



ESTUDO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS COM ADIÇÃO DE DIFERENTES TEORES DE GRAFENO

Vieira, L.T.*; Kurtz, G.C.; Menezes, J.W.; Valsecchi, C.; Armas, L.G.

Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA), Av. Tiarajú, 810, Bairro Ibirapuitã – Alegrete, RS – 97546-550.

lucastito.aluno@unipampa.edu.br; gabichagaskurtz@gmail.com;
jacsonmenezes@unipampa.edu.br; chiaravalsecchi@unipampa.edu.br;
luisarmas@unipampa.edu.br

Resumo: Estudos abordando a aplicação do grafeno em matrizes cimentícias começaram a ser realizados no ano de 2013. Com a adição de baixos teores deste nanomaterial, é possível alcançar melhorias nas propriedades mecânicas das matrizes cimentícias. Portanto, o grafeno pode ser considerado um reforço para materiais cimentícios, pois provoca o efeito de intertravamento da estrutura. Neste estudo, se investiga o efeito da adição de grafeno em diferentes percentuais (0%, 0,01%, 0,03%, 0,05%, 0,10%, 0,20%, 0,50%, 0,80% e 1,00%) nas resistências à tração na flexão e à compressão axial de argamassas. Analisando os resultados obtidos de resistência à tração na flexão, notou-se que o teor com melhor desempenho foi do traço apresentando adição de 0,10% de grafeno em relação ao peso de cimento. Já para a resistência à compressão axial, o melhor resultado obtido foi com a adição de 0,01% de grafeno.

Palavras-chave: grafeno, argamassa, propriedades mecânicas, ANOVA

INTRODUÇÃO

Os nanomateriais são caracterizados por sua estrutura diferenciada, com partículas de tamanhos que variam entre 1 e 100 nanômetros. São empregados para auxiliar no desenvolvimento de diversas áreas, como a indústria farmacêutica, alimentícia, eletrônica e de cosméticos (1). Além disso, a necessidade de aprimorar as propriedades mecânicas de matrizes cimentícias tem levado a realização de diversos estudos sobre a utilização de nanomateriais na construção civil, pois se acredita que esses materiais promovem melhorias em características como resistência mecânica à tração e compressão, além da condutividade térmica e elétrica (2, 3).

Os nanomateriais vêm se destacando em diversos ramos da engenharia civil, pois trabalham na microestrutura das pastas de cimento (2). Sua nanoestrutura os tornam capazes de preencher poros de matrizes cimentícias, proporcionando maior densidade e compacidade, e, conseqüentemente, auxiliando na melhoria de propriedades mecânicas (4). Outra característica que tornam os nanomateriais valorizados para adição em misturas cimentícias é a elevada área superficial. Porém, é necessário considerar que, por conta de forças atrativas de Van der Waals, podem ocorrer aglomerações destas nanopartículas, tornando-se importante a utilização de um adequado mecanismo de dispersão (5).

Dentre os nanomateriais, cita-se o grafeno, que é considerado um material hidrofílico devido a sua estrutura com a presença de grupos funcionais de oxigênio (8). Este nanomaterial pode ser obtido através de sites de vendas, em empresas internacionais ou produzido em laboratórios utilizando-se diferentes tipos de biomassas. Porém, trata-se de um produto com elevado valor de mercado, visto que há dificuldades na sua produção em grande escala, tornando-o pouco acessível (7).

Estudos abordando a aplicação do grafeno em matrizes cimentícias começaram a ser realizados no ano de 2013, quando se comprovou a excelente capacidade deste nanomaterial proporcionar melhorias nas propriedades mecânicas e redução de permeabilidade dos concretos (3). A adição de baixos teores de grafeno em relação ao peso de cimento do traço proporciona a ocorrência de incrementos nas resistências à tração e compressão dos materiais cimentícios (8). Ou seja, o grafeno é considerado material de reforço de matrizes cimentícias, pois provoca o efeito de intertravamento na estrutura (4).

