

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA FACULDADE DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

LETÍCIA LOPARDI LEAL

Efeitos do óxido de grafeno nas propriedades termomecânicas do concreto

Juiz de Fora

2024

LETÍCIA LOPARDI LEAL

Efeitos do óxido de grafeno nas propriedades termomecânicas do concreto

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil. Área de concentração: Estruturas e Materiais.

Orientadora: Prof. Dra. Thaís Mayra de Oliveira

Coorientador: Prof. Dr. Welber Gianini Quirino

Juiz de Fora

2024

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Leal, Letícia Lopardi.

Efeitos do óxido de grafeno nas propriedades termomecânicas do concreto / Letícia Lopardi Leal. -- 2024.

145 p.

Orientadora: Thaís Mayra de Oliveira

Coorientador: Welber Gianini Quirino

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Engenharia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2024.

1. Concreto. 2. Óxido de Grafeno. 3. Temperaturas elevadas. I. Oliveira, Thaís Mayra de, orient. II. Quirino, Welber Gianini, coorient. III. Título.

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

LETÍCIA LOPARDI LEAL

Título: "EFEITOS DO ÓXIDO DE GRAFENO NAS PROPRIEDADES TERMOMECAÑICAS DO CONCRETO"

Dissertação
apresentada ao
Programa de Pós-
graduação em
Engenharia
Civil da Universidade
Federal de Juiz de
Fora como requisito
parcial à obtenção do
título de Mestre em
Engenharia Civil.
Área de
concentração:
Estruturas e
Materiais.

Aprovada em 15 de março de 2024.

BANCA EXAMINADORA

Profa . Dra . Thais Mayra de Oliveira - Orientadora

Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Welber Gianini Quirino - Coorientador

Universidade Federal de Juiz de Fora

Profa . Dra. Flavia de Souza Bastos - Membro Titular Interno

Universidade Federal de Juiz de Fora

Profa . Dra. Wanna Carvalho Fontes - Membro Titular Externo

Universidade Federal de Ouro Preto

Juiz de Fora, 23/02/2024.



Documento assinado eletronicamente por **Thais Mayra de Oliveira, Professor(a)**, em 19/03/2024, às 08:01, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Flavia de Souza Bastos, Professor(a)**, em 19/03/2024, às 09:50, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Welber Gianini Quirino, Usuário Externo**, em 19/03/2024, às 14:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Wanna Carvalho Fontes, Usuário Externo**, em 03/04/2024, às 14:12, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no Portal do SEI-Ufjf (www2.ufjf.br/SEI) através do ícone Conferência de Documentos, informando o código verificador **1717480** e o código CRC **B6A5A51E**.

AGRADECIMENTOS

À Deus, que foi meu guia e proteção.

À minha família, que foi suporte e apoio durante essa jornada, em especial minha irmã, quem tanto me espelha e admiro.

Ao meu namorado, Guilherme, por todo amor e compreensão.

À UFJF, por ter me proporcionado o melhor ensino gratuito e de qualidade desde a graduação.

À Fapemig, pelo financiamento deste trabalho de demanda universal.

À professora Dra. Thaís, por acreditar em mim desde o segundo ano da graduação até este momento. Meu eterno muito obrigada.

Ao Laboratório de Materiais da Construção Civil, por ser uma casa e escola durante bons anos.

Ao professor Dr. Welber, por ter acreditado e apoiado no resultado desta pesquisa.

Ao Grupo Nano (Física, UFJF), pela disponibilização de recursos para que o estudo se tornasse viável e por todo o apoio durante o processo. Em especial aos acadêmicos de pós-graduação Alessandro, Nayton e Marina pela produção do óxido de grafeno.

Às alunas Natany e Marcela, pelo apoio durante a realização dos ensaios no Laboratório de Materiais da Construção Civil (Engenharia Civil, UFJF) e ao Aldo, a UFOP e o Laboratório de Microscopia Eletrônica do ICE (UFJF), pelos ensaios de DRX e MEV.

Às professoras Dra. Flavia e Dra. Wanna, por aceitarem participar da banca examinadora.

Às empresas Sika e Petra Agregados, pela disponibilização de material para esta pesquisa.

Por fim, a todos que de alguma forma contribuíram para realização dessa pesquisa.

RESUMO

A partir da descoberta do cimento e a conseqüente possibilidade de produção de diversos materiais cimentícios, como o concreto, os mesmos têm sido amplamente utilizados na construção civil. Como sua utilização é elevada no âmbito da construção civil, discute-se a necessidade de melhoria desse material, como por exemplo, para a aplicação em ambientes com temperaturas extremas. Um exemplo de adição recente são os nanomateriais orgânicos de carbono (nanotubos de carbono, grafeno, óxido de grafeno), os quais têm desenvolvido ganhos significativos. O óxido de grafeno tem sido intensivamente estudado pela comunidade científica devido a sua alta condutividade térmica, elevada resistência mecânica e flexibilidade e grande área superficial. Além disso, ele possui grupos funcionais, como a carbonila, que o tornam hidrofílico, o que permite sua dispersão em diversos meios líquidos, como a água. Neste trabalho, pretende-se avaliar o comportamento termomecânico do concreto classe 35 com diferentes concentrações com óxido de grafeno rico em grupos carbonila (CGO) e submetido a gradientes de temperatura elevados (300°C, 600°C e 900°C), além da temperatura ambiente. Primeiramente, o concreto foi dosado com as concentrações de 0,02%, 0,03% e 0,05% de CGO sobre o peso do cimento para determinação do percentual que mais contribuiu para a melhora nas propriedades ensaiadas. A concentração de 0,02% apresentou considerável redução na absorção de água e no índice de vazios, além de aumento de 33% na resistência à compressão, 18% na resistência à tração e 28% no módulo de elasticidade estático, quando comparado ao concreto de referência sem CGO. Essa concentração foi então exposta à elevadas temperaturas, assim como o concreto de referência, a fim de comparar os resultados obtidos. Novamente os melhores resultados foram do concreto com concentração de 0,02% de CGO, o qual obteve aumento de 20% na resistência à compressão e 17% na resistência à tração, além de 10% no módulo de elasticidade estático. Conclui-se que, para concretos convencionais, o CGO demonstrou ganho considerável nas propriedades de reforço e micro estruturais, devido aos seus grupos funcionais ativos, que nesse caso é a carbonila. Esse composto é capaz de influenciar o processo de hidratação do cimento e melhorar as propriedades mecânicas do concreto.

Palavras-chave: Concreto. Óxido de grafeno. Resistência. Temperatura.

ABSTRACT

Since the discovery of cement and the resulting possibility of producing various cementitious materials, such as concrete, they have been widely used in civil construction. As its use is high in civil construction, the need to improve this material is discussed, for example, for application in environments with extreme temperatures. An example of a recent addition is organic carbon nanomaterials (carbon nanotubes, graphene, graphene oxide), which have developed significant gains. Graphene oxide has been intensively studied by the scientific community due to its high thermal conductivity, high mechanical strength and flexibility and large surface area. Furthermore, it has functional groups, such as carbonyl, that make it hydrophilic, which allows it to be dispersed in various liquid media, such as water. In this work, we intend to evaluate the thermomechanical behavior of class 35 concrete with different concentrations of graphene oxide rich in carbonyl groups (CGO) and subjected to high temperature gradients (300°C, 600°C and 900°C), in addition to ambient temperature. Firstly, the concrete was dosed with concentrations of 0,02%, 0,03% and 0,05% of CGO on the weight of cement to determine the percentage that most contributed to the improvement in the tested properties. The 0,02% concentration showed a considerable reduction in absorption of water and void content, in addition to an increase of 33% in compressive strength, 18% in tensile strength and 28% in the static modulus of elasticity, when compared to the reference concrete without CGO. This concentration was then exposed to high temperatures, as well as the reference concrete, in order to compare the results obtained. Once again, the best results came from concrete with a concentration of 0,02% of CGO, which achieved an increase of 20% in compressive strength and 17% in tensile strength, in addition to a 10% increase in the static modulus of elasticity. It is concluded that, for conventional concretes, CGO demonstrated considerable gains in reinforcement and microstructural properties, due to its active functional groups, which in this case is carbonyl. This compound is capable of influencing the cement hydration process and improving the mechanical properties of concrete.

Keywords: Concrete. Graphene oxide. Resistance. Temperature.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Estrutura da folha de grafeno.	21
Figura 2 - Esquema de um processo comum de dispersão de nanomateriais empregado na fabricação de um compósito à base de cimento.	22
Figura 3 - Grafeno e seus derivados. A) Grafeno. B) GO. C) GO reduzido. D) Nanoplaquetas de grafeno.	23
Figura 4 - Microscopias de nanofolhas GO. A) MEV. B) MET. C) MFA. D) FT-IR.	26
Figura 5 - Desenho esquemático do mecanismo de blindagem do GO sob uma carga externa (tensão).	28
Figura 6 - Esquema do mecanismo catalítico do GO para hidratação do cimento.	29
Figura 7 - Reação química entre os grupos carboxílicos do GO e os produtos de hidratação do cimento.	30
Figura 8 - Efeitos nas propriedades do concreto à altas temperaturas.	33
Figura 9 - Delineamento experimental.	35
Figura 10 - Solução de CGO disperso em água.	44
Figura 11 - Separação dos materiais para a produção dos concretos.	46
Figura 12 - Argamassadeira em funcionamento.	47
Figura 13 - Utilização da espátula nas bordas.	47
Figura 14 - CGO sendo incorporado ao concreto.	48
Figura 15 - Concreto no estado fresco, antes da moldagem dos corpos de prova.	49
Figura 16 - Moldagem dos corpos de prova.	49
Figura 17 - Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.	52
Figura 18 - Início do ensaio de resistência à compressão axial.	53
Figura 19 - Corpos de prova após ruptura.	54
Figura 20 - Início do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.	55
Figura 21 - Início do ensaio de determinação do módulo de elasticidade estático.	57
Figura 22 - Exposição dos corpos de prova em altas temperaturas na mufla.	59
Figura 23 - Desempenho mecânico das matrizes cimentícias à base de GO.	67
Figura 24 - Desempenho mecânico das matrizes cimentícias à base de GO.	70
Figura 25 - MEV do traço REF, magnificação de 5.000x.	77
Figura 26 - MEV do traço REF, magnificação de 10.000x,	78
Figura 27 - MEV do traço 0,02%, magnificação de 5.000x.	79
Figura 28 - MEV do traço 0,02%, magnificação de 10.000x.	80

Figura 29 - MEV do traço 0,03%, magnificação de 5.000x.	81
Figura 30 - MEV do traço 0,03%, magnificação de 10.000x.	82
Figura 31 - MEV do traço 0,05%, magnificação de 5.000x.	83
Figura 32 - MEV do traço 0,05%, magnificação de 10.000x.	84
Figura 33 - Corpos de prova dos traços de REF, 0,02%, 0,03% e 0,05%.	85
Figura 34 - MEV do traço REF à 300°C, magnificação de 5.000x.	104
Figura 35 - MEV do traço REF à 300°C, magnificação de 10.000x.	105
Figura 36 - MEV do traço 0,02% à 300°C, magnificação de 5.000x.	106
Figura 37 - MEV do traço 0,02% à 300°C, magnificação de 10.000x.	107
Figura 38 - MEV do traço REF à 600°C, magnificação de 5.000x.	108
Figura 39 - MEV do traço REF à 600°C, magnificação de 10.000x.	109
Figura 40 - MEV do traço 0,02% à 600°C, magnificação de 5.000x.	110
Figura 41 - MEV do traço 0,02% à 600°C, magnificação de 10.000x.	111
Figura 42 - MEV do traço REF à 900°C, magnificação de 5.000x.	112
Figura 43 - MEV do traço REF à 900°C, magnificação de 10.000x.	113
Figura 44 - MEV do traço 0,02% à 900°C, magnificação de 5.000x.	114
Figura 45 - MEV do traço 0,02% à 900°C, magnificação de 10.000x.	115
Figura 46 - Corpos de prova dos traços de REF e 0,02% após exposição em altas temperaturas.	116
Figura 47 - Corpo de prova 0,02% de CGO exposto à temperatura de 600°C.	117
Figura 48 - Evolução das microfissuras nas amostras REF.	118
Figura 49 - Microfissuras nas amostras REF e 0,02% à 600°C.	119
Gráfico 1 - Curva granulométrica da areia natural.	40
Gráfico 2 - Curva granulométrica da brita 0.	42
Gráfico 3 - Avaliação estatística da absorção (A).	63
Gráfico 4 - Avaliação estatística do índice de vazios (Iv).	63
Gráfico 5 - Avaliação estatística da massa específica real (ρ_r).	64
Gráfico 6 - Avaliação estatística da velocidade de pulso ultrassônico (V).	66
Gráfico 7 - Avaliação estatística da resistência à compressão (f_c).	69
Gráfico 8 - Avaliação estatística da resistência à tração (f_{ct}).	71
Gráfico 9 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade estático (E_{ci}).	73
Gráfico 10 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade dinâmico (E_d).	73

Gráfico 11 - DRX do traço referência (REF).....	74
Gráfico 12 - DRX do traço 0,02%.....	75
Gráfico 13 - DRX do traço 0,03%.....	75
Gráfico 14 - DRX do traço 0,05%.....	76
Gráfico 15 - Avaliação estatística da velocidade de pulso ultrassônico (V).....	89
Gráfico 16 - Avaliação estatística da resistência à compressão (f_c).....	92
Gráfico 17 - Avaliação estatística da resistência à tração (f_{ct}).....	94
Gráfico 18 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade estático (E_{ci}).....	98
Gráfico 19 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade dinâmico (E_d).....	98
Gráfico 20 - DRX para o traço REF após exposição à 300°C.....	99
Gráfico 21 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 300°C.....	99
Gráfico 22 - DRX para o traço REF após exposição à 600°C.....	100
Gráfico 23 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 600°C.....	101
Gráfico 24 - DRX para o traço REF após exposição à 900°C.....	102
Gráfico 25 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 900°C.....	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características químicas, físicas e mecânicas do Cimento Portland CPV ARI.....	37
Tabela 2 - Caracterização da areia natural.....	39
Tabela 3 - Caracterização da brita 0.....	41
Tabela 4 - Propriedades do aditivo ViscoCrete - 3535 CB.....	43
Tabela 5 - Traço do concreto utilizado na pesquisa.....	45
Tabela 6 - Resultados dos ensaios de caracterização.....	61
Tabela 7 - Comparação com o traço de referência.....	62
Tabela 8 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.....	64
Tabela 9 - Comparação com o traço de referência.....	65
Tabela 10 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial.....	66
Tabela 11 - Comparação com o traço de referência.....	67
Tabela 12 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.....	69
Tabela 13 - Comparação com o traço de referência.....	70
Tabela 14 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico.....	72
Tabela 15 - Comparação com o traço de referência.....	72
Tabela 16 - Resumo dos resultados encontrados comparados ao traço de referência.....	86
Tabela 17 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.....	87
Tabela 18 - Comparação com a TA.....	88
Tabela 19 - Comparação com o traço de referência.....	88
Tabela 20 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial residual.....	89
Tabela 21 - Comparação com a TA.....	90
Tabela 22 - Comparação com o traço de referência.....	91
Tabela 23 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual.....	93
Tabela 24 - Comparação com a TA.....	93
Tabela 25 - Comparação com o traço de referência.....	94
Tabela 26 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico residuais.....	95

Tabela 27 - Comparação com a TA.	96
Tabela 28 - Comparação com o traço de referência.	96
Tabela 29 - Resumo dos resultados do concreto 0,02% comparado ao REF.	120

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

2D	Bidimensional
CGO	Óxido de Grafeno rico em grupos Carbonila
CNTs	Nanotubos de Carbono (do inglês <i>Carbon Nanotubes</i>)
CVD	Deposição Química de Vapor
DRX	Difração de Raios-X (do inglês <i>X-Ray Diffraction</i>)
EGO	Óxido de Grafeno rico em grupo Epóxi
fck	Resistência Característica do Concreto à Compressão (do inglês <i>Feature Compression Know</i>)
FT-IR	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de <i>Fourier</i> (do inglês, <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)
GO	Óxido de Grafeno (do inglês, <i>Graphene Oxide</i>)
LMCC	Laboratório de Materiais da Construção Civil
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MFA	Microscopia de Força Atômica
Nano	Grupo de Nanociência e Nanotecnologia da UFJF
Ss-NMR	Ressonância Magnética Nuclear de Estado Sólido (do inglês <i>Solid State Nuclear Magnetic Resonance</i>)
TGA	Análise Termogravimétrica (do inglês <i>Thermogravimetric Analysis</i>)
UV-VIS	Espectroscopia de Absorção no Ultravioleta-Visível (do inglês <i>Ultraviolet and Visible Absorption Spectroscopy</i>)
XPS	Espectroscopia de Fotoelétrons Induzida por Raios-X (do inglês <i>X-Ray Induced Photoelectron Spectroscopy</i>)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO E RELEVÂNCIA DA PESQUISA	16
1.2 OBJETIVOS	17
1.3 MOTIVAÇÃO DA PESQUISA	18
1.4 ESTRUTURA DA PESQUISA	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	19
2.1 CONCRETO	19
2.2 GRAFENO	21
2.3 ÓXIDO DE GRAFENO	24
2.4 CONCRETO E ÓXIDO DE GRAFENO	27
2.5 CONCRETO EM ELEVADAS TEMPERATURAS	32
3 MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	35
3.2 MATERIAIS	36
3.2.1 Cimento Portland	36
3.2.2 Agregados	37
3.2.3 Água	42
3.2.4 Aditivo	43
3.2.5 Óxido de grafeno rico em grupos carbonila	44
3.3 MÉTODOS	45
3.3.1 Dosagem do concreto	45
3.3.2 Planejamento experimental	45
3.3.3 Moldagem dos corpos de prova e ensaios não destrutivos	46

3.3.4 Avaliação das propriedades mecânicas e determinação da melhor concentração de CGO	51
3.3.5 Avaliação das propriedades mecânicas residuais	59
3.3.6 Análise estatística	60
4 RESULTADOS E ANÁLISES	61
4.1 MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA E ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS ..	61
4.1.1 Caracterização do concreto	61
4.2 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DETERMINAÇÃO DA MELHOR CONCENTRAÇÃO DE CGO	64
4.2.1 Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico	64
4.2.2 Ensaio de resistência à compressão axial	66
4.2.3 Ensaio de resistência à tração por compressão diametral	69
4.2.4 Ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico	71
4.2.5 DRX	74
4.2.6 MEV	77
4.2.7 Análise visual	84
4.2.8 Determinação da melhor concentração de CGO	86
4.3 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS RESIDUAIS	87
4.3.1 Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico residual	87
4.3.2 Ensaio de resistência à compressão axial residual	89
4.3.2 Ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual	92
4.3.3 Ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico residuais	95
4.3.4 DRX	98
4.3.5 MEV	103
4.3.6 Análise visual	115
4.3.7 Resumo	119

5 CONCLUSÃO	121
5.1 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	123
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	124
APÊNDICE A - RESULTADOS DE CADA CORPO DE PROVA	130

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO E RELEVÂNCIA DA PESQUISA

A necessidade de materiais feitos à base de compostos cimentícios, tais como a argamassa e o concreto, acompanha o desenvolvimento da infraestrutura mundial. Sendo assim, na medida em que a demanda pela construção civil aumenta, esses compostos são cada vez mais utilizados (ANWAR *et al.*, 2020). Materiais que têm como base cimento são conceituados como um dos mais importantes em razão do seu processo construtivo simples, bem como seu baixo consumo de energia e à vasta gama de matérias-primas que podem ser adotadas. Contudo, com a elevada demanda e “(...) aplicação do concreto à base de cimento, seus defeitos, como grande peso próprio, alta fragilidade e baixa resistência à tração, precisam ser melhorados urgentemente” (WANG; YANG; OUYANG, 2019). Rachaduras fornecem uma forma facilitada para a entrada de íons agressivos, afetando significativamente a segurança da infraestrutura. Em vista disso, deve-se “(...) melhorar as propriedades mecânicas dos materiais à base de cimento e fornecer monitoramento regular para garantir a segurança dos compósitos de concreto e cimento” (ZHANG *et al.*, 2020).

