE e LESZCZYNSKI (2010).

O grafeno é uma estrutura que serve como base para a formação de diversas outras, possuindo uma ou mais camadas de átomos de carbono em um arranjo hexagonal de duas dimensões. Ele possui grande área superficial específica, ambas as faces disponíveis para adsorção de moléculas, elétrons deslocalizados e facilidade de modificação com grupos funcionais (ZHANG *et al.*, 2013). Estudos apontam que o grafeno de única camada possui módulo de Young de aproximadamente 1TPa e área superficial específica de cerca de 2630 m²/g (ZHENG *et al.*, 2017).

O grafeno também consegue suportar correntes de magnitude cerca de seis vezes maior que o cobre, o condutor mais popular utilizado em fiação urbana. Por fim, tem-se que sua condutividade é da ordem de 5000 W/(m.K) em temperatura ambiente, além de ser impermeável a gases, possuir alta elasticidade e ser biocompatível (DINADAYLANE e LESZCZYNSKI, 2010; LIU *et al.*, 2014). Tudo isso, concede ao grafeno enorme aplicabilidade em várias áreas de estudo.

Os nanotubos de carbono, por sua vez, só foram descobertos em 1991, por Sumio lijima, mas se tornaram o nanomaterial de carbono mais utilizado na atualidade. Eles consistem em folhas de carbono enroladas, formando tubos, que podem ter uma ou múltiplas paredes, diferentes ângulos de enrolamento e raios. Essas variáveis determinam diversas propriedades dos nanotubos, como a sua capacidade de conduzir eletricidade. Este material revolucionou a nanotecnologia pela sua altíssima resistência mecânica, possuindo aplicação nas mais diversas áreas, como na eletrônica (na produção de nanoprocessadores), na construção civil e aeronáutica (melhorando as propriedades mecânicas dos materiais) e até no ramo da produção energética (em processos de conservação e transmissão de energia) (DURÁN e MATTOSO, 2006; DINADAYLANE e LESZCZYNSKI, 2010).

Também existem as nanofibras de carbono, que se diferem dos nanotubos por possuírem o interior preenchido e, geralmente, diâmetros maiores. Elas também possuem grande área superficial, da ordem de 1880 m²/g, e são menos complexas de serem produzidas em longa escala (DINADAYLANE e LESZCZYNSKI, 2010; ZHANG *et al.*, 2013).

Fulerenos consistem em uma esfera oca, formada por anéis de 5 e 6 átomos de carbono, como uma gaiola. São bastante estáveis, versáteis para a síntese de compostos químicos e sua forma mais comum é o C60, que possui 60 átomos de carbono. Fulerenos possuem diversas aplicações biomédicas, como em contraste para diagnóstico por imagem, ação antimicrobiana e efeito radioterápico, assim como na formação de materiais supercondutores quando intercalados com metais alcalinos (DINADAYLANE e LESZCZYNSKI, 2010; ZHANG *et al.*, 2013).

Existem inúmeras outras estruturas de carbono, como os nanodiamantes, ou diamantes sintéticos, que possuem características semelhantes ao diamante natural, mas com custo bastante reduzido. Também é possível citar os nanocones, nanoanéis e nanocopos de carbono, entre várias outras, que são estruturas menos exploradas (ZHANG *et al.*, 2013). Algumas dessas formas podem ser observadas na Figura 2.



Nanomateriais à base de carbono

Figura 2 - Nanomateriais à base de carbono. Fonte: Adaptado de ZHANG *et al. (2013)*.

Os nanomateriais à base de carbono, como visto, possuem diversas aplicações e podem inovar a ciência de inúmeras maneiras. O elemento chave para a sua popularização, no entanto, é a viabilidade econômica para produção em grande escala. Além disso, também há dificuldade em manter as propriedades de um lote produzido para outro, visto que a menor diferença em sua produção pode alterar muito as propriedades do material final. A despeito disso, o grafeno e seus derivados oferecem soluções importantes para as indústrias e seu impacto comercial deve crescer cada dia mais (PAPAGEORGIOU, KINLOCH e YOUNG, 2017; ZHANG *et al.*, 2013).

2.3 ÓXIDO DE GRAFENO (OG)

O óxido de grafeno é um derivado do grafeno que consiste em uma rede de carbonos com padrão hexagonal, acrescida de grupos funcionais contendo oxigênio: hidroxilas, epóxidos, carboxilas e carbonilas, como ilustra a Figura 3. Esses grupos funcionais conferem ao OG caráter hidrofílico e, somando isso à grande área superficial específica do OG, boa solubilidade em água e um grande potencial reativo (CHUAH *et al.*, 2014). Além de permitir sua dispersão em água e outros solventes, a presença dos grupos funcionais no grafeno também gera defeitos estruturais (Figura 4) que reduzem sua condutividade elétrica e térmica significativamente. Isso explica o fato de o OG ter condutividade elétrica bem menor quando comparado ao grafeno (PAPAGEORGIOU, KINLOCH e YOUNG, 2017; ZHENG *et al.*, 2017).



Figura 3 - Estrutura do óxido de grafeno com seus grupos funcionais contendo oxigênio. Fonte: LI *et al. (2019)*.



Figura 4 - Morfologia do OG com (a) 20 % de teor de oxigênio e (b) 33 % de teor de oxigênio. Os átomos de carbono, hidrogênio e oxigênio são cinzas, brancos e vermelhos, respectivamente. Fonte: ZHENG *et al. (2017)*.

2.3.1 <u>Métodos de Produção do OG</u>

Existem duas formas de síntese de nanoestruturas de carbono. A primeira engloba os métodos *top-down*, tais como esfoliação mecânica, redução química e decomposição térmica, que consistem em quebrar as camadas do grafite em folhas individuais (LIU *et al.*, 2014). Como as ligações entre essas folhas são fortes, esses métodos gastam bastante energia e podem danificar o grafite. Por outro lado, eles tornam mais fácil a produção de material em grandes quantidades.

Já a segunda forma são os métodos *bottom-up*, que constroem o material com técnicas como a de crescimento epitaxial (grafitização dos átomos de carbono em substrato de carbono enriquecido a altas temperaturas) e deposição química da fase vapor (decomposição térmica de hidrocarbonetos e sua deposição ou agregação no substrato) e podem usar materiais alternativos ao grafite. Os métodos *bottom-up* são preferíveis para produzir um grafeno de maior qualidade (menos folhas e maior área superficial específica) e parâmetros mais controlados (LI e CHOPRA, 2015).

Para uso em materiais de construção civil, o método mais usual de síntese é o método de Hummers e seus procedimentos derivados que, além de execução menos dificultosa, geram bons resultados de dispersão (HUANG *et al.*, 2011; YANG *et al.*, 2017). No método proposto por Hummers e Hoffman, em 1958, se inserem grupos funcionais contendo oxigênio no grafite, promovendo um distanciamento entre suas camadas e convertendo-o em óxido de grafite. Em seguida é realizada a purificação, que envolve filtração (na qual são removidos íons do ácido e agentes oxidantes), centrifugação (na qual é eliminado o grafite não esfoliável) e diálise (remoção do resto dos resíduos por difusão em membrana semipermeável). Por fim, é feita a esfoliação para obtenção do OG, que pode ser realizada por ultrasonicação (CHUAH *et al.*, 2014).

Atualmente, o grande desafio do grafeno e seus derivados é obter um produto com qualidade estrutural e produção viável em grandes quantidades. SHAMSAEI *et al.* (2018) apontam quatro obstáculos para que a produção de óxido de grafeno alcance larga escala em um nível industrial: a falta de qualidade do grafite natural

encomendado em escala; os custos e a periculosidade das substâncias químicas utilizadas e derivadas do processo; a instabilidade do OG em condições ambientes; a dificuldade de purificar grandes quantidades de OG. Apesar dos desafios, a síntese do grafeno e seus derivados pelo método modificado de Hummers tem se tornado cada vez mais viável (ZARBIN e OLIVEIRA, 2013).

2.3.2 Dispersão do OG na Pasta de Cimento

Assim, como os nanotubos de carbono, o grafeno tende a se aglomerar quando disperso em água. Isso se deve à sua grande área específica e à força das suas ligações de van der Walls, que é expressiva na escala nanométrica (CHUAH *et al.*, 2014). O óxido de grafeno possui grupos funcionais, como hidroxilas, carboxilas e dióis (Figura 3), que lhe concedem solubilidade tanto em água quanto em solventes orgânicos. Apesar de terem diversos dispersantes possíveis, a água é o mais comum (LI *et al.*, 2019; ZHENG *et al.*, 2017).

Dessa forma, nos compostos cimentícios, utiliza-se o OG disperso em solução aquosa. Porém, como a quantidade utilizada é muito reduzida, o procedimento de mistura deve ser realizado com bastante atenção a fim de garantir sua homogeneidade. Para conferir se a homogeneização do OG nos compostos de cimento é satisfatória, é possível realizar outras análises microscópicas. O ensaio de espectroscopia Raman, segundo YANG *et al.* (2017), é um método bastante satisfatório para avaliar a dispersão do OG na matriz cimentícia, pois, além de apresentar um bom resultado ao escanear a posição dos elementos de carbono com resolução da ordem de microns, é um método não destrutivo.

2.4 DESEMPENHO DE ARGAMASSAS COM OG

Materiais cimentícios são os mais comuns na construção civil, devido à sua grande oferta, custo e boa resistência à compressão. No entanto, essas qualidades

são contrabalanceadas por uma baixa resistência à tração, à fissuração e à baixa capacidade de deformação, além de baixa durabilidade ao ataque de alguns agentes agressivos presentes na atmosfera urbana (SHAMSAEI *et al.*, 2018).

Muitas pesquisas recentes exploram o uso de nanomateriais na melhoria de resistência e durabilidade de compostos cimentícios. No entanto, o volume de estudos acerca do uso do grafeno e de seus derivados ainda é reduzido. Sabe-se que eles promovem uma melhoria no processo de hidratação do cimento e na ligação interfacial de seus compostos. Como resultado, ocorre o refinamento da estrutura de poros, com redução de tamanho desses poros e sua distribuição mais homogênea, o que tem efeito positivo na durabilidade e na resistência mecânica do material. Porém, o papel desempenhado por esses materiais no processo de hidratação do cimento da resistência mecânica ainda não são muito claros e necessitam de mais estudos (YANG *et al.*, 2017).

2.4.1 Efeitos do OG no Estado Fresco de Pastas e Argamassas

A trabalhabilidade geralmente é reduzida com a introdução de nanomateriais na pasta de cimento, graças à adsorção de parte da água livre pela superfície do material que contém muitos grupos funcionais hidrofílicos. Isso aumenta o atrito entre as partículas e reduz a trabalhabilidade da pasta. Uma maneira de remediar esse efeito é a utilização de aditivos plastificantes compatíveis (CHUAH *et al.*, 2014).

Esse efeito foi estudado por GONG *et al.* (2015), que produziram uma pasta de cimento acrescida de 0,03 % de OG (em relação à massa do cimento) e a/c = 0,5. Foi observada uma redução no diâmetro do mini-slump correspondente a 34,6 % em relação à pasta sem OG. Isso foi atribuído à sua grande área específica e capacidade de adsorver água.

SHANG *et al.* (2015) realizaram um ensaio de *mini-slump* com pasta de cimento acrescida de 0,08 % de OG e a/c = 0,4, obtendo uma redução de 36,2 % em relação ao diâmetro controle. Os parâmetros reológicos foram analisados utilizando um viscosímetro rotacional e considerando a pasta de cimento um fluido de Bingham. Observou-se um aumento da tensão de cisalhamento de 25,6 Pa para 105,3 Pa (311,3 %) e da viscosidade aparente de 0,84 Pa.s para 1,95 Pa.s (132,1 %). Foi observado, nessa pesquisa, que o OG, de carga negativa, interage eletrostaticamente com as partículas de cimento na pasta, formando aglomerados. Esses aglomerados floculados possuem muita água retida, devido ao caráter hidrofílico do OG e sua grande área superficial, reduzindo assim a água livre na mistura e aumentando o atrito entre as partículas do cimento. Como resultado, percebeu-se que um maior teor de OG na pasta gera uma diminuição da sua fluidez e um aumento da sua viscosidade e resistência ao cisalhamento.

WANG *et al.* (2016) também atribuíram a redução de fluidez à capacidade de adsorção do OG no cimento, que inclui uma reação química na qual os grupos carboxila (-COOH) das extremidades do OG reagem com os cátions metálicos dos produtos de hidratação do cimento, gerando -COO⁻. As forças de van der Walls fazem as camadas do grafeno se aproximarem e, consequentemente, as partículas de cimento ligadas a elas, como representado na Figura 5.

Os resultados anteriores estão de acordo com os valores apresentados por REHMAN *et al.* (2018), na qual uma pasta de cimento com relação a/c = 0,36 e adição de 0,03 % de OG provocou um aumento de 36,4 % na viscosidade aparente, acompanhado por uma redução de 12 % na trabalhabilidade. No entanto KUDžMA *et al.* (2019) verificaram, em seus experimentos, um aumento da trabalhabilidade de argamassas acrescidas de OG. Esse acontecimento inesperado foi explicado pelos autores devido ao fato de o OG ter se comportado como um dispersante eletrostático (como um superplastificante) para o cimento nos primeiros momentos de mistura.



Figura 5 - Efeito do óxido de grafeno na aproximação das partículas de cimento. Fonte: Adaptado de WANG *et al.* (2016).

HORTA (2020) também estudou o comportamento reológico de pastas de cimento acrescidas de OG nos teores de 0,03 % e 0,05 %, em relação à massa de cimento. Em seu estudo foram utilizados dois tipos de cimento (CP III e CP V) e dois métodos de análise, o *mini-slump* e a reometria rotacional de fluxo. Ambas as técnicas apontaram para um aumento na viscosidade da pasta à medida que uma maior quantidade de óxido de grafeno é incorporada à mistura. Com o teor de 0,05 % de OG, observou-se uma redução no raio de espalhamento de 42,9 % (CP III) e de 23,3 % (CP V), em relação às amostras de referência, acompanhada de um ganho de viscosidade de 125,5 % e 31,5 %, respectivamente. O teor de 0,03 % de OG resultou em ganhos de 60,8 % (CP III) e 4,7 % (CP V) na viscosidade.

Percebe-se, pelos resultados encontrados na revisão bibliográfica do presente trabalho, que os mecanismos pelos quais o OG interage com o cimento ainda não estão completamente esclarecidos, não havendo um consenso na literatura. A utilização de OG obtido por diferentes métodos e com distintas dimensões e quantidade de folhas pode constituir um dos elementos que confere a grande variabilidade nesses resultados. A Tabela 1 resume os valores de trabalhabilidade obtidos nas diversas pesquisas de referência, para fins comparativos.

Produto	Teor de OG (%)*	a/c	Redução da trabalhabilidade (%)	Referência
Pasta de cimento	0,02	0,45	6,0	(QURESHI e PANESAR, 2019)
Pasta de cimento	0,03	0,36	12,0	(REHMAN <i>et al.</i> , 2018)
Pasta de cimento	0,03	0,5	34,6	(GONG <i>et al.</i> , 2015)
Pasta de cimento	0,03	0,50	60,8	(HORTA, 2020)
Pasta de cimento	0,03	0,50	4,7	(HORTA, 2020)
Pasta de cimento	0,04	0,45	13,0	(QURESHI e PANESAR, 2019)
Pasta de cimento	0,05	0,50	125,5	(HORTA, 2020)
Pasta de cimento	0,05	0,50	31,5	(HORTA, 2020)
Pasta de cimento	0,06	0,45	16,0	(QURESHI e PANESAR, 2019)
Pasta de cimento	0,08	0,4	36,2	(SHANG <i>et al.</i> , 2015)
Argamassa	0,01	0,5	2,8	(LU e OUYANG, 2017)
Argamassa	0,02	0,42	18,3	(ZHAO <i>et al.</i> , 2016)
Argamassa	0,03	0,5	5,6	(LU e OUYANG, 2017)
Argamassa	0,05	0,5	11,1	(LU e OUYANG, 2017)
Argamassa	0,06	0,5	-2,5	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
Argamassa	0,08	0,5	22,2	(LU e OUYANG, 2017)
Argamassa	0,10	0,5	27,8	(LU e OUYANG, 2017)
Argamassa	0,10	0,5	-4,0	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)

 Tabela 1 – Valores percentuais de redução da trabalhabilidade, obtidos pelo ensaio de mini-slump, em diferentes pesquisas para compostos cimentícios acrescidos de OG.

* Em relação à massa de cimento.

2.4.2 Efeitos do OG nas Propriedades Físicas e Mecânicas de Pastas e Argamassas

Na maioria dos casos, verifica-se uma melhoria das propriedades finais dos materiais construtivos acrescidos de OG. As propriedades mecânicas dos compostos

cimentícios melhoram com uma diminuição de sua porosidade. Nesse aspecto, SHARMA e KOTHIYAL (2015) chegaram a uma redução de porosidade de 25,21 % para 10,61 % com a adição de 1 % de OG em relação à massa de cimento em argamassas produzidas com uma relação a/c de 0,45. Como resultado, o aumento da resistência à compressão aos 28 dias foi de 86,3 %. TONG *et al.* (2016) e LU e OUYANG (2017) indicam que essa redução se deve ao fato de o OG mudar a microestrutura da pasta de cimento, melhorando a disposição do C-S-H (silicato de cálcio hidratado) e resultando em uma estrutura mais densa.

O efeito do OG na porosidade da pasta de cimento também foi avaliado por LV *et al.* (2014), que obtiveram melhor resultado com a adição de 0,06 % de OG em relação à massa de cimento: redução de 12,06 % na porosidade total da pasta e aumento de 38,2 % na sua resistência à compressão. GONG *et al.* (2015), que produziram uma pasta de cimento acrescida de 0,03 % de OG e a/c = 0,5 também notaram redução de 13,5 % de porosidade, atribuída ao aumento do grau de hidratação do cimento e consequente refinamento da estrutura de poros, acompanhada de um aumento de 46 % da resistência à compressão e de 53,3 % da resistência à tração.

Um aumento significativo na resistência à flexão foi observado por QIAN, ABDALLAH e KAWASHIMA (2015), que destacaram uma maior diferença de resultados nos primeiros dias. Nesse caso uma argamassa com relação a/c = 0,43 e 0,05 % de OG apresentou aumento de 61,7 % aos 7 dias.

HOU *et al.* (2017) também avaliaram os resultados da adição de 0,16 % de OG na pasta de cimento e detectaram um aumento de 3,21 % na resistência à compressão e de 11,62 % na resistência à flexão aos 14 dias. Esse resultado foi atribuído ao fato de o OG criar pontos de nucleação que aceleram o processo de hidratação e aproximam os produtos, densificando a microestrutura e garantindo um maior grau de hidratação do cimento.

LV *et al.* (2013) estudaram o processo de hidratação do cimento e descobriram que os grupos funcionais do OG reagem preferencialmente com o C₃S, C₂S e C₃A, formando núcleos de crescimento dos produtos dessa hidratação. Dessa forma a taxa

de hidratação com o OG é acelerada. CHUAH *et al.* (2014) atribuem uma parcela do aumento da resistência à natureza covalente das ligações entre o OG e os produtos de hidratação do cimento que se depositam nele.

Nesse mesmo sentido, BABAK *et al.* (2014) analisaram a microestrutura da argamassa contendo OG e observaram a formação de uma matriz densa de C-S-H. Os produtos de hidratação do cimento se depositam na superfície do OG, devido à sua alta energia superficial e aos seus grupos funcionais hidrofílicos, originando os pontos de nucleação, como ilustram as Figuras 6 a 8. Assim, o C-S-H - o principal responsável pela resistência mecânica e permeabilidade da pasta - se forma aderido ao OG, resultando em uma massa sólida e resistente que reforça a matriz e aumenta sua durabilidade.