Um estudo realizado por Caires (2019), no qual se adicionaram quatro diferentes teores de grafeno (0,03%, 0,05%, 0,07% e 0,09%) em argamassas de cimento, alcançou um aumento de 12% na resistência à compressão (em relação à argamassa de referência) com adição de 0,05% do nanomaterial. O autor não obteve melhorias na resistência à tração com os diferentes teores de grafeno (2). Já Ruivo (2021) encontrou os melhores desempenhos de resistências à tração e compressão com a adição de 0,03% de grafeno em argamassa. Obteve-se uma resistência à tração de 7,23 MPa e uma resistência à compressão de 36,33 MPa, concluindo-se que este seria o teor ótimo do nanomaterial a ser empregado para obter melhorias em resultados de propriedades mecânicas do material cimentício (8).

A pesquisa desenvolvida por Santos, Bueno e Arruda Junior (2019), com adições de 0,02% e 0,04% de grafeno em argamassas, identificou, com o teor de 0,02%, um incremento de 17% no valor de resistência à tração e 30% no valor de resistência à compressão (9). Enquanto Corso et al. (2019), em estudo utilizando-se os traços 0,04% e 0,1% de adição de grafeno, obtiveram um aumento de 24,3% de resistência à compressão da argamassa com o maior teor do nanomaterial. Em relação a resistência à tração, a argamassa com menor teor de grafeno não obteve melhorias de desempenho, enquanto a de teor superior obteve uma queda de 26,53% no valor desta propriedade mecânica (10).

Indukuri e Nerella (2021) realizaram estudo adicionando teores de 0,01%, 0,02%, 0,03% e 0,04% de grafeno em argamassas. O material cimentício com adição de 0,03% de grafeno obteve o melhor resultado de resistência à compressão axial, com um aumento de 77% em relação à argamassa de referência. No entanto, para a propriedade mecânica de resistência à tração na flexão, o melhor resultado foi obtido com o teor de 0,04% de grafeno, com um incremento de 47,61% em relação à argamassa de referência (11).

Os resultados positivos obtidos pelos autores (2, 8 – 11) e o fato de haver uma reduzida quantidade de estudos visando à melhoria de propriedades mecânicas de materiais cimentícios com a adição de grafeno motivaram o desenvolvimento desta pesquisa. Sendo assim, verificaram-se valores de resistências à tração e à compressão em argamassas com adição de grafeno nos seguintes teores: 0%, 0,01%, 0,03%, 0,05%, 0,10%, 0,20%, 0,50%, 0,80% e 1,00%.

MATERIAIS E MÉTODOS

MATERIAIS

Como aglomerante da argamassa, utilizou-se o cimento CP II-F-32, da empresa Itambé, com especificações descritas na Tabela 1. A água utilizada na mistura é a fornecida pela Companhia Rio-Grandense de Saneamento (CORSAN) no município de Alegrete/RS.

Tabela 1 – Características do Cimento CP II-F-32

Parâmetros Químicos	
Óxido de Magnésio - MgO (%)	-
Perda ao fogo (%)	≤ 12,5
Resíduo insolúvel (%)	≤ 7,5
Trióxido de Enxofre - SO ₃ (%)	≤ 4,5
Parâmetros Físicos	
Tempo de início de pega (horas)	≥ 1
Resistência à Compressão(MPa)	
1 dia	-
3 dias	≥ 10,0
7 dias	≥ 20,0
28 dias	≥ 30,0

Fonte: Empresa Itambé

Utilizou-se areia natural, proveniente do Rio Ibicuí, como agregado miúdo. Esta areia foi caracterizada conforme a norma NBR NM 208 (ABNT, 2003), obtendo-se diâmetro máximo de 0,60 mm e módulo de finura de 1,89.

O grafeno comercial utilizado foi fornecido pela empresa brasileira Amazonas Comercio de Grafeno LTDA., cujos dados constam na Tabela 2. Primeiramente o grafeno foi caracterizado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia Raman confocal, usando laser de 532 nm, objetiva de x100. Após, o nanomaterial foi disperso em água previamente, para a confecção de todas as amostras, através de agitador ultrassônico. Adicionou-se em um béquer 50 g de água e a quantidade total de grafeno para cada amostra, sendo submetidos a agitação ultrassônica por 30 minutos.