Tanto a tecnologia micro quanto a tecnologia nano desempenham um papel cada vez mais fundamental na ciência e tecnologia modernas. Nesse sentido, pesquisadores avaliaram a possibilidade de incorporar nanomateriais com a finalidade de modificar materiais à base de cimento e melhorar as propriedades mecânicas e a durabilidade (WANG; YANG; OUYANG, 2019). “Os nanomateriais têm sido amplamente utilizados em muitas áreas nas últimas décadas, incluindo eletrônica, biomedicina, cosméticos, processamento de alimentos, construção e aeronáutica” (RHAZOUANI *et al.*, 2021).

Segundo Anwar *et al* (2020), uma das dificuldades encontradas é a diferença de propriedades entre a adição e o material de base, que no estudo em questão é o concreto. Geralmente tais adições possuem alta resistência e alto módulo de elasticidade em contrapartida ao baixo módulo de elasticidade do concreto, fazendo com que ambas sejam incompatíveis, podendo levar a uma possível falha

na estrutura.

Nesse sentido, uma grande vantagem dos nanomateriais à base de grafeno é a sua compatibilidade com o concreto com relação ao módulo de elasticidade de ambos e a possibilidade do primeiro ser usado como materiais de reparo do segundo. Seu desempenho, sob a ótica da nanoescala, é melhor do que o desempenho das fibras tradicionalmente utilizadas e as razões para isso são: maior área de superfície específica e maior disponibilidade de grupos funcionais (ANWAR *et al.*, 2020).

1.2 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo geral avaliar e determinar, segundo propriedades mecânicas e microestruturais, qual foi a melhor das três concentrações de óxido de grafeno (GO, do inglês *Graphene Oxide*) rico em grupo carbonila (CGO) adicionadas ao concreto que apresentou os melhores ganhos para o mesmo. Posteriormente, para a melhor concentração, foi observado o comportamento termomecânico desse concreto exposto a elevados gradientes de temperatura (300 °C, 600 °C e 900 °C) e verificado seu processo de degradação, quando comparado ao concreto sem CGO.

Os objetivos específicos consistem em:

- a) Desenvolver uma metodologia para a adição do CGO ao concreto;
- b) Avaliar a influência das diferentes concentrações de CGO nas propriedades físicas e mecânicas do concreto, ensaiados em condição de temperatura ambiente;
- c) Avaliar o comportamento termomecânico da melhor concentração de CGO comparando seu processo de degradação ao do concreto de referência;
- d) Compreender os prováveis ganhos com a adição proposta.

1.3 MOTIVAÇÃO DA PESQUISA

O CGO apresenta boas propriedades térmicas, elétricas e ópticas, mas esse composto ainda não foi aplicado em matrizes cimentícias, o que torna esse trabalho de grande relevância. Sendo assim, a motivação da pesquisa se encontra na busca da compreensão dos mecanismos de ação desse nanomaterial no concreto, conhecimento este ainda incipiente na literatura.

1.4 ESTRUTURA DA PESQUISA

O primeiro capítulo aborda a contextualização do tema e a relevância da pesquisa, assim como seu objetivo.

O segundo capítulo apresenta uma revisão bibliográfica acerca das nanopartículas de GO, bem como os benefícios e os desafios da sua incorporação em matrizes cimentícias e, ainda, o estudo da arte das propriedades mecânicas e residuais de concretos com adição de GO e os efeitos da exposição à elevadas temperaturas no concreto.

O terceiro capítulo contém o delineamento experimental, com a descrição e caracterização dos materiais utilizados e explicação das metodologias dos ensaios aplicados.

O quarto capítulo versa sobre os resultados obtidos pelo presente trabalho, como também as discussões a respeito dos mesmos.

O quinto capítulo mostra as conclusões desta pesquisa, além de sugestões para pesquisas futuras que complementam o entendimento do assunto estudado.

Por fim, são apresentadas as referências bibliográficas utilizadas como base durante a execução da pesquisa e o apêndice com os resultados individuais por corpo de prova.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CONCRETO

Concreto é um material heterogêneo, composto por cimento, água, agregado miúdo (areia) e agregado graúdo (pedra de mão ou britada). Além destes, pode também conter adições (cinza volante, pozolanas, sílica ativa) e aditivos químicos, que possuem como finalidade melhorar ou modificar as propriedades básicas do concreto (COUTO; CARMINATTI; NUNES; MOURA, 2013; BASTOS, 2019).

O cimento Portland comum é o principal aglutinante que mantém os agregados juntos para produzir concreto quando a água é adicionada para iniciar a hidratação (WU; QUE; CUI; LAMBERT, 2019).

Obtido através do cálculo de proporção, onde este determina a quantidade de cada um dos diferentes materiais componentes, o concreto pode apresentar diversas características desejadas, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido (BASTOS, 2019).

Para se obter um concreto resistente, durável, econômico e de bom aspecto, deve-se estudar: as propriedades de cada um dos materiais componentes; as propriedades e os fatores que podem alterá-las; o porcionamento correto e execução cuidadosa da mistura, o concreto deve ser transportado, lançado nas fôrmas e adensado corretamente; cura cuidadosa, a hidratação do cimento continua por um tempo bastante longo e é preciso que as condições ambientes favoreçam as reações que se processam. Desse modo, deve-se evitar a evaporação prematura da água necessária à hidratação do cimento (COUTO; CARMINATTI; NUNES; MOURA, 2013).

O concreto possui algumas vantagens que o destaca como principal material construtivo de interesse: 1) são impermeáveis (diferentemente do aço e da madeira que sofrem deterioração quando expostos à água); 2) plasticidade, a qual possibilita obter formas construtivas inusitadas; 3) a disponibilidade abundante de seus elementos constituintes e seus baixos custos (PEDROSO, 2009). Tais propriedades justificam sua larga aplicação nas estruturas de concreto e nos variados tipos

de construção, “(...) como edifícios de pavimentos, pontes e viadutos, reservatórios, barragens, pisos industriais, pavimentos rodoviários e de aeroportos, paredes de contenção, obras portuárias, canais, etc.” (BASTOS, 2019).

Como material de aplicação estrutural, o concreto é visado devido à sua elevada resistência à compressão; apesar disso, apresenta baixa ductilidade, resultando em baixa resistência à tração e flexão e baixa resistência à formação de fissuras. As fissuras, um dos principais defeitos ocultos, ao causarem fraturas frágeis nas estruturas de concreto, acabam por encurtar a vida útil e diminuir a durabilidades destes. Comumente, danos e falhas do concreto são gerados pela nucleação quando cargas negativas dos grupos funcionais oxigenados das nanofolhas GO adsorvem cátions metálicos da pasta de cimento formando uma estrutura foculenta que diminui a mobilidade do cimento (REDDY; PRASAD, 2022), crescimento e coalescência de microfissuras. Muitas alternativas foram feitas na tentativa de solucionar e melhorar suas propriedades e desempenho seja pela adição de materiais cimentícios suplementares, como cinzas volantes, escória de alto-forno, entre outros, seja por fibras, como vidro e aço. Contudo, estes não apresentaram resultados adequados no que se refere ao melhoramento dos concretos quanto às suas propriedades físicas e durabilidade em nanoescala (LU; OUYAN, 2017; WU; QUE; CUI; LAMBERT, 2019).

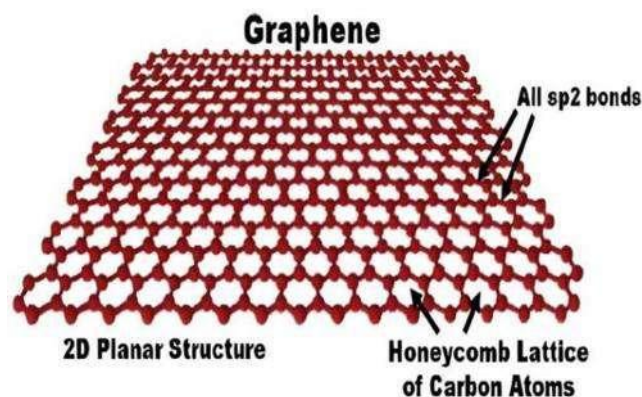
Nesse contexto, atualmente, o aperfeiçoamento das propriedades mecânicas do concreto pode ser alcançado pela incorporação de nanomateriais na matriz de concreto. A aplicação de materiais em nanoescala [como sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), óxido férrico ou hematita (Fe_2O_3), óxido de titânio ou titânia (TiO_2), nanotubos de carbono (do inglês *carbon nanotubes* - CNTs), grafeno e GO, poliacarboxilatos e nanocelulose] tem sido relatada na literatura de forma a comprovar que estes têm a capacidade de aumentar a durabilidade e a resistência mecânica e térmica do concreto, reduzindo diretamente suas necessidade de manutenção ou de substituição rápida e indiretamente o uso de energia e despesas totais na indústria de concreto (BAUTISTA-GUTIERREZ *et al.*, 20119; SALEEM; ZAIDI; ALNUAIMI, 2021).

2.2 GRAFENO

O grafeno, isolado a primeira vez por Geim e Novoselov em 2004, tem sido objeto de grande interesse no meio científico devido às vantagens que este apresenta em diversas propriedades, como mecânicas, térmicas, químicas, elétricas e ópticas (LIMA, 2017).

Trata-se de uma estrutura bidimensional (2D) de um alótropo de carbono sp^2 (o grafite) composto por átomos de carbono fortemente empacotados, formando uma estrutura (folha) com espessura de 0,335 nm. Cada átomo de carbono está ligado a três átomos de carbono vizinhos numa configuração trigonal planar formando anéis hexagonais (Figura 1). O grafeno e seus derivados apresentam inúmeras aplicações nas áreas de ciência e tecnologia devido às suas propriedades físicas e químicas (como condutividade elétrica, transparência, biocompatibilidade, resistência mecânica superior e alta área superficial). Ainda, é um dos materiais mais leves, finos, robustos, flexíveis, impermeáveis e elásticos descobertos e, por isso, o potencial desse nanomaterial é alto, despertando o interesse da construção civil, uma vez que uma das suas aplicações é aumentar a resistência e as propriedades mecânicas de compósitos e nanocompósitos (HUANG *et al.*, 2012; LIMA, 2017; ANWAR *et al.*, 2020; TAHRIRI *et al.*, 2019; RHAZOUANI *et al.*, 2021).

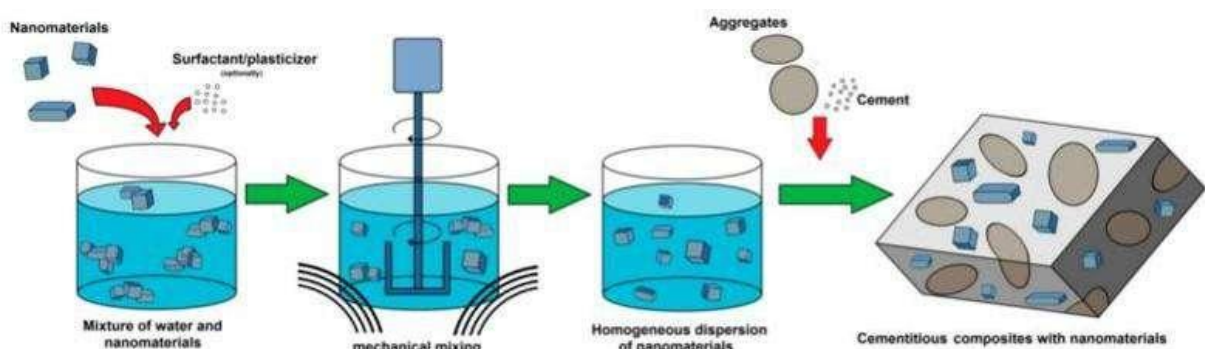
Figura 1 – Estrutura da folha de grafeno.



Fonte: Anwar *et al.* (2020).

As nanofolhas de grafenos podem ser sintetizadas por diferentes técnicas: esfoliação mecânica do grafite, deposição química de vapor (CVD), crescimento em substrato de carbeto de silício (SiC) e técnicas baseadas em sínteses químicas, entre outras. Um dos pontos críticos do grafeno é o número de camadas de folhas produzidas, de forma que estas devem ser separadas umas das outras antes de seu uso, a fim de alcançar suas propriedades de interesse, uma vez que estão propensas a se agregarem para formar estruturas de grafite rudimentares (TAHRIRI *et al.*, 2019). A técnica de dispersão é um possível tratamento na separação das nanofolhas de grafeno (Figura 2) (BAUTISTA-GUTIERREZ *et al.*, 2019).

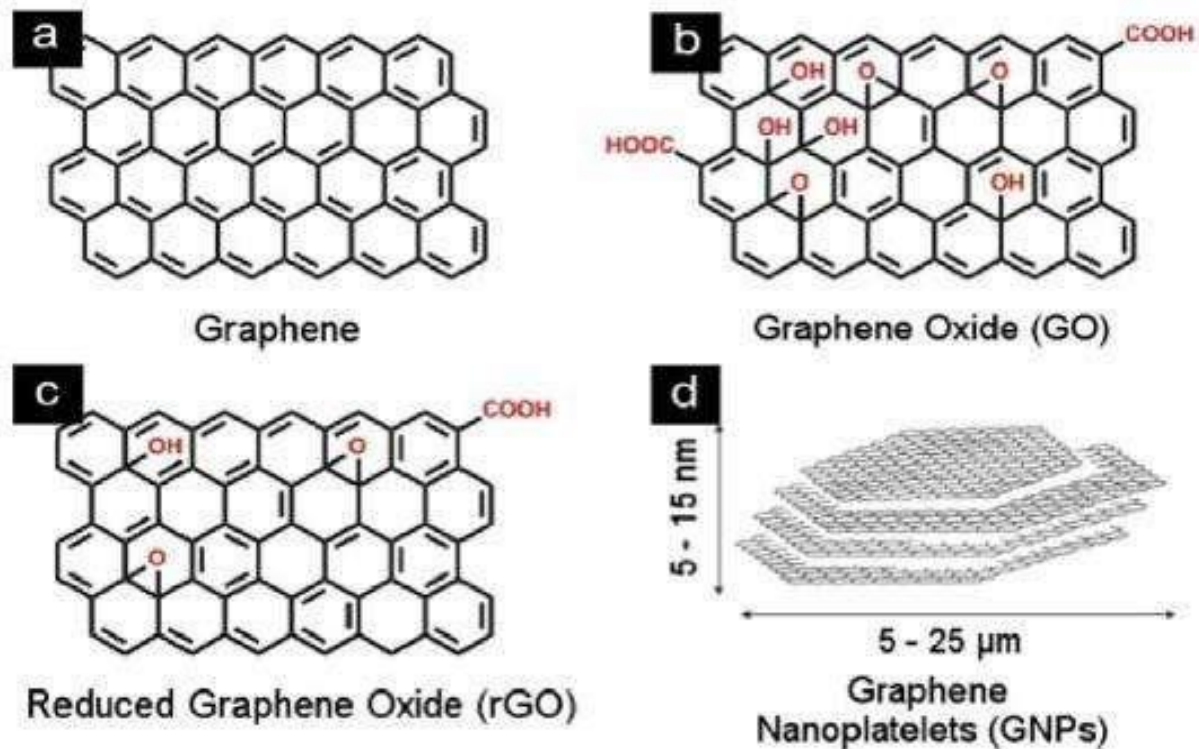
Figura 2 - Esquema de um processo comum de dispersão de nanomateriais empregado na fabricação de um compósito à base de cimento.



Fonte: Bautista-Gutierrez *et al.* (2019).

Ainda, o grafeno pode originar, principalmente, dois compostos diferentes (Figura 3), que causam diferentes propriedades físico-químicas (ANWAR *et al.*, 2020; TAHRIRI *et al.*, 2019).

Figura 3 - Grafeno e seus derivados. A) Grafeno. B) GO. C) GO reduzido. D) Nanoplaquetas de grafeno.



Fonte: Anwar *et al.* (2020).

O GO é um material relacionado ao grafeno, mas é distinto em termos de estrutura e propriedades. Derivado do grafite, que é uma forma cristalina do carbono composta por múltiplas camadas de grafeno empilhadas, o GO é produzido por meio de um processo de oxidação controlada do grafite. Nesse processo, grupos funcionais contendo oxigênio, como hidroxilas (-OH), epóxi (-O-) e carboxilas (-COOH), são incorporados na estrutura do grafeno. Ainda, os solventes utilizados no seu processamento não são tóxicos ao meio ambiente (LIMA, 2017). Essa variedade de grupos funcionais de oxigênio em sua superfície, contribui para sua maior dispersão e reatividade comparada a diferentes compostos, sendo aproveitado na incorporação com vários tipos de materiais funcionais, como o cimento e, conseqüentemente, justificando seu uso em compostos cimentícios (HUANG *et al.*, 2012; ANWAR *et al.*, 2020).

2.3 ÓXIDO DE GRAFENO

GO pode ser conceituado como o grafeno funcionalizado por grupos contendo oxigênio (LIU *et al.*, 2012). Nanofolhas de GO apresentam área superficial específica elevada (700 a 1500 m²/g), espessura média de 0,67 nm e possuem excelentes propriedades mecânicas e condutividade térmica. Ainda, sua superfície contém uma grande quantidade de grupos contendo oxigênio funcional (ativo), como grupos hidroxila (-OH) e epóxi (-O-) em seus planos basais e grupos carbonila e carboxila (-COOH) nas bordas da folha (DEVI; KHAN, 2020; LIU *et al.*, 2012; LU; OUYAN, 2017; WANG; YANG; OUYANG, 2019). Exatamente devido à presença desses grupos reativos de oxigênio, a principal característica do GO, é que este se comporta como um material hidrofílico, ou seja, são facilmente dispersos em água e podem ser quimicamente ligados a produtos de hidratação. De forma que a configuração desses grupos oxigenados modifica significativamente as propriedades do nanomaterial (LU; OUYAN, 2017; ZHANG *et al.*, 2020; RHAZOUANI *et al.*, 2021).