Figura 6 – Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do cimento, aos 28 dias, na escala de 1,0 μm. Formação de matriz densa de C-S-H. Fonte: BABAK *et al.* (2014).


Figura 7 - Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do cimento, aos 28 dias, na escala de 200,0 μm. Nucleação do C-S-H ao redor do OG. Fonte: BABAK *et al.* (2014).



Figura 8 - Microscopia de argamassa de cimento com 1,5 % de OG, em relação à massa do cimento, aos 28 dias, na escala de 200,0 μ m. Nucleação do C-S-H ao redor do OG. Fonte: BABAK et al. (2014).

Sintetizando as ideias anteriores, REHMAN *et al.* (2018) atribuíram o aumento da resistência à compressão em argamassas com OG aos seguintes fatores:

1. Boa dispersão do OG em compostos cimentícios, devido à presença de grupos carboxílicos nas bordas das folhas do OG e à repulsão eletrostática;

 Ligações covalentes formadas entre os grupos funcionais do OG (-OH e -COOH) e os produtos de hidratação do cimento (C-S-H e CH); 3. Redução do volume de poros e aumento da densidade do composto cimentício graças à maior quantidade de produtos de hidratação;

4. Efeito fíler nos poros em escala micro;

5. Capacidade de reduzir a propagação de microfissuras devido à grande área superficial específica e boa resistência à tração do OG.

Além dos efeitos citados anteriormente, LU e OUYANG (2017) notaram, em um estudo micrográfico de argamassa acrescida de OG, que houve uma modificação na forma dos produtos de hidratação. Observou-se a presença de cristais em forma de fibras de C-S-H emergindo dos poros do composto cimentício, além dos cristais em forma de flor de hidróxido de cálcio, Ca(OH)₂. No entanto, essa hipótese ainda necessita de mais estudos, uma vez que tais formatos de cristal não foram observados na superfície da amostra, indicando que eles podem ser um resultado da restrição do espaço de crescimento dos produtos, ocasionada pela densificação da estrutura.

TONG *et al.* (2016) estudaram o efeito do tamanho da folha de OG na resistência e na durabilidade de compostos cimentícios, chegando à conclusão de que quanto menor o OG melhor será seu desempenho. Esse resultado está de acordo com os estudos de SHARMA e KOTHIYAL (2015).

Vale atentar à existência de um valor ótimo de adição para cada substância, a partir do qual o efeito nas propriedades da argamassa pode ser reduzido, ou até negativo (HOU *et al.*, 2017). Nesse aspecto, LV *et al.* (2013) observaram que uma adição de 0,03 % de OG na argamassa, com uma relação a/c = 0,37, proporcionou um aumento na resistência à tração por compressão diametral e à tração na flexão de 78,6 % e 70,7 %, respectivamente. Porém, com o aumento do teor de OG para 0,04 %, estes resultados caem para 36,6 % e 28,4 %, respectivamente.

BABAK *et al.* (2014) estudaram o comportamento de argamassas (a/c = 0,4) com teores de OG variando de zero até 2 %. Foi observado um aumento crescente na resistência à tração por compressão diametral até o teor de 1,5 % de OG. Acima desse valor houve queda de resistência de 16,30 % em relação à amostra controle. Esse resultado negativo foi atribuído à grande adsorção de água do óxido de grafeno, que prejudicou sua dispersão na matriz cimentícia, promovendo uma hidratação

deficiente do cimento. Essa hipótese foi confirmada com um aumento de 24,7 % de resistência à tração por compressão diametral com o mesmo teor de OG, mas para uma relação a/c = 0,5.

Também reforçam a hipótese de BABAK *et al.* (2014) os resultados obtidos por HORTA (2020) o qual observou o aumento da viscosidade plástica e redução da fluidez de pastas de cimento à medida que uma maior quantidade de OG era incorporada à mistura. Concomitantemente aos ensaios de reologia, HORTA (2020) também realizou ensaios de flexão em três pontos (para avaliar a resistência à tração na flexão), nos quais o teor de adição de 0,05 % de OG resultou nos melhores parâmetros, aos 28 dias de cura, sendo eles: aumentos de 19,40 % no módulo de elasticidade, de 16,86 % na resistência à tração na flexão, de 27,37 % na tenacidade à fratura e de 21,55 % na energia de fratura.

Os resultados pesquisados para aumento de resistência à compressão, tração na flexão, tração por compressão diametral e de redução na porosidade total se encontram organizados nas Tabelas 2 a 5. Nota-se que a grande variabilidade dos resultados se deve a um conjunto de fatores, como: propriedades do OG e seu teor de oxigênio, composição da areia, aditivos utilizados, relação água/cimento e procedimento de mistura.

Dessa forma, dentre os nanomateriais estudados atualmente, o OG é um bom candidato para adição em compostos cimentícios. Além de melhorar a resistência mecânica, seus grupos funcionais garantem uma boa dispersão na pasta, nucleação do C-S-H e uma microestrutura mais densa e impermeável (CHUAH *et al.*, 2014).

Por fim, LU *et al.* (2015) compararam as propriedades mecânicas de pastas de cimento tradicionais, pastas acrescidas de 0,05 % de OG e acrescidas de 0,025 % de (OG + Nanotubos de carbono). Os resultados mostraram ganhos na resistência à tração por compressão diametral e à tração na flexão nas últimas, com melhor resultado na combinação de OG + nanotubos de carbono, abrindo um novo caminho promissor para pesquisas futuras.

Toor do OG		Aumento na resistência	
(%)*	a/c	à compressão	Referência
(78)		(%)	
0,01	0,37	13,4	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,01	0,45	25,0	(MOHAMMED <i>et al.</i> , 2016)
0,01	0,50	6,5	(LU e OUYANG, 2017)
0,02	0,37	27,6	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,02	0,42	27,0	(ZHAO et al., 2016)
0,02	0,50	10,5	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
0,03	0,36	27,0	(REHMAN <i>et al.</i> , 2018)
0,03	0,37	38,9	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,03	0,45	33,3	(MOHAMMED <i>et al.</i> , 2016)
0,03	0,50	9,2	(LU e OUYANG, 2017)
0,04	0,37	42,2	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,04	0,50	15,2	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
0,05	0,37	24,4	(WANG <i>et al.</i> , 2015)
0,05	0,37	47,9	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,05	0,45	18,8	(MOHAMMED <i>et al.</i> , 2016)
0,05	0,50	10,4	(LU e OUYANG, 2017)
0,06	0,50	21,7	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
0,08	0,50	7,8	(LU e OUYANG, 2017)
0,10	0,50	4,3	(LU e OUYANG, 2017)
0,10	0,50	15,5	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
0,10	0,54	10,2	(TONG <i>et al.</i> , 2016)
0,12	0,45	25,8	(KOTHIYALA <i>et al.</i> , 2016)
0,13	0,45	35,1	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0,25	0,45	45,9	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0,25	0,45	41,1	(KOTHIYALA <i>et al.</i> , 2016)
0,50	0,45	64,5	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0,50	0,45	54,0	(KOTHIYALA <i>et al.</i> , 2016))
1,00	0,45	86,3	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)

Tabela 2 – Resistência à compressão, aos 28 dias, de argamassas acrescidas de OG.

* Em relação à massa de cimento.

Teor de OG	a/c	Aumento na resistência à tração na flexão	Referência
(%)^		(%)	
0,01	0,37	51,7	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,01	0,50	7,37	(LU e OUYANG, 2017)
0,02	0,37	32,9	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,02	0,42	26,0	(ZHAO <i>et al.</i> , 2016)
0,03	0,37	60,7	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,03	0,43	13,7	(QIAN, ABDALLAH e KAWASHIMA, 2015)
0,03	0,50	11,05	(LU e OUYANG, 2017)
0,04	0,37	30,5	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,05	0,37	30,2	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,05	0,43	8,6	(QIAN, ABDALLAH e KAWASHIMA, 2015)
0,05	0,50	12,63	(LU e OUYANG, 2017)
0,06	0,50	5,81	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)
0,08	0,50	6,84	(LU e OUYANG, 2017)
0,10	0,50	3,16	(LU e OUYANG, 2017)
0,10	0,50	4,05	(KUDžMA <i>et al.</i> , 2019)

Tabela 3 – Resistência à tração na flexão, aos 28 dias, de argamassas acrescidas de OG.

* Em relação à massa de cimento.

Tabela 4 - Resistência à tração por	compressão diametral,	, aos 28 dias, de argamassa	s acrescidas de
	OG.		

Toor do OG		Aumento da resistência à tração	
	a/c	por compressão diametral	Referência
(70)		(%)	
0,01	0,37	47,0	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,02	0,37	59,5	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,03	0,37	78,6	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,04	0,37	36,6	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,05	0,37	35,8	(LV <i>et al.</i> , 2013)
0,1	0,40	2,22	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
0,3	0,40	12,59	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
0,5	0,40	27,03	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
1,0	0,40	38,89	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
1,5	0,40	47,78	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
2,0	0,40	-16,30	(BABAK <i>et al.</i> , 2014)
2,0	0,5	24,7	(BABAK et al., 2014)

* Em relação à massa de cimento.

Teor de OG (%)*	a/c	Redução da Porosidade total (%)	Referência
0	0,45	25,21	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0	0,54	29	(TONG <i>et al.</i> , 2016)
0,1	0,54	10	(TONG <i>et al.</i> , 2016)
0,125	0,45	20,69	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0,25	0,45	16,30	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
0,5	0,45	12,28	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)
1,0	0,45	10,61	(SHARMA e KOTHIYAL, 2015)

Tabela 5 – Redução da porosidade total de argamassas acrescidas de OG.

* Em relação à massa de cimento.

2.4.3 Efeitos do OG na Durabilidade de Pastas e Argamassas

Os compostos cimentícios são suscetíveis a várias formas de deterioração, que podem ser físicas (como a ação do congelamento), mecânicas (como a abrasão) e químicas (como os ataques por sulfatos, gases, cloretos e a carbonatação). A estrutura de poros e a permeabilidade são os principais fatores que governam a durabilidade de uma matriz cimentícia, assim, a adição de OG influencia diretamente nessa durabilidade (NEVILLE e BROOKS, 2010; MOHAMMED *et al.*, 2015; SHAMSAEI *et al.* 2018).

Em relação à deterioração química, os compostos cimentícios com grafeno ou seus derivados têm potencial para desacelerar os ataques químicos por soluções ácidas e melhorar a resistência à corrosão (TONG *et al.*, 2016). De acordo com ZHENG *et al.* (2017), o grafeno, por ter uma área superficial específica grande, age como um filtro para os íons cloreto, reduzindo sua taxa de penetração no material, como ilustrado na Figura 9.



Figura 9 - Folhas de grafeno se comportando como filtros para a penetração de íons cloreto. Fonte: Adaptado de ZHENG *et al.* (2017).

MOHAMMED *et al.* (2015) produziram uma pasta de cimento de 0,01 % de OG e a/c = 0,34. Essa pasta foi submetida a testes como absorção de água, penetração de íons cloreto (Cl⁻) e porosimetria. Os resultados mostraram redução de 75 % de penetração de Cl⁻ e aumento dos poros de gel em relação aos poros capilares. Esse efeito ocorreu não só pela capacidade de retenção de íons cloreto do grafeno, mas também pela densificação da matriz cimentícia e redução da porosidade.

QURESHI e PANESAR (2019) estudaram as propriedades de transporte da pasta de cimento com 0,02 % a 0,06 % de OG e a/c = 0,45. O teste de resistividade elétrica volumétrica foi realizado pelo método dos dois eletrodos e resultou em um aumento da resistividade em todas as adições, sendo o melhor resultado com 0,02 % de OG. O teste de absorção de água resultou em uma diminuição de 24,8 % do coeficiente de absorção de água para 0,06 % de OG. Constatou-se que o OG acelera a hidratação do cimento e aumenta a quantidade final de produtos de hidratação como cristais de portlandita e C-S-H gel nos microporos. Dessa maneira, ocorre uma densificação da matriz e as propriedades de transporte são melhoradas.

Quanto às formas de deterioração físicas, melhorias foram observadas ao adicionar OG a compostos cimentícios. MOHAMMED *et al.* (2016) submeteram uma argamassa com a/c = 0,45 a 540 ciclos de gelo e degelo. Os resultados mostraram que a perda de massa do grupo controle foi de 0,80 %, enquanto a do grupo contendo 0,06 % de OG foi de apenas 0,25 %. Isso representa uma redução de 69 % na perda de massa. No entanto esse resultado é oposto ao observado por TONG *et al.* (2016),

indicando que o mecanismo de atuação do OG em ciclos de congelamento ainda não é bem conhecido.

MOHAMMED *et al.* (2017) avaliaram a perda de resistência do concreto de a/c = 0,45 submetido à altas temperaturas. A amostra sem óxido de grafeno perdeu 70 % de sua resistência, enquanto a amostra com adição de OG perdeu apenas 30 %. Assim, tem-se uma redução de perda de resistência de 57 %, o que também foi atribuída ao aumento de poros de gel e diminuição de poros capilares ocasionados pelo OG. Os autores, no entanto, não informam o teor de OG usado nas amostras.

As propriedades de transporte são muito dependentes da boa dispersão do OG na matriz e da conectividade de seus poros. Porém, o efeito de sua adição nesses mecanismos de transporte ainda não é claro na literatura (YANG *et al.*, 2017).

A corrosão da armadura é o principal problema que afeta a durabilidade das estruturas de concreto armado. Ela causa diminuição da sua capacidade resistente, fissuração do concreto e perda de aderência aço/concreto, devido aos seus produtos expansivos. Já a carbonatação, além de ter suas próprias consequências ao concreto, é responsável pela perda da proteção de sua armadura, que sofre corrosão generalizada, como se estivesse exposta à atmosfera. Porém, apresenta o agravante de a umidade permanecer no interior do concreto por muito mais tempo (ANDRADE e CARMEN, 1992).

O cimento, presente no concreto, é um meio bastante alcalino. Essa alcalinidade provém das reações de hidratação dos silicatos de cálcio (C₃S e C₂S), que liberam hidróxido de cálcio, Ca(OH)₂, uma base forte que se dissolve em água e preenche os poros e capilares do concreto, resultando em um pH de aproximadamente 13,5. De acordo com HELENE (1986), esse pH garante a formação de uma camada passivadora de ferrato de cálcio no aço, resultante da combinação da ferrugem superficial com a água, que resulta em hidróxido de ferro que, por sua vez, reage com o hidróxido de cálcio, segundo a Equação 2.1:

 $2Fe(OH)_3 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaO.Fe_2 + 4H_2O$ (2.1)

Quando o gás carbono, CO₂, atmosférico penetra na estrutura cimentícia, ele se dissolve na sua solução intersticial formando o ácido carbônico, que reage com os hidróxidos alcalinos do cimento, principalmente com o hidróxido de cálcio. Como resultado das reações decorrentes, ocorre a precipitação de carbonato de cálcio, CaCO₃, e a redução do pH para valores abaixo de 10,5 (ROY, POH e NORTHWOOD, 1999; MARTINS *et al.*, 2018; VILLAIN, THIERY e PLATRET, 2007; CUI *et al.*, 2015; NEVILLE e BROOKS, 2010).

As reações, de forma geral, são as seguintes (CASCUDO, 1997):

 O gás carbônico atmosférico é dissolvido na água intersticial do concreto formando o ácido carbônico (H₂CO₃) (Equação 2.2):

$$CO_2 + H_2O \rightarrow H_2CO_3 \tag{2.2}$$

 O ácido carbônico reage com o hidróxido de cálcio originando bicarbonato de cálcio e água (Equação 2.3):

$$2H_2CO_3 + Ca(OH)_2 \rightarrow Ca(HCO_3)_2 + 2H_2O$$
(2.3)

 O bicarbonato de cálcio e o hidróxido de cálcio dão origem, em uma reação de dupla troca, a carbonato de cálcio e água (Equação 2.4):

$$Ca(HCO_3)_2 + Ca(OH)_2 \rightarrow 2CaCO_3 + 2H_2O$$
(2.4)

Ao final, tem-se a reação simplificada de carbonatação (Equação 2.5):

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \xrightarrow{H_{2O}} CaCO_3 + H_2O$$
(2.5)

Para temperatura ambiente de 25 °C e considerando o potencial de corrosão do ferro no concreto de +1,0 a -0,4 V, verifica-se no Diagrama de *Pourbaix* (Figura 10) que, com a queda do pH decorrente dos processos citados acima, as reações de eletrodo do ferro passam de passivação para corrosão, expondo o aço das armaduras.



Figura 10 - Diagrama de Pourbaix de equilíbrio termodinâmico. Potencial x pH para o sistema Fe – H₂O a 25°C, delimitando os domínios de corrosão, passivação e imunidade. Fonte: POURBAIX (1961).

A carbonatação ocorre lentamente e vai se atenuando com o tempo, devido à hidratação crescente do cimento e de seus produtos que colmatam os poros superficiais. Além disso, ela é dependente da umidade da estrutura: com os poros secos ela não ocorre por falta de água, mas se eles estiverem 100 % preenchidos de água a taxa de difusão do gás carbônico é bastante reduzida (CASCUDO, 1997).

Seu processo é, portanto, influenciado por diversos parâmetros, sendo a difusividade e a reatividade do CO₂ os mais significativos. A reatividade do CO₂, por sua vez, é dependente do tipo/composição do ligante e do grau de hidratação. Já a difusividade é regida por dois parâmetros: sistema de poros (influenciado pelo tipo e composição do ligante, grau de hidratação, relação a/c e compactação) e condições de exposição (dependente da concentração de CO₂ e da umidade relativa do ambiente) (BERTOS *et al.*, 2014). Vale ressaltar que, em ambiente rural, o CO₂ está presente na atmosfera em uma concentração de aproximadamente 0,03 %. No entanto, nas grandes cidades esse teor supera 0,03 % (NEVILLE e BROOKS, 2010).

Dessa forma a profundidade de carbonatação pode ser estimada por meio da 1ª Lei de difusão de Fick (Equação 2.6):

$$d = k\sqrt{t}$$
(2.6)

onde: d = profundidade carbonatada (mm) k = coeficiente de carbonatação (mm/ \sqrt{t}) t = tempo de exposição

O coeficiente k varia com a difusividade do dióxido de carbono no meio e é definido por vários autores em valores de aproximadamente 4 mm/√ano, em condições normais de exposição (CUI *et al.*, 2015; NEVILLE, 1997; ROY, POH e NORTHWOOD, 1999; MARTINS *et al.*, 2018).

Além da queda do pH e suas consequências para o aço que arma as estruturas, a carbonatação do composto cimentício também resulta em mudanças de volume na microestrutura que podem reduzir a permeabilidade do material e aumentar a sua resistência, mas também podem causar microfissuras. MORANDEAU, THIÉRY e DANGLA (2014) também concluíram que, além de reduzir o pH da matriz cimentícia, a carbonatação reduz sua porosidade, uma vez que a perda do CH é compensada pela precipitação de um composto de maior volume molar.

Uma característica do fenômeno da carbonatação é a existência da "frente" de avanço do processo, que separa regiões de pH muito díspares (>13 e <8) (ANDRADE e CARMEN, 1992). Assim, o método mais simples e comum de monitorar esse fenômeno no composto cimentício é a aspersão de solução à base de indicadores de pH como a fenolftaleína (VILLAIN, THIERY e PLATRET, 2007) que apresenta coloração vermelha quando o pH é maior que 9,5 e é incolor para pH < 8,3 (JOHANNESSON e UTGENANNT, 2001; ANDRADE e CARMEN, 1992).