Tabela 2 – Dados do grafeno da empresa Amazonas Comercio de Grafeno LTDA.

Dados do produto	
Número de camadas	1 a 5
Definição do produto	Graphene flake
Tamanho do floco	0.5 a 10 µm por 0.5 a 10 µm
Forma	Irregular

Fonte: Empresa Amazonas Comercio de Grafeno LTDA.

CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Para o estudo das propriedades mecânicas, confeccionaram-se 54 corpos de prova (CPs) com dimensões 4,00 x 4,00 x 16,00 cm (Figura 1), sendo 6 CPs de cada teor de grafeno. As amostras foram nomeadas da seguinte forma: A0 (0%); A1 (0,01%); A2 (0,03%); A3 (0,05%); A4 (0,10%); A5 (0,20%); A6 (0,50%); A7 (0,80%); e A8 (1,00%). As porcentagens do nanomaterial a ser adicionado foram consideradas em relação à quantidade de cimento, em gramas.

Figura 1 – Corpos de prova em cura



Fixou-se um traço de 1:3 (cimento:agregado) para a confecção das argamassas e uma relação água/cimento de 0,50, conforme NBR 16.738 (ABNT, 2019). Esta relação água/cimento foi definida através do ensaio de índice de consistência da amostra de referência A0, adicionando-se água até obter 260 mm de espalhamento, conforme NBR 13.276 (ABNT, 2016). Para todas as misturas, fixaram-se as seguintes quantidades de materiais: 936 g de cimento, 2.808 g de areia e 550 g de água.

PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS NO ESTADO ENDURECIDO

Para a análise dos efeitos da adição de grafeno na argamassa, realizaram-se os ensaios mecânicos de resistência à tração e resistência à compressão aos 28 dias de idade da argamassa. Ambos os ensaios foram realizados conforme

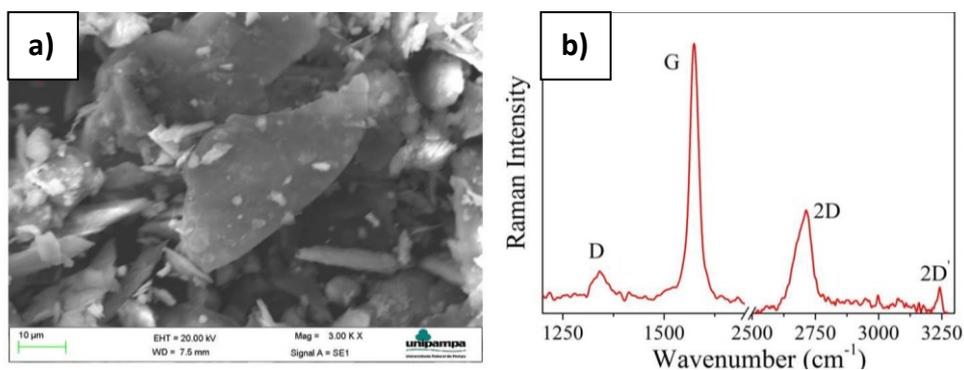
especificações da norma NBR 13.279 (ABNT, 2005) em prensa da marca EMIC, com capacidade máxima de 200 KN e velocidade de 1 mm/minuto.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

CARACTERIZAÇÃO DO GRAFENO

Na Figura 2 (a) observa-se a imagem MEV do grafeno utilizado, onde é possível notar as camadas do grafeno. Enquanto na Figura 2 (b) mostra-se o espectro Raman médio (de ~ 15 espectros tirados em lugares diferentes da mesma amostra). Nesta figura nota-se a presença das bandas D (~1350 cm^{-1}), G (~1580 cm^{-1}), 2D e 2D'. A banda D revela defeitos, enquanto a banda G está relacionada com as vibrações no plano de átomos de carbono sp^2 , uma característica comum em materiais carbonosos com hibridização sp^2 . A banda 2D permite a avaliação da disposição das camadas de grafeno. Esta banda é especialmente significativa no espectro Raman, pois viabiliza a identificação de grafeno no material em análise (12). O cálculo da razão entre as intensidade integradas das bandas 2D e G (I_{2D}/I_G), mostraram um valor de $I_{2D}/I_G \sim 0,6$, o qual é definido para grafeno de poucas camadas (13).