Estes nanomateriais podem ser considerados como eletronicamente mistos, constituindo de uma parte condutora (domínios não-oxidados) e uma parte isolante (domínios oxidados). As nanofolhas de GO apresentam elevada transmitância óptica em toda a região visível do espectro, até mesmo quando o empilhamento das folhas de GO é superior a 10 camadas (situação em que se a espessura do grafeno apresentar mais que 10 camadas, as propriedades ópticas podem acabar se comportando como no grafite, e o material perde parte da transparência na região do visível) (LIMA, 2017). A depender da cobertura da superfície, do tipo e do arranjo dos grupos funcionais, o GO pode apresentar diferentes propriedades mecânicas. Assim, módulo de Young varia de 380 a 470 GPa para GO ordenados e de 290 a 430 GPa para GO amorfos; a força intrínseca varia de 38,6 a 46,3 GPa para GO ordenados e de 27,9 a 40,9 para GO amorfos (LIU *et al.*, 2012). Além disso, seu módulo de elasticidade é de 32 GPa e a resistência à tração é de 130 MPa, segundo valores relatados na literatura (ANWAR *et al.*, 2020).

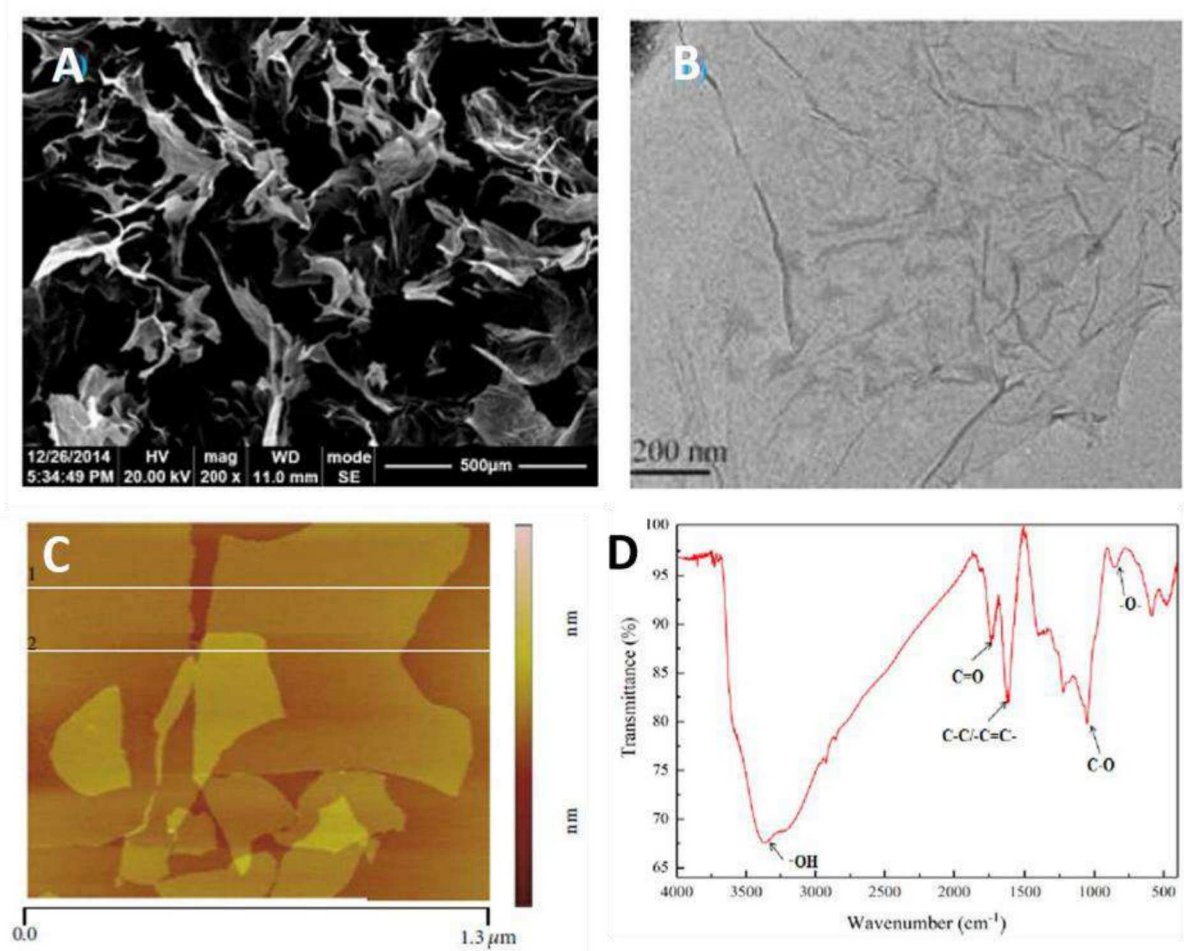
GO (C₁₄₀H₄₀O₂₀) é fruto da oxidação do grafite e esfoliação das nanofolhas formadas, que constituem as suas camadas, de acordo o método de *Hummer* e suas modificações (ANWAR *et al.*, 2020). Esse método consiste em uma técnica química usando como precursor o grafite, onde este é oxidado em ácido sulfúrico

concentrado na presença de permanganato de potássio (KMnO_4) (TAHRIRI *et al.*, 2019). Existem, ainda, outros métodos de síntese de GO, como o método de *Brodie* e *Staudenmaier* e o método de *Tour*, abordados na revisão de Rhazouani *et al* (2021).

Segundo Anwar *et al.* (2020), a escolha do método de caracterização influencia na capacidade de identificar a morfologia e as proporções da amostra. Diversas técnicas e métodos analíticos podem ser usados na caracterização físico-química do GO, como: microscopia de força atômica (MFA), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), espectroscopia Raman, ressonância magnética nuclear de estado sólido (do inglês *solid state nuclear magnetic resonance* - Ss-NMR), espectroscopia de infravermelho por transformada de *Fourier* (do inglês, *Fourier transform infrared spectroscopy* - FT-IR), espectroscopia de absorção no Ultravioleta-Visível (do inglês *Ultraviolet and visible absorption spectroscopy* - UV-VIS), espectroscopia de fotoelétrons induzida por raios-X (do inglês *X-ray induced photoelectron spectroscopy* - XPS), difração de raios-X (do inglês *X-ray diffraction* - DRX) e análise termogravimétrica (do inglês *thermogravimetric analysis* - TGA) (RHAZOUANI *et al.*, 2021).

A análise por MEV é a técnica mais utilizada ao facilitar o preparo das amostras analisadas. Shahriary e Athawhale (2014) *apud* Anwar *et al.* (2020) caracterizaram o GO como sendo uma estrutura composta por camadas, formando um filme ultrafino que é capaz de se dobrar. A análise por MET consiste na obtenção de imagens de elementos nanométricos em escala atômica e a MFA determina a espessura da camada em escala nanométrica e o número de camadas (Figura 4) (ANWAR *et al.*, 2020).

Figura 4 - Microscopias de nanofolhas GO. A) MEV. B) MET. C) MFA. D) FT-IR.



Fonte: Chen *et al.* (2019), adaptado de Rhazouani (2021), Wang; Yang; Ouyang (2019).

A espectroscopia Raman fornece dados quanto o número de camadas, grau de esfoliação, dopagens, desordens e defeitos presentes na estrutura cristalina do grafeno (LIMA, 2017). A XPS permite analisar e calcular a composição elementar da amostra, uma vez que cada átomo possui estrutura atômica própria e, conseqüentemente, cada orbital atômico tem uma energia de ligação característica (LIMA, 2017). Enquanto a DRX é utilizada para caracterizar a estrutura cristalina das amostras, fornecendo dados acerca do grau de cristalinidade (LIMA, 2017).

A TGA mede a perda de massa de uma amostra sob aquecimento contínuo. Dessa forma, esta determina a estabilidade térmica de diferentes materiais e, ainda, determina a quantidade de material inorgânico contido em uma amostra (compostos inorgânicos apresentam elevadas temperaturas de decomposição térmica, permanecendo após a decomposição dos compostos orgânicos) (LIMA, 2017).

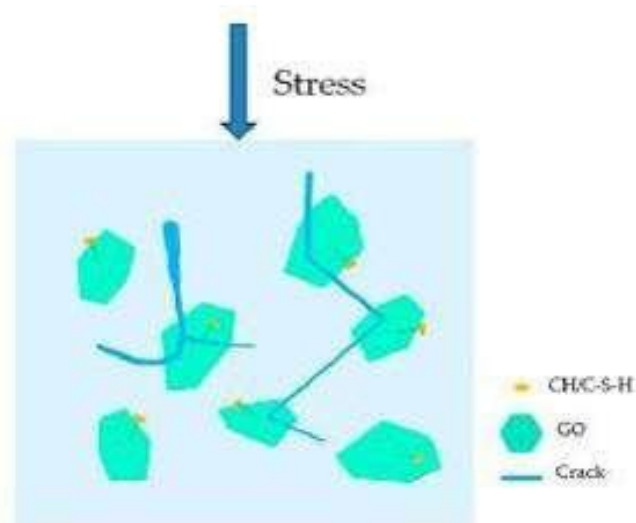
Para a maioria dos nanomateriais de carbono, uma curva típica de TGA apresentará duas regiões principais de perdas de massas. A primeira ocorre entre 50 e 150 °C e está associada com a eliminação de solventes, incluindo moléculas de água, assim como a liberação de gases que podem estar adsorvidos na superfície. A segunda região está relacionada com a decomposição térmica do carbono através da oxidação, ocorrendo na faixa de temperaturas que variam entre 500 e 900 °C, aproximadamente (LIMA, 2017, p.40).

2.4 CONCRETO E ÓXIDO DE GRAFENO

Matrizes cimentícias incorporadas com nanomateriais têm sido foco de recentes pesquisas aplicadas. Dependendo da sua funcionalização, GO pode tanto melhorar o desempenho dos compósitos cimentícios quanto moldar novas propriedades (MOHAMMED; AL-SAAD; SANJAYAN, 2018).

GO, um dos derivados do grafeno mais utilizados como adição nos compostos cimentícios, apresenta duas propriedades que justificam sua aplicabilidade no concreto: 1) capacidade de ligação com vários grupos funcionais de oxigênio e 2) grande área de superfície, tornando-o mais reativo com a matriz de cimento circundante (LU; OUYAN, 2017; TAHRIRI *et al.*, 2019). Ao adicionar o GO ao concreto, o primeiro irá se comportar como um “aditivo de reforço”, uma vez que este é capaz de elevar as propriedades físico-químicas do segundo em seu nível máximo (ANWAR *et al.*, 2020). Estudos demonstraram que as nanofolhas de GO podem aumentar significativamente a resistência à compressão e a resistência à flexão da pasta de cimento Portland comum devido: 1) ao intertravamento mecânico aprimorado, 2) à interação entre as microfissuras e as nanofolhas de GO, 3) à promoção do processo de hidratação e, 4) à formação de grandes forças interfaciais entre grupos carboxílicos e produtos de hidratação (Figura 5) (WU; QUE; CUI; LAMBERT, 2019).

Figura 5 - Desenho esquemático do mecanismo de blindagem do GO sob uma carga externa (tensão).



Fonte: Wang; Yang; Ouyang (2019).

Diversos estudos mostraram que a inserção de nanomateriais (por exemplo, CNTs, nanofibras de carbono, derivados de grafeno, GO, etc.) na matriz cimentícia demonstrou correlação positiva tanto na resistência mecânica (deformação, compressão, flexão e tração) quanto na durabilidade (DEVI; KHAN, 2020; MOHAMMED; AL-SAADI; SANJAYAN, 2018), uma vez que proporcionou efeitos autorreparadores para os buracos e fissuras dos compósitos (LV *et al.*, 2016). Ainda, as nanofolhas de GO podem atuar como agentes catalizadores ao acelerar a hidratação da mistura de cimento (MOHAMMED; AL-SAADI; SANJAYAN, 2018; QURESHI; PANESAR, 2017).

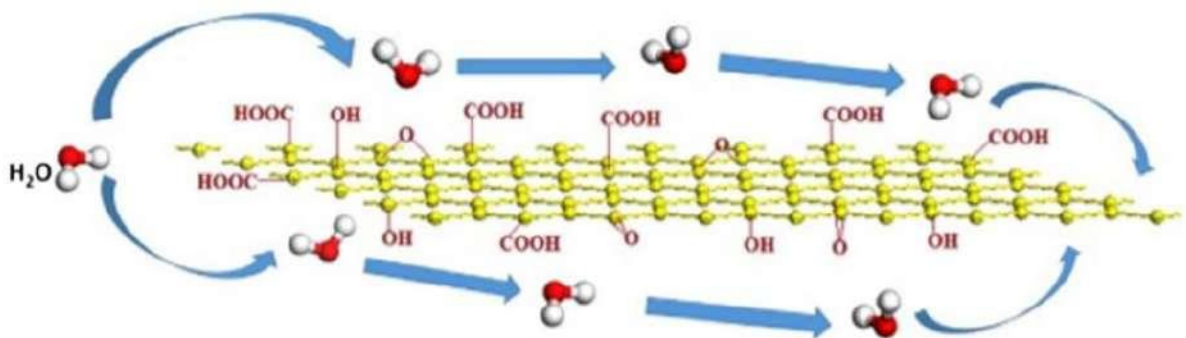
Contudo, estudos indicam que a adição de GO é capaz de reduzir a fluidez da pasta de cimento e aumentar sua viscosidade, afetando diretamente o manuseio do concreto (XU *et al.*, 2018). Reddy e Prasad (2022) estudaram o impacto do GO, com diferentes teores (variando de 0 a 0,1%), na microestrutura e nas características mecânicas estáticas do concreto. Assim, os autores observaram que quanto maior a concentração de GO menor era o abatimento do concreto, reflexo do efeito direto do GO na diminuição da fluidez (pela relação entre área superficial e adsorção de água) e da trabalhabilidade (pelo aprisionamento da água livre por aglomerados de nanopartículas e pela nucleação).

Gong e cols. (2015) avaliaram o efeito da adição de 0,03% de nanofolhas de

GO na pasta de cimento. Dessa forma, os autores constataram que as nanopartículas em questão foram capazes de aumentar em, aproximadamente, 40% a resistência à compressão e a resistência à tração da matriz cimentícia pela diminuição de 13,5% da porosidade, de 27,7% de poros capilares e, ainda, pelo aumento do grau de hidratação da pasta de cimento; apesar de afetar a maleabilidade da matéria-prima, assim como outras nanopartículas (CNTs e nanosílica) também afetam. Esse efeito na fluidez da pasta de cimento pode ser contornado pela copolimerização de GO com monômeros de policarboxilato formando compósitos copoliméricos, o que permite que as nanofolhas de GO possuam tamanho menor e dispersão uniforme na matriz cimentícia, eliminando os efeitos do GO na sua trabalhabilidade (LV *et al.*, 2016).

O aumento da hidratação do cimento pelas nanofolhas de GO, segundo alguns pesquisadores, é justificado pela criação de reservatórios de água e canais de transporte de água pelas nanopartículas em questão (Figura 6) (MOHAMMED; AL-SAADI; SANJAYAN, 2018).

Figura 6 - Esquema do mecanismo catalítico do GO para hidratação do cimento.

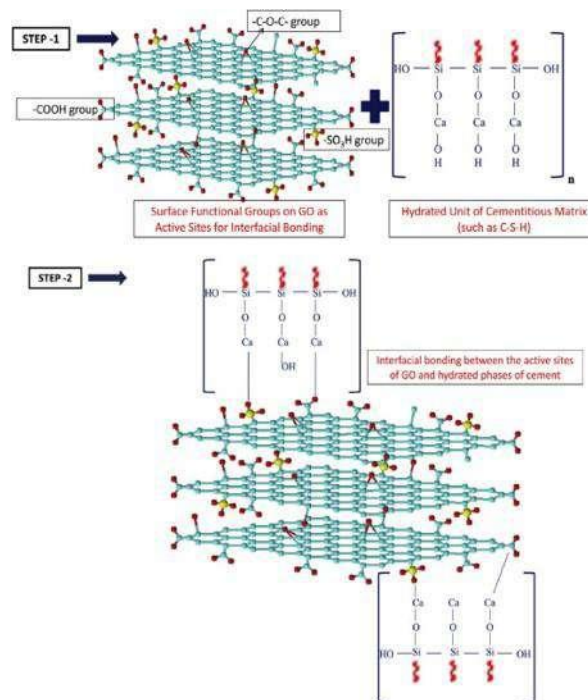


Fonte: Lin; Wei; Hu (2016).

É relativamente fácil incorporar e dispersar GO em pastas de cimento devido à sua propriedade hidrofílica extremamente forte (WANG; YANG; OUYANG, 2019). Nesse sistema, o GO é capaz de melhorar muito a impermeabilidade, as propriedades mecânicas e a microestruturais das pastas e argamassas de cimento, uma vez que esse nanomaterial possui forte nucleação e função de molde (ZHANG *et al.*, 2020), de maneira que o GO, através dos grupos carboxílicos presentes na

borda desse nanomaterial, pode estabelecer uma forte ligação covalente com os produtos de hidratação do cimento (Figura 7). Conseqüentemente, a interface estrutural do composto, seu desempenho e sua resistência são aumentados. (ANWAR *et al.*, 2020; ZHANG *et al.*, 2020).

Figura 7 - Reação química entre os grupos carboxílicos do GO e os produtos de hidratação do cimento.



Fonte: Sharma e Kothiyal (2016) *apud* ANWAR *et al.* (2020).

Devi e Khan (2020) realizaram um estudo com o objetivo de desenvolver compósitos de concreto contendo agregados de concreto reciclado e nano-reforçados com GO, de forma que fossem econômicos e sustentáveis. Assim, os autores observaram que ao adicionar GO 0,1% (com espessura variando de 1 a 3 nm) na mistura contendo agregado de concreto reciclado aumenta significativamente as propriedades mecânicas, a resistividade elétrica, a velocidade de pulso ultrassônico e a durabilidade do concreto.

[...] os aditivos de concreto podem ser utilizados por meio de diferentes mecanismos para aumentar a durabilidade do concreto ao congelar e descongelar. Existem quatro mecanismos que contribuem

para a resistência ao gelo (a) fornecendo espaço extra para a expansão do gelo no concreto usando bolhas de ar, (b) reduzindo a porosidade do concreto usando pozolanas e cargas, (c) contendo a propagação de trincas usando microfibras, nanotubos e nanofolhas, e (d) diminuir a absorção de água usando agentes hidrofóbicos (EBRAHIMI *et al.*, 2018, p. 1105). [...] o uso de nanoaditivos bidimensionais ajuda a preservar a resistência à compressão, reduzindo a porosidade e redistribuindo os poros. Partículas unidimensionais e bidimensionais também podem contribuir para a resistência ao congelamento pelo mecanismo de preenchimento de rachadura [...] (EBRAHIMI *et al.*, 2018, p. 1109).

A adição das nanopartículas de GO no concreto possuem efeito direto na qualidade deste, em termos de densidade, homogeneidade e uniformidade. Devi e Khan (2020) observaram que à medida que a concentração de GO era aumentada, melhor era a homogeneidade do concreto e, conseqüentemente, melhor era sua qualidade devido ao efeito preenchedor do GO densificando o concreto em nível nano.

Mohammed e cols. (2015) avaliaram o efeito da adição de três diferentes concentrações de GO (0,01%, 0,03% e 0,06%) em marizes cimentícias. Os autores observaram, portanto, que as nanofolhas de GO aumentaram a quantidade de pequenos poros na estrutura da pasta de cimento à medida que a concentração de GO era reduzida, ou seja, as misturas 0,06% e 0,03% apresentaram menores percentuais de poros capilares em comparação com a mistura 0,01%. Isso se deve à maior disponibilidade de água na mistura facilitando a dispersão das nanofolhas de GO quando em menor concentração; uma vez que, quando mais concentradas, poderia haver mais folhas entrelaçadas formando uma estrutura menos porosa, já que quanto maior a hidratação menor as forças intercamadas (Mohammed *et al.*, 2015).