LADEIRA (2017) analisou a resistência à carbonatação de argamassas produzidas com cimento Portland CP III 40 RS, o cimento mais suscetível a esse fenômeno devido à sua reduzida reserva alcalina. A relação a/c foi de 0,48 e utilizouse aditivo um líquido dispersante e plastificante, na concentração de 0,3 %, em relação à massa do cimento. Com o auxílio de fenolftaleína, analisou-se a profundidade de penetração da carbonatação em amostras acondicionadas em câmara de carbonatação com teor de $CO_2 = 5$ %. As amostras que passaram 28 dias na câmara apresentaram uma profundidade de carbonatação igual a 9,7 mm e as que passaram 84 dias, 15,03 mm.

MOHAMMED *et al.* (2018) submeteram amostras de argamassa à câmara de carbonatação, com concentração de $CO_2 = 5$ %, umidade relativa = 65 % e temperatura de 21 °C. Com auxílio de fenolftaleína para indicar o pH, observou-se que, com três meses, a frente de carbonatação da amostra com OG era de 1,5 mm enquanto a da amostra sem OG era de 5 mm. Ao fim de 18 meses esses valores foram ainda mais discrepantes: a amostra com OG apresentava avanço de frente de carbonatação de 2,5 mm e a amostra controle de 16 mm. Isso representa uma redução de aproximadamente 85 % na carbonatação. Esse resultado positivo foi atribuído a dois fatores: ao refinamento da microestrutura com redução dos poros capilares (dificultando a penetração do CO_2) e ao intertravamento de íons cálcio e carbonato. No entanto, os autores não informam o teor de OG usado na produção das amostras.

As mesmas amostras foram rompidas aos 28 dias, tendo a amostra com OG apresentado um aumento de 35 % na resistência à compressão. Ao fim dos 18 meses, no entanto, esse aumento de resistência foi de apenas 13 % comparado ao valor inicial. Já a amostra controle sofreu aumento de resistência nos primeiros meses e, ao final, redução de 67 % da sua resistência à compressão. Esse fato foi explicado por BERTOS *et al.* (2014): no processo de carbonatação o hidróxido de cálcio do cimento, de volume molar = 33 ml, origina um precipitado de maior volume (36,9 ml). Em um primeiro momento, esse precipitado ocupa os poros da matriz cimentícia, aumentando a sua resistência à compressão. Com os poros já colmatados, os novos precipitados se acumulam e criam microfissuras nas zonas carbonatadas, tornando o aumento de resistência menos expressivo do que o obtido nas primeiras idades.

A concentração de CO₂ do ambiente também é muito relevante no processo de carbonatação, uma vez que, pela Lei de Fick, a taxa de difusão desse gás é alterada e, consequentemente, a sua penetração na estrutura e a velocidade de sua reação também mudam. Nesse aspecto, CUI *et al.* (2015) submeteram amostras de concreto, com diferentes relações a/c, a variadas concentrações de CO₂.

Foi observado um maior avanço da frente de carbonatação quando a concentração de dióxido de carbono é mais baixa (2 % a 20 %) e uma menor profundidade para concentrações de 20 % a 100 % de CO₂. Isso foi atribuído, após análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), pelas mudanças na microestrutura causadas pelas reações de carbonatação, que densificam a superfície do concreto e diminuem a difusão de gases para o seu interior. Em uma maior concentração, a taxa de difusão é maior e a reação ocorre mais rapidamente, colmatando os poros da superfície com mais rapidez. O fenômeno pode ser observado nas Figuras 11 a 13, nas quais as amostras foram preparadas com relação a/c = 0,55.



Figura 11 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 10 % de CO₂, por 7 dias. Fonte: CUI *et al.* (2015).



Figura 12 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 20 % de CO₂, por 7 dias. Fonte: CUI *et al.* (2015).



Figura 13 - Imagem de MEV de concreto submetido à concentração de 30 % de CO₂, por 7 dias. Fonte: CUI *et al.* (2015).

HUET, TASOTI e KHALFALLAH (2011) atribuem a taxa de reatividade do Cimento Portland no CO₂ a dois mecanismos limitantes: (1) à colmatação dos poros do cimento pelo carbonato de cálcio e (2) às condições que podem alterar o sentido de equilíbrio da difusão, como temperatura, pressão, salinidade e composição dos produtos de hidratação do cimento. No entanto, eles apontam que atualmente existem muitas pesquisas que obtiveram diferentes taxas de reatividade, para condições e materiais semelhantes. Todos os estudos analisados nesse aspecto apresentam um crescimento na concentração de carbonato de cálcio à medida que sai do interior do corpo de prova e se aproxima de sua superfície. Porém, a variabilidade de resultados para a taxa de reatividade indica que esses mecanismos ainda necessitam ser estudados mais profundamente.

Por fim, vale ressaltar que há uma escassez de estudos na literatura acerca da carbonatação em compósitos cimentícios que contemplem a avaliação desse processo em materiais com diferentes teores de OG. Também há uma lacuna do conhecimento no que tange o fenômeno da carbonatação em materiais cimentícios acrescidos de soluções de Óxido de Grafeno com diferentes características, tais como a quantidade de defeitos, o número de folhas e o tamanho de dessas folhas.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

No presente trabalho foi avaliado o efeito do óxido de grafeno em argamassas estruturais carbonatadas e não-carbonatadas. Os ensaios foram realizados no estado fresco e no estado endurecido (em corpos de prova cilíndricos, de 5 x 10 cm). O programa experimental encontra-se resumido nos fluxogramas abaixo. Já o detalhamento dos materiais usados na moldagem dos CP's e dos ensaios feitos estão descritos nos tópicos seguintes.



3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

3.1.1 Argamassa Estrutural Comercial

Levando em conta que o material desenvolvido é inovador, não há normas brasileiras ou internacionais para argamassas de reparo estrutural com adição de nanomateriais. Além disso, são poucos os estudos publicados sobre argamassas acrescidas de OG.

Portanto, optou-se nesse trabalho por adquirir um produto comercial, caracterizálo e reproduzir a sua consistência e resistência mínima no material desenvolvido. Utilizou-se como referência o Supergraute da fabricante Quartzolit, cujos dados disponíveis aos consumidores se encontram na Tabela 6.

Supergraute Quartzolit				
Consumo	2290 kg/m³			
Tempo de utilização após preparo	No máximo 30 minutos			
Temperatura ambiente de trabalho	30 °C a 40 °C			
Quantidade total de água utilizada	3,2 L para um saco de 25 kg			
Composição	Cimento, agregados minerais, aditivos químicos não tóxicos e fluidificante.			
Modo de preparo	Adicione na argama intensamente por 3 m restante e mis	assadeira ⅔ da água e misture inutos. A seguir adicione a água ture por mais 3 minutos.		
	Idade	Resistência à compressão		
Desistâncie à compressão constrado	24 h	25 MPa		
Resistencia a compressão esperada	3 d	35 MPa		
	28 d	50 MPa		

Tabela 6 - Informações do produto de mercado.

Fonte: Quartzolit, 2019.

3.1.2 Cimento

Para a produção das argamassas, utilizou-se o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V - ARI). Essa escolha foi feita baseada no fato de que seria necessário um cimento que alcançasse resistência à compressão elevada e que se tornasse consistente em pouco tempo. Já para a análise do pH da pasta de cimento acrescida de OG, utilizou-se o Cimento Portland de Alto Forno Resistente a Sulfatos (CP III RS 40), tendo em vista seu menor teor de escória e baixo pH em comparação aos demais cimentos. Visou-se com isso simular a pior situação em relação à diminuição do pH da argamassa causado pela adição do OG.

Os cimentos CP III RS 40 e CP V - ARI foram fornecidos pela empresa InterCement. Suas características, assim como a conformidade com as exigências da NBR 16697:2018 (ABNT, 2018), se encontram na Tabela 7.

Propriedades		Parâmetros do c	imento utilizado	Exigências da NBR 16697	
		CP V – ARI	CP III RS 40	para CP V (ABNT, 2018)	
Tempo de início de pega (min)		140*	180	≥ 60	
Tempo de fim d	e pega (min)	250*	250	≤ 600	
Perda ao fogo		3,42 %*	3,47 %	\leq 6,5 %	
Destation	1 dia	26,9	-	≥ 14	
Resistencia a	3 dias	41,5 *	-	≥ 24	
(Mpa)	7 dias	45,0*	-	≥ 34	
	28 dias	52,9*	-	-	
	SO ₃	4,07 %*	2,38 %	≤ 4,5 %	
Al ₂ O ₃		4,60 %	6,36 %	-	
]	MgO	2,16 %*	3,43 %	≤ 6,5 %	
	CaO	61,4 %	54,81 %	-	
SiO ₂		19,60 %	24,09 %	-	
Fe ₂ O ₃		2,30 %	3,30 %	-	
K ₂ O		0,80 %	0,67 %	-	
Índice de Hidraulicidade		3,51 %	2,69 %	$\frac{CaO + MgO + Al_2O_3}{SiO_2} > 1$	

Tabela 7 – Parâmetros do cimento utilizado e sua conformidade com a normatização brasileira.

Fonte: InterCement (2019); SOUZA (2021)*.

3.1.3 Agregado Miúdo

Para a composição do graute foi utilizada a areia fornecida pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), que segue a norma NBR 7214:2015 (ABNT, 2015), nas seguintes granulometrias:

Tabela 8 – Granulometria da	areia normal brasileira utilizada para composição do graute.

Material passante na peneira de abertura nominal de	Material retido na peneira de abertura nominal de	Denominação da areia	
2,4 mm	1,2 mm	Grossa	
1,2 mm	0,6 mm	Média grossa	
0,6 mm	0,3 mm	Média Fina	
0,3 mm	0,15 mm	Fina	

Fonte: NBR 7214:2015 (ABNT, 2015).

3.1.4 Fíler de Calcário

O *fíler* foi composto por pó de pedra calcária moído em duas granulometrias: retido entre as peneiras de abertura nominal de 0,15 mm e 0,075 mm e passante na peneira de 0,075 mm.

3.1.5 Aditivo

Para desenvolver um graute que consiga penetrar em fissuras, é necessário que a sua fluidez seja alta. Levando em conta que o OG tende a reduzir a trabalhabilidade da mistura, torna-se necessário o uso de um aditivo superplastificante. Para essa tarefa, foi utilizado o aditivo superplastificante MC-PowerFlow 1180 da fabricante MC - Bauchemie, cujas características se encontram na Tabela 9.

Aditivo superplastificante de alto desempenho.
Líquido
Marrom
>= 0,2 % <= 5,0 %, em relação à massa de cimento
1,09 kg/L

Tabela 9 – Características do MC-PowerFlow 1180 da MC - Bauchemie.

Fonte: MC Bauchemie, 2020.

3.1.6 Óxido de Grafeno

Utilizou-se, neste trabalho, o óxido de grafeno produzido e fornecido pelo CTNano, que caracterizou o material como tendo de 1 a 7 camadas, dimensões laterais de aproximadamente 5 µm e grau de oxidação de cerca de 40 % em massa. O produto foi apresentado na concentração de 5,0 g/L, em solução aquosa.

Sua obtenção foi executada de acordo com o método da patente BR 10 2016 005632 - 2 A2 (2016). Primeiro, obtém-se o óxido de grafite misturando ao menos um agente de intercalação e outro oxidante com o grafite e irradiando, via micro-ondas, a mistura por até 15 min. Isso faz com que o grafite se expanda e oxide. Esse método se destaca por produzir o óxido de grafite em um pouco tempo, garantindo sua eficiência, escalabilidade e eficiência energética. Segue-se com a lavagem do meio oxidante e esfoliação do óxido de grafite, por meio de ultrassom, gerando óxido de grafeno com alto grau de oxidação, estabilidade térmica e preservação da área lateral das folhas grafíticas. A Figura 14 apresenta as micrografias de OG sólido fixado em porta amostra de alumínio.



Figura 14 - Micrografias de OG sólido fixado em porta amostra de alumínio. Fonte: CTNano.

3.1.7 Água

Foi utilizada água destilada, dos laboratórios do CTNano, para o teste de pH. Nos ensaios de consistência e na moldagem dos corpos de prova utilizou-se a água fornecida pela COPASA MG (Companhia de Saneamento de Minas Gerais), dos laboratórios de engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) e do CTNano, respectivamente.

3.2 ENSAIOS PRELIMINARES DE VERIFICAÇÃO DO pH DE PASTAS CONTENDO OG

Por meio de medição com fita indicadora de pH, verificou-se que a solução de óxido de grafeno utilizada apresentava pH = 2,4. No entanto, o pH muito baixo, além de modificar os processos de hidratação do cimento, é um fator desencadeante da indesejável despassivação do aço, que resulta na redução da durabilidade das estruturas de concreto armado. Dessa forma, é importante analisar a mistura com OG e, caso esta apresente redução significativa no pH, adicionar uma solução básica de hidróxido de cálcio, Ca(OH)₂, igualando o pH das misturas com e sem OG.

Para a análise do pH foram produzidas, no CTNano, pastas de cimento utilizando água fornecida pela COPASA e cimento CP III RS 40, uma vez que seu pH é menor devido ao elevado teor de escória e às consequentes reações de hidrólise ácida de óxidos nele contido, garantindo a análise do pior cenário.

As medições de pH das pastas, sem e com adição de OG a 0,03 % de cimento foram realizadas com fita medidora de pH em cinco tempos após início da mistura. Por fim, comparou-se os valores de pH obtidos para se verificar a necessidade de ajuste da alcalinidade da solução.

3.3 DOSAGEM DAS ARGAMASSAS E ENSAIOS DE CONSISTÊNCIA

3.3.1 Análise de Material Comercial

A fim de se obter um produto semelhante ao utilizado como referência (Supergraute Quartzolit), foi realizada a caracterização deste material, por meio de ensaios de peneiramento e caracterização granulométrica, perda de massa em Mufla e termogravimetria do material seco, assim como trabalhabilidade (consistência) do graute no estado fresco.

3.3.1.1 Consistência por Espalhamento

A análise da consistência do produto comercial foi feita tomando como referência a norma NBR 13276:2016 (ABNT, 2016). Os ensaios foram realizados no Laboratório de Concreto da Escola de Engenharia da UFMG utilizando os seguintes equipamentos: mesa para índice de consistência e molde troncônico, conforme a NBR 7215:2019 (ABNT, 2019), régua metálica, argamassadeira e balança. A mistura da argamassa foi realizada seguindo as recomendações do fabricante, utilizando-se 1,710 kg de material para 219 g de água, pesados em balança com precisão de 0,1 g. Primeiramente adicionou-se à argamassa em pó 164 g de água (3/4 da água total), misturando intensamente na argamassadeira durante 3 minutos. Em seguida adicionou-se o restante da água (55 g), misturando por mais 3 minutos.

Em seguida, o tronco de cone, limpo, foi centralizado e firmado sobre a mesa de consistência, também limpa e untada com uma fina camada de óleo lubrificante. Preencheu-se o cone, cuidadosamente, com a argamassa e realizou-se seu rasamento, garantindo o preenchimento completo do molde. Verificou-se que a consistência se apresentou bastante fluida, assemelhando-se a um concreto autoadensável. Dessa forma, não foi necessária a aplicação dos golpes de soquete como indica a NBR 13276:2016 (ABNT, 2016). Retirou-se o molde verticalmente e, pela fluidez verificada também não houve necessidade de efetuar golpes na mesa. As medidas foram realizadas em três diâmetros uniformemente distribuídos ao longo do perímetro, calculando-se, ao final, o índice de consistência da argamassa pela média das medidas tomadas. O procedimento inteiro foi repetido três vezes.

3.3.1.2 Peneiramento

Um peneiramento de 500 g do Supergraute Quartzolit foi realizado para obtenção de suas frações granulométricas. O procedimento foi realizado no Laboratório de Tratamento de Minérios da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG, utilizando agitador mecânico e as seguintes peneiras: 1,2 mm, 0,6 mm, 0,3 mm, 0,15 mm e 0,075 mm.

O peneiramento foi realizado de três vezes, a fim de não colmatar as peneiras, que eram limpas no início de cada etapa. O material retido em cada peneira e o fundo foram, ao final, pesados em balança adequada. O percentual de cada granulometria analisada pode ser aferido, junto com a perda.

3.3.1.3 Análises Termogravimétricas

Optou-se por realizar uma análise termogravimétrica ou análise termogravimétrica (TGA) do material comercial a fim de estimar, com maior confiabilidade, a sua composição. Uma pequena quantidade do material anidro passante na peneira #200 foi submetida à análise termogravimétrica por meio da termobalança da Perkin Elmer, modelo STA 8000, pertencente ao laboratório de Caracterização do CTNano. Esse material foi aquecido da temperatura ambiente até 920 °C, sob atmosfera inerte, em taxa constante de 10 °C/min, em uma faixa de temperatura de 30-900 °C, sendo constantemente pesado durante todo o processo de leituras automatizadas. Como resultado, obteve-se uma curva de decomposição térmica, que consiste em um gráfico de percentagem da massa da amostra em função da temperatura, a partir do qual pôde-se aferir a perda de massa durante o processo.

A derivada primeira da TGA gera uma relação entre a variação da massa sobre a variação do tempo (dm/dt) e a temperatura ou tempo, chamada de termogravimetria derivada (DTG). Segundo RAMACHANDRAN (2002), seus picos indicam as transformações que resultam em variação de massa da amostra, sendo o pico positivo correspondente a uma transformação exotérmica, com consequente perda dessa massa. Os processos endotérmicos, por sua vez, que consomem energia, constituem os picos negativos. Assim, obteve-se informações sobre a composição do material em questão, por meio da associação dos dados obtidos à temperatura de reação e decomposição térmica dos possíveis componentes do graute anidro.

De acordo com HOPPE (2008) e RAMACHANDRAN (2002) tem-se as seguintes faixas aproximadas de temperatura e respectivas reações dos compostos presentes no cimento CP V – ARI, as quais foram utilizadas de referência neste trabalho:

- 30 a 100 °C ocorre a perda da água livre da gipsita (CaSO₄.2H₂O)
- 100 a 225 °C ocorre a decomposição da gipsita, formando hemidrato (CaSO₄.0,5H₂O) (a aproximadamente 140 °C) e, depois, anidrita III (CaSO₄) (a aproximadamente 150 °C);

 525 a 1000 °C - ocorre a decomposição do carbonato de cálcio (CaCO₃) proveniente do cimento carbonatado ou de aditivos contendo *fíler* calcário (Equação 2.7):

$$CaCO_3 + calor \rightarrow CaO + CO_2 \tag{2.7}$$

Também foram utilizadas as seguintes referências de RAMACHANDRAN (2002) e FERREIRA (2017) para a temperatura aproximada das reações do gesso separadamente:

 110 a 180 °C – ocorre a perda da água livre do hemidrato, principal componente do gesso, e gera anidrita III, segundo a reação (Equação 2.8):

$$CaSO_{4.0,5}H_{2}O + calor \rightarrow CaSO_{4} + 0,5H_{2}O$$
(2.8)

, na qual 0,5H₂O representa 6,2 % da massa do composto.

 330 a 360 °C – a anidrita III solúvel torna-se insolúvel em processo exotérmico pouco representativo.

3.3.1.4 Perda de Massa na Mufla

A fim de aferir os resultados obtidos no ensaio de TGA, também foi realizado o aquecimento do material passante na peneira #200 do graute comercial na Mufla, do laboratório de compostos cimentícios do CTNano.

Primeiramente, pesou-se 15 g do material, em balança com precisão de 0,1 g. A amostra foi colocada na Mufla, onde passou por um aquecimento constante de 25 – 800 °C, no intervalo de uma hora. Em seguida, a temperatura manteve-se em 800 °C por mais duas horas e, então, a amostra foi resfriada naturalmente até a temperatura ambiente novamente. O material foi pesado e sua massa final aferida.