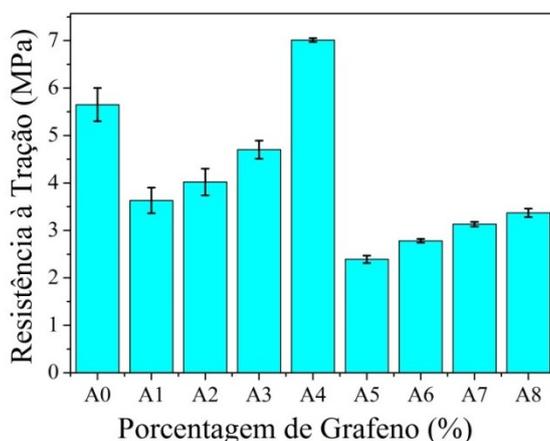
Figura 2 – (a) Imagem MEV do grafeno e (b) Espectro Raman médio de ~ 15 espectros.



RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

A Figura 3 apresenta os resultados obtidos no ensaio de tração na flexão, realizado aos 28 dias de idade das amostras. Percebe-se que o melhor desempenho alcançado foi com a amostra A4, sendo este o único traço a ocasionar um incremento de 24,07% na resistência à tração em relação à amostra de referência A0. O pior resultado obtido foi com a amostra A5, alcançando uma redução de 57,73% em relação à amostra A0.

Figura 3 – Resistência à tração na flexão com diferentes teores de grafeno adicionados à argamassa



A análise ANOVA (Tabela 3) sugere que a hipótese H_0 deve ser aceita, ou seja, que as médias das resistências à tração na flexão não se diferenciam significativamente com as mudanças de teores de grafeno adicionados nas argamassas.

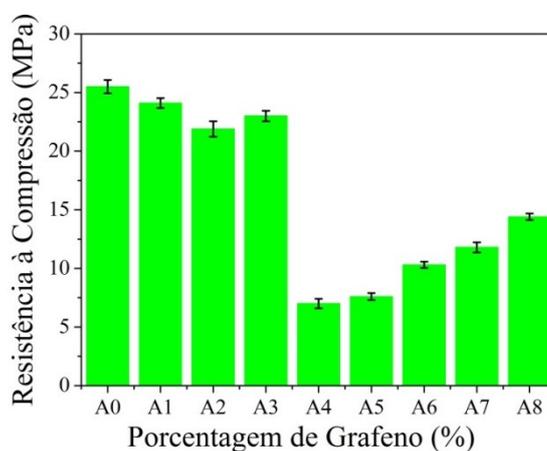
Tabela 3 – Dados da análise ANOVA para resistência à tração na flexão.

TESTE DE HIPÓTESE	
f calculado	1,370
f tabelado	2,160
Significância	5%
TESTE	ACEITAR H_0

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL

A Figura 4 apresenta os resultados obtidos no ensaio de compressão axial, realizado aos 28 dias de idade das amostras. Percebe-se que nenhum dos teores de adição de grafeno proporcionou incremento na resistência à compressão axial das amostras em relação a A0. O melhor resultado obtido (menor perda de resistência) foi com a amostra A1, que proporcionou uma diminuição de 5,43%. O valor de resistência à compressão mais baixo foi obtido com a amostra A4, resultando em uma perda de 70,12%.

Figura 4 – Resistência à compressão axial com diferentes teores de grafeno adicionados à argamassa



A análise ANOVA (Tabela 4) sugere que a hipótese H_0 deve ser rejeitada, ou seja, que as médias das resistências à compressão apresentam diferenças significativas entre si conforme variam os teores de grafeno adicionados nas argamassas.