Ainda, a incorporação de óxido de grafeno, principalmente a 0,01%, reduziu significativamente a entrada de cloreto na matriz de cimento, gerando uma potencial aplicabilidade dessa nanopartícula contra ataque de elementos agressivos, aumentando a resistência à corrosão e impedindo o transporte de elementos agressivos (Mohammed *et al.*, 2015), como reações de carbonatação (MOHAMMED; AL-SAAD; SANJAYAN, 2018), efeitos diretamente associados à vida útil das estruturas de concreto.

Nanomateriais 2D, como o GO, além de aparentarem potencial função de

preenchimento de matrizes poliméricas, possuem a capacidade de aumentar a condutividade térmica da amostra (IM; KIM, 2012).

2.5 CONCRETO EM ELEVADAS TEMPERATURAS

O concreto pode ser exposto à altas temperaturas devido a um incidente, como um incêndio, ou essa ser sua condição normal de trabalho, como em usinas e siderúrgicas. Essa exposição traz malefícios para esse material, tendo em vista que provoca redução no módulo de elasticidade e na resistência do mesmo, afetando diretamente sua rigidez (COSTA, 2011 *apud* ROCHA, 2018). Segundo Fernandes *et al.* (2017), além de deteriorar as propriedades mecânicas do concreto, as altas temperaturas também podem provocar fissuração e deslocamento, o que prejudica a estabilidade global do sistema.

Os efeitos nas propriedades do concreto quando submetido à altas temperaturas é mostrado na Figura 8, a seguir.

Figura 8 - Efeitos nas propriedades do concreto à altas temperaturas.

Característica	Efeito	Causa
Dureza superficial	Fissuração, fragmentação, fragilização	Desidratação a 100°C, remove a água livre; a desidratação se completa em 540°C; $Ca(OH)_2 \Rightarrow CaO$ em 450 a 500°C A pasta primeiro expande, depois retrai.
Fissuração	Fissuração superficial a 290°C; Fissuração profunda a 540°C	Perpendicular à face, e interna; pode assemelhar-se a fissuras de retração
Mudança de cor (sem lascamento)	Cor normal até 230°C Avermelhada de 290 a 590°C Vermelho/cinza de 590 a 900°C Cinza/camurça acima de 900°C O calcário se torna branco	Rochas sedimentares e metamórficas podem incorporar calor de forma estável em temperaturas baixas, tomam-se instáveis em maiores temperaturas e mostram permanente mudança de cor sob aquecimento.
Comportamento do agregado	Lascamento explosivo para concretos com alto teor de agregados silicosos próximos à superfície, acima de 573°C	Agregados diferem em difusibilidade, condutividade, coeficiente de dilatação: a transmissão de calor decresce para concretos feitos com agregados altamente silicosos, areia basáltica, calcário, agregados leves. Baixo quartzo inverte para alto quartzo em 573°C com expansão de 0,85% do volume.
Lascamento	Ocorre paralelamente à superfície livre seguido por quebra em lascas finas nos cantos e quinas (assemelha-se à esfoliação)	Redução da resistência

Fonte: Carvalho (2001) *apud* Rocha (2018).

Ren e cols. (2024) avaliaram as propriedades mecânicas de impacto do concreto adicionado de GO exposto a elevada temperatura. Assim, os autores constataram que as nanopartículas foram capazes de conter o efeito de deterioração da alta temperatura no concreto, uma vez que o GO evita o aparecimento de poros iniciais e o desenvolvimento de poros prejudiciais quando em altas temperaturas. No mesmo sentido, as nanofolhas de GO são capazes de aumentar a resistência do concreto exposto a baixas temperaturas e a ciclos de congelamento e descongelamento, como ocorre em áreas de grande altitude e grandes diferenças de temperatura, uma vez que: aumenta o módulo de elasticidade dinâmico, reduz a perda de massa do concreto, melhora a distribuição do tamanho dos poros do concreto, induz o crescimento de produtos de hidratação em aglomerados cristalinos poliédricos, preenche melhor os poros dentro do concreto e inibe a expansão da fissura (ZHANG *et al.*, 2024).

Yan e cols. (2022) avaliaram o efeito da exposição a diferentes temperaturas (temperatura ambiente, 200 °C, 400 °C, 600 °C e 800 °C) do cimento reforçado com GO (0,05, 0,08, 0,10 e 0,20%), em termos de perda de massa, resistência à flexão e resistência à compressão. Foi concluído que a adição de GO no concreto tem um leve efeito na retenção de água à medida que a temperatura aumenta, ou seja, as nanopartículas reduzem a evaporação da água e, assim, melhoraram a estrutura e evitam defeitos. À temperatura ambiente, o GO aumenta a resistência a flexão do concreto; contudo, à medida que a temperatura aumenta, a resistência à flexão diminui devido ao processo desidratação e descarbonatação durante o aquecimento dos corpos de prova. Com relação à resistência à compressão, a incorporação de GO ao concreto possui pouco efeito nessa variável, uma vez que o cimento possui elevada resistência à compressão (YAN *et al.*, 2022). Mohammed e cols. (2017) também investigaram os efeitos da incorporação de GO em concretos expostos a altas temperaturas. Dessa forma, os autores atestaram uma melhora significativa da resistência mecânica dos corpos de prova com GO, fator atribuído à modificação da estrutura dos poros das amostras com as nanofolhas de GO, pelo aumento da porosidade do gel e redução da porosidade capilar. Ainda, as nanopartículas auxiliam na criação de canais em nano e micro escalas, que ajudam a liberar a pressão de vapor e evitam o desenvolvimento de trincas e, conseqüentemente, o lascamento extenso também conhecido como *spalling* (MOHAMMED *et al.*, 2017).

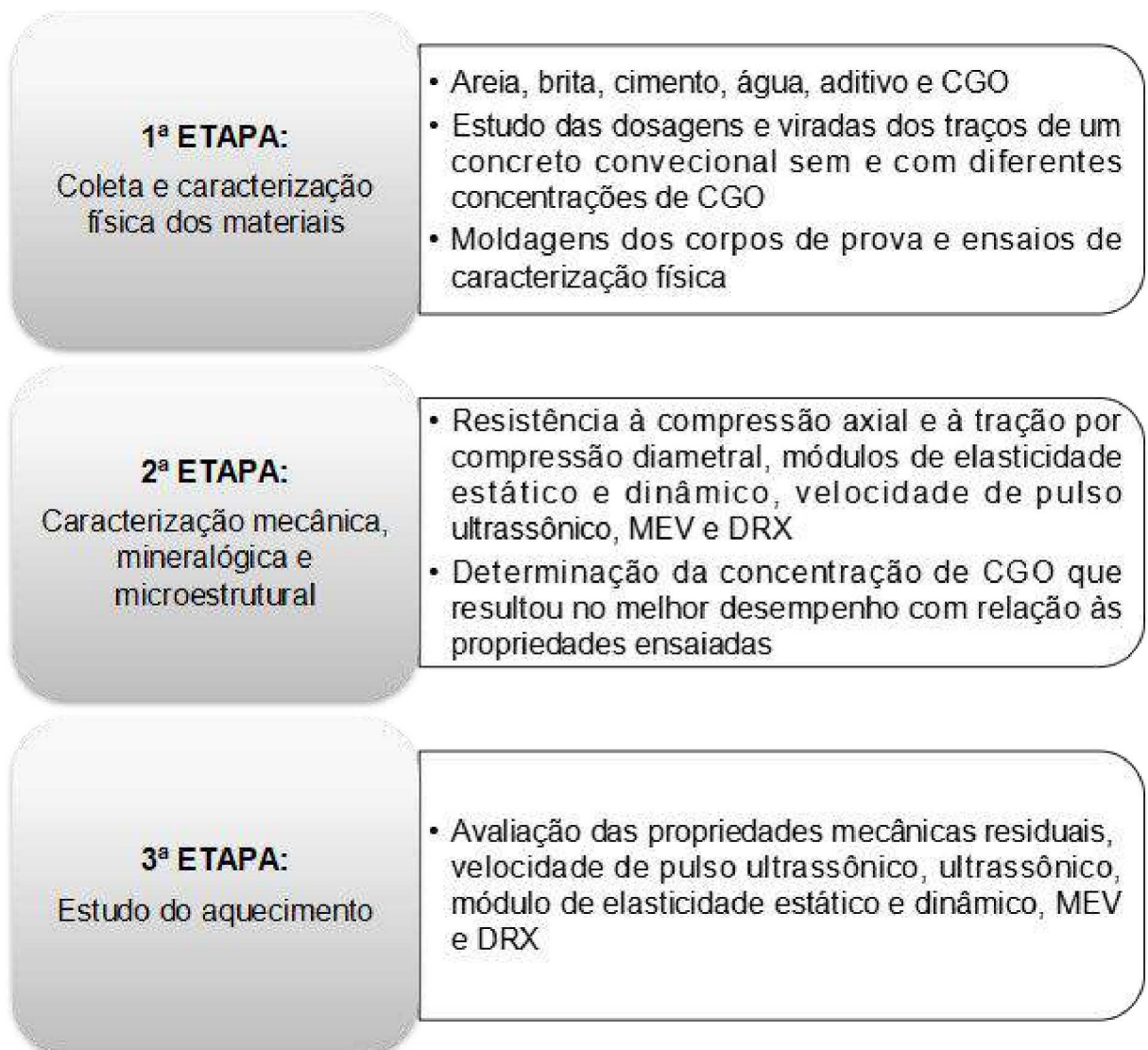
Han e cols. (2022) avaliaram o comportamento térmico da argamassa de cimento reforçada com GO (0,1, 0,2 e 0,3%) em diferentes temperaturas (250 °C, 500 °C, 750 °C e 1.000 °C). Os autores chegaram a conclusão de que a concentração de 0,1% de GO foi a ideal em melhorar as propriedades mecânicas do cimento sob condições não aquecidas e aquecidas, pelo aumento da resistência à compressão e pela redução da fissuração dos corpos de prova em função do aumento da hidratação pelas nanofolhas de GO. Contudo, a aglomeração excessiva destas causou redução da resistência térmica da pasta de cimento (HAN *et al.*, 2022).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O presente estudo consistiu em três etapas e foi executado de acordo com o delineamento experimental demonstrado na Figura 9, a seguir.

Figura 9 - Delineamento experimental.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

3.2 MATERIAIS

A primeira etapa é relativa à caracterização, estudo e definição dos materiais e das dosagens de um concreto convencional com resistência característica à compressão (do inglês *feature compression know* — fck) de 35MPa, além da moldagem de corpos de prova para avaliação e execução de ensaios no Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC) da Faculdade de Engenharia da Universidade Federal de Juiz de Fora. Dentro dessa mesma etapa foi realizada ainda, com apoio do Grupo de Nanociência e Nanotecnologia (Nano) da mesma instituição, a dosagem do concreto com o CGO em diferentes pesos percentuais em relação ao cimento. O GO utilizado neste trabalho foi sintetizado a partir do método de *Hummer* modificado conforme proposto por Chen *et al.* (2019), no qual as modificações propiciam a formação de um GO com estequiometria rica em grupos carbonila (CGO), além de elevado grau de esfoliação e oxidação, alta área superficial específica e poder ser facilmente disperso em água.

Na primeira etapa se fez necessário a utilização dos seguintes materiais: cimento tipo Portland de alta resistência inicial CPV ARI, areia natural de rio, brita 0, água potável, aditivo superplastificante à base de policarboxilato ViscoCrete 3535 e o CGO já disperso em água.

Sabe-se que as propriedades dos materiais utilizados influenciam diretamente nas propriedades do concreto e por isso todos os materiais foram caracterizados de acordo com as normas vigentes ou pelos dados disponibilizados pelo próprio fornecedor.

3.2.1 Cimento Portland

O cimento escolhido para elaboração da presente pesquisa foi o Cimento Portland CPV ARI Plus fabricado pela Cimento Nacional, o qual possui como principal característica a conferência de alta resistência inicial para a mistura. Isso só é possível devido a uma dosagem diferente de calcário e argila na produção do

clínquer, além de uma moagem mais fina do cimento que proporciona elevadas resistências com maior velocidade ao reagir com a água.

Além disso, o CPV ARI não possui grande quantidade de adições em sua composição. Logo, esse material é largamente utilizado em pesquisas de matrizes cimentícias, pois espera-se que com ele não haja influência de fatores externos.

De acordo com o fabricante, o cimento utilizado é caracterizado da seguinte forma (Tabela 1):

Tabela 1 - Características químicas, físicas e mecânicas do Cimento Portland CPV ARI.

CAS	Substância	Concentração (% em massa)	
12168-85-3	Silicato tricálcico	20 - 70	
10034-77-2	Silicato dicálcico	10 - 60	
12068-35-8	Ferro-aluminato de cálcio	5 - 15	
vários	Sulfato de cálcio	2 - 8	
12042-78-3	Aluminato tricálcico	1 - 15	
1317-65-3	Carbonato de cálcio	0 - 25	
1309-48-4	Óxido de magnésio (livre)	0 - 6	
1305-78-8	Óxido de cálcio (livre)	0 - 2	
Estado físico	Sólido	Taxa de evaporação	Não Aplicável
Forma	Pó	Ponto de fulgor	Não Aplicável
Cor	Cinza	Temperatura de autoignição	Não Aplicável
Odor	Característico	Limites de explosividade superior	Não Aplicável
Ph	13	Limites de explosividade inferior	Não Aplicável
Ponto de ebulição	Não Aplicável	Pressão de vapor	Não Aplicável
Faixa de temperatura de ebulição	Não Aplicável	Massa específica aparente	1,2 g/cm ³
Faixa de destilação	Não Aplicável	Densidade	2,99 g/cm ³
Ponto de fusão	Não Aplicável	Solubilidade em ácido clorídrico	99%l
Temperatura de decomposição	Não Aplicável	Solubilidade em água	1,5 g/l

Fonte: Cimento Nacional (2018).

3.2.2 Agregados

Paralelo à essa pesquisa, também haviam outros trabalhos sendo desenvolvidos com o uso do grafeno e o custo de produção desse composto para o

Grupo Nano é significativamente considerável. A forma encontrada para manter a veracidade da pesquisa e não prejudicar os demais trabalhos foi através da redução dos corpos de prova para cilindros de 5cm de diâmetro por 10cm de altura, considerando que o tamanho mínimo recomendado pela ABNT é de 10cm por 20cm. Tais dimensões implicaram em menor consumo de concreto e, conseqüentemente, redução no consumo do CGO. A adoção desse corpo de prova é defendida e comprovada por Azevedo *et al.* (2020).

3.2.2.1 Areia natural

Como o objetivo do trabalho era avaliar a influência do CGO no concreto, optou-se por utilizar agregados com menor quantidade de adições possíveis.

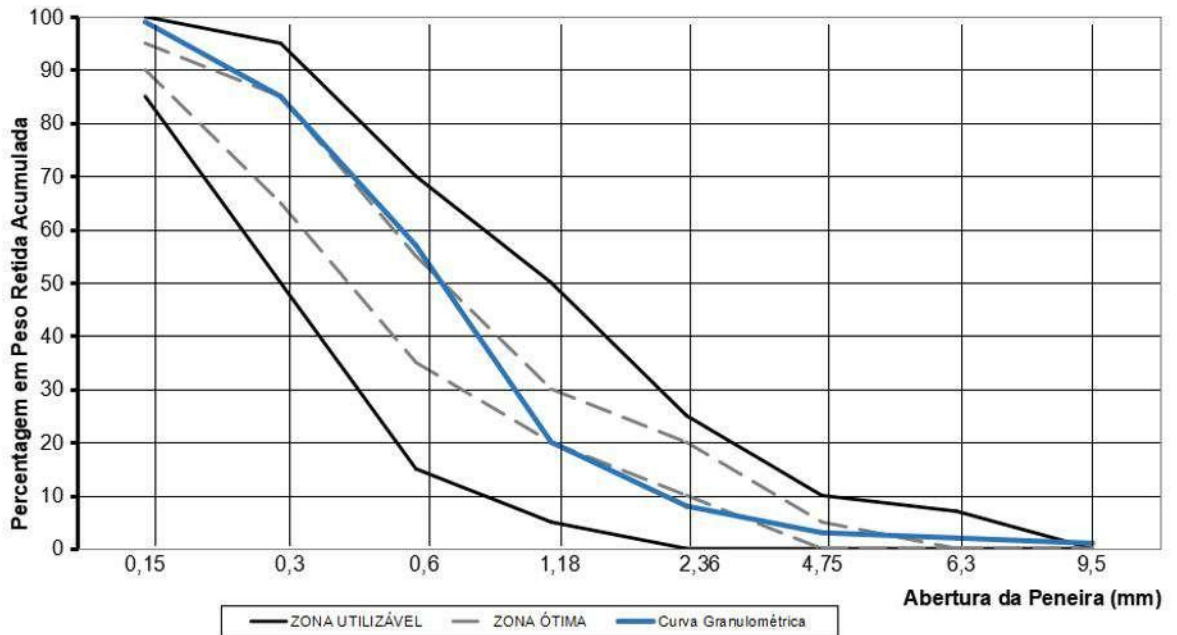
O agregado miúdo utilizado foi a areia natural proveniente do Rio Preto, estado de Minas Gerais. A análise granulométrica e os resultados dos demais ensaios de caracterização física da areia natural estão apresentados na Tabela 2 e a curva granulométrica no Gráfico 1 a seguir. Para tal, foram utilizadas duas amostras obtendo-se assim o resultado médio entre ambas.

Tabela 2 - Caracterização da areia natural.

AREIA NATURAL		
Análise Granulométrica - NBR 17054 (2022)		
Peneiras (mm)	%Retida	%Retida Acumulada
12,5	0	0
9,5	1	1
6,3	1	2
4,8	1	3
2,4	5	8
1,2	12	20
0,6	37	57
0,3	28	85
0,15	14	99
Fundo	1	100
Módulo de Finura - NBR 17054 (2022)		
2,69		
Dimensão Máxima Característica - NBR 17054 (2022)		
4,8mm		
Massa Específica - NBR 16916 (2021)		
2,656g/cm ³		
Argila em torrões - NBR 7218 (2010)		
4,58%		
Material Pulverulento - NBR 16973 (2021)		
1,04%%		
Matéria Orgânica - NBR 17053 (2022)		
1,04%%		

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Gráfico 1 - Curva granulométrica da areia natural.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Observa-se que a curva está dentro da zona utilizável estabelecida pela NBR 7211 (ABNT, 2022), com maioria das faixas granulométricas dentro da zona ótima.