3.3.2 Traço da Argamassa

3.3.2.1 Traço Inicial

O traço da argamassa estrutural, em massa, foi calculado, em um primeiro momento, utilizando os resultados obtidos da análise do graute comercial, a fim de se obter um produto de composição similar ao de mercado.

As quantidades de *fíler*, aditivo e cimento, foram estimadas com o auxílio do ensaio de termogravimetria. HOPPE (2008), em sua análise do CP V – ARI, obteve 4,06 % de perda total de massa, em TGA, sendo 2,15 % devido a decomposição do carbonato de cálcio. Já o cimento fornecido pela InterCement, utilizado nesta pesquisa, apresentou 3,42 % de perda ao fogo, segundo SOUZA (2021). Dessa maneira, optou-se por realizar uma aproximação das referências e atribuir 4,0 % da perda de massa ao cimento. O restante da perda, portanto, seria referente ao aditivo na forma de pó e ao *fíler* calcário.

Utilizou-se, para as frações das areias, a mesma proporção obtida na granulomeria do material de mercado. A parcela perdida durante o peneiramento foi somada ao passante na peneira #200. A quantidade de água inicial foi a mesma recomendada para o graute de mercado, descontando-se a fração líquida do aditivo.

3.3.2.2 Traço Ajustado

Foram necessárias correções preliminares no traço, uma vez que os materiais do graute composto em laboratório não eram exatamente os mesmos do graute de mercado. O primeiro ajuste do traço ocorreu em função dos ensaios de consistência por espalhamento na mesa *flow table*, o qual foi realizado utilizando molde troncônico de 6,8 cm de altura e diâmetros de 8,0 cm e 12,5 cm. O ensaio, porém, foi feito sem a aplicação de golpes na mesa, devido à consistência fluida do material. Corrigiu-se a quantidade de água de forma a reproduzir a mesma trabalhabilidade do material de

mercado. Também foram moldados alguns corpos de prova e observou-se o aspecto dos CP's produzidos (segregação, exsudação).

No segundo ajuste do traço, variou-se a quantidade de água e de aditivo superplastificante e repetiu-se a análise da consistência. Por fim, repetiu-se o ensaio de espalhamento do material de mercado nas novas condições, para fins comparativos.

3.4 FABRICAÇÃO DA ARGAMASSA E MOLDAGEM E PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

A mistura da argamassa foi realizada da mesma forma que foi feita a mistura para o último ensaio de espalhamento. Para tal, foi usada uma balança com resolução de 0,1 g, misturador mecânico, conforme a NBR 7215:2019 (ABNT, 2019), cronômetro com resolução de 1 s e espátula.

O misturador contendo a parcela sólida da argamassa foi ligado na velocidade baixa por 30 s. Manteve-se a argamassadeira em velocidade baixa por mais 90 s, a adicionando-se 75 % da água nos 10 s iniciais. Após essa etapa, o equipamento foi desligado por 30 s para a raspagem da superfície interna da cuba e das pás com espátula. Finalmente, com a máquina ligada em velocidade baixa novamente, adicionou-se a água restante, o aditivo e a solução de OG, desligando-se o aparelho após 150 s de mistura para preenchimento dos moldes.

Realizada a mistura, o material foi imediatamente vertido em corpos de prova (5 x 10) cm, com superfície interna untada de óleo mineral para facilitar o desmolde. Não houve necessidade de adensamento em camadas, uma vez que a argamassa já se mostrava bastante fluida.

Em seguida, os corpos de prova foram rasados, identificados, cobertos com placa de vidro e levados à câmara úmida. Esse procedimento foi repetido para cada traço, até que a quantidade mínima necessária de material para a moldagem de todos os corpos de prova fosse atingida, de acordo com a Tabela 10.

Teor de OG (solução aquosa) na argamassa em relação à massa de cimento (%)	0,00	0,03	0,10	
Quantidades de corpos de prova	45	45	45	
Denominação da argamassa	ArRef	ArOG-0,03	ArOG-0,10	

Tabela 10 – Nomenclatura e quantidade de CP's de argamassa com diferentes teores de OG.

Os corpos de prova permaneceram na câmara úmida por 24 h. Após isso, eles foram desmoldados e imersos em tanque com solução saturada de hidróxido de cálcio, Ca(OH)₂, para cura, sendo retirados somente no dia dos ensaios.

Para os ensaios de carbonatação, os CP's curaram por 14 dias – um período de cura utilizado por muitos autores, segundo PAULETTI *et al.* (2016) – e sazonaram por dois dias, de forma a garantir o equilíbrio entre a umidade interna das amostras e a umidade do ambiente. Estes CP's foram inseridos na câmara de carbonatação com a idade de 16 dias, onde permaneceram por períodos 27 e 54 dias, sendo então rompidos nas idades de 43 e 70 dias respectivamente. A relação da quantidade de CP's rompidos em cada ensaio e em cada idade consta na Tabela 11.

 Tabela 11 - Relação da quantidade de corpos de prova de cada grupo rompidos em cada ensaio e suas respectivas idades de rompimento.

Quantidade de corpos de prova de cada grupo	Idade dos CP's				
rompidos em cada ensaio	1 dia	7 dias	28 dias	43 dias	70 dias
Resistência à compressão	3	3	3	3	3
Resistência à tração por compressão diametral	5	5	-	5	5
Resistência à tração por compressão diametral (CP's carbonatados)	-	-	-	5	5
Total de CP's de cada grupo			45		

3.5 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Para obter a resistência à compressão da argamassa, 3 corpos de prova de cada tipo foram medidos em suas dimensões e rompidos nas idades de 1, 7, 28, 43 e 70 dias, de acordo com as recomendações e procedimentos da NBR 7215:2019 (ABNT, 2019).

Para o cálculo da seção transversal, aferiu-se o diâmetro de cada corpo de prova, com auxílio de um paquímetro, sendo as medidas obtidas com precisão de 0,1 mm por meio da média de dois diâmetros ortogonais, tirados na metade da altura do CP. A altura foi aferida da mesma maneira, tomando duas medidas ortogonais a partir do centro da seção transversal.

Para a ruptura dos CP's, foi utilizada uma máquina de ensaios universal da EMIC, com célula de carga de 200 kN, modelo DL20000 (Figura 15), e posteriormente, a prensa AGS-X, da Shimadzu Corporation, com célula de carga de 300 kN. Os CP's foram posicionados no eixo central e carregados, continuamente, com velocidade de 0,25 MPa/s. A resistência à compressão (*fc*), em megapascals (MPa), de cada cilindro foi calculada dividindo-se a força de ruptura pela área nominal de sua seção. Em seguida, calculou-se a média (R_{med}) dos valores de cada grupo.



Figura 15 - EMIC® DL 20.000.

3.6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral dos corpos de prova de argamassa foi executado seguindo as recomendações da NBR 7222:2011 (ABNT, 2011), utilizando a máquina de ensaios universal modelo DL10000, da EMIC, com célula de carga de 100 kN (Figura 16).



Figura 16 - EMIC® DL 10.000.

O aferimento dos diâmetros de cada CP de argamassa foi feito de acordo com o mesmo procedimento do item 3.5 deste trabalho. Já a medida da altura foi realizada após o rompimento, em três seções igualmente espaçadas do CP, para obter um resultado mais apurado. Em seguida rompeu-se os corpos de prova, utilizando-se um dispositivo para auxiliar no posicionamento do CP na prensa, aplicando-se uma carga contínua de velocidade igual a 0,05 MPa/s.

De acordo com a norma NBR 7222:2011 (ABNT, 2011), a resistência à tração das amostras foi calculada por meio da Equação 3.1:

$$f_{ct,sp} = \frac{2F}{\pi . d_{cp} . l_{cp}} \tag{3.1}$$

, onde:

 $f_{ct,sp}$ é a resistência à tração por compressão diametral, em magapascals (MPa); F é a força máxima obtida no ensaio, em Newtons (N);

 d_{cp} é o diâmetro do corpo de prova, em milímetros (mm);

 l_{cp} é a altura do corpo de prova, em milímetros (mm).

Foram rompidos, nas idades de 1, 7, 43 e 70 dias, 5 corpos de prova de cada grupo. No caso das amostras carbonatadas, foram rompidos 5 CP's de cada grupo nas idades de 43 e 70 dias, ou seja, após 27 e 54 dias em câmara de carbonatação, respectivamente. De cada grupo de 5 CP's rompidos, 3 foram selecionados para o cálculo da média amostral (R_{med}), excluindo-se o valor máximo e mínimo. Em seguida, calculou-se o desvio padrão das resistências obtidas em cada idade, dos CP's selecionados, em magapascals (MPa) e percentual.

3.7 ENSAIO DE CARBONATAÇÃO ACELERADA

A normalização dos ensaios de carbonatação é de suma importância. Nesse sentido, PAULETTI (2004) pesquisou os parâmetros adotados por diversos pesquisadores, em ensaios acelerados de carbonatação, chegando a uma faixa comum de temperatura de 20,0 a 40,0 °C, umidade entre 40 % e 85 % e concentração de CO₂ de 1,0 a 100,0 %. A fim de poder comparar os resultados do presente trabalho com os resultados encontrados por LADEIRA (2017), utilizou-se os mesmos parâmetros da câmara de carbonatação acelerada. Assim, após os 14 dias de cura e dois dias de sazonamento, 10 corpos de prova de cada grupo foram acondicionados em câmara de carbonatação com teor de CO₂ de 5,0 ± 0,5 %, umidade relativa de 65 ± 1 %, e temperatura de 32,0 ± 0,1 °C, durante períodos de 27 e 54 dias, para serem ensaiados nas idades de 43 e 70 dias, respectivamente.

Na data estipulada, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de tração por compressão diametral. Em seguida, foi preparada a solução de fenolftaleína na concentração de 1 % m/v, diluída em álcool isopropílico. Tomando como referência as especificações da norma CPC - 18 (RILEM, 1988), a solução foi aspergida em ambas as superfícies de ruptura dos corpos de prova, para verificação da frente de carbonatação. Após 5 minutos, eles foram secados e fotografados para análise.

O método de análise de avanço da frente de carbonatação utilizado foi o mesmo executado por HOPPE (2008), por meio do programa AutoCAD 2022, no qual as escalas foram ajustadas para tamanho real e a área incolor (carbonatada) foi delimitada e calculada por meio do método de Gauss, um algoritmo matemático utilizado para calcular áreas de polígonos irregulares (Figura 17). Dividindo-se a área total obtida pelo comprimento analisado (5,0 cm centrais dos corpos de prova) é possível obter a profundidade da área carbonatada com grande precisão.



Figura 17 – Corpo de prova do grupo ArRef, carbonatado, rompido à tração por compressão diametral aos 43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação), após aspersão de solução de fenolftaleína. Área central demarcada em AutoCAD.

3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA DE DADOS

Para a comparação das médias de três ou mais populações, a Análise de Variância (ANOVA) é o teste mais indicado. O método consiste na extração de uma amostra de cada população para determinar se as diferenças entre as médias amostrais indicam se há diferenças significativas entre as médias populacionais, ou se essas diferenças são causadas apenas pela variabilidade implícita das amostras.

No presente estudo foi utilizado o teste de Anova Fatorial, uma extensão da análise, de mesma premissa, porém considerando dois ou mais fatores. Conforme explica FÁVERO (2017), a ANOVA fatorial assume que a variável dependente, de natureza quantitativa, seja influenciada por mais de uma variável de natureza explicativa (fatores). As Equações 3.2 e 3.3, para determinação das estatísticas da ANOVA para cada fator e para cada interação, são dadas a seguir:

$$F_{A} = \frac{\frac{SQF_{A}}{a-1}}{\frac{SQU}{(n-1)\cdot ab}} = \frac{QMF_{A}}{QME}$$
(3.2)

$$F_{AB} = \frac{\frac{SQ_{AB}}{(a-1)\cdot(b-1)}}{\frac{SQU}{(n-1)\cdot ab}} = \frac{QM_{AB}}{QME}$$
(3.3)

, sendo SQF (SQ) a soma dos quadrados do fator A (AB), SQU a soma dos quadrados dos erros, QMF (QM) quadrado médio do fator A (AB) e QME o quadrado médio dos erros.

Assim, pode-se encontrar o p_value de cada fator e interação para realizar a comparação com o nível de significância adotado (5%). Caso $p_value > 0,05$ não é rejeitada a hipótese nula de que as médias são significativamente iguais e assume-se que não há interação entre os fatores. Caso $p_value < 0,05$ é rejeitada a hipótese nula, portanto as médias populacionais são significativamente diferentes e há interação entre os fatores. Os cálculos foram realizados através do software SPSS, seguindo os passos indicados por FÁVERO (2017). Além do teste ANOVA fatorial, a análise estatística é endossada por meio da incorporação de barras que indicam os valores de Erro Padrão nos gráficos. Neste caso, a sobreposição das barras indica um p_value abaixo de 0,05.

4. APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 ENSAIOS DE VERIFICAÇÃO DO pH DE PASTAS CONTENDO OG

Os resultados das medições de pH das pastas, sem e com adição de OG (teor de 0,03 % em relação à massa de cimento), realizadas com fita medidora de pH, em cinco tempos após início da mistura, se encontram na Tabela 12.

	Tempo da medição (min)				
	0	15	30	45	60
Pasta sem OG	12	12	12	12	12
Pasta com OG	12	12	12	12	12

Tabela 12 – pH da pasta de cimento com e sem adição de óxido de grafeno.

É possível notar que a adição de OG, apesar de sua acidez, não produziu mudanças significativas no pH da pasta de cimento. Isso pode ser atribuído ao fato de que seu volume de adição é muito reduzido, não promovendo, assim, redução notável na alcalinidade da mistura. Dessa forma, não foi necessário o ajuste do pH da solução de OG.

4.2 ANÁLISE DO GRAUTE COMERCIAL

4.2.1 Consistência por Espalhamento

Os resultados do teste de consistência da argamassa comercial confirmaram sua alta fluidez observada durante o procedimento do ensaio e evidenciada nas Figuras 18 e 19. As medidas obtidas nos três ensaios, mostradas na Tabela 13, foram bastante próximas, indicando que o resultado foi uniforme.



Figura 18 - Graute de mercado sendo vertido em tronco de cone.



Figura 19 - Medição do espalhamento do graute de mercado.

	Diâmetro da argamassa após espalhamento (cm)			Índice de consistência médio (cm)
Mistura 1	38,0	38,8	38,5	38,4
Mistura 2	39,0	38,5	39,0	38,8
Mistura 3	38,0	38,5	38,0	38,2
	Média total (cm)			38,5
	l	Desvio padrão (cm	0,3	

Tabela 13 – Índice de consistência da argamassa de mercado.

4.2.2 Peneiramento

O resultado do peneiramento do graute de mercado (Tabela 14) indicou uma distribuição granulométrica diferente das proporções de agregados da norma NBR 7215:2019 (ABNT, 2019) e com grande quantidade de finos, referente ao cimento, aditivo em pó e material *fíler*. Isso é ser evidenciado por meio do módulo de finura esse graute, cujo valor é de 2,984, o que indica um maior percentual de material retido nas peneiras de malha mais fina.

	Porcentagem		Porcentagem Retida	
	Peso (g)	Retida (%)	Acumulada (%)	
Material inicial	500,0	100,00	100,00	
Retido na peneira 1,2 mm	49,3	9,86	9,86	
Retido na peneira 0,6 mm	61,8	12,36	22,22	
Retido na peneira 0,3 mm	107,4	21,48	43,70	
Retido na peneira 0,15 mm	56,1	11,22	54,92	
Retido na peneira 0,075 mm	64,0	12,80	67,72	
Passante na peneira 0,075 mm (fundo)	158,4	31,68	99,40	
Material perdido	3,0	0,60	100,00	

 Tabela 14 – Resultado do peneiramento do graute de mercado.

4.2.3 Análise Termogravimétrica

A Figura 20 apresenta os resultados da TGA e da DTG feitas com a parcela passante na peneira #200 do graute de mercado.



Figura 20 - TGA e DTG do material passante na peneira #200 do graute de mercado.

Pela TGA observou-se uma perda total de massa igual a 7,66 %, valor superior ao comumente esperado para a perda do cimento CP V – ARI, apontando que, como esperado e indicado pelo fabricante, o material comercial possui, além de cimento, *fíler* mineral e aditivos químicos em pó. Utilizou-se, para análise, as faixas aproximadas de temperatura e respectivas reações dos compostos presentes no CP V – ARI definidas por HOPPE (2008), RAMACHANDRAN (2002) e FERREIRA (2017) e apresentadas na revisão bibliográfica do presente trabalho.

A DTG do material comercial apresentou pequenos picos até 180 °C, referentes à decomposição da gipsita ou gesso, presente no cimento e uma sequência de pequenos picos de outros compostos não identificados, possivelmente usados no aditivo. Já próximo aos 730 °C observa-se o pico mais significativo, devido à decomposição do carbonato de cálcio presente no fíler calcário e possivelmente no
cimento. Considerando que sua curva começa aos 525 °C, calcula-se, pela TGA, que a perda de massa decorrente desse processo de decomposição foi de 6,11 %. Já os processos que o antecederam resultaram em 1,55 % de perda de massa da amostra.

4.2.4 Perda de Massa no Forno Mufla

A Tabela 15 apresenta os resultados da perda de massa do material passante na peneira #200 do graute de mercado ao final do processo de aquecimento, a 800 °C, realizado no forno Mufla. A perda total de massa foi de 8 %. Esse valor está de acordo com o percentual de perda obtido por meio do ensaio de termogravimetria, que foi de 7,66 %, apesar das condições diferentes de ensaio.

Tabela 15 – Perda de massa resultante do aquecimento, a 800 °C, do graute de mercado passantena peneira #200.

	Gramas (g)	Porcentagem (%)	
Massa inicial	15	100,0	
Massa final	13,8	92,0	

4.3 TRAÇO DO GRAUTE

4.3.1 Traço Inicial (preliminar)

Fíler, aditivo e cimento:

As quantidades de *fíler*, aditivo e cimento, ou seja, materiais com granulometria passante na #75 µm, foram estimadas por meio do ensaio de termogravimetria. Atribuindo-se 4 % da perda de 7,66 % do material comercial passante na peneira #200

mm ao cimento e utilizando a dosagem de aditivo igual a 5,0 %, sobre a massa do cimento (levando em consideração a dosagem máxima de aditivo, segundo as recomendações do fabricante), seguem-se os cálculos e resultados da composição do material analisado (Tabela 16).

	Material passante na #200 do graute de mercado	Perda ao fogo
Total	100 %	7,66 %
CP V - ARI	$\frac{4\%.100}{7,66} = 52,22\%$	4,00 %
Aditivo	$\frac{52,22\%.5}{100} = 2,61\%$	$\frac{2,61\%.7,66}{100} = 0,20\%$
Fíler calcário	100 % - (52,22 + 2,61) % = 45,17 %	7,66 % - (4,00 + 0,20) % = 3,46 %

Tabela 16 – Cálculo da composição do material passante na peneira #200 do material de mercado ede sua perda ao fogo no ensaio termogravimétrico.

Areias

Para as frações das areias, utilizou-se a mesma proporção obtida do peneiramento, somando-se a perda ao material passante na peneira #200.

Água

Considerou-se a quantidade de água recomendada para o graute comercial (3,2 L para 25 kg de graute anidro). A fração líquida do aditivo foi descontada da água do traço.