Tabela 4 – Dados da análise ANOVA para resistência à compressão axial.

TESTE DE HIPÓTESE	
f calculado	21,464
F tabelado	2,060
Significância	5%
TESTE	ACEITAR H_0

ANÁLISE DOS RESULTADOS

Percebeu-se um incremento no valor de resistência à tração na flexão da argamassa na idade de 28 dias com a adição de 0,1% de grafeno em relação ao peso de cimento. A adição do mesmo teor de grafeno foi utilizada por Bai et al. (2018), que também obteve aumento de resistência (porém de compressão axial) em relação à amostra de referência na idade de 28 dias. Isto ocorre devido ao refinamento do sistema de poros do material compósito, proporcionando a densificação de sua microestrutura (14).

Polverino et al. (2022) realizou a adição de diferentes teores de grafeno de poucas camadas em argamassa, alcançando um incremento de 24% na resistência à tração na flexão, aos 28 dias, com adição de 0,1% do nanomaterial e cura úmida das amostras. Este benefício deve-se ao efeito de ponte de grafeno, que proporciona uma melhor interação entre os géis de hidratação do cimento e a areia (16). Salienta-se o efeito positivo da adição de superplastificante na produção das argamassas, proporcionando melhor fluidez e trabalhabilidade ao material cimentício e, conseqüentemente, reduzindo vazios e limitando a formação de microfissuras (15).

O impacto negativo da adição de grafeno nas demais amostras, tanto para resistência à compressão axial quanto para resistência à tração na flexão das argamassas, pode ter sido ocasionado pela dispersão insuficiente das partículas de grafeno, provocando a formação de zonas frágeis no material compósito (17). Por conta das elevadas forças de Van der Waals, estes nanomateriais tendem a se atrair e formar aglomerações, proporcionando a degradação do material cimentício. Atualmente, a forma mais utilizada de evitar a má dispersão do grafeno é a aplicação de surfactantes em combinação com a ultrassonificação (18,19).

CONCLUSÃO

Analisando-se os resultados obtidos, percebe-se que os valores de resistência à tração na flexão e de resistência à compressão axial dependem do teor de grafeno incorporado na matriz cimentícia. Para a resistência à tração na flexão,

obteve-se incremento com a amostra A4, enquanto as demais amostras tiveram suas resistências reduzidas em relação à amostra de referência A0. A menor resistência foi obtida com a amostra A5. A análise ANOVA sugere que a hipótese nula deve ser aceita, ou seja, que as médias das resistências à tração não se diferenciam significativamente com as mudanças de teores de grafeno adicionados nas argamassas. Já para a resistência à compressão axial, não se obteve incremento com os diferentes teores de grafeno adicionados na argamassa. Dentre as amostras, o melhor resultado obtido foi com a A1, com o menor teor de grafeno testado. A menor resistência foi obtida com a amostra A4. A análise ANOVA sugere que a hipótese nula deve ser rejeitada, ou seja, que as médias das resistências à compressão apresentam diferenças significativas entre si conforme variam os teores de grafeno adicionados nas argamassas.

REFERÊNCIAS

1. PASCHOALINO, Matheus P.; MARCONE, Glauciene PS; JARDIM, Wilson F. Os nanomateriais e a questão ambiental. **Química Nova**, v. 33, p. 421-430, 2010. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000200033>
2. CAIRES, Leide Daiane. Aplicação de óxido de grafeno reduzido em argamassa cimentícia para estudo de suas propriedades mecânicas. 2019.
3. WANG, Juan et al. Advances of graphene-and graphene oxide-modified cementitious materials. **Nanotechnology Reviews**, v. 9, n. 1, p. 465-477, 2020. <https://doi.org/10.1515/ntrev-2020-0041>
4. ROCHA, Vanessa Vilela et al. Revisão teórica sobre o potencial da adição do óxido de grafeno em materiais cimentícios. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, p. e13002, 2021. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620210003.13002>
5. PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, Said. Nanotechnology: Advantages and drawbacks in the field of construction and building materials. **Construction and building materials**, v. 25, n. 2, p. 582-590, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.009>
6. ALEX, Alexander Gladwin; KEDIR, Amin; TEWELE, Tsegay Gebrehiwet. Review on effects of graphene oxide on mechanical and microstructure of cement-based materials. **Construction and Building Materials**, v. 360, p. 129609, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129609>
7. COSTA, Giovanni O. Grafeno e suas aplicações na construção civil – Teste de bloco de concreto com grafeno. Faculdade Doctum Juiz de Fora, curso de Engenharia Civil, 2019.