3.2.2.2 Brita 0

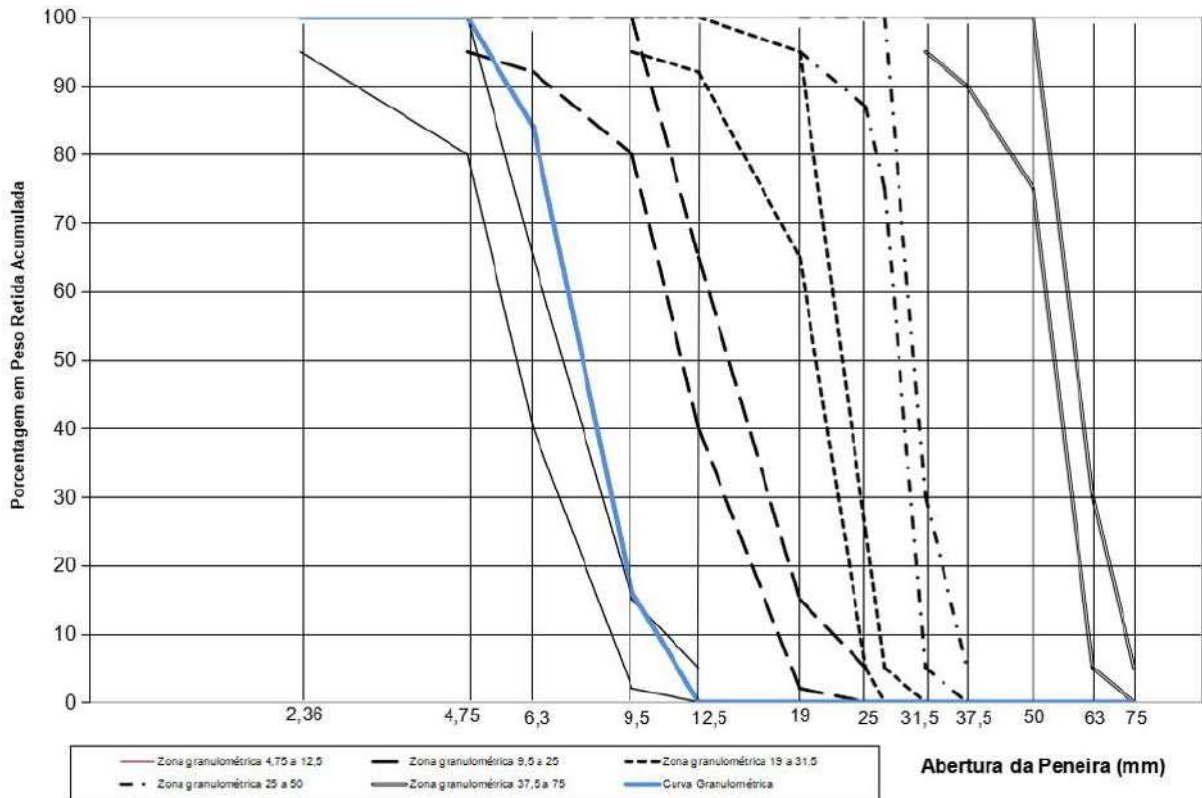
O agregado graúdo utilizado foi a brita 0 proveniente da Petra Agregados. A análise granulométrica e os resultados dos demais ensaios de caracterização física da areia natural estão apresentados na Tabela 3 e a curva granulométrica no Gráfico 2 a seguir. Para tal, foram utilizadas duas amostras obtendo-se assim o resultado médio entre ambas.

Tabela 3 - Caracterização da brita 0.

BRITA 0		
Análise Granulométrica - NBR 17054 (2022)		
Peneiras (mm)	%Retida	%Retida Acumulada
12,5	0	0
9,5	16	16
6,3	68	84
4,8	15	100
Fundo	0	100
Módulo de Finura - NBR 17054 (2022)		
6,14		
Dimensão Máxima Característica - NBR 17054 (2022)		
12,5mm		
Densidade (saturada superfície seca) - NBR 16917 (2021)		
2,769 g/cm ³		
Densidade (seca) - NBR 16917 (2021)		
2,755g/cm ³		
Massa Unitária Seca - NBR 16973 (2021)		
1,463g/cm ³		
Material Pulverulento - NBR 16973 (2021)		
0,40%		
Absorção - NBR 16917 (2021)		
0,51%		

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Gráfico 2 - Curva granulométrica da brita 0.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Avaliando as zonas das curvas granulométricas estabelecidas pela NBR 7211 (ABNT, 2022) a brita ensaiada se encontra próxima a zona de granulometria entre 4,75 a 12,5mm, sendo esta correspondente a brita 0.

3.2.3 Água

Para conferir trabalhabilidade ao concreto e promover a reação química com o cimento, ao propiciar o processo de hidratação do mesmo, foi utilizada a água da rede de abastecimento público de Juiz de Fora - MG. Essa água foi necessária tanto na produção dos corpos de prova, quanto na imersão dos mesmos na câmara úmida durante o processo de cura.

3.2.4 Aditivo

O aditivo utilizado na confecção do concreto foi o ViscoCrete - 3535 CB, produto este da empresa Sika S.A., que possui as seguintes características (Tabela 4):

Tabela 4 - Propriedades do aditivo ViscoCrete - 3535 CB.

ADITIVO	Sika ViscoCrete 3535 CB
DESCRIÇÃO	Aditivo superplastificante de pega normal de terceira geração para indústria de pré-moldados, concretos de alta resistência inicial, concreto de alto desempenho (CAD) e concreto auto-adensável (CAA).
COMPOSIÇÃO	Solução de policarboxilato em meio aquoso
DENSIDADE	1,08 ± 0,02 kg/L
pH	4,5 ± 1,0
DOSAGEM RECOMENDADA	0,3 à 1,50% sobre o peso de aglomerantes

Fonte: Sika (2023).

A escolha desse tipo de aditivo foi baseada no fato do GO ter uma grande área superficial, a qual poderia afetar a trabalhabilidade do concreto, sendo necessário assim utilizar uma maior quantidade de água (Gong *et al.*, 2015). Segundo Lv *et al.* (2016), aditivos compostos por policarboxilato podem recuperar a fluidez da pasta além de garantir uma melhor dispersão do óxido na mistura.

A adição do aditivo superplastificante em um concreto com 0,02% de GO resultou em um aumento de 34% na fluidez da pasta de cimento, melhorando assim a trabalhabilidade do compósito cimentício (Birenboim *et al.*, 2019 *apud* ANWAR *et al.*, 2020).

3.2.5 Óxido de grafeno rico em grupos carbonila

O CGO foi produzido e disponibilizado pelo Grupo Nano já disperso em água, o que facilitou a incorporação desse composto à mistura e só foi possível devido ao fato desse óxido ser hidrofílico. O material foi disponibilizado em frascos esterilizados com diferentes pesos percentuais em relação ao cimento, para assim constituir as diferentes concentrações deste estudo, como mostra a Figura 10.

Figura 10 - Solução de CGO disperso em água.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A concentração do CGO na água foi de 5mg/ml e, para não comprometer a relação água/cimento do traço adotado, a quantidade de água utilizada nessa dispersão foi descontada da quantidade total de água da mistura.

Lima (2017) caracteriza o CGO de forma detalhada, apresentando a descrição da síntese desse composto, sendo essa a mesma utilizada pelo Grupo Nano para obtenção de tal óxido nesta pesquisa. Além disso, mostra a comprovação da predominância da carbonila quando comparada aos demais grupos oxigenados.

3.3 MÉTODOS

3.3.1 Dosagem do concreto

O traço do concreto que norteia a pesquisa é do concreto de classe de resistência C35, largamente utilizado no LMCC, conforme mostra a Tabela 5 a seguir.

Tabela 5 - Traço do concreto utilizado na pesquisa.

TRAÇO C35

Cimento	Areia natural	Brita 0	Aditivo	Fator água/cimento	Consumo de cimento
1	2,577	3,047	0,35%	0,52	340kg/m ³

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Para não haver diferença entre o traço de referência e os traços com CGO, todos foram incorporados com o aditivo superplastificante, mesmo que o uso deste foi em razão da melhor dispersão do CGO no concreto.

3.3.2 Planejamento experimental

Na primeira etapa os materiais compuseram quatro grupos experimentais a depender da concentração de CGO: concreto de referência sem adição de CGO (chamado de “REF”), concreto com concentração de 0,02% de CGO (chamado de “0,02%”), concreto com concentração de 0,03% de CGO (chamado de “0,03%”) e concreto com concentração de 0,05% de CGO (chamado de “0,05%”). Cada grupo experimental foi composto por 9 corpos de prova cilíndricos de 5cm de diâmetro e 10cm de altura, os quais foram submetidos à ensaios de caracterização.

A segunda etapa se concentrou na execução dos ensaios de resistência à compressão axial, resistência à tração por compressão diametral, módulos de elasticidade estático e dinâmico e velocidade de pulso ultrassônico nos corpos de prova de referência e com adição de CGO. Além disso, também foi feita a análise da microscopia de varredura eletrônica (MEV) e difração de raios X (DRX). A partir dos resultados obtidos, foi analisado e determinado qual concentração de CGO apresentou melhor desempenho com relação às propriedades citadas.

Por último, na terceira etapa, 27 corpos de prova com a dosagem de referência e 27 corpos de prova com a melhor concentração de CGO foram submetidos a ação de diferentes temperaturas: temperatura ambiente, 300°C, 600°C e 900°C, onde foram avaliadas as propriedades mecânicas residuais, absorção, velocidade de pulso ultrassônico, além da MEV e DRX. Finalmente foram feitos estudos estatísticos com objetivo de avaliar a confiabilidade da pesquisa.

3.3.3 Moldagem dos corpos de prova e ensaios não destrutivos

Após a caracterização supracitada de cada material, os mesmos foram pesados e reservados, conforme mostra a Figura 11.

Figura 11 - Separação dos materiais para a produção dos concretos.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Optou-se pelo uso da argamassadeira devido ao baixo volume de concreto produzido em cada traço e também a fim de garantir a melhor dispersão de CGO possível. O primeiro passo foi misturar os agregados miúdo e graúdo com o cimento e vertê-los na argamassadeira. Na sequência adicionou-se a água e o aparelho foi ligado (Figura 12). De tempos em tempos o mesmo foi pausado para desgrudar a mistura das bordas com auxílio de uma espátula (Figura 13).

Figura 12 - Argamassadeira em funcionamento.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Figura 13 - Utilização da espátula nas bordas.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Para facilitar a dispersão e incorporação na mistura do concreto, tanto o aditivo quanto o CGO foram diluídos em certa quantidade de água, sendo essa descontada da quantidade total de água do respectivo traço. A Figura 14 mostra o CGO adicionado ao concreto.

Figura 14 - CGO sendo incorporado ao concreto.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Ao fim dessas etapas, o concreto estava pronto (Figura 15) para ser moldado nas formas conforme parâmetros indicados na NBR 7215 (ABNT, 2019). Para facilitar a desforma, as formas cilíndricas foram lubrificadas com óleo desmoldante previamente. Após as moldagens (Figura 16), os corpos de prova foram identificados e mantidos na câmara úmida para a cura inicial.

Figura 15 - Concreto no estado fresco, antes da moldagem dos corpos de prova.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Figura 16 - Moldagem dos corpos de prova.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Na sequência foram desmoldados e imersos no tanque de água até concluir o processo de cura aos 28 dias. Os corpos de prova foram retificados a fim de tornar a superfície plana e perpendicular ao seu eixo. A retificação consiste na remoção, por meios mecânicos, de uma fina camada de material da superfície. Em seguida, todos

os corpos de prova foram pesados nas seguintes condições: submersos em água, saturados com a superfície seca e após a secagem.

Os ensaios de caracterização da primeira etapa são qualitativos e não destrutivos, os quais avaliam o comportamento do concreto sob a ótica de sua durabilidade. São eles: absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica real, sendo a execução de todos baseada na NBR 9778 (ABNT, 2005).

O ensaio de absorção de água por imersão consiste na avaliação da entrada de água nos poros permeáveis de um sólido poroso, que no caso deste trabalho é o concreto. Dessa forma, quanto maior foi o valor da absorção, mais poros abertos existem no concreto e mais permeável ele é. Logo, esse ensaio irá permitir o confronto entre as amostras de referência e as com concentração de CGO para avaliar o possível ganho com esse óxido com relação a uma maior dificuldade de penetração da água no concreto. A determinação da absorção de água por imersão é calculada através da fórmula 1.

$$A = \frac{m_{sss} - m_s}{m_s} \times 100\% \quad (1)$$

Onde,

A - absorção de água por imersão, expressa em porcentagem (%)

m_{sss} - massa saturada superfície seca, expressa em gramas (g)

m_s - massa seca, expressa em gramas (g)

O ensaio de índice de vazios traduz a relação entre o volume de poros permeáveis e o volume total da amostra, de tal forma que quanto maior é esse índice, maior também é a facilidade da água em penetrar os poros do concreto. Para verificar o valor desse índice deve-se seguir com a fórmula 2 a seguir.

$$I_v = \frac{m_{sss} - m_s}{m_{sss} - m_{sub}} \times 100\% \quad (2)$$

Onde,

I_v - índice de vazios, expressa em porcentagem (%)

m_{sss} - massa saturada superfície seca, expressa em gramas (g)

m_s - massa seca, expressa em gramas (g)

m_{sub} - massa saturada imersa em água, expressa em gramas (g)

A massa específica real relaciona a massa e o volume da amostra, desconsiderando os poros permeáveis. Quanto maior for o seu valor, mais permeável é esse concreto. Esse índice também é utilizado na determinação do módulo de elasticidade dinâmico a partir de dados da velocidade de pulso ultrassônico. Para calcular a massa específica real utiliza-se a fórmula 3.

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_{sub}} \quad (3)$$

Onde,

ρ_r - massa específica real, expressa em g/cm³

m_s - massa seca, expressa em gramas (g)

m_{sub} - massa saturada imersa em água, expressa em gramas (g)

3.3.4 Avaliação das propriedades mecânicas e determinação da melhor concentração de CGO

Na segunda etapa foram feitos ensaios destrutivos e não destrutivos, os quais determinaram qual a melhor concentração de CGO no concreto comparado a amostra de referência.

O ensaio de velocidade de pulso ultrassônico é não destrutivo e pode ser realizado tanto em laboratório quanto em campo. Segundo Malhotra e Carino (2004), através desse ensaio é possível estimar alguns parâmetros do concreto, como: resistência à compressão, módulo de elasticidade dinâmico, profundidade das fissuras, homogeneidade e falhas no interior do concreto. Sendo assim, ao avaliar

como as ondas refletem e refratam no corpo de prova, é possível avaliar esse material, bem como verificar sua heterogeneidade.

A propagação das ondas depende das propriedades elásticas e da densidade do corpo de prova. Fatores como idade, porosidade, massa específica, umidade, temperatura, adensamento e cura interferem no valor dessa velocidade (MEHTA e MONTEIRO, 2014). De acordo com a NBR 8802 (ABNT, 2019), sua execução consiste primeiramente no posicionamento dos transdutores emissor e receptor nas faces planas opostas de cada corpo de prova com auxílio de gel acoplante. Uma onda longitudinal é emitida na superfície do concreto e a partir das dimensões do corpo de prova é possível obter o tempo gasto até que essa onda foi detectada pelo transdutor receptor e, conseqüentemente, a velocidade da mesma (Figura 17).

Figura 17 - Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Esse ensaio é interessante para a pesquisa a fim de avaliar ainda mais em como o CGO pode afetar a estrutura do concreto quando comparado ao traço de referência. A fórmula 4 expressa a relação matemática para se obter a velocidade de pulso ultrassônico.

$$V = \frac{L}{t} \quad (3)$$

Onde,

V - velocidade de pulso ultrassônico, expressa m/s

L - distância entre os transdutores, expressa em metros (m)

t - tempo gasto desde a emissão da onda até sua recepção, expressa em segundos (s)

Findado esses ensaios, procedeu-se com os ensaios destrutivos dessa etapa. O primeiro a ser executado foi o de resistência à compressão axial, o qual consiste na aplicação de uma força contínua no corpo de prova até que o mesmo sofra uma ruptura. A execução desse ensaio é determinada pela NBR 5739 (ABNT, 2018), a qual ainda determina o eixo do corpo de prova deve coincidir com o eixo da prensa hidráulica responsável por aplicar a força de compressão, conforme ilustram as Figuras 18 e 19.

Figura 18 - Início do ensaio de resistência à compressão axial.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Figura 19 - Corpos de prova após ruptura.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A resistência à compressão é a principal variável deste estudo, além de ser um grande diferencial do concreto devido a sua boa resistividade e será por meio dela que a avaliação da influência do CGO será feita. A composição do concreto, ou seja, a determinação do traço é o que irá determinar qual o valor de resistência esse material deverá atingir. Para esse ensaio foram utilizados três corpos após 28 dias de idade de cada traço produzido, já que haveriam mais ensaios destrutivos e com essa quantidade seria possível obter a média aritmética dos valores encontrados. Para calcular esse valor utiliza-se a fórmula 4 a seguir.

$$f_c = \frac{4F}{\pi D} \quad (4)$$

Onde,

f_c - resistência à compressão, expressa megapascals (MPa)

F - força máxima aplicada, expressa em newtons (N)

D - diâmetro do corpo de prova, expresso em milímetros (mm)

Com mais três corpos de prova da mesma idade realizou-se o ensaio de resistência à tração por compressão diametral. Esse ensaio é importante para avaliar se o CGO influenciou positivamente o concreto, tornando-o mais resistivo às

forças de tração, propriedade essa deficiente nesse tipo de compósito.

A NBR 7222 (ABNT, 2011) preconiza sua realização através do uso da mesma prensa hidráulica com o corpo de prova posicionado de forma em que a força seja aplicada nas duas geratrizes diametralmente opostas do mesmo, como mostra a Figura 20.

Figura 20 - Início do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Com o valor da força obtida nesse ensaio calcula-se a tração indireta pela fórmula 5. Na sequência, com uso da fórmula 6, chega-se ao valor da resistência à tração direta.

$$f_{ct,sp} = \frac{2F}{\pi DL} \quad (5)$$

Onde,

$f_{ct,sp}$ - resistência à tração indireta, expressa megapascals (MPa)

F - força máxima aplicada, expressa em newtons (N)

D - diâmetro do corpo de prova, expresso em milímetros (mm)

D - altura do corpo de prova, expressa em milímetros (mm)

$$f_{ct} = 0,9 \times f_{ct,sp} \quad (6)$$

Onde,

$f_{ct,sp}$ - resistência à tração indireta, expressa megapascals (MPa)

f_{ct} - resistência à tração direta, expressa megapascals (MPa)

Por fim, com os últimos três corpos de prova, procedeu-se com o ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico. A NBR 8522-1 (ABNT, 2021) determina o procedimento para obtenção do primeiro módulo, o qual quantifica o quão elástico é um material sólido através da relação de tensão e deformação. Esse dado é obtido pelo coeficiente angular da reta tangente à curva de tensão *versus* deformação durante a simplificação do regime elástico. Enquanto o módulo de elasticidade dinâmico é obtido através de ensaios não destrutivos e corresponde a uma deformação instantânea e pequena do concreto, correspondendo ao coeficiente angular da reta tangente inicial da mesma curva (METHA, 2006 *apud* SANTOS *et al*, 2013).

O ensaio é feito através da aplicação de carga e subsequente medida da deformação, de acordo com a metodologia da norma supracitada. A carga é aplicada também pela prensa hidráulica e a medida é feita por meio de extensômetros do tipo *strain gages* que ficam instrumentados no corpo de prova, como mostra a Figura 21. Os dados são coletados pelo software *TestMod*, desenvolvido pela DINATESTES.