Composição do Traço

O cálculo do traço inicial foi feito utilizando as quantidades de *fíler*, aditivo e cimento calculados na Tabela 16 e as frações de areia obtidas no ensaio de peneiramento do graute comercial (Tabela 14). Foi calculada a proporção de cada material em relação ao material anidro total e indicada a quantidade de água determinada pelo fabricante do material comercial (Tabela 17).

Porcentagem retida em cada peneira (em relação ao material anidro total)							
#1.2	#0.6	#0.3	#0.15	#0.075	fundo + perda		
9,86 %	12,36 %	21,48 %	11,22 %	12,80 %	32,28 %		

Tabela 17 – Estimativa das proporções do graute comercial analisado.

Porcentagem dos compostos passantes na peneira #0.075 mm								
- Em relação ao passante na peneira #0.075 mm								
CP V - ARI	Aditivo superplastificante	Fíler calcário						
52,22 %	2,61 % (= 5 % da massa do cimento)	45,17 %						
	- Em relação ao m	aterial anidro total						
CP V - ARI	Aditivo superplastificante	Fíler calcário						
16,86 %	0,84 % (= 5 % da massa do cimento)	14,58 %						
	17,70 %	Somado ao <i>fíler</i> retido na #0.075 = 27,38 %						

A Tabela 18 apresenta o traço inicial, em massa, do graute sem OG. O cálculo foi feito, primeiramente, para encontrar o traço unitário e, em seguida, para 25 kg de material anidro.

Tabela 18 – Traço inicial, em massa (kg), e consumo dos materiais do graute sem OG a ser composto, para 25 kg de graute anidro.

Cim.	# 1.2	#0.6	#0.3	#0.15	#0.075 (fîler)	Aditivo Líquido	Areia Total	Total Seco	a/c	Água
1	0,585	0,733	1,274	0,665	2,624	0,050	3,257	5,931	0,759	0,759
4,215	2,466	3,090	5,370	2,803	6,845	0,211	13,729	25,000	0,759	3,2

4.3.2 Ajustes do Traço

Os ajustes dos traços foram feitos por meio de ensaios de consistência por espalhamento e da observação de corpos de prova moldados, como descrito no item 3.3.2.2 deste trabalho. Os valores em massa do traço correspondem a uma quantidade suficiente de mistura para a moldagem de 6 corpos de prova, (5 x 10) cm, em argamassadeira mecânica.

O primeiro ajuste (Tabela 19) atingiu um espalhamento similar ao do produto de mercado após a redução da relação a/c de 0,759 para 0,714. Notou-se que a adição de OG provocou pouca redução no espalhamento (4,8 %), não havendo, assim, a necessidade de fazer diferentes traços para cada teor de OG.

	AJUSTE 1								
	Traço em massa (g)								
Ciment	to	Ret #1.2	Ret #0.6	Ret #	0.3 Re	t #0.15	Ret #0.0	75 Pa	s #0.075
420,00)	245,68	307,97	535,2	20 2	79,56	318,93	3	363,30
Parâmetros ajustados Espalhamento (cm)									
Teor OG	OG (g)	Sol. 5 g/L OG (ml)	Aditivo (*)	a/c	Água (ml)	Medida 1	Medida 2	Média	Desvio Padrão
0,00%	0,00	0,00		0,759	318,93	41,2	40,4	40,8	0,6
0,00%	0,00	0,00	5,0 %	0,714	300,00	39,8	39,4	39,6	0,3
0,03%	0,13	25,20	_	0,714	300,00	39,2	39,4	39,3	0,1
0,10%	0,42	84,00		0,714	300,00	37,6	37,8	37,7	0,1

Tabela 19 – Primeiro ajuste do traço da argamassa de referência desenvolvida em laboratório.

* Em relação à massa do cimento.

No entanto, neste momento inicial observou-se um pouco de acúmulo de água na superfície da mistura, como indicado na Figura 21. Após a moldagem e ruptura dos corpos de prova (Figura 22), a exsudação da fase líquida para a parte superior dos CP's da argamassa foi evidenciada.



Figura 21 - Mistura da argamassa de traço referente ao Ajuste 1.



Figura 22 - Corpo de prova rompido à tração por compressão diametral, aos 7 dias, da argamassa de traço referente ao Ajuste 1.

No segundo ajuste (Tabela 20) optou-se pela redução da relação água/cimento, com a testagem de duas relações a/c, 0,65 e 0,60, e pela redução da quantidade de aditivo. Nesse segundo momento não foi descontada a quantidade de água do aditivo do traço, somente da solução de OG.

O traço com a/c = 0,65 começou a apresentar fluidez com 2,0 % de aditivo, ganhando aspecto autoadensável com 2,5 % deste. Já o traço de a/c = 0,60 ganhou aspecto autoadensável com 3,0 % deste. Tendo em vista que o aditivo é o elemento mais caro da composição do graute, optou-se pelo traço com a/c = 0,65 e 2,5 % de aditivo líquido.

AJUSTE 2									
				Traço em	massa (g)				
Cimen	to F	Ret #1.2	Ret #0.	6 Ret	#0.3	Ret #0.15	Ret #0	0.075	Pas #0.075
420,00)	245,68	307,97	535	5,20	279,56	279,56 318,93 363,30		363,30
	Parâmetros ajustados								
Teor OG	OG (g)	Sol. 5 g/L OG (ml)	Aditivo (*)	a/c	Água (ml)		- Observação		
			1,0 %	_			Aspecto	de farin	ha
0,00%	0,00	0,00	1,5 %	- 0.650	273.00		Muito c	onsisten	te
			2,0 %		275,00		Pouc	o fluido	
			2,5 %				Aspecto a	utoadens	ável
			1,0 %				Aspecto	de farin	ha
0.000/	0.00	0.00	1,5 %				Muito consistente		
0,00%	0,00	0,00	2,0 %	0,600	252,00		Cons	sistente	
			2,5 %				Pouc	o fluido	
			3,0 %	-			Aspecto au	utoaden	sável
	Parâmet	ros ajustado	s		Espalhar	nento (cm)			
Teor OG	Aditivo (ml)	a/c	Água (ml)	Medida 1	Medida 2	Média	Desvio Padrão	Ob	servação
0,00%				7,10	28,30	27,70	0,85		
0,03%	0,00	0,650	273,00	6,69	26,91	26,80	0,16	aute	Aspecto Dadensável
0,10%				6,07	25,77	25,92	0,21		
		Traço de	e referência	a final em n	nassa (g)				
Cimento	Ret #1.2	Ret #0.6	Ret #0.3	Ret #0.1	5 #0	Ret P 0.075	as #0.075	a/c	Aditivo líquido (*)
420,00	245,68	307,97	535,20	279,5	56 31	8,93	363,30	0,650	2,5 %

 Tabela 20 – Segundo ajuste do traço da argamassa desenvolvida.

* Em relação à massa do cimento.

4.4 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os ensaios de compressão foram executados de acordo com a metodologia do presente trabalho e seus resultados encontram-se nos Apêndices A e B. A Tabela 21 e a Figura 23 apresentam de forma resumida os resultados.

Idade (dias)	Parâmetros	ArRef	ArOG-0,03	ArOG-0,10
	Resistência média (MPa)	20,61	12,76	11,55
1	Desvio Padrão (MPa)	1,76	1,29	1,07
	Diferença de ArRef	0,00%	-38,10%	-43,95%
	Resistência média (MPa)	17,17	19,11	18,37
7	Desvio Padrão (MPa)	2,06	1,60	0,37
	Diferença de ArRef	0,00%	11,29%	6,99%
	Resistência média (MPa)	21,66	17,55	18,96
28	Desvio Padrão (MPa)	1,20	1,99	1,46
	Diferença de ArRef	0,00%	-18,96%	-12,46%
	Resistência média (MPa)	30,17	28,55	26,89
43	Desvio Padrão (MPa)	5,85	1,24	0,72
	Diferença de ArRef	0,00%	-5,38%	-10,89%
	Resistência média (MPa)	32,80	31,73	32,47
70	Desvio Padrão (MPa)	1,45	0,36	0,50
	Diferença de ArRef	0,00%	-3,25%	-0,99%

 Tabela 21 – Resistência à compressão da argamassa desenvolvida em laboratório.

Além das barras de Erro Padrão evidenciadas no gráfico da Figura 23, as quais informam acerca da significância estatística dos dados, tem-se os resultados da análise ANOVA fatorial. Com um nível de significância de 5,0 %, o resultado *p_value* entre os fatores Idade, Grupo (ArRef, ArOG-0,03 e ArOG-0,10) e Resistência à Compressão são:

- Idade x Resistência à Compressão: p_value = 0,000
- Grupo x Resistência à Compressão: p_value = 0,006

Como todos os *p-value* foram menores que 0,05, tem-se que os resultados das interações são significativos.



Figura 23 – Resistência à compressão da argamassa desenvolvida em laboratório.

Nota-se que, aos 7 dias, ambas as argamassas contendo óxido de grafeno, ArOG-0,03 e ArOG-0,10, apresentaram resistência à compressão maior que a argamassa de referência em 11,29 % e 6,99 %, respectivamente. No entanto esse resultado não se repetiu nas outras idades. Em um parâmetro geral, ArRef apresentou maior resistência à compressão, seguida de ArOG-0,03 e por fim de ArOG-0,10. A maior diferença nos resultados se deu nas idades iniciais, com 38,10 % e 43,95 % de perda de resistência à compressão em ArOG-0,03 e ArOG-0,10, respectivamente, apontando uma possível interferência do óxido de grafeno na hidratação do cimento e na moldagem dos CP's. Os resultados se aproximam nas idades avançadas indicando que o OG não teve grande interferência na resistência final à compressão das argamassas.

A leve inversão dos resultados na idade de 7 dias pode estar associada à pequena amostragem utilizada (3CP's), o que resulta em uma menor representatividade dos resultados, ou na interferência do OG na velocidade de hidratação do cimento. Essa interferência na velocidade de hidratação do cimento, por parte do OG, também se mostra como uma possibilidade no que tange a diferença de resistências observadas na idade de 1 dia.

A tendência geral de uma discreta redução na resistência à compressão associada à adição de OG pode ser explicada pela capacidade do OG de adsorver parte da água livre pela sua superfície, a qual contém muitos grupos funcionais hidrofílicos, resultando em menos água livre na mistura. Isso pode acarretar uma maior dificuldade de escape das bolhas de ar incorporadas durante o processo da mistura. Uma possível interação entre o aditivo e o óxido de grafeno também poderia resultar em uma maior incorporação de bolhas de ar na estrutura. A grande quantidade de bolhas de ar incorporadas nos CP's pode ser observada no corpo de prova do grupo ArOG-0,10 rompido (Figura 24).



Figura 24 – Corpo de prova rompido à tração por compressão diametral, aos 7 dias de idade, do grupo ArOG-0,10.

A hipótese de haver falta de água suficiente para a hidratação completa do cimento foi descartada, uma vez que a relação a/c utilizada foi alta. No entanto, uma dispersão ineficiente do OG nessa mistura poderia, também, resultar em regiões mais concentradas de OG, nas quais esse efeito de adsorção prejudicaria a hidratação do cimento e, por fim, reduziria a resistência final dos corpos de prova.

Por fim, de acordo com a revisão bibliográfica do presente trabalho, a adição de OG na argamassa têm seus efeitos mais significativos na tração. Nesse âmbito, as folhas de OG, com sua grande área superficial específica e boa resistência à tração, além do efeito fíler, contribuem para o aumento da resistência à esforços de tração ao reduzir a propagação de microfissuras.

4.5 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

Os ensaios de resistência à tração por compressão diametral foram realizados de acordo com a metodologia deste trabalho. Os resultados encontram-se nos Apêndices A e B e estão resumidos na Tabela 22 e nas Figuras 25 e 26.

Idade (dias)	Parâmetros	ArRef	ArOG-0,03	ArOG-0,10	Tipo
	Resistência média (MPa)	1,86	2,26	2,10	
1	Desvio Padrão (MPa)	0,19	0,16	0,14	
	Diferença de ArRef	0,00%	21,14%	12,60%	
	Resistência média (MPa)	2,44	2,56	1,73	
7	Desvio Padrão (MPa)	0,25	0,38	0,06	
	Diferença de ArRef	0,00%	4,78%	-29,29%	
	Resistência média (MPa)	2,11	2,61	2,21	
	Desvio Padrão (MPa)	0,58	0,30	0,07	
42	Diferença de ArRef	0,00%	23,46%	4,46%	
43	Resistência média (MPa)	2,53	3,03	3,31	
	Desvio Padrão (MPa)	0,19	0,46	0,39	carbonatado
	Diferença de ArRef	0,00%	19,49%	30,74%	
	Resistência média (MPa)	2,68	2,50	2,45	
	Desvio Padrão (MPa)	0,22	0,05	0,37	
70	Diferença de ArRef	0,00%	-6,80%	-8,64%	
70	Resistência média (MPa)	3,19	4,06	3,01	
	Desvio Padrão (MPa)	0,17	0,11	0,22	carbonatado
	Diferença de ArRef	0,00%	27,23%	-5,54%	

Tabela 22 – Resistência à tração por compressão diametral da argamassa desenvolvida em laboratório.

No que tange o tratamento estatístico dos dados, tem-se os resultados da análise ANOVA fatorial, com um nível de significância de 5,0 %. Como os *p-value* entre os fatores Idade, Grupo (ArRef, ArOG-0,03 e ArOG-0,10), Resistência à Tração (por compressão diametral) das amostras não carbonatadas foram menores que 0,05, tem-se que existem diferenças significativas entre os fatores analisados:

- Idade x Resistência à Tração: p_value = 0,004
- Grupo x Resistência à Tração: p_value = 0,002

A análise estatística das amostras não carbonatadas mostrou que a ArOG-0,03 apresentou ganho de resistência à tração por compressão diametral, quando comparada à ArRef, em quase todas as idades. Esse ganho foi menor aos 7 dias (4,78 %) e mais significativo nas idades de 1 dia (21,14 %) e 43 dias (23,46 %). Aos 70 dias, ArRef apresentou os melhores resultados na resistência à tração. No entanto a diferença dos valores é pequena (não ultrapassa 9 %) e pode ser atribuída à reduzida amostragem utilizada, o que culmina em uma maior variabilidade de resultados. Já a ArOG-0,10 apresentou queda de 29,29 % na resistência aos 7 dias e ganho de apenas 4,46 % na resistência aos 43 dias. A evolução da resistência à tração por compressão diametral dos corpos de prova não carbonatados pode ser observada mais claramente na Figura 25.



Figura 25 – Evolução da resistência à tração por compressão diametral das amostras não carbonatadas da argamassa desenvolvida em laboratório.

O cimento CP V – ARI utilizado possui ganho progressivo de resistência. Dessa maneira, as quedas de resistência à tração observadas aos 7 dias (ArOG-0,10) e aos 43 dias (ArRef) não são esperadas e podem ser consequência da pequena amostragem (5 CP's) rompida.

Assim como visto na revisão bibliográfica desde trabalho, o ganho de resistência à tração possivelmente é resultado de dois fatores combinados: o efeito fíler e o reforço da estrutura do C-S-H devido à presença das folhas de óxido de grafeno, as quais possuem grande resistência à tração e agem como pontes de transferência de tensões nas microfissuras da matriz cimentícia hidratada. A redução nesse ganho de resistência com o teor de 0,10 % de OG, em relação à massa de cimento, indica um possível efeito de retenção da água por parte do grafeno, assim como citado no tópico anterior (4.4) do presente trabalho. Esse efeito hidrofílico do OG pode acarretar uma moldagem deficiente dos CP's – com segregação e ar incorporado. Uma dispersão heterogênea da solução de óxido de grafeno na matriz também acarretaria a hidratação deficiente do cimento nos pontos de maior concentração de folhas de OG.

No que tange as amostras carbonatadas, todas ganharam resistência à tração por compressão diametral após carbonatar, quando comparadas a amostras de controle do mesmo grupo (Figura 26). Segundo o tratamento estatístico dos dados em questão, há uma interação, ao nível de confiança de 95,0 % entre os fatores Idade dos corpos de prova, Grupo e Tempo de Carbonatação, uma vez que $p_value = 0,017$.

Aos 43 dias de idade (27 dias de carbonatação), essa resistência ganha foi maior no grupo de maior teor de OG, ArOG-0,10. Os outros dois grupos apresentaram ganhos iguais de resistência, conferindo um resultado melhor à ArOG-0,03, a qual possuía resistência inicial maior que ArRef. Dentre as amostras submetidas a 54 dias em câmara de carbonatação e rompidas na idade de 70 dias o ganho mais significativo de resistência foi de ArOG-0,03, seguido por ArOG-0,10 e ArRef – as últimas com ganhos parecidos. Nessa idade, ArOG-0,03 foi a argamassa mais resistente à tração e ArOG-0,10 a menos resistente.



Figura 26 – Resistência à tração por compressão diametral da argamassa desenvolvida em laboratório.

A carbonatação possui relação direta com o aumento na resistência de argamassas, uma vez que a perda do CH é acompanhada pela precipitação de um composto de maior volume molar, que ocupa os vazios da matriz cimentícia. O efeito deste fenômeno é mais evidenciado na compressão, mas também pode ser notado na tração. As argamassas carbonatadas com OG possivelmente se tornaram mais resistentes devido às pontes de transferência de tensões entre microfissuras, promovidas pelas folhas de óxido de grafeno, que levam a um reforço do C-S-H. A diminuição da porosidade resultante do processo de carbonatação aumenta essa quantidade de pontes e evidencia o efeito positivo do OG na matriz cimentícia.

Nota-se, por meio do gráfico da Figura 26, que, aos 43 dias, a taxa com a qual a argamassa ArOG-0,03 ganhou resistência à tração no processo de carbonatação é aproximadamente a mesma de ArRef. Já a ArOG-0,10 ganhou resistência em uma taxa tão superior que ultrapassou o valor das outras argamassas nessa idade. Isso é um indicativo que a última estava mais porosa e, por isso, permitiu uma maior penetração de CO₂ em sua matriz, o que pode ser observado na análise de profundidade de carbonatação no tópico seguinte deste trabalho. A maior porosidade de ArOG-0,10 também explica seu ganho mais singelo de resistência à tração, quando não carbonatada. Já aos 70 dias de idade, ArOG-0,03 continuou ganhando resistência, ao passo que ArOG-0,10 perdeu resistência, quando comparadas às amostras carbonatadas por metade do tempo. Isso pode ser explicado pelo fato de que a porosidade elevada de ArOG-0,10 permitiu uma penetração muito significativa de CO₂ de modo que a grande quantidade de produtos da reação de carbonatação não só colmatassem os poros da argamassa, mas que lhe causassem microfissuras em idades mais avançadas. Entretanto, para comprovar essa hipótese, vê-se necessária a realização de um ensaio de imagem detalhado.

4.6 PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO

A penetração da frente de carbonatação foi medida, em tempos de exposição de 27 e 54 dias em câmara de carbonatação, em 5 amostras de cada tipo de argamassa, ArRef, ArOG-0,03 e ArOG-0,10. As fotografias de todas as amostras após a aspersão da fenolftaleína assim como as áreas carbonatadas calculadas estão apresentadas no Apêndice C. A Tabela 23 e a Figura 27 contêm um resumo dos resultados, assim como o coeficiente de carbonatação k (mm/√ano) calculado, por meio da 1ª Lei de difusão de Fick (Equação 2.6), utilizando a profundidade média de carbonatação.

Os valores de k se mostraram mais altos que o usual para a atmosfera urbana, de acordo com a revisão bibliográfica do presente trabalho, uma vez que a câmara de carbonatação foi preparada com concentração de CO_2 de 5,0 ± 0,5 %, o que acelera o processo de penetração do gás no material. No entanto, os resultados permanecem válidos, uma vez que o cálculo deste parâmetro foi feito com o objetivo de comparar a permeabilidade entre as amostras com diferentes teores de adição de óxido de grafeno.