8. RUIVO, Carlos César González Piccoli. Desenvolvimento de argamassa para reparo de estruturas na construção civil utilizando óxido de grafeno como aditivo. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 1, p. 8082-8100, 2021. <https://doi.org/10.34117/bjdv7n1-549>
9. SANTOS, Caio Waldir; BUENO, Matheus Alves; ARRUDA JUNIOR, Sidinei de. Incorporação de óxido de grafeno em argamassa: avaliação de desempenho mecânico e acústico. Escola de Engenharia Mackenzie (EE), 2019.
10. CORSO, Marla et al. Incorporação de óxido de grafeno em argamassa de revestimento: uma visão sustentável. **Ambiente Construído**, v. 20, p. 297-312, 2019. <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000100375>
11. INDUKURI, Chandra Sekhar Reddy; NERELLA, Ruben. Propriedades de transporte aprimoradas de material compósito de cimento à base de óxido de grafeno. **Journal of Building Engineering**, v. 37, p. 102174, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.102174>
12. FERRARI, Andrea C. et al. Espectro Raman de grafeno e camadas de grafeno. **Physical review letters**, v. 97, n. 18, p. 187401, 2006. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.97.187401>
13. SEVERO, Lisiane S. et al. Synthesis and Raman characterization of wood sawdust ash, and wood sawdust ash-derived graphene. **Diamond and Related Materials**, v. 117, p. 108496, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2021.108496>
14. BAI, Shuya et al. Enhancement of mechanical and electrical properties of graphene/cement composite due to improved dispersion of graphene by addition of silica fume. **Construction and Building Materials**, v. 164, p. 433-441, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.176>
15. POLVERINO, Salvatore et al. Few-layers graphene-based cement mortars: production process and mechanical properties. **Sustainability**, v. 14, n. 2, p. 784, 2022. <https://doi.org/10.3390/su14020784>
16. PENG, Hui et al. Mechanical properties and microstructure of graphene oxide cement-based composites. **Construction and Building Materials**, v. 194, p. 102-109, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.234>
17. POKORNÝ, Jaroslav; ŠEVČÍK, Radek. The influence of graphene admixture on strength properties of cement-based composites. In: **Journal of Physics: Conference Series**. IOP Publishing, 2023. p. 012025. <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/2628/1/012025>
18. CHUAH, Samuel et al. Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide. **Construction and Building materials**, v. 73, p. 113-124, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.040>
19. LIU, Qiong et al. Experimental investigation on mechanical and piezoresistive properties of cementitious materials containing graphene and graphene oxide nanoplatelets. **Construction and Building Materials**, v. 127, p. 565-576, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.10.024>

Study of Mechanical Properties of Mortars with Addition of Different Graphene Contents

Abstract: Studies on the application of graphene on cement matrix began to be carried out in 2013. With the addition of low amounts of this nanomaterial, it is possible to achieve improvements in the mechanical properties of cement matrix. Therefore, graphene can be considered a reinforcement for cementitious materials, as it causes the interlocking effect in the structure. This study investigates the effect of adding graphene at different percentages (0%, 0.01%, 0.03%, 0.05%, 0.10%, 0.20%, 0.50%, 0.80%, and 1.00%) on the tensile strength in bending and axial compressive strength of mortars. Analyzing the obtained results for flexural tensile strength, it was noted that the content with the best performance was the mix with the addition of 0.10% of graphene in relation to the weight of cement. As for axial compression resistance, the best obtained result was with the addition of 0.01% graphene.

Keywords: graphene, mortar, mechanical properties, ANOVA