Figura 21 - Início do ensaio de determinação do módulo de elasticidade estático.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Aplica-se a carga equivalente à 30% da tensão média de ruptura obtida no ensaio de resistência à compressão axial e essa tensão é mantida por 60 segundos. Na sequência reduz-se a carga para a tensão correspondente à 0,5MPa e novamente mantém essa tensão por 60 segundos. São feitos três ciclos de carregamento e descarregamento, para ao final aplicar-se novamente a carga de 30% da tensão de ruptura e, após a leitura da deformação, liberar os extensômetros e continuar a aplicação de força até a ruptura do corpo de prova.

Assim, o módulo de elasticidade estático é obtido pela fórmula 7 a seguir.

$$E_{ci} = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \times 10^{-3} = \frac{0,3f_c - 0,5}{\varepsilon_b - \varepsilon_a} \times 10^{-3} \quad (7)$$

Onde,

E_{ci} - módulo de elasticidade estático, expressa gigapascals (GPa)

f_c - resistência à compressão axial, expressa megapascals (MPa)

ε_b - deformação específica do concreto sob a tensão maior

ε_b - deformação específica do concreto sob a tensão básica

O módulo de elasticidade dinâmico é calculado através da fórmula 8.

$$E_d = \frac{V^2 \times \rho(1+\mu) \times (1-2\mu)}{(1-\mu)} \times 10^6 \quad (8)$$

Onde,

E_d - módulo de elasticidade dinâmico, expressa gigapascals (GPa)

V - velocidade de pulso ultrassônico, expressa m/s

ρ - massa específica do concreto, expressa g/cm³

μ - coeficiente de Poisson

Na sequência, com amostras de cada traço foram feitas a MEV e a DRX, ambas com apoio da UFOP. A MEV é uma técnica utilizada para a caracterização morfológica da estrutura (ANWAR *et al.*, 2020), a qual permite a visualização da microestrutura em alta ampliação e resolução da microestrutura de materiais através de imagens geradas virtualmente a partir da transcodificação da energia emitida pelos elétrons (LABORATÓRIO DE MICROSCOPIA E MICROANÁLISES - UFOP, 2024). Com esse ensaio será possível verificar a dispersão do CGO na matriz cimentícia.

A DRX é executada a partir da incidência da radiação sobre uma amostra e na detecção dos fótons difratados, caracterizando uma interação entre o feixe de Raios-X e os elétrons dos átomos presentes (USP, 2024). Dessa forma, é possível verificar a estrutura atômica e molecular da estrutura (UFSCAR, 2024). O resultado é obtido através de um gráfico que relaciona a intensidade da radiação dos raios difratados com os ângulos de difração (Fernandes *et al.*, 2017). A partir desse ensaio será possível verificar se o CGO alterou a estrutura química do concreto.

Ao final dos ensaios supracitados, determinou-se o melhor percentual de CGO para dar prosseguimento a terceira e última etapa da pesquisa.

3.3.5 Avaliação das propriedades mecânicas residuais

O diferencial dessa etapa é a exposição térmica dos corpos de prova secos ao ar após 28 dias de idade, tanto do traço de referência quanto do traço com a melhor concentração de CGO. O forno utilizado é do tipo mufla e as temperaturas de exposição foram de 300°C, 600°C e 900°C, sendo 9 corpos de prova para cada uma (Figura 22). A taxa de aquecimento adotada foi de 0,5 °C/min e o tempo de exposição após o atingimento da temperatura máxima foi de 60 minutos, conforme recomendações da RILEM TC 129-MHT (2000). Por fim, os corpos de prova foram mantidos dentro da mufla até haver o equilíbrio com a temperatura ambiente (Figura 22).

Figura 22 - Exposição dos corpos de prova em altas temperaturas na mufla.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O objetivo foi avaliar os possíveis ganhos com o CGO, visto que, quando o concreto é submetido à altas temperaturas, como em um incêndio, o mesmo sofre alterações físicas, químicas e mecânicas em sua estrutura, podendo causar fissuras

e deslocamento (FERNANDES *et al.*, 2017).

Findado a exposição térmica, os corpos de prova foram submetidos aos ensaios supracitados para avaliação das propriedades mecânicas residuais, além da DRX e da MEV.

3.3.6 Análise estatística

Os resultados obtidos nas etapas 1 e 2 foram avaliados pelo método estatístico de análise de variância (*one-way ANOVA*) não paramétrico (teste de *Kruskal-Wallis*) e as comparações entre os grupos experimentais foram feitas utilizando o teste *post hoc* de *Dunn*. As diferenças foram consideradas significativas quando $p < 0,05$. Todas as análises foram realizadas com o programa Prism 8.0 (*GraphPad software, Inc.*). A escolha desse método foi devido a possibilidade de avaliar três grupos ou mais (0,02%, 0,03% e 0,05%) com relação ao grupo controle (REF).

Já os resultados obtidos na etapa 3 foram avaliados pelo teste *t-Student* não paramétrico não pareado (teste de *Mann-Whitney*). As diferenças foram consideradas significativas quando $p < 0,05$. Todas as análises foram realizadas com o programa Prism 8.0 (*GraphPad software, Inc.*). A escolha desse método foi devido a comparação do grupo 0,02% com relação ao grupo controle (REF).

4 RESULTADOS E ANÁLISES

Neste capítulo são apresentados os resultados médios encontrados nos ensaios executados em cada uma das três etapas do trabalho, bem como discussões pertinentes a eles.

Os resultados de cada corpo de prova encontram-se no Apêndice A.

4.1 MOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA E ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS

4.1.1 Caracterização do concreto

Os resultados médios dos ensaios de absorção de água por imersão (A), índice de vazios (I_v) e massa específica real (ρ_r) para cada traço são apresentados na Tabela 6 a seguir.

Tabela 6 - Resultados dos ensaios de caracterização.

Grupo experimental	A (%)	I_v (%)	ρ_r (g/cm³)
REF	0,45	1,10	2,47
0,02%	0,29	0,70	2,44
0,03%	0,87	2,10	2,46
0,05%	0,88	2,09	2,43

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A Tabela 7 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 7 - Comparação com o traço de referência

Grupo experimental	ΔA (%)	ΔI_v (%)	$\Delta \rho_r$ (g/cm³)
0,02%	-36%	-36%	-1%
0,03%	94%	91%	-1%
0,05%	95%	90%	-2%

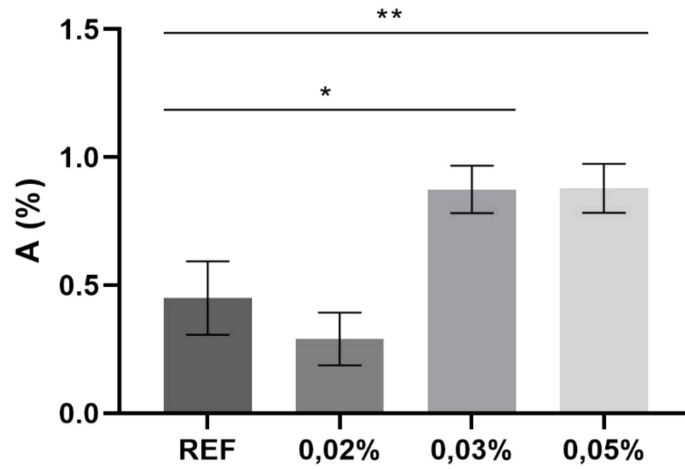
Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Com os resultados encontrados é possível concluir que apenas o concreto com 0,02% de CGO apresentou ganhos com relação a avaliação da absorção de água e índice de vazios, já que houve redução de 36% com relação ao concreto de referência. Sendo assim, o uso desse percentual de CGO é interessante para reduzir a permeabilidade do concreto, já que os percentuais maiores praticamente dobraram os parâmetros analisados quando comparado ao de referência. Logo, é provável que as concentrações de 0,03% e 0,05% formaram microporos na estrutura.

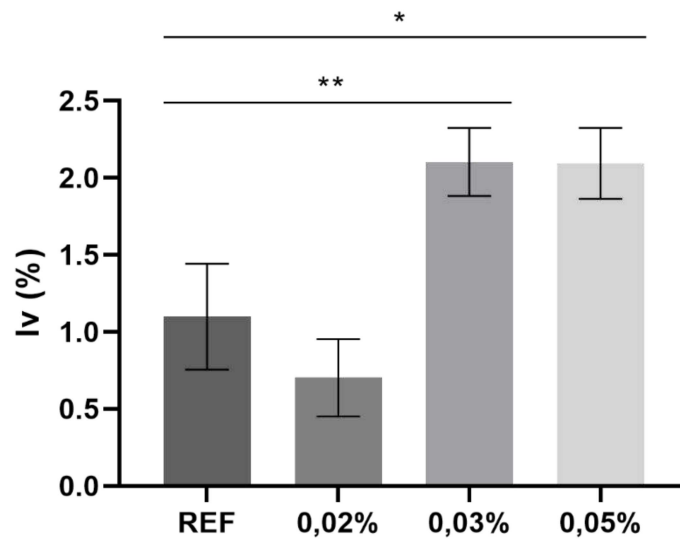
Esse resultado é contrário ao encontrado no trabalho de Devi e Khan (2020), o qual obteve redução da absorção com o aumento da concentração de GO.

Com relação a massa específica real, as três concentrações apresentaram resultados em linha ao encontrado no concreto de referência. Isso pode ser explicado devido ao fato do CGO ser um nanomaterial, sendo assim sua massa não afeta diretamente a massa total da mistura.

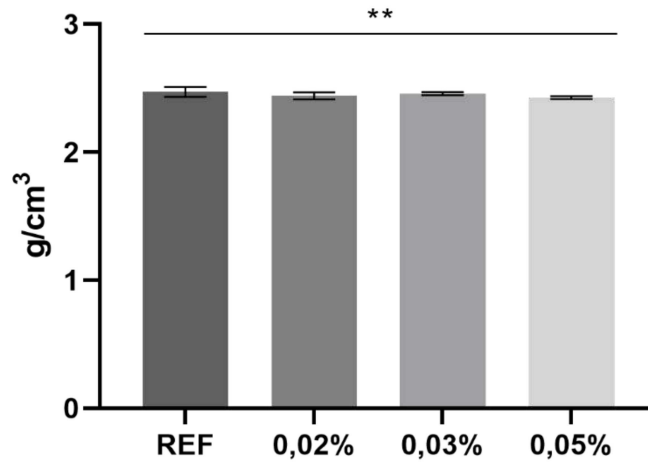
A análise estatística mostra que, para a absorção, houve diferença significativa entre o concreto de referência e os concretos com 0,03% e 0,05% de CGO (Gráfico 3), demonstrando que esses percentuais não são interessantes para essa propriedade analisada. O mesmo foi comprovado para o índice de vazios (Gráfico 4). Já para a massa específica real só houve diferença significativa para a concentração de 0,05% (Gráfico 5).

Gráfico 3 - Avaliação estatística da absorção (A).

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Gráfico 4 - Avaliação estatística do índice de vazios (Iv).

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Gráfico 5 - Avaliação estatística da massa específica real (ρ_r)

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

4.2 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DETERMINAÇÃO DA MELHOR CONCENTRAÇÃO DE CGO

4.2.1 Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico

Os resultados médios do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico (V) para cada traço são apresentados na Tabela 8 a seguir.

Tabela 8 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.

Grupo experimental	V (m/s)
REF	4022,78
0,02%	4504,00
0,03%	4712,00
0,05%	3149,44

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A Tabela 9 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 9 - Comparação com o traço de referência.

Grupo experimental	ΔV (m/s)
0,02%	12%
0,03%	17%
0,05%	-22%

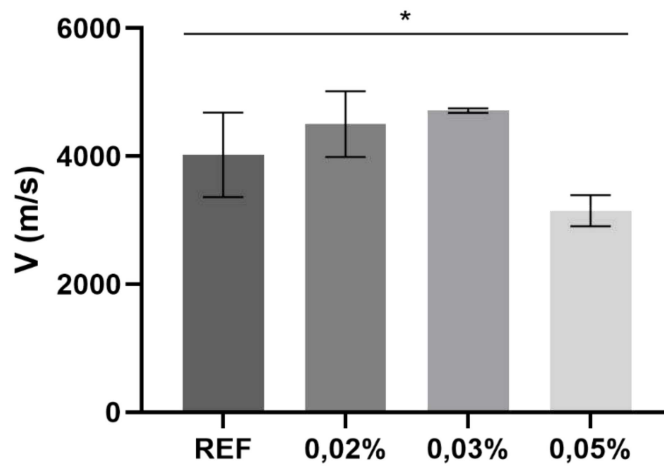
Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Segundo Saint-Pierre *et al.* (2016) *apud* Natalli (2019), velocidades acima de 4.500m/s qualificam o concreto como excelente, caso esse dos concretos com 0,02% e 0,03% de CGO. As velocidades entre 4.500m/s e 3.500m/s caracterizam o concreto como bom, resultado obtido com o traço de referência. A concentração de 0,05% de CGO e a respectiva velocidade de pulso ultrassônico obtida classificam o concreto como duvidoso.

Quanto maior a velocidade, melhor são as condições do concreto visto que a onda propaga no meio sólido. Assim, matrizes com número menor de vazios ou, neste caso, preenchidos com o CGO, tendem a apresentar valores maiores de velocidade de pulso ultrassônico. Para a amostra com 0,05% de CGO o resultado foi contrário, o que pode caracterizar uma má dispersão do composto na mistura já que sua concentração era elevada.

Devi e Khan (2020) obtiveram aumento da velocidade com o aumento da concentração de GO no concreto, similar a este estudo, com exceção da concentração de 0,05%. Contudo, nenhuma das concentrações apresentaram resultados de velocidades de pulso ultrassônico excelentes como as obtidas com os percentuais de 0,02% e 0,03% de CGO.

Mesmo com o aumento de velocidade apresentado pelas concentrações de 0,02% e 0,03%, a análise estatística detectou diferença significativa apenas para a concentração de 0,05% de CGO (Gráfico 6).

Gráfico 6 - Avaliação estatística da velocidade de pulso ultrassônico (V).

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

4.2.2 Ensaio de resistência à compressão axial

Os resultados médios do ensaio de resistência à compressão axial (f_c) para cada traço são apresentados na Tabela 10 a seguir.

Tabela 10 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial.

Grupo experimental	f_c (MPa)
REF	38,7
0,02%	51,6
0,03%	43,8
0,05%	39,8

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A Tabela 11 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 11 - Comparação com o traço de referência.

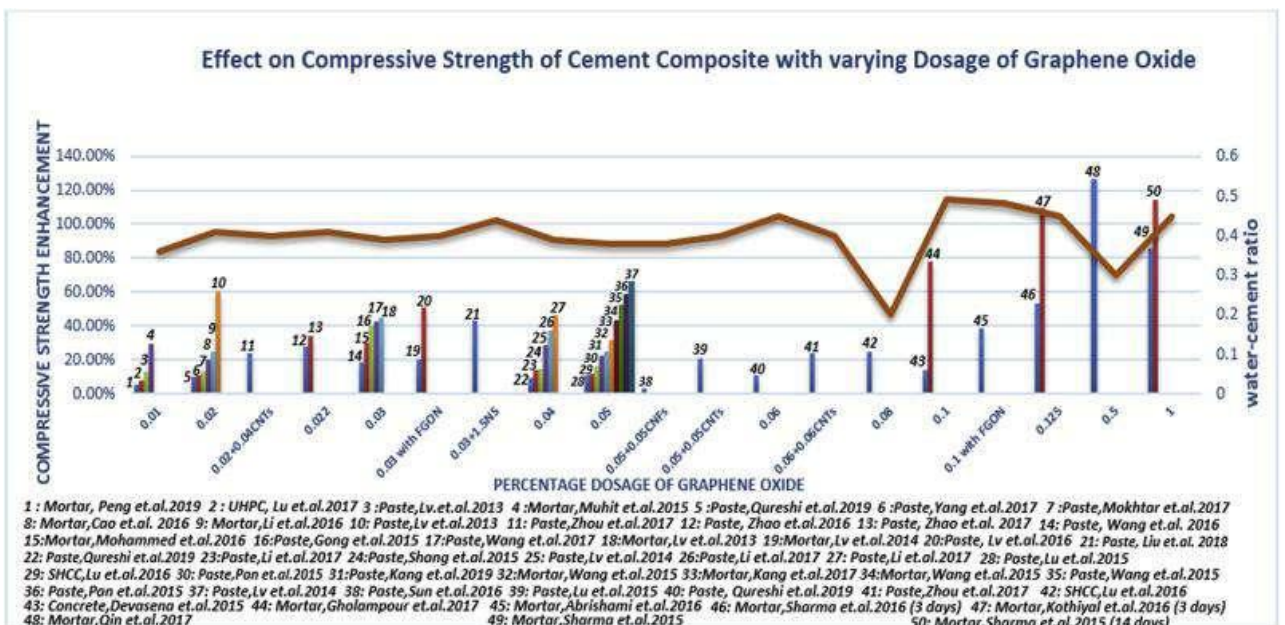
Grupo experimental	Δf_c (MPa)
0,02%	33%
0,03%	13%
0,05%	3%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Percebe-se que todas as concentrações apresentaram aumento no valor da resistência à compressão axial do concreto, mas em proporções diferentes, o que comprova a influência de cada percentual de CGO. Nesta pesquisa o crescimento foi inverso ao aumento da concentração de CGO, o que reforça a suposição de uma má dispersão devido ao aumento da quantidade desse composto.

Esses resultados são similares aos de outras pesquisas com adição de GO, como mostra a Figura 23 a seguir.

Figura 23 - Desempenho mecânico das matrizes cimentícias à base de GO.

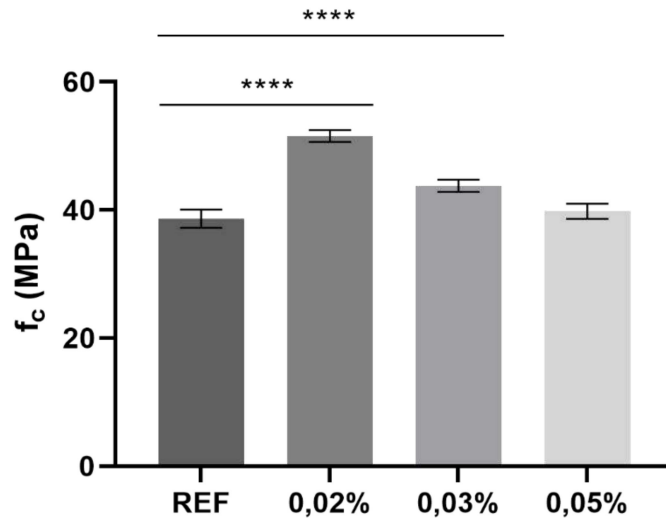


Fonte: ANWAR et al. (2020).

A concentração de 0,02% de GO proporcionou no trabalho de Birenboim *et al.* (2019) *apud* ANWAR *et al.* (2020) um aumento de 37% na resistência à compressão do concreto, similar ao encontrado nesta pesquisa. Gong *et al.* (2015) utilizaram a concentração de 0,03% e encontraram um aumento superior, de mais de 40% para essa resistência, o qual atribuíram a redução de poros da pasta de cimento. E a concentração de 0,05% na pesquisa de Wang *et al.* (2015) *apud* ANWAR *et al.* (2020) também atingiu um aumento maior, no valor de 24%. Devi e Khan (2020) obtiveram aumento de 8 a 22% na resistência à compressão axial para concretos com percentuais de 0,02%, 0,04%, 0,06% e 0,08% de GO, inferiores aos resultados encontrados. Para esse último estudo, o aumento da resistência foi proporcional ao aumento da concentração de GO, em contrapartida aos resultados do CGO.