Figura 27 – Avanço da frente de carbonatação da argamassa desenvolvida em laboratório.

Nota-se, através dos resultados, que a argamassa com adição de 0,03 % de óxido de grafeno apresentou 0,69 mm (7,65%) de redução na frente de carbonatação e, consequentemente, redução no coeficiente de carbonatação quando comparada à ArRef, após 27 dias em câmara de carbonatação. Esse efeito se deve, possivelmente, à redução da permeabilidade promovida pelas folhas de OG, as quais possuem grande área superficial. Já a ArOG-0,10 teve um aumento na profundidade carbonatada de 0,49 mm (5,41%), indicando uma maior penetração de CO₂ nesta amostra e uma maior porosidade da sua matriz. Esse resultado é condizente com o grande ganho inicial na resistência à tração observado na amostra carbonatada de ArOG-0,10, uma vez que a carbonatação contribui para a densificação da matriz cimentícia.

Após 54 dias em câmara, os resultados mantiveram-se consistentes - a argamassa ArOG-0,03 apresentou 2,60 mm (17,11%) de redução na frente de carbonatação quando comparada à ArRef. Por outro lado, a ArOG-0,10 teve um aumento na profundidade carbonatada de 0,16 mm (1,06%). Tais comportamentos podem ser observados mais claramente por meio do gráfico da Figura 28.

Segundo a análise ANOVA fatorial, existem diferenças significativas entre a resistência à tração por compressão diametral e o tempo de carbonatação, uma vez que o valor p_value é 0,00.

		PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO									
Amostra	27 dias	de carbonata	ção	54 dias de carbonatação							
	Profundidade média (mm)	Coeficiente de variação	k (mm/ano)	Profundidade média (mm)	Coeficiente de variação	k (mm/ano)					
ArRef	8,98	18,18%	33,03	15,18	9,05%	39,47					
ArOG-0,03	8,29	9,49%	30,5	12,58	8,95%	32,72					
ArOG-0,10	9,47	6,78%	34,81	15,34	9,44%	39,89					

Tabela 23 – Profundidade média de carbonatação da argamassa desenvolvida em laboratório.





O avanço da frente de carbonatação pôde ser notado antes mesmo da aspersão da fenolftaleína, devido à mudança de coloração da argamassa (Figura 29). Após a aspersão do indicador de pH, esse avanço ficou ainda mais evidente (Figura 30).



Figura 29 – Corpo de prova do grupo ArOG-0,10, carbonatado, rompido à tração por compressão diametral aos 43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação).



Figura 30 – Corpos de prova, carbonatados, rompidos à tração por compressão diametral aos 43 dias de idade (27 dias em câmara de carbonatação), após aspersão de solução de fenolftaleína.

As diferenças entre as profundidades das frentes de carbonatação obtidas para CP's com concentrações de OG distintas podem ser observadas na Figura 30. Notase que o grupo AROG-0,03 apresentou menor profundidade de carbonatação em algumas extremidades das amostras. Isso provavelmente é resultado do acondicionamento desses CP's na prateleira superior da câmara de carbonatação, onde há menor concentração de CO₂. Tal efeito não interferiu nos resultados, uma vez que o cálculo da área considerou somente os 5 cm centrais das amostras.

4.7 SÍNTESE DOS RESULTADOS

As Tabelas 24 e 25 contêm a síntese do desempenho das argamassas desenvolvidas em laboratório com adição de óxido de grafeno em solução comparado com o desempenho da argamassa de referência ArRef. Os resultados de resistência à tração por compressão diametral e profundidade da frente de carbonatação percentuais indicam que a argamassa contendo 0,03 % de OG em relação à massa de cimento apresentou os melhores resultados.

Tabela 24 – Resistência à compressão e resistência à tração por compressão diametral dasargamassas não carbonatadas com óxido de grafeno.

Argamassa comparada com ArRef		Resistêr	ncia à com	Resistência à tração					
	1 dia	7 dias	28 dias	43 dias	70 dias	1 dia	7 dias	43 dias	70 dias
ArOG-0,03	-38,10%	11,29%	-18,96%	-5,38%	-3,25%	21,14%	4,78%	23,46%	-6,80%
ArOG-0,10	-43,95%	6,99%	-12,46%	-10,89%	-0,99%	12,60%	-29,29%	4,46%	-8,64%

Tabela 25 – Profundidade da frente de carbonatação e resistência à tração por compressão diametraldas argamassas carbonatadas com óxido de grafeno.

Argamassa comparada com ArRef	Profundidade de	carbonatação	Resistência à tração (carbonatado)		
AINCI	43 dias	70 dias	43 dias	70 dias	
ArOG-0,03	-7,65%	-17,11%	19,49%	27,23%	
ArOG-0,10	5,41%	1,06%	30,74%	-5,54%	

5. CONCLUSÕES

Para que uma argamassa de reparo estrutural seja eficiente, é importante que sua fluidez seja suficiente para que o produto penetre nas fissuras a serem reparadas. Assim, em relação ao estado fresco, o produto foi desenvolvido para que sua consistência se equipare à dos materiais de mercado. Para tal, foi feito o uso de aditivo líquido e do cimento CP V – ARI, de alta resistência inicial. O CP V – ARI também contribui para um endurecimento mais rápido do material na superfície de reparo.

No estado endurecido, foi visto que a adição do óxido de grafeno resultou em uma redução na resistência à compressão, exceto na idade de 7 dias. Esse resultado pode ser explicado pela capacidade do OG de adsorver água, resultando em uma moldagem menos homogênea dos CP's e em uma maior dificuldade de escape das bolhas de ar incorporadas. Ademais, uma possível interação do OG com o aditivo utilizado poderia acarretar o aumento dessas bolhas de ar. Também se considerou a possibilidade de uma dispersão ineficiente do OG na argamassa, resultando em regiões mais concentradas, nas quais esse efeito de adsorção prejudicaria a hidratação do cimento e reduziria a resistência final dos corpos de prova. Para comprovar a causa definitiva é necessário fazer uso de técnicas de microscopia, visando analisar a argamassa desenvolvida e observar sua homogeneidade. O aumento do número de amostras rompidas em cada idade também é positivo no sentido de reduzir a variabilidade dos resultados.

É conhecido o efeito de redução de permeabilidade que o OG provoca nos compostos cimentícios, se misturado em proporções adequadas e de maneira uniforme. Após 27 dias em câmara, o avanço da carbonatação em ArOG-0,03 foi 7,65% menor quando comparado à ArRef, comprovando a diminuição da permeabilidade de argamassas acrescidas de óxido de grafeno. Esse efeito foi acompanhado por um aumento de 19,49% na resistência à tração dos CP's carbonatados. O efeito das folhas de OG foi suficiente para promover a redução na penetração de gases na ArOG-0,03, quando comparado à ArRef, pois atua como barreira à penetração dos agentes agressivos.

Já o teor de 0,10 % de OG culminou em um aumento de 5,41% na profundidade média de carbonatação, após 27 dias em câmara, indicando a existência de uma matriz cimentícia mais porosa quando acrescida com maiores teores de OG. O aumento da porosidade provavelmente ocorreu devido a uma moldagem menos homogênea da mistura e condiz com o aumento de 30,74 % na resistência à tração dos CP's carbonatados, uma vez que a área carbonatada ganha resistência devido à densificação da matriz cimentícia.

Após 54 dias em câmara, o avanço da frente de carbonatação de ArOG-0,03 foi 17,11% menor quando comparado à ArRef, acompanhado por um aumento de 27,23% na resistência à tração dos CP's carbonatados, reforçando a teoria anterior. Entretanto, no que tange o teor de 0,10 % de OG, apesar do avanço da frente de carbonatação ser 1,06% maior quando comparada a ArRef, ocorreu uma diminuição de 5,54% na resistência à tração. Isso pode ter ocorrido devido à intensidade do processo de carbonatação, a qual pode ter colmatado os poros e causado microfissuras na matriz cimentícia. Tal hipótese pode ser comprovada por meio de técnicas de microestrutura.

Avaliando as amostras não carbonatadas, aos 43 dias, o resultado foi de ganho de 23,46% na resistência à tração por compressão diametral de ArOG-0,03, quando comparada à ArRef. Isso comprova o efeito de pontes de tensão exercido pelas folhas do óxido de grafeno. Já o ganho final de resistência à tração de ArOG-0,10 foi praticamente nulo (4,46%), mostrando que as consequências do excesso de grafeno contrabalancearam o efeito benéfico das folhas de OG na estrutura.

Na idade de 70 dias, entretanto, houve uma redução discreta de 6,80% e 8,64% na resistência à tração de ArOG-0,03 e ArOG-0,10, respectivamente. Essa divergência de resultados pode ser atribuída à pequena amostragem utilizada, uma vez que ambos os grupos já estavam em idades avançadas suficientes para atingir a resistência total.

Porém, ao analisar o resultado de ArOG-0,03, aos 70 dias, vê-se que as amostras não carbonatadas tiveram queda de resistência à tração, ao passo que as carbonatadas tiveram um ganho significativo dessa resistência. Isso reforça que a matriz porosa, após carbonatar, densificou-se e permitiu que as folhas de OG exercessem o papel de pontes de tensão.

Dessa forma, conclui-se que o óxido de grafeno tem efeitos benéficos na matriz cimentícia (impermeabilidade e pontes de tensão), que podem contribuir para a sua maior resistência à tração e à penetração de gases. No entanto, a incorporação desse material, de caráter hidrofílico, em argamassas pode gerar efeitos negativos no material. É necessário um maior cuidado no processo de mistura e moldagem, afim de evitar segregação de materiais, incorporação de bolhas de ar e dispersão deficiente do OG.

Com base nos resultados da presente pesquisa é possível sugerir estudos futuros que complementem o entendimento dos efeitos do óxido de grafeno em argamassas:

- Realizar uma análise dos efeitos microscópicos da adição de OG em argamassas, sobretudo em teores superiores a 0,10%, de forma a entender os motivos que levam à queda de resistência mecânica nos produtos desenvolvidos com teores mais altos de OG;
- Analisar, por meio do ensaio de calorimetria, a evolução da hidratação da pasta de cimento acrescida de OG, afim de compreender os efeitos de sua adição no tempo de pega do material;
- Observar microscopicamente a distribuição das folhas de grafeno e a homogeneidade dos corpos de prova moldados com diferentes teores de OG;
- Realizar o estudo de resistência mecânica e de profundidade da frente de carbonatação com argamassas acrescidas de OG e outras adições;
- Avaliar o avanço da frente de carbonatação em situação de carbonatação natural;
- Refazer a argamassa acrescida de OG utilizando diferentes tipos de cimento e reavaliar a resistência mecânica e a porosidade do material em estado endurecido.

6. REFERÊNCIAS

AÏTCIN, P. C. The importance of the water–cement and water–binder ratios. **Science** and **Technology of Concrete Admixtures**, janeiro 2016. 3-13.

ANDRADE, P.; CARMEN, M. D. Manual para Diagnóstico de Obras Deterioradas por Corrosão de Armaduras. 1^a. ed., 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6118: Projeto de Estruturas de Concreto: Procedimento. ABNT. Rio de Janeiro. 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7214: Areia Normal para Ensaio de Cimento: Especificação. ABNT. Rio de Janeiro. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215: Cimento Portland: Determinação da Resistência à Compressão de Corpos de Prova Cilíndricos. ABNT. Rio de Janeiro. 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7222: Concreto e Argamassa: Determinação da Resistência à Tração por Compressão Diametral de Corpos de Prova Cilíndricos. ABNT. Rio de Janeiro. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13276: Argamassa para Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos: Determinação do Índice de Consistência. ABNT. Rio de Janeiro. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16541: Argamassa para Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos: Preparo da Mistura para a Realização de Ensaios. ABNT. Rio de Janeiro. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16697: Cimento Portland: Requisitos. ABNT. Rio de Janeiro. 2018.

BABAK, F. et al. Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement nanocomposites. **The Scientific World Journal**, p. 1-10, janeiro 2014.

BENEDETTI, A. Z. Avaliação da Temperatura Gerada pelo Calor de Hidratação de Pastas de Cimentos Portland Fabricados com Nanotubos de Carbono. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 159. 2018. BERKE, N. Environmental Degradation of Reinforced Concrete. Handbook of Environmental Degradation of Materials, p. 241–254, janeiro 2018.

BERTOS, M. F. et al. A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO2. **Journal of Hazardous Materials**, v. 112, p. 193-205, agosto 2004. ISSN 10.1016.

BERTOS, M. F. et al. A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO2. **Journal of Hazardous Materials**, v. 112, p. 193-205, agosto 2014.

CASCUDO, O. **O Controle da Corrosão de Armaduras em Concreto:** Inspeções e técnicas eletroquímicas. 1^a. ed. São Paulo: Pini, 1997.

CASTRO, V. G. D. et al. Processo de Obtenção de Óxido de Grafite e de Óxido de Grafeno, Produtos e Usos. BR 102016005632-2 A2, 2016.

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.

CINCOTTO, M. A. Reações de Hidratação e Pozolânicas. In: **Concreto:** Ciência e Tecnologia. 1^a. ed. São Pauloo: Instituto Brasileiro do Concreto (IBRACON), v. 1, 2011. Cap. 11.

COLEMAN, J. W. Cracking. Defect or Normal? Concrete international, 2013.

CUI, H. et al. Experimental study on effects of CO2 concentrations on concrete carbonation and diffusion mechanisms. **Construction and Building Materials**, v. 93, p. 522-527, 2015.

EN 1504 - Repair of Concrete Structures. Dansk Standard. (1st ed.). 2004. CRC Press. https://doi.org/10.1201/b12846

DINADAYLANE, T. C.; LESZCZYNSKI, J. Remarkable diversity of carbon-carbon bonds: structures and properties of fullerenes, carbon nanotubes and graphene. **Structural Chemistry**, v. 21, p. 1155-1169, novembro 2010.

DURÁN, N.; MATTOSO, L. H. C. D. M. P. C. **Nanotecnologia:** Introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação. São Paulo: Artliber Editora Ltda, v. 2, 2006. FERREIRA, F. C. Estudo de Caracterização do Gesso para Revestimento Produzido no Polo Gesseiro do Araripe. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, p. 199. 2017.

GARSIDE, M. Major countries in worldwide cement production from 2014 to 2018.
Statista, The Statistics Portal, 2019. Disponivel em: https://www.statista.com/statistics/267364/world-cement-production-by-country/.
Acesso em: 30 janeiro 2020.

GARSIDE, M. Cement production worldwide from 1995 to 2019.Statista, TheStatisticsPortal,2020.Disponivelem:https://www.statista.com/statistics/1087115/global-cement-production-volume/.Acesso em: 30 janeiro 2020.Acesso em: 30 janeiro 2020.

GONG, K. et al. Reinforcing Effects of Graphene Oxide on Portland Cement Paste. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 27, fevereiro 2015.

HELENE, P. R. L. **Corrosão em armaduras para concreto armado**. São Paulo: Pini, 1986.

HELENE, P.; GROCHOSKI, M. Sistemas de Reparo para Estruturas de Concreto com Corrosão de Armaduras. Escola Politécnica da USP. São Paulo, p. 6-18. 2008.

HOPPE, J. Sistemas Cimento, Cinza Volante e Cal Hidratada: Mecanismos de Hidratação, Microestrutura e Carbonatação de Concreto. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 318. 2008.

HORTA, R. A. S. **Avaliação das Propriedades Mecânicas e Reológicas de Pastas de Cimento com Adição de Óxido de Grafeno.** Dissertação (Mestrado) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Departamento de Engenharia Civil. p. 117, 2020.

HOU, D. et al. Reactive molecular dynamics and experimental study of graphenecement composites: Structure, dynamics and reinforcement mechanisms. **Carbon**, v. 115, p. 188-208, 2017.

HUANG, X. et al. Graphene-based materials: Synthesis, Characterization, Properties, and Applications. **Small**, v. 14, p. 1876–1902, 2011.

HUET, B.; TASOTI, V.; KHALFALLAH, I. A review of Portland cement carbonation mechanisms in CO₂ rich environment. **Energy Procedia**, v. 4, p. 5275–5282, 2011.

JOHANNESSON, B.; UTGENANNT, P. Microestrutural changes caused by carbonation of cement mortar. **Cement and Concrete Research**, v. 31, p. 925-931, 2001.

KOTHIYALA, N. C. et al. Characterization of reactive graphene oxide synthesized from ball – milled graphite: its enhanced reinforcing effects on cement nanocomposites. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 30, p. 915–933, 2016.

KUDžMA, A. et al. Study on the Effect of Graphene Oxide with Low Oxygen Content on Portland Cement Based Composites. **Materials**, v. 12, março 2019.

LADEIRA, L. O. Resistência à Tração e à Carbonatação de Argamassas Fabricadas com Nanotubos de Carbono Sintetizados Diretamente sobre Clínquer. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. p. 123, 2017.

LEE, X. J. et al. Review on graphene and its derivatives: Synthesis methods and potential industrial implementation. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 98, p. 163-180, 2019.

LI, Y.; CHOPRA, N. Progress in Large-Scale Production of Graphene. Part 2: Vapor Methods. **The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 67, p. 44-52, 2015.

LI, Z. et al. Carbon-based functional nanomaterials: Preparation, properties and applications. **Composites Science and Technology**, v. 179, p. 10-40, 2019.

LIU, W. W. et al. Synthesis and characterization of graphene and carbon nanotubes: A review on the past and recent developments. **Jounal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 20, p. 1171-1185, 2014.

LU, L.; OUYANG, D. Properties of Cement Mortar and Ultra-High Strength Concrete Incorporating Graphene Oxide Nanosheets. **Nanomaterials**, v. 7, julho 2017.

LU, Z. et al. Mechanism of cement paste reinforced by graphene oxide/carbon nanotubes composites with enhanced mechanical properties. **The Royal Society of Chemistry**, v. 5, p. 100598–100605, 2015.

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, setembro 2013.

LV, S. et al. Effect of GO nanosheets on shapes of cement hydration crystals and their formation process. **Construction and Building Materials**, v. 64, p. 231-239, 2014.

MARTINS, R. O. G. et al. Assessment of the durability of grout submitted to accelerated carbonation test. **Construction and Building Materials**, v. 159, p. 261-268, 2018.

MOHAMMED, A. et al. Incorporating graphene oxide in cement composites: A study of transport properties. **Construction and Building Materials**, v. 85, p. 341-347, 2015.

MOHAMMED, A. et al. Graphene Oxide Impact on Hardened Cement Expressed in Enhanced Freeze–Thaw Resistance. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 28, setembro 2016.

MOHAMMED, A. et al. Effects of graphene oxide in enhancing the performance of concrete exposed to high-temperature. **Australian Journal of Civil Engineering**, v. 15, p. 61-71, janeiro 2017.

MOHAMMED, A. et al. The role of graphene oxide in limited long-term carbonation of cement-based matrix. **Construction and Building Materials**, v. 168, p. 858-866, 2018.

MORANDEAU, A.; THIÉRY, M.; DANGLA, P. Investigation of the carbonation mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties. **Cement and Concrete Research**, v. 56, p. 153-170, 2014.

NEVILLE, A. M. Propriedades do Concreto. 2ª. ed. São Paulo: Pini, 1997.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. Tecnologia do Concreto. 2ª. ed. Bookman, 2010.

PAPAGEORGIOU, D. G.; KINLOCH, I. A.; YOUNG, R. J. Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites. **Progress in Materials Science**, v. 90, p. 75-127, julho 2017.

PAULETTI, C. Análise Comparativa de Procedimentos para Ensaios Acelerados de Carbonatação. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia. 2004. PAULETTI, C.; POSSAN, E.; DAL MOLIN, D. C. C. **Carbonatação acelerada: Estado da Arte das Pesquisas no Brasil.** Núcleo Orientado para Inovação da Edificação. Porto Alegre, 2006.

POURBAIX, M. Curso sobre corrosão eletroquímica. 1^a. ed. Lisboa: Instituto Nacional de Investigação Industrial, 1961. p. 90.

QIAN, Y.; ABDALLAH, M. Y.; KAWASHIMA, S. Characterization of Cement-Based Materials Modified with Graphene-Oxide. **Nanotechnology in Construction**, p. 259-264, 2015.

QURESHI, T. S.; PANESAR, D. K. Impact of graphene oxide and highly reduced graphene oxide on cement based composites. **Construction and Building Materials**, v. 206, p. 71-83, 2019.

REHMAN, S. K. U. et al. Influence of Graphene Nanosheets on Rheology, Microstructure, Strength Development and Self-Sensing Properties of Cement Based Composites. **Sustainability**, v. 10, março 2018.

RIBEIRO, D. V. et al. **Corrosão em Estruturas de Concreto Armado:** Teoria, Controle e Métodos de Análise. Rio de Janeiro: Elsevier, 2014.

RILEM. CPC - 18: Measurement of Hardened Concrete Carbonation Depth. **Reunion** Internationale de Laboratoires D'Essais et Materiaux, 1988.

ROY, S. K.; POH, K. B.; NORTHWOOD, D. O. Durability of concrete-accelerated carbonation and weathering studies. **Building and Environment**, v. 34, p. 597-606, 1999.

SANCHEZ, F.; SOBOLEV, K. Nanotechnology in concrete - A review. **Construction** and Building Materials, v. 24, p. 2060-2071, maio 2010.

SCIDA, K. et al. Recent application of carbon-based nanomaterials in analytical chemistry: Critical review. **Analytica Chimica Acta**, v. 691, p. 6-17, fevereiro 2011.

SOUZA, T. C. C. Hybrid n-SiO₂ / MWCNTs development and its application in reactive powder concrete. Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. p. 220, 2021.

SHAMSAEI, E. et al. Graphene-based nanosheets for stronger and more durable concrete: A review. **Construction and Building Materials**, v. 183, p. 642-660, 2018.

SHANG, Y. et al. Effect of graphene oxide on the rheological properties of cement pastes. **Construction and Building Materials**, v. 96, p. 20-28, agosto 2015.

SHARMA, S.; KOTHIYAL, N. C. Influence of graphene oxide as dispersed phase in cement mortar matrix in defining the crystal patterns of cement hydrates and its effect on mechanical, microstructural and crystallization properties. **RSC Advances**, v. 5, p. 52642–52657, junho 2015.

TATRO, S. B. Thermal properties. In: INTERNATIONAL, A. **ASTM STP 169D -Significance of Tests and Properties of Concrete and Concrete-Making Materials.**, 2006. Cap. 22, p. 226-237.

TONG, T. et al. Investigation of the effects of graphene and graphene oxide nanoplatelets on the micro- and macro-properties of cementitious materials. **Construction and Building Materials**, v. 106, p. 102–114, 2016.

RAMACHANDRAN. V. S. et al. Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials. 1. ed. Nova lorque: Noyes Publications, 2002.

VILLAIN, G.; THIERY, M.; PLATRET, G. Measurement methods of carbonation profiles in concrete: Thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry. **Cement and Concrete Research**, v. 37, p. 1182-1192, 2007.

WANG, M. et al. Adsorption characteristics of graphene oxide nanosheets on cement. **The Royal Society of Chemistry**, v. 6, p. 63365–63372, 2016.

WANG, Q. et al. Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement. **Carbon**, v. 95, p. 1083-1084, dezembro 2015.

YANG, H. et al. A critical review on research progress of graphene/cement based composites. **Composites: Part A**, v. 102, p. 273–296, 2017.

ZARBIN, A. J. G.; OLIVEIRA, M. M. Nanoestruturas de carbono (nanotubos, grafeno): Quo vadis? **Química Nova**, v. 36, p. 1533-1539, 2013.

ZHANG, B.T. et al. Applications os carbon-based nanomaterials in sample preparation: A review. **Analytica Chimica Acta**, v. 784, p. 1-17, abril 2013.

ZHAO, L. et al. Investigation of the effectiveness of PC at GO on the reinforcement for cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 470-478, junho 2016.

ZHENG, Q. et al. Graphene-engineered cementitious composites: Small makes a big impact. **Nanomaterials and Nanotechnology**, v. 7, p. 1-18, outubro 2017.

APÊNDICE A – RESULTADOS DA MEDIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Dimensões da Argamassa ArRef de relação a/c = 0,7 (primeiro traço) e
 dos Corpos de prova moldados para ajuste de traço

		Dimensões (mm)											
	СР	Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio					
	1	50,0	50,1	50,1	98,0		98,0	98,0					
	2	50,1	50,1	50,1	96,9		96,5	96,7					
	3	50,1	50,0	50,1	98,0		98,3	98,2					
	4	50,1	50,0	50,1	97,7		97,4	97,6					
	5	50,0	50,1	50,1	98,0		97,9	98,0					
le 6)	6	50,0	50,0	50,0	91,5		91,9	91,7					
	7	50,0	50,0	50,0	91,7		92,0	91,9					
gem 1 (8	50,0	50,0	50,0	91,2		91,0	91,1					
Joldag	9	50,0	50,0	50,0	97,7	97,5	97,8	97,7					
M1 (N	10	50,0	50,0	50,0	95,0	95,0	95,2	95,1					
	11	50,0	50,0	50,0	97,0	97,0	96,8	96,9					
	12	50,0	50,0	50,0	96,0	96,0	96,1	96,0					
	13	50,0	50,0	50,0	96,4	97,9	97,4	97,2					
	14	50,0	50,0	50,0	92,7		92,3	92,5					
	15	50,0	50,0	50,0	93,0		92,9	93,0					
	16	50,0	50,0	50,0	91,6		91,9	91,8					

			Dimensões (mm)									
СР		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio				
AJUSTE DE TRAÇO	1 A/C 0.65 (2.5% ad)	50,0	50,0	50,0	97,5	97,2	98,0	97,6				
	2 A/C 0.60 (3% ad)	50,0	50,0	50,0	100,0	98,0	98,0	98,7				
	3 A/C 0.60 (3% ad)	50,0	50,0	50,0	98,0	97,9	98,0	98,0				
	4 A/C 0.65 (2.5% ad)	50,0	50,0	50,0	100,0	100,0	99,1	99,7				

2 Dimensões da ArRef

СР		Dimensões ArRef (mm)											
		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio					
	1	50,0	50,0	50,0	100,1	100,0	100,1	100,1					
	2	50,0	50,0	50,0	98,0	97,5	97,5	97,7					
	3	50,0	50,0	50,0	99,5	99,1	99,1	99,2					
	4	50,0	50,0	50,0	98,0	98,0	98,2	98,1					
	5	50,0	50,0	50,0	97,6	97,9	98,0	97,8					
	6	50,0	50,0	50,0	96,1		96,1	96,1					
	7	50,0	50,0	50,0	97,7		97,8	97,8					
	8	50,0	50,0	50,0	96,0		96,0	96,0					
	9	50,0	50,0	50,0	98,1	97,6	97,9	97,9					
(9	10	50,0	50,0	50,0	98,2	98,3	98,6	98,4					
1 de	11	50,0	50,0	50,0	101,0	100,1	99,6	100,2					
lagen	12	50,0	50,0	50,0	100,2	100,1	100,2	100,2					
(Mole	13	50,0	50,0	50,0	98,0	98,2	97,1	97,8					
M1	14	50,0	50,0	50,0	95,0		95,6	95,3					
	15	50,0	50,0	50,0	98,7		98,4	98,6					
	16	50,0	50,0	50,0	98,9		99,0	99,0					
	17	50,0	50,0	50,0	96,8		96,7	96,8					
	18	50,0	50,0	50,0	97,1		97,2	97,2					
	19	50,0	50,0	50,0	96,3		96,6	96,5					
	20	50,0	50,0	50,0	99,6	98,9	99,8	99,4					
	21	50,0	50,0	50,0	100,7	100,8	100,7	100,7					
	22	50,0	50,0	50,0	99,3	99,2	99,4	99,3					
	23	50,0	50,0	50,0	99,3	100,0	98,9	99,4					

СР		Dimensões ArRef (mm)										
		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio				
	24	50,0	50,0	50,0	100,1	100,3	100,2	100,2				
	25	50,0	50,0	50,0	95,6		95,8	95,7				
	26	50,0	50,0	50,0	95,1		94,9	95,0				
	27	50,0	50,0	50,0	96,8		96,5	96,7				
	28	50,0	50,0	50,0	100,2	100,3	100,3	100,3				
	29	50,0	50,0	50,0	98,4	99,5	99,8	99,2				
	30	50,0	50,0	50,0	98,9	100,2	100,5	99,9				
	31	50,0	50,0	50,0	99,1	98,8	98,9	98,9				
	32	50,0	50,0	50,0	100,1	100,2	100,2	100,2				
de 6)	33	50,0	50,0	50,0	100,1	100,2	100,3	100,2				
gem 2	34	50,0	50,0	50,0	100,0	98,1	97,9	98,7				
loldaç	35	50,0	50,0	50,0	100,2	98,7	98,0	99,0				
M2 (N	36	50,0	50,0	50,0	100,2	100,2	100,3	100,2				
	37	50,0	50,0	50,0	97,7	98,3	100,3	98,8				
	38	50,0	50,0	50,0	95,8		96,1	96,0				
	39	50,0	50,0	50,0	98,9		98,5	98,7				
	40	50,0	50,0	50,0	97,1		97,9	97,5				
	41	50,0	50,0	50,0	100,0	98,4	98,2	98,9				
	42	50,0	50,0	50,0	97,9	100,3	100,0	99,4				
	43	50,0	50,0	50,0	98,9	98,4	98,3	98,5				
	44	50,0	50,0	50,0	100,1	98,7	98,1	99,0				
	45	50,0	50,0	50,0	98,1	99,9	100,2	99,4				

3 Dimensões da ArOG-0,03

СР		Dimensões ArOG-0,03 (mm)										
		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio				
	1	50,0	50,0	50,0	100,9	99,8	100,1	100,3				
	2	50,0	50,0	50,0	100,1	100,3	99,9	100,1				
	3	50,0	50,0	50,0	99,7	100,0	100,2	100,0				
	4	50,0	50,0	50,0	98,1	98,9	100,5	99,2				
	5	50,0	50,0	50,0	99,6	100,0	100,7	100,1				
	6	50,0	50,0	50,0	98,4		99,3	98,9				
	7	50,0	50,0	50,0	99,8		98,1	99,0				
	8	50,0	50,0	50,0	96,9		97,0	97,0				
	9	50,0	50,0	50,0	100,2	100,2	99,2	99,9				
	10	50,0	50,0	50,0	100,1	99,9	100,1	100,0				
de 6)	11	50,0	50,0	50,0	100,1	99,9	100,0	100,0				
jem 3	12	50,0	50,0	50,0	100,4	100,8	100,1	100,4				
loldaç	13	50,0	50,0	50,0	100,0	100,0	99,8	99,9				
M3 (N	14	50,0	50,0	50,0	95,1		95,3	95,2				
_	15	50,0	50,0	50,0	96,1		96,0	96,1				
	16	50,0	50,0	50,0	97,2		97,7	97,5				
	17	50,0	50,0	50,0	96,6		96,5	96,6				
	18	50,0	50,0	50,0	95,6		95,3	95,5				
	19	50,0	50,0	50,0	96,4		96,4	96,4				
	20	50,0	50,0	50,0	98,4	98,5	98,7	98,5				
	21	50,0	50,0	50,0	97,0	97,0	97,1	97,0				
	22	50,0	50,0	50,0	97,3	97,2	97,3	97,3				
	23	50,0	50,0	50,0	98,1	98,1	98,1	98,1				
	24	50,0	50,0	50,0	98,0	98,0	98,1	98,0				

CP		Dimensões ArOG-0,03 (mm)									
		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio			
	25	50,0	50,0	50,0	96,6		97,0	96,8			
	26	50,0	50,0	50,0	97,5		97,1	97,3			
	27	50,0	50,0	50,0	98,3		98,7	98,5			
	28	50,0	50,0	50,0	97,9	97,7	97,1	97,6			
	29	50,0	50,0	50,0	99,1	98,9	99,0	99,0			
	30	50,0	50,0	50,0	99,7	99,4	99,3	99,5			
	31	50,0	50,0	50,0	99,8	98,8	99,0	99,2			
	32	50,0	50,0	50,0	99,0	98,7	98,8	98,8			
(9 ë	33	50,0	50,0	50,0	98,3	98,2	98,8	98,4			
n 4 de	34	50,0	50,0	50,0	98,9	99,0	99,5	99,1			
dagen	35	50,0	50,0	50,0	98,6	98,9	99,3	98,9			
(Mole	36	50,0	50,0	50,0	99,7	99,6	99,8	99,7			
M4	37	50,0	50,0	50,0	99,2	99,0	99,1	99,1			
	38	50,0	50,0	50,0	96,6		96,2	96,4			
	39	50,0	50,0	50,0	97,6		97,9	97,8			
	40	50,0	50,0	50,0	97,1		97,3	97,2			
	41	50,0	50,0	50,0	96,8	97,3	97,8	97,3			
	42	50,0	50,0	50,0	98,4	99,0	100,0	99,1			
	43	50,0	50,0	50,0	98,5	98,9	99,5	99,0			
	44	50,0	50,0	50,0	98,9	98,9	99,2	99,0			
	45	50,0	50,0	50,0	98,7	98,7	99,0	98,8			

4 Dimensões da ArOG-0,10

СР		Dimensões ArOG-0,10 (mm)										
		Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio				
	1	50,0	50,0	50,0	99,3	99,2	99,3	99,3				
	2	50,0	50,0	50,0	99,4	99,1	99,3	99,3				
	3	50,0	50,0	50,0	99,5	100,0	99,9	99,8				
	4	50,0	50,0	50,0	99,0	99,3	99,5	99,3				
	5	50,0	50,0	50,0	99,7	99,4	99,6	99,6				
	6	50,0	50,0	50,0	96,5		96,9	96,7				
	7	50,0	50,0	50,0	97,4		97,5	97,5				
	8	50,0	50,0	50,0	96,9		96,7	96,8				
	9	50,0	50,0	50,0	99,8	98,8	98,8	99,1				
	10	50,0	50,0	50,0	99,5	99,2	99,3	99,3				
de 6)	11	50,0	50,0	50,0	100,0	99,2	99,0	99,4				
Jem 6	12	50,0	50,0	50,0	98,5	99,0	99,9	99,1				
oldaç	13	50,0	50,0	50,0	99,4	100,0	99,9	99,8				
M6 (M	14	50,0	50,0	50,0	96,2		96,5	96,4				
	15	50,0	50,0	50,0	96,1		95,9	96,0				
	16	50,0	50,0	50,0	95,2		95,5	95,4				
	17	50,0	50,0	50,0	97,1		97,2	97,2				
	18	50,0	50,0	50,0	97,2		97,2	97,2				
	19	50,0	50,0	50,0	96,8		96,9	96,9				
	20	50,0	50,0	50,0	99,6	99,5	99,3	99,5				
	21	50,0	50,0	50,0	98,3	99,1	100,3	99,2				
	22	50,0	50,0	50,0	99,1	99,2	99,3	99,2				
	23	50,0	50,0	50,0	99,1	99,3	99,9	99,4				
	24	50,0	50,0	50,0	99,7	99,9	100,2	99,9				

		Dimensões ArOG-0,10 (mm)										
	СР	Diâmetro 1	Diâmetro 2	Diâmetro médio	Comprimento 1	Comprimento 2	Comprimento 3	Comprimento médio				
	25	50,0	50,0	50,0	97,1		97,1	97,1				
	26	50,0	50,0	50,0	96,1		96,1	96,1				
	27	50,0	50,0	50,0	96,1		96,1	96,1				
	28	50,0	50,0	50,0	99,2	99,0	99,1	99,1				
	29	50,0	50,0	50,0	98,7	98,8	99,1	98,9				
	30	50,0	50,0	50,0	99,0	99,0	99,1	99,0				
	31	50,0	50,0	50,0	99,0	98,9	99,0	99,0				
	32	50,0	50,0	50,0	100,0	99,9	100,0	100,0				
(9	33	50,0	50,0	50,0	98,5	98,6	99,0	98,7				
n 5 de	34	50,0	50,0	50,0	99,0	99,0	99,4	99,1				
dagen	35	50,0	50,0	50,0	99,3	100,0	100,0	99,8				
(Mole	36	50,0	50,0	50,0	99,4	99,1	99,2	99,2				
M5	37	50,0	50,0	50,0	100,0	100,1	100,0	100,0				
	38	50,0	50,0	50,0	96,9		97,0	97,0				
	39	50,0	50,0	50,0	97,3		97,2	97,3				
	40	50,0	50,0	50,0	95,8		95,9	95,9				
	41	50,0	50,0	50,0	98,9	99,0	99,8	99,2				
	42	50,0	50,0	50,0	99,1	99,5	99,9	99,5				
	43	50,0	50,0	50,0	98,3	98,0	100,0	98,8				
	44	50,0	50,0	50,0	99,2	99,1	99,8	99,4				
	45	50,0	50,0	50,0	98,5	98,4	100,0	99,0				
APÊNDICE B – RESULTADOS DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

1 Resistência da Argamassa ArRef de relação a/c = 0,7 (primeiro traço) e

СР	0 dias (moldagem)	Rompimen	to	Resiste traçã compr diam	ência à o por essão ietral	Resistência à compressão		
			Data	ldade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)
	1	06/01/2022	07/01/2022	1	7,94	1,03		
	2	06/01/2022	07/01/2022	1	10,42	1,37		
	3	06/01/2022	07/01/2022	1	8,75	1,13		
	4	06/01/2022	07/01/2022	1	9,03	1,18		
	5	06/01/2022	07/01/2022	1	11,12	1,44		
	6	06/01/2022	13/01/2022	7			41,35	21,06
1 de 6)	7	06/01/2022	13/01/2022	7			39,60	20,17
Jem 1	8	06/01/2022	13/01/2022	7			35,53	18,10
loldaç	9	06/01/2022	13/01/2022	7	10,36	1,35		
M1 (N	10	06/01/2022	13/01/2022	7	8,49	1,14		
	11	06/01/2022	13/01/2022	7	6,87	0,90		
	12	06/01/2022	13/01/2022	7	7,82	1,04		
	13	06/01/2022	13/01/2022	7	10,28	1,35		
	14	06/01/2022	03/02/2022	28			39,84	20,29
	15	06/01/2022	03/02/2022	28			33,91	17,27
	16	06/01/2022	03/02/2022	28			34,55	17,60

dos Corpos de prova moldados para ajuste de traço

	СР	0 dias	Rompi	imento	Resistência compress	a à tração por ão diametral
		(moldagem)	Data	Idade (dias)	(kN)	(Mpa)
AÇO	CP 1 A/C 0.65 (2.5% ad)	11/01/2022	12/01/2022	1	16,58	2,16
E TR⊿	CP 2 A/C 0.60 (3% ad)	11/01/2022	12/01/2022	1	20,68	2,67
STE D	CP 3 A/C 0.60 (3% ad)	11/01/2022	12/01/2022	1	19,93	2,59
AJU:	CP 4 A/C 0.65 (2.5% ad)	11/01/2022	12/01/2022	1	19,58	2,50