Pela análise do gráfico e dos trabalhos supracitados, nota-se uma similaridade da concentração de 0,02% de CGO com a de GO e confirma a influência do valor desse percentual nas propriedades do concreto. Além disso, a área superficial do CGO é muito alta quando comparada à sua massa, isso propicia a nucleação e desenvolve fortes ligações covalentes entre esse composto e o cimento. Como consequência, esse concreto é reforçado em nível nano, o que resulta no aumento da resistência à compressão do mesmo (LIN *et al.*, 2016 *apud* DEVI E KHAN, 2020).

A análise estatística mostra que houve diferença significativa entre o concreto de referência e os com concentrações de 0,02% e 0,03% (Gráfico 7).

Gráfico 7 - Avaliação estatística da resistência à compressão (f_c).

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

4.2.3 Ensaio de resistência à tração por compressão diametral

Os resultados médios do ensaio de resistência à tração por compressão diametral (f_{ct}) para cada traço são apresentados na Tabela 12 a seguir.

Tabela 12 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.

Grupo experimental	f_{ct} (MPa)
REF	8,1
0,02%	9,6
0,03%	8,7
0,05%	8,2

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A Tabela 13 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 13 - Comparação com o traço de referência.

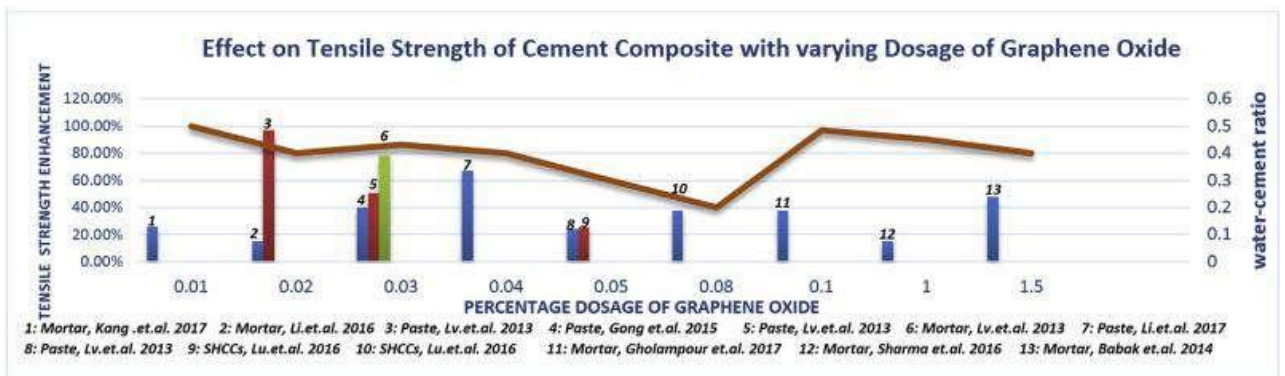
Grupo experimental	Δf_{ct} (MPa)
0,02%	18%
0,03%	7%
0,05%	1%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Percebe-se a mesma tendência do ensaio anterior: a resistência aumenta com a redução da concentração de CGO, corroborando ainda mais para a hipótese de que a dispersão desse óxido na matriz é dificultada com o aumento da concentração do mesmo.

Esses resultados são similares aos de outras pesquisas com adição de GO, como mostra a Figura 24 a seguir.

Figura 24 - Desempenho mecânico das matrizes cimentícias à base de GO.



Fonte: ANWAR *et al.* (2020).

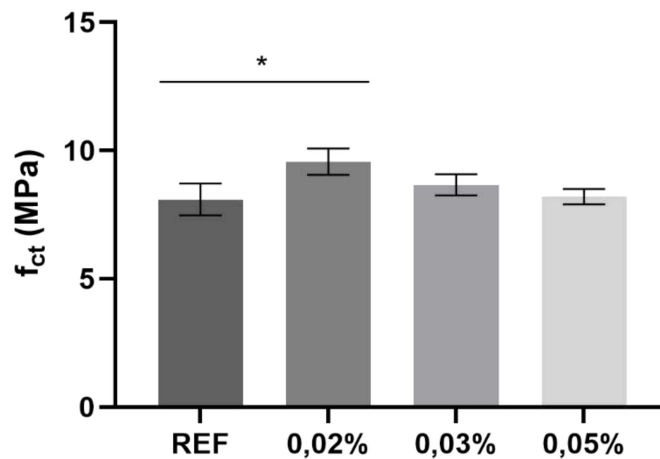
Devi e Khan (2020) obtiveram aumento de 7 a 18% na resistência à tração para concretos com percentuais de 0,02%, 0,04%, 0,06% e 0,08% de GO, tendo similaridade apenas com o resultado obtido pela concentração de 0,03% de CGO.

Observa-se que tanto para o ensaio de resistência à compressão axial, quanto para o de resistência à tração por compressão diametral, o aumento da concentração de CGO acarretou na diminuição de tais resistências. Isso acontece devido a maior

necessidade de água que esse aumento da concentração exige, fazendo com que as folhas desse óxido tenham tendência a se unir devido às forças intermoleculares de Van der Waals, o que dificulta a dispersão do mesmo na mistura e, conseqüentemente, reduz a resistência (WANG; YANG; OUYANG, 2019).

A análise estatística detectou diferença significativa apenas entre o grupo de referência e o com concentração de 0,02% de CGO (Gráfico 8).

Gráfico 8 - Avaliação estatística da resistência à tração (f_{ct}).



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

4.2.4 Ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico

Os resultados médios do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático (E_{ci}) e dinâmico (E_d) para cada traço são apresentados na Tabela 14 a seguir.

Tabela 14 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico.

Grupo experimental	E_{ci} (GPa)	E_d (GPa)
REF	29,79	37,66
0,02%	42,44	49,93
0,03%	35,14	49,28
0,05%	33,09	21,26

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

A Tabela 15 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 15 - Comparação com o traço de referência.

Grupo experimental	ΔE_{ci} (GPa)	ΔE_d (GPa)
0,02%	42%	33%
0,03%	18%	31%
0,05%	11%	-44%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Todas as amostras apresentaram aumento no módulo de elasticidade estático comparadas ao concreto de referência, fator esse positivo, pois quanto maior é esse valor, menor é a capacidade de deformação do material para uma dada tensão. O destaque maior continua sendo a concentração de 0,02%, a qual apresentou o maior módulo de elasticidade entre os grupos experimentais.

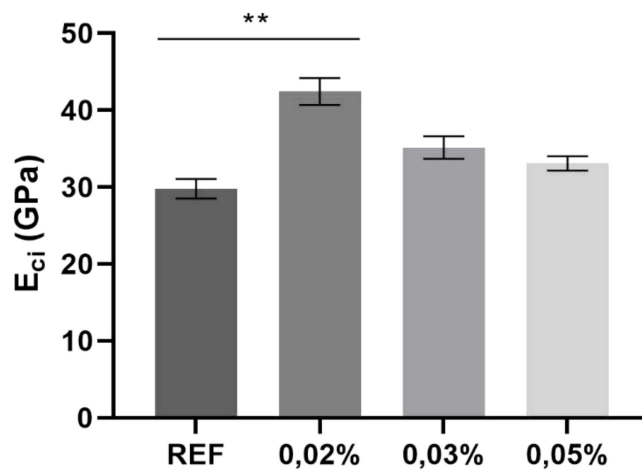
O módulo de elasticidade dinâmico também apresentou aumento com os percentuais de 0,02% e 0,03% de CGO, em contrapartida a concentração de 0,05%, a qual resultou na diminuição desse módulo.

Tais resultados vão de encontro à pesquisa de Horszczaruk *et al.* (2015) *apud* ANWAR *et al.* (2020), a qual obteve aumento do módulo de elasticidade de 1 a 10GPa para 5 a 20GPa em uma mistura de cimento simples com 3% de GO. Essa

melhoria foi atribuída à distribuição homogênea do GO, o que resultou no aumento da resistência mecânica do compósito.

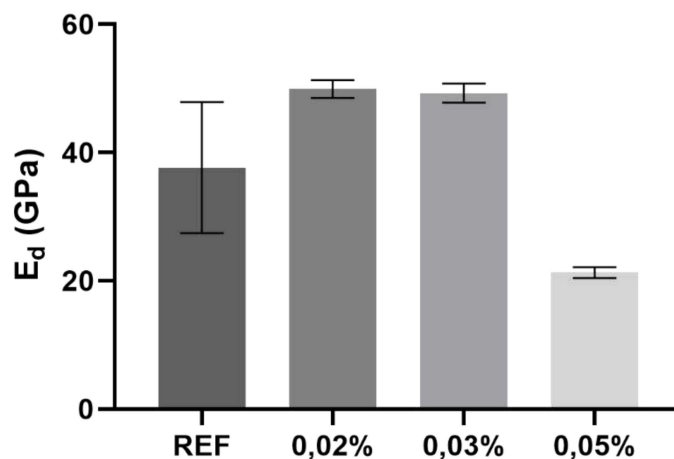
Para o módulo de elasticidade estático só houve diferença significativa entre o concreto de referência e o com concentração de 0,02%, como mostra o Gráfico 9. Já o módulo de elasticidade dinâmico não obteve diferença entre nenhum dos grupos ensaiados (Gráfico 10).

Gráfico 9 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade estático (E_{ci}).



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Gráfico 10 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade dinâmico (E_d).

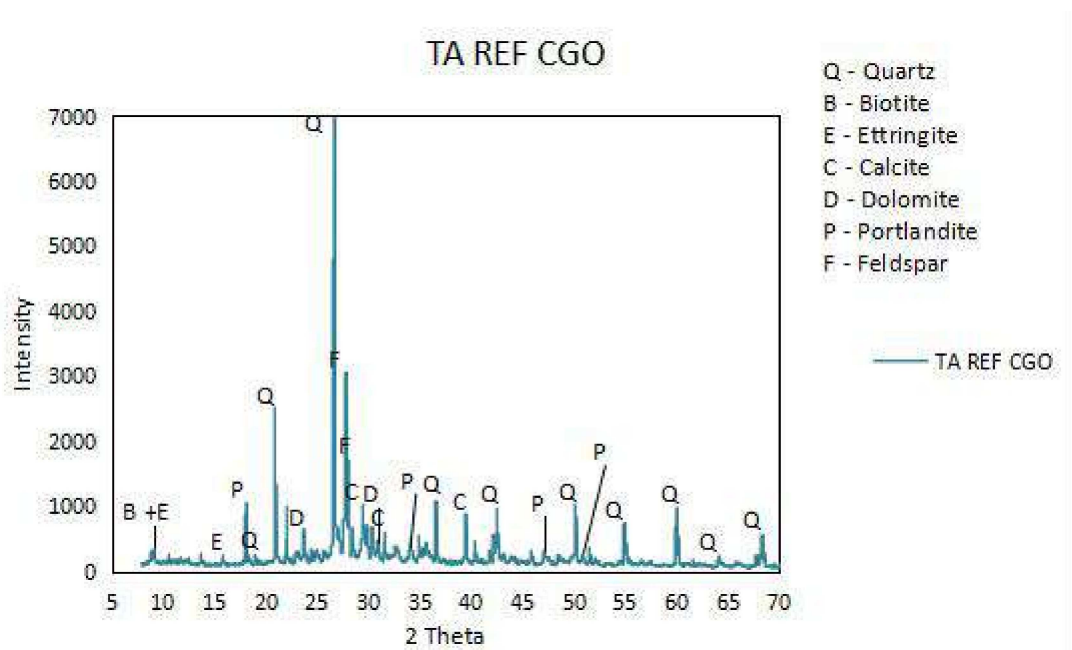


Fonte: Elaborado pela autora (2023).

4.2.5 DRX

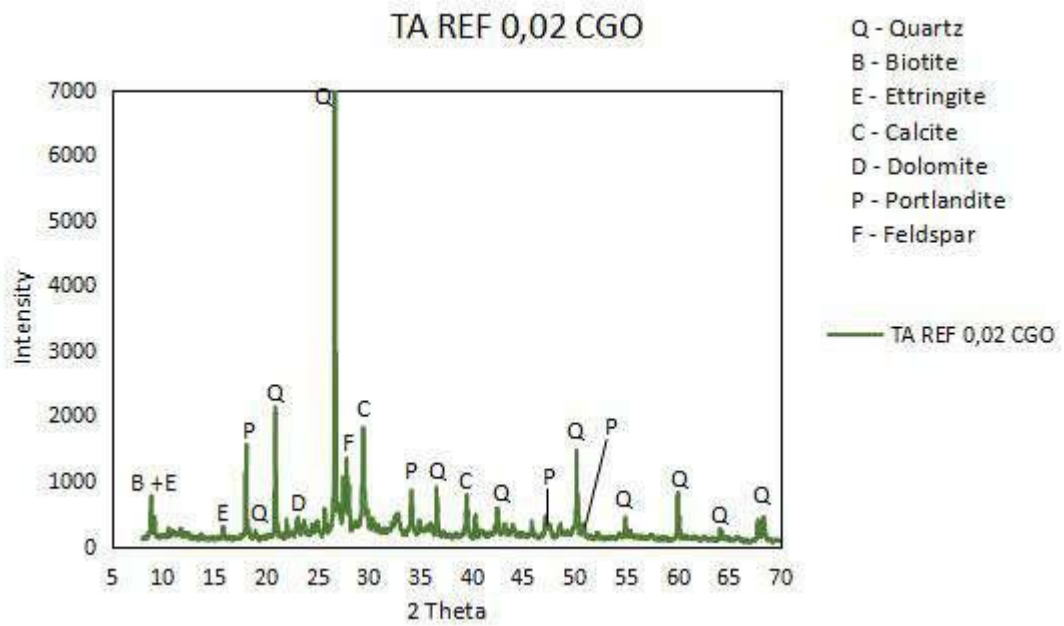
Os gráficos a seguir mostram os resultados obtidos através do ensaio de DRX.

Gráfico 11 - DRX do traço referênci (REF).



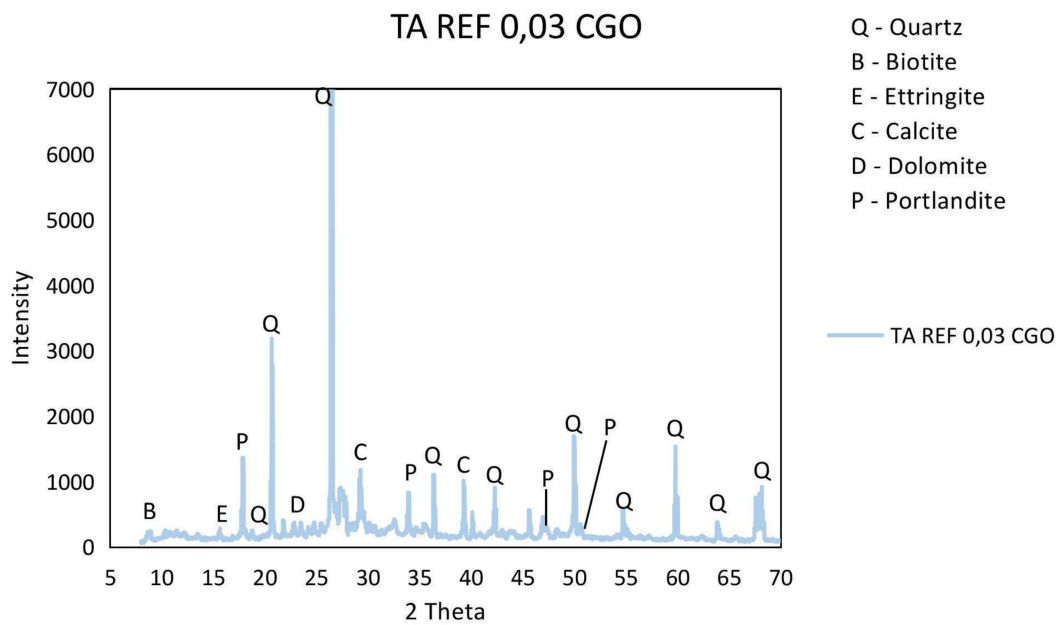
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Gráfico 12 - DRX do traço 0,02%.

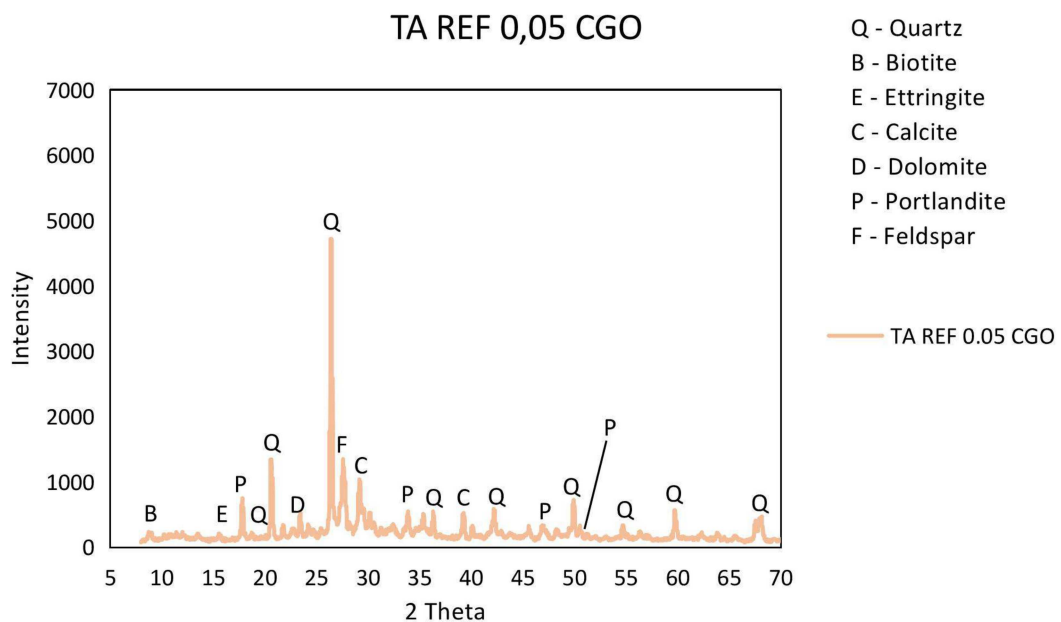


Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Gráfico 13 - DRX do traço 0,03%



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Gráfico 14 - DRX do traço 0,05%.

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Pela análise de DRX é possível verificar a caracterização estrutural do concreto após a adição do CGO em diferentes percentuais. A comparação gráfica permite afirmar que o CGO aumenta a amorfização do concreto, pois o desenvolvimento de ligações com os produtos de hidratação do cimento fez com que os elementos químicos usuais deste não se cristalizassem totalmente. Dessa forma, a hidratação do cimento ocorre de maneira mais acelerada, o que é positivo para as propriedades mecânicas e para a durabilidade do concreto.