1 Resistência da ArRef

	СР	0 dias (moldagem)	Rompime	ento	Resist traçã comp dian	tência à ăo por ressão netral	Resist comp	ência à ressão	Média da resistência de 3 CP's (sem máx.	Desvio Padrão (Mpa)	Desvio Padrão
			Data	ldade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	e min.) (Mpa)	,	
	1	11/01/2022	12/01/2022	1	16,02	2,04					
	2	11/01/2022	12/01/2022	1	13,23	1,72					
	3	11/01/2022	12/01/2022	1	17,38	2,23			1,86	0,19	10,02%
	4	11/01/2022	12/01/2022	1	15,00	1,95					
	5	11/01/2022	12/01/2022	1	12,33	1,60					
	6	11/01/2022	12/01/2022	1			38,37	19,54			
	7	11/01/2022	12/01/2022	1			37,72	19,21	20,61	1,76	8,52%
8 9 © 10	8	11/01/2022	12/01/2022	1			45,34	23,09			
de 6)	9	11/01/2022	18/01/2022	7	16,11	2,10					
jem 1 de 6)	10	11/01/2022	18/01/2022	7	25,69	3,33					
	11	11/01/2022	18/01/2022	7	21,20	2,69			2,44	0,25	10,33%
dager	- 11 	11/01/2022	18/01/2022	7	15,40	1,96					
(Mol	13	11/01/2022	18/01/2022	7	19,43	2,53					
M1	14	11/01/2022	18/01/2022	7			38,56	19,64			
	15	11/01/2022	18/01/2022	7			33,94	17,29	17,17	2,06	11,99%
	16	11/01/2022	18/01/2022	7			28,66	14,60			
	17	11/01/2022	08/02/2022	28			44,10	22,46			
	18	11/01/2022	08/02/2022	28			39,19	19,96	21,66	1,20	5,54%
	19	11/01/2022	08/02/2022	28			44,27	22,55			
	20	11/01/2022	23/02/2022	43	16,97	2,17					
	21	11/01/2022	23/02/2022	43	10,85	1,37			2 1 1	0.59	27 61%
	22	11/01/2022	23/02/2022	43	22,15	2,84			2,11	0,00	3 27,61%
	23	11/01/2022	23/02/2022	43	21,84	2,80					

	СР	0 dias (moldagem)	Rompime	ento	Resist traçá comp diar	tência à ăo por iressão netral	Resist comp	ência à ressão	Média da resistência de 3 CP's	Desvio Padrão	Desvio Padrão
			Data	Idade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	(sem máx. e mín.) (Mpa)	(Mpa)	i dallao
	24	12/01/2022	24/02/2022	43	9,20	1,17					
	25	12/01/2022	24/02/2022	43			74,92	38,16			
	26	12/01/2022	24/02/2022	43			55,09	28,06	30,17	5,85	19,39%
	27	12/01/2022	24/02/2022	43			47,72	24,30			
	28	12/01/2022	24/02/2022	43	21,78	2,77					
	29	12/01/2022	24/02/2022	43	31,45	4,04					
	30	12/01/2022	24/02/2022	43	17,96	2,29			2,53	0,19	7,68%
gem 2 de 6)	31	12/01/2022	24/02/2022	43	19,80	2,55					
	32	12/01/2022	24/02/2022	43	17,60	2,24					
	33	12/01/2022	23/03/2022	70	26,58	3,38					
	34	12/01/2022	23/03/2022	70	21,69	2,80					
loldaç	35	12/01/2022	23/03/2022	70	18,40	2,37			2,68	0,22	8,38%
M2 (N	36	12/01/2022	23/03/2022	70	22,66	2,88					
	37	12/01/2022	23/03/2022	70	16,63	2,14					
	38	12/01/2022	23/03/2022	70			62,42	31,79			
	39	12/01/2022	23/03/2022	70			68,43	34,85	32,80	1,45	4,43%
	40	12/01/2022	23/03/2022	70			62,33	31,74			
	41	12/01/2022	23/03/2022	70	26,36	3,39					
	42	12/01/2022	23/03/2022	70	23,20	2,97					
	43	12/01/2022	23/03/2022	70	18,27	2,36			3,19	0,17	5,42%
	44	12/01/2022	23/03/2022	70	24,89	3,20					
	45	12/01/2022	23/03/2022	70	27,14	3,48					

* Células em azul = Corpos de prova carbonatados

Valores em vermelho = Mínimos relativos

Valores em verde = Máximos relativos

2 Resistência da ArOG-0,03

•

	СР	0 dias (moldagem)	Rompime	ento	Resiste traçã compi diam	ência à o por ressão netral	Resiste compi	ência à ressão	Média da resistência de 3 CP's (sem máx.	Desvio Padrão (Mpa)	Desvio Padrão
			Data	Idade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	e mín.) (Mpa)	(wpa)	
	1	13/01/2022	14/01/2022	1	19,89	2,53					
	2	13/01/2022	14/01/2022	1	19,18	2,44					
	3	13/01/2022	14/01/2022	1	16,10	2,05			2,26	0,16	7,08%
	4	13/01/2022	14/01/2022	1	15,74	2,02					
	5	13/01/2022	14/01/2022	1	17,94	2,28					
	6	13/01/2022	14/01/2022	1			25,73	13,10			
	7	13/01/2022	14/01/2022	1			27,77	14,14	12,76	1,29	10,12%
	8	13/01/2022	14/01/2022	1			21,67	11,04			
	9	13/01/2022	20/01/2022	7	15,99	2,04					
3 de 6)	10	13/01/2022	20/01/2022	7	26,63	3,39					
	11	13/01/2022	20/01/2022	7	23,06	2,94			2,56	0,38	14,83%
gem 3	12	13/01/2022	20/01/2022	7	15,46	1,96					
loldaç	13	13/01/2022	20/01/2022	7	21,15	2,69					
M3 (N	14	13/01/2022	20/01/2022	7			33,89	17,26			
	15	13/01/2022	20/01/2022	7			37,13	18,91	19,11	1,60	8,38%
	16	13/01/2022	20/01/2022	7			41,56	21,17			
	17	13/01/2022	10/02/2022	28			28,99	14,76			
	18	13/01/2022	10/02/2022	28			36,46	18,57	17,55	1,99	11,35%
	19	13/01/2022	10/02/2022	28			37,92	19,31			
	20	13/01/2022	25/02/2022	43	14,13	1,83					
	21	13/01/2022	25/02/2022	43	16,70	2,19					
	22	13/01/2022	25/02/2022	43	21,34	2,79			2,61	0,30	11,37%
	23	13/01/2022	25/02/2022	43	21,92	2,84					
	24	13/01/2022	25/02/2022	43	25,50	3,31					

	СР	0 dias (moldagem)	Rompime	ento	Resiste traçã compi diam	ência à o por ressão netral	Resiste compi	ência à œssão	Média da resistência de 3 CP's (sem máx.	Desvio Padrão	Desvio Padrão
			Data	Idade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	`е mín.) (Мра)	(wpa)	
	25	18/01/2022	02/03/2022	43			54,71	27,86			
	26	18/01/2022	02/03/2022	43			53,99	27,50	28,55	1,24	4,33%
	27	18/01/2022	02/03/2022	43			59,46	30,28			
	28	18/01/2022	02/03/2022	43	22,50	2,94					
	29	18/01/2022	02/03/2022	43	19,54	2,51					
	30	18/01/2022	02/03/2022	43	28,41	3,64			3,03	0,46	15,30%
	31	18/01/2022	02/03/2022	43	35,19	4,52					
	32	18/01/2022	02/03/2022	43	16,65	2,14					
9 (9	(j) 33	18/01/2022	29/03/2022	70	19,04	2,46					
n4d€	34	18/01/2022	29/03/2022	70	19,18	2,46					
dagen	35	18/01/2022	29/03/2022	70	19,98	2,57			2,50	0,05	2,04%
(Mole	36	18/01/2022	29/03/2022	70	20,20	2,58					
Μ4	37	18/01/2022	29/03/2022	70	18,12	2,33					
	38	18/01/2022	29/03/2022	70			61,79	31,47			
	39	18/01/2022	29/03/2022	70			63,31	32,24	31,73	0,36	1,15%
	40	18/01/2022	29/03/2022	70			61,80	31,47			
	41	18/01/2022	29/03/2022	70	28,16	3,68					
	42	18/01/2022	29/03/2022	70	31,24	4,01					
	43	18/01/2022	29/03/2022	70	32,72	4,21			4,06	0,11	2,71%
	44	18/01/2022	29/03/2022	70	30,73	3,95					
	45	18/01/2022	29/03/2022	70	34,41	4,43					

4 Resistência da ArOG-0,10

.

	СР	0 dias (moldagem)	Rompim	ento	Resistê tração compre diame	ncia à por essão etral	Resiste compr	ência à essão	Média da resistência de 3 CP's (sem máx.	Desvio Padrão	Desvio Padrão
			Data	Idade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	e mín.) (Mpa)	(mpa)	
	1	20/01/2022	21/01/2022	1	9,15	1,17					
	2	20/01/2022	21/01/2022	1	14,97	1,92					
	3	20/01/2022	21/01/2022	1	16,58	2,12			2,10	0,14	6,63%
	4	20/01/2022	21/01/2022	1	18,83	2,42					
	5	20/01/2022	21/01/2022	1	17,67	2,26					
	6	20/01/2022	21/01/2022	1			21,30	10,85			
	7	20/01/2022	21/01/2022	1			21,10	10,75	11,55	1,07	9,27%
	8	20/01/2022	21/01/2022	1			25,66	13,07			
	9	20/01/2022	27/01/2022	7	12,92	1,66					
gem 6 de 6)	10	20/01/2022	27/01/2022	7	13,36	1,71					
	11	20/01/2022	27/01/2022	7	9,57	1,23			1,73	0,06	3,44%
	12	20/01/2022	27/01/2022	7	14,04	1,80					
loldaç	13	20/01/2022	27/01/2022	7	23,34	2,98					
M6 (N	14	20/01/2022	27/01/2022	7			35,10	17,88			
	15	20/01/2022	27/01/2022	7			36,86	18,77	18,37	0,37	2,03%
	16	20/01/2022	27/01/2022	7			36,27	18,47			
	17	20/01/2022	17/02/2022	28			40,60	20,68			
	18	20/01/2022	17/02/2022	28			37,49	19,09	18,96	1,46	7,72%
	19	20/01/2022	17/02/2022	28			33,58	17,10			
	20	20/01/2022	04/03/2022	43	27,81	3,56					
	21	20/01/2022	04/03/2022	43	15,35	1,97					
	22	20/01/2022	04/03/2022	43	17,39	2,23			2,21	0,07	3,38%
	23	20/01/2022	04/03/2022	43	17,85	2,29					
	24	20/01/2022	04/03/2022	43	16,54	2,11					

	СР	0 dias (moldagem)	Rompim	ento	Resistê tração compre diame	encia à o por essão etral	Resiste comp	ência à œssão	Média da resistência de 3 CP's (sem máx.	Desvio Padrão	Desvio Padrão
			Data	ldade (dias)	(kN)	(Mpa)	(kN)	(Mpa)	e mín.) (Mpa)	(wpa)	
	25	19/01/2022	03/03/2022	43			54,79	27,90			
	26	19/01/2022	03/03/2022	43			51,66	26,31	26,89	0,72	2,69%
	27	19/01/2022	03/03/2022	43			51,92	26,44			
	28	19/01/2022	03/03/2022	43	20,73	2,66					
	29	19/01/2022	03/03/2022	43	28,37	3,65					
	30	19/01/2022	03/03/2022	43	27,32	3,51			3,31	0,39	11,62%
	31	19/01/2022	03/03/2022	43	21,57	2,78					
	32	19/01/2022	03/03/2022	43	35,30	4,50					
(9 é	33	19/01/2022	30/03/2022	70	25,91	3,34					
n 5 de (34	19/01/2022	30/03/2022	70	15,02	1,93					
dagen	35	19/01/2022	30/03/2022	70	14,90	1,90			2,45	0,37	15,12%
(Mol	36	19/01/2022	30/03/2022	70	21,51	2,76					
M5	37	19/01/2022	30/03/2022	70	20,90	2,66					
	38	19/01/2022	30/03/2022	70			65,04	33,12			
	39	19/01/2022	30/03/2022	70			62,64	31,90	32,47	0,50	1,55%
	40	19/01/2022	30/03/2022	70			63,58	32,38			
	41	19/01/2022	30/03/2022	70	25,47	3,27					
	42	19/01/2022	30/03/2022	70	20,60	2,64					
	43	19/01/2022	30/03/2022	70	21,21	2,73			3,01	0,22	7,25%
	44	19/01/2022	30/03/2022	70	28,15	3,61					
44	19/01/2022	30/03/2022	70	23,60	3,04						

APÊNDICE C – RESULTADOS DA PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO

27 DIAS DE CARBONATAÇÃO

	ArRef											
СР	т	1	т	2	т	3	т	4	т	5	Mádia	Desvio
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	wieula	Padrão
Ac (mm²)	444,22	306,70	485,47	465,04	484,91	558,19	529,80	517,82	365,54	333,38	449,11	81,65
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00
Pc (mm)	8,88	6,13	9,71	9,30	9,70	11,16	10,60	10,36	7,31	6,67	8,98	1,63

	ArOG-0,03												
СР	Т	1	т	2	т	3	т	4	т	5	Mádia	Desvio	
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	Media	Padrão	
Ac (mm²)	429,33	506,19	386,28	413,28	446,47	401,87	350,90	401,98	389,61	421,57	414,75	39,34	
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00	
Pc (mm)	8,59	10,12	7,73	8,27	8,93	8,04	7,02	8,04	7,79	8,43	8,29	0,79	

	ArOG-0,10												
СР	Т	1	т	2	т	3	т	4	т	5	Mádia	Desvio	
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	Media	Padrão	
Ac (mm²)	447,17	427,10	516,80	437,25	451,37	499,86	489,13	453,75	492,52	519,24	473,42	32,11	
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00	
Pc (mm)	8,94	8,54	10,34	8,75	9,03	10,00	9,78	9,08	9,85	10,38	9,47	0,64	

* Ac = Área carbonatada

L = Comprimento

Pc = Profundidade

54 DIAS DE CARBONATAÇÃO

	ArRef											
СР	т	1	т	2	т	3	т	4	т	5	Mádia	Desvio
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	wieula	Padrão
Ac (mm²)	664,05	720,18	740,56	702,50	775,54	929,35	730,04	791,51	739,25	798,11	759,11	68,68
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00
Pc (mm)	13,28	14,40	14,81	14,05	15,51	18,59	14,60	15,83	14,79	15,96	15,18	1,37

ArOG-0,03												
СР	т	1	т	2	т	3	т	4	Т5		Mádia Desvio	Desvio
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	weuta	Padrão
Ac (mm²)	768,74	660,43	627,14	582,72	612,29	572,46	641,22	575,67	661,73	589,94	629,23	56,33
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00
Pc (mm)	15,37	13,21	12,54	11,65	12,25	11,45	12,82	11,51	13,23	11,80	12,58	1,13

ArOG-0,10												
СР	т	1	т	2	т	3	т	4	т	5	Módia	Desvio
Lado	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	Weula	Padrão
Ac (mm²)	854,10	747,57	654,36	652,72	736,99	766,35	851,36	870,73	768,78	768,57	767,15	72,45
L (mm)	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	0,00
Pc (mm)	17,08	14,95	13,09	13,05	14,74	15,33	17,03	17,41	15,38	15,37	15,34	1,45

27 DIAS DE CARBONATAÇÃO

ArRef					
k (mm/ano) 33,03	Média	Desvio Padrão			
Área carbonatada (mm²)	449,11	81,65			
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00			
Profundidade média (mm)	8,98	1,63			

Ar			
k (mm/ano) 30,50	Média	Desvio Padrão	
Área carbonatada (mm²)	414,75	39,34	
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00	Diferença em relação a ArRef
Profundidade média (mm)	8,29	0,79	-7,65%

Ar			
k (mm/ano) 34,81	Média	Desvio Padrão	-
Área carbonatada (mm²)	473,42	32,11	
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00	Diferença em relação a ArRef
Profundidade média (mm)	9,47	0,64	5,41%

54 DIAS DE CARBONATAÇÃO

ArRef					
k (mm/ano) 39,47	Média	Desvio Padrão			
Área carbonatada (mm²)	759,11	68,68			
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00			
Profundidade média (mm)	15,18	1,37			

Ar			
k (mm/ano) 32,72	Média	Desvio Padrão	
Área carbonatada (mm²)	629,23	56,33	
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00	Diferença em relação a ArRef
Profundidade média (mm)	12,58	1,13	-17,11%

Ar			
k (mm/ano) 39,89	Média	Desvio Padrão	
Área carbonatada (mm²)	767,15	72,45	
Comprimento medido (mm)	50,00	0,00	Diferença em relação a ArRef
Profundidade média (mm)	15,34	1,45	1,06%

1 Corpos de prova do grupo ArRef (M2), rompidos dia 24/02/2022, com 27 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 – ArRef (M2) - 27 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArRef (M2) - 27 dias de carbonatação.



CP 3/5 – ArRef (M2) - 27 dias de carbonatação.



CP 4/5 - ArRef (M2) - 27 dias de carbonatação.



CP 5/5 – ArRef (M2) - 27 dias de carbonatação.

2 Corpos de prova do grupo ArRef (M2), rompidos dia 23/03/2022, com 54 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 – ArRef (M2) - 54 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArRef (M2) - 54 dias de carbonatação.



CP 3/5 – ArRef (M2) - 54 dias de carbonatação.



CP 4/5 – ArRef (M2) - 54 dias de carbonatação.



CP 5/5 – ArRef (M2) - 54 dias de carbonatação.

Corpos de prova do grupo ArOG-0,03 (M4), rompidos dia 02/03/2022,
com 27 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 – ArOG-0,03 (M4) - 27 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArOG-0,03 (M4) - 27 dias de carbonatação.



CP 3/5 - ArOG-0,03 (M4) - 27 dias de carbonatação.



CP 4/5 - ArOG-0,03 (M4) - 27 dias de carbonatação.



CP 5/5 - ArOG-0,03 (M4) - 27 dias de carbonatação.

4 Corpos de prova do grupo ArOG-0,03 (M4), rompidos dia 29/03/2022, com 54 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 - ArOG-0,03 (M4) - 54 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArOG-0,03 (M4) - 54 dias de carbonatação.



CP 3/5 – ArOG-0,03 (M4) - 54 dias de carbonatação.



CP 4/5 - ArOG-0,03 (M4) - 54 dias de carbonatação.



CP 5/5 - ArOG-0,03 (M4) - 54 dias de carbonatação.

5 Corpos de prova do grupo ArOG-0,10 (M5), rompidos dia 03/03/2022, com 27 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 - ArOG-0,10 (M5) - 27 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArOG-0,10 (M5) - 27 dias de carbonatação.



CP 3/5 – ArOG-0,10 (M5) - 27 dias de carbonatação.



CP 4/5 - ArOG-0,10 (M5) - 27 dias de carbonatação.



CP 5/5 – ArOG-0,10 (M5) - 27 dias de carbonatação.

6 Corpos de prova do grupo ArOG-0,10 (M5), rompidos dia 30/03/2022, com 54 dias em câmara de carbonatação



CP 1/5 - ArOG-0,10 (M5) - 54 dias de carbonatação.



CP 2/5 – ArOG-0,10 (M5) – 54 dias de carbonatação.



CP 3/5 - ArOG-0,10 (M5) - 54 dias de carbonatação.



CP 4/5 - ArOG-0,10 (M5) - 54 dias de carbonatação.



CP 5/5 - ArOG-0,10 (M5) - 54 dias de carbonatação.