Além disso, quanto maior o percentual utilizado, maior era a amorfização da estrutura, a qual é comprovada pela redução gradativa de intensidade nos picos dos gráficos. Resultado este corroborado por Devi e Khan (2020), onde obtiveram gráficos com redução de picos de acordo com o aumento da concentração de CGO.

Han e cols. (2022) também concluíram que, através da incorporação de GO, os picos de portlandita (CH) foram maiores, resultando assim em uma melhor hidratação do cimento.

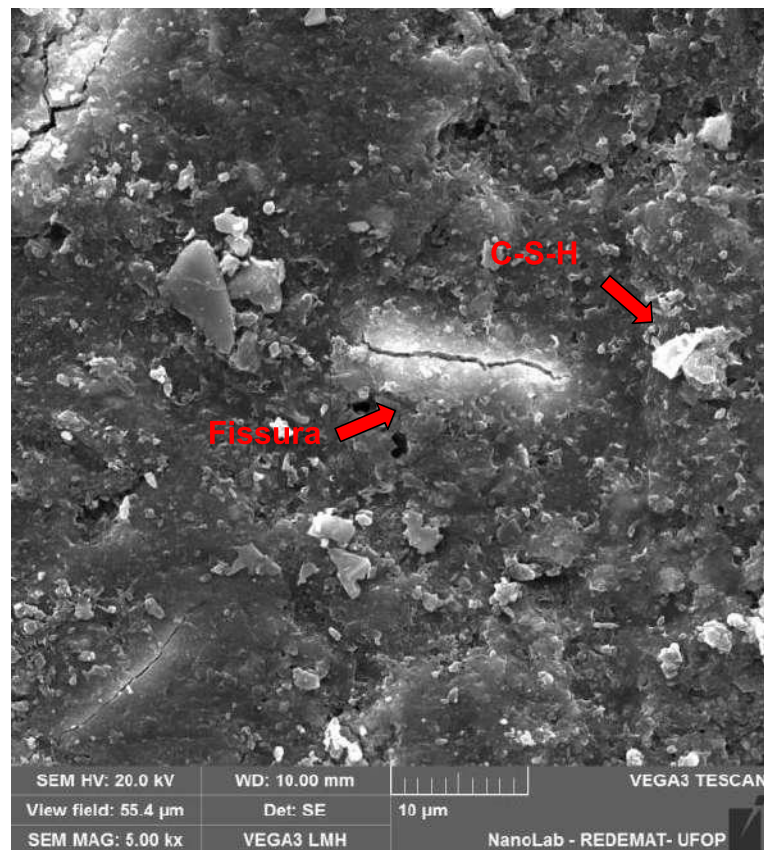
Válido ressaltar que, devido ao baixo percentual de CGO usado na mistura, não foram encontrados picos do mesmo na análise de DRX. Os gráficos mostraram ainda que as composições mineralógicas dos traços eram semelhantes entre si e que os picos de CH foram maiores para as concentrações de 0,02% e 0,03%,

causando uma hidratação acelerada.

4.2.6 MEV

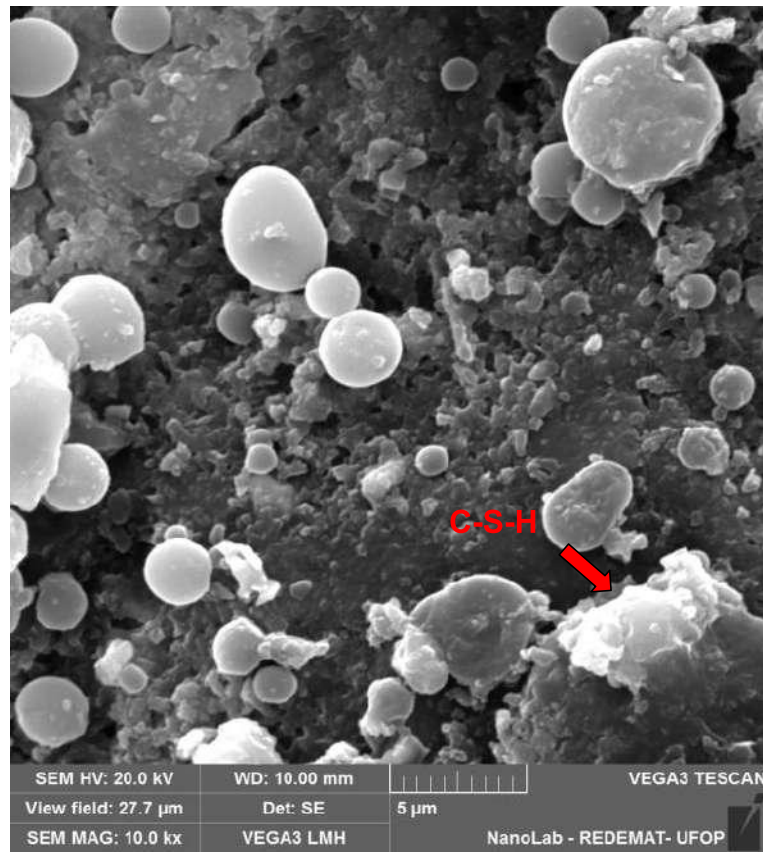
A análise de MEV foi realizada na UFOP com pequenas amostras do concreto para cada traço após os ensaios supracitados. As imagens a seguir ilustram o resultado obtido.

Figura 25 - MEV do traço REF, magnificação de 5.000x.



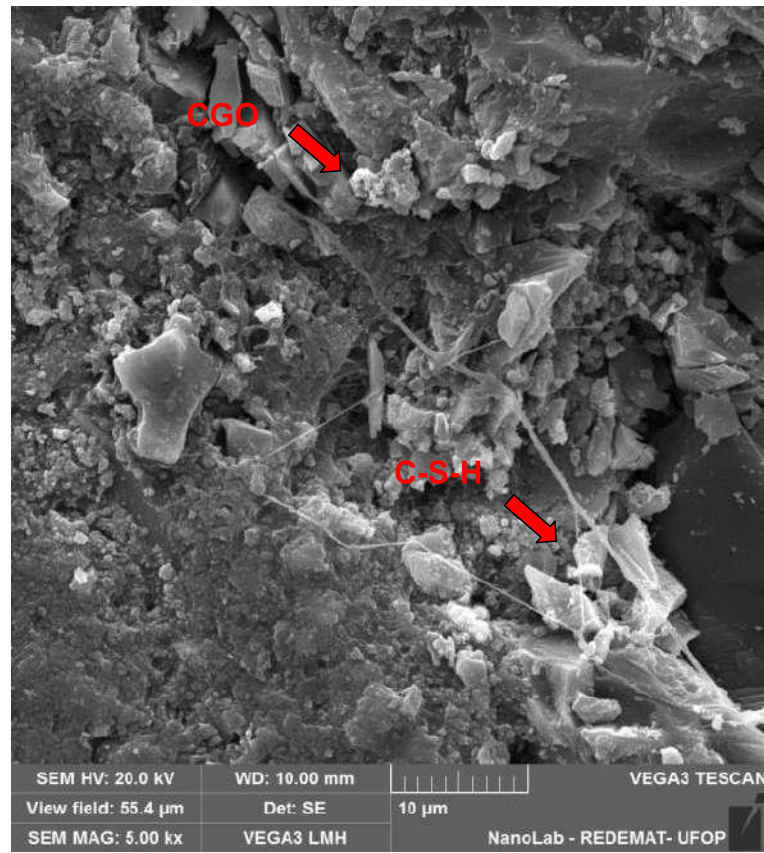
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 26 - MEV do traço REF, magnificação de 10.000x,



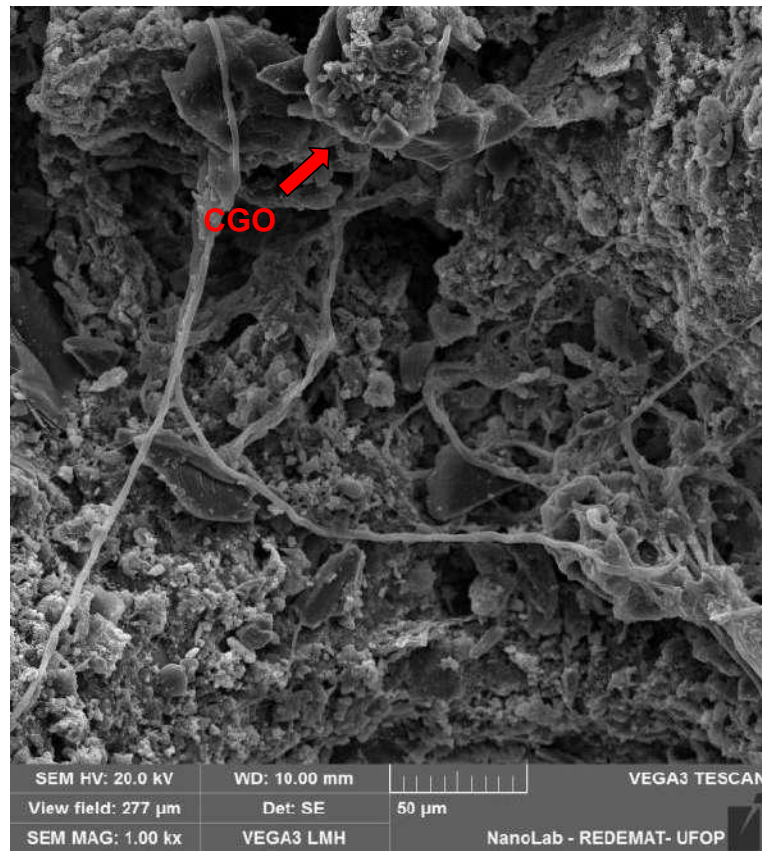
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 27 - MEV do traço 0,02%, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

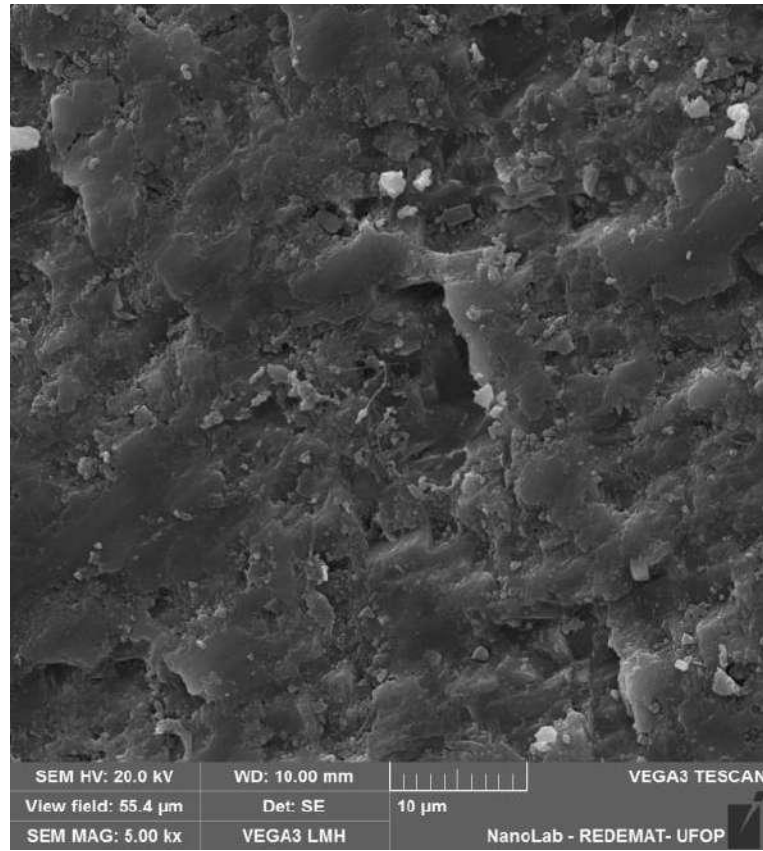
Figura 28 - MEV do traço 0,02%, magnificação de 10.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

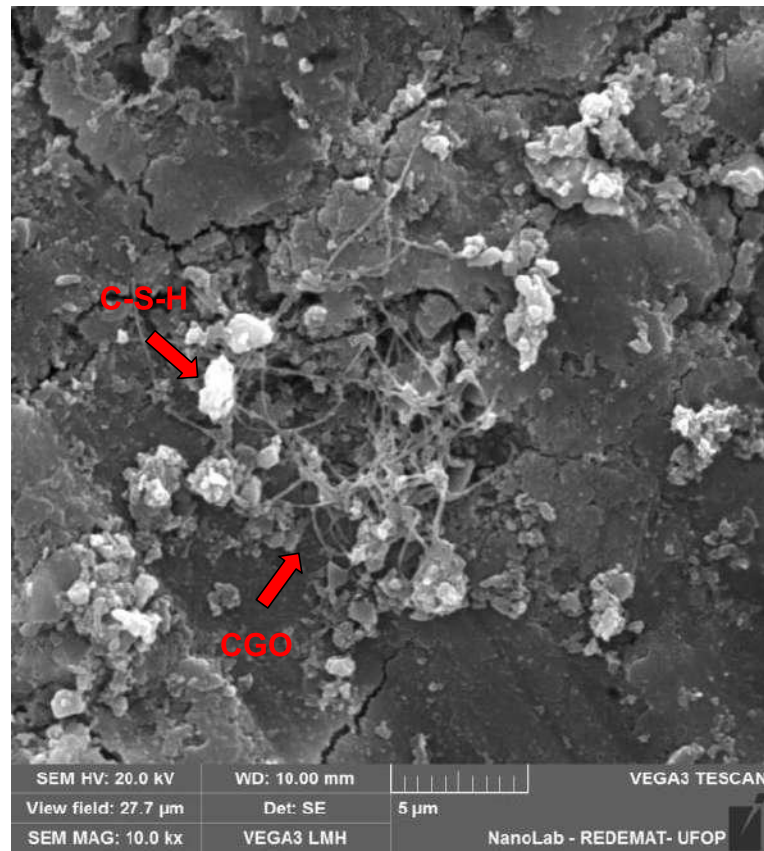
Pela análise das Figuras 25, 26, 27 e 28 há uma diferença nítida entre o concreto de referência e o com CGO. A presença desse óxido é percebida pelo surgimento de cristais em forma de flor, o que gera um concreto mais compactado e entrelaçado. Além disso, a quantidade de vazios diminui e a presença de fissuras é menos perceptível.

Figura 29 - MEV do traço 0,03%, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 30 - MEV do traço 0,03%, magnificação de 10.000x.

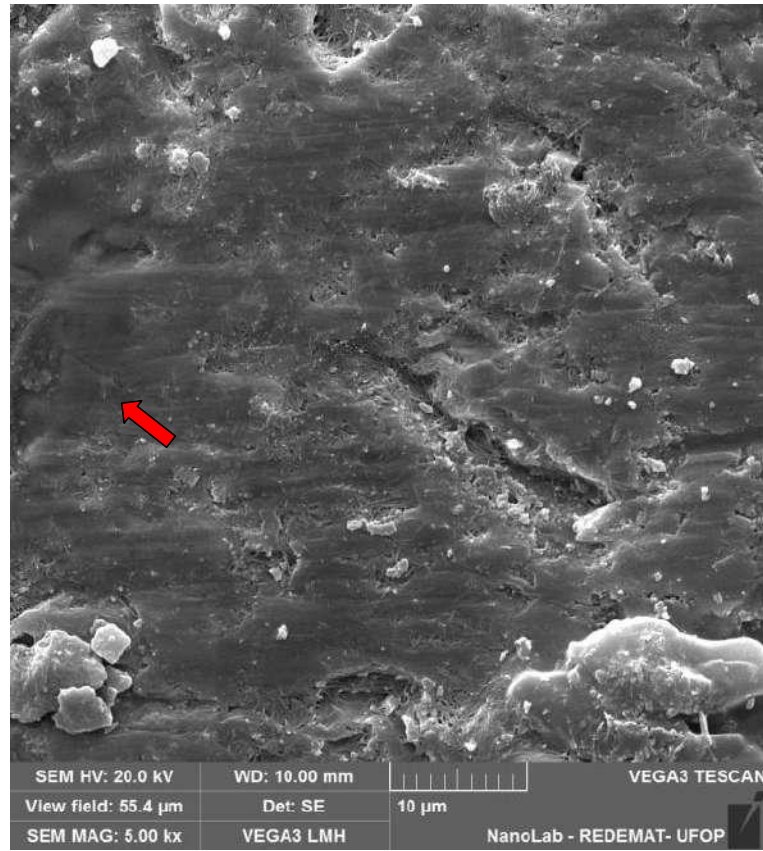


Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O mesmo é observado para o traço com 0,03% de CGO. Contudo, com o aumento da concentração desse óxido, começa a formação de cristais que se assemelham a fibras, além dos semelhantes às flores. Assim, é possível supor que o CGO tem influência na forma e na disposição dos produtos de hidratação do cimento.

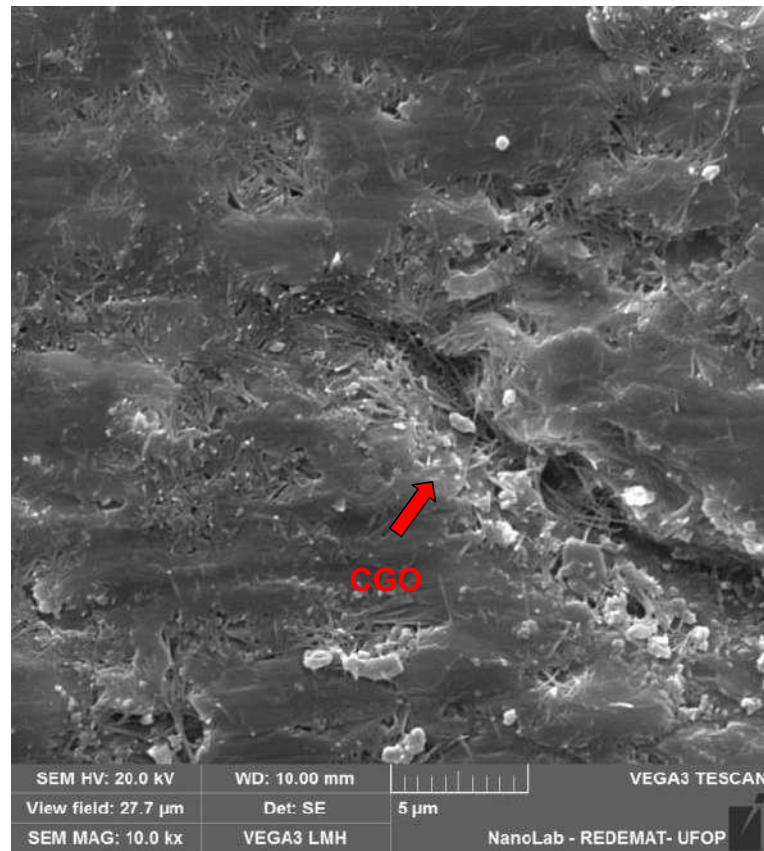
As concentrações de 0,02% e 0,03% mostraram uma forte ligação entre o CGO e a matriz de cimento, o que corrobora para os resultados obtidos e supracitados. Essa ligação é entre os grupos funcionais do CGO e os produtos de hidratação do cimento, principalmente o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), como pode ser observado nas imagens.

Figura 31 - MEV do traço 0,05%, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 32 - MEV do traço 0,05%, magnificação de 10.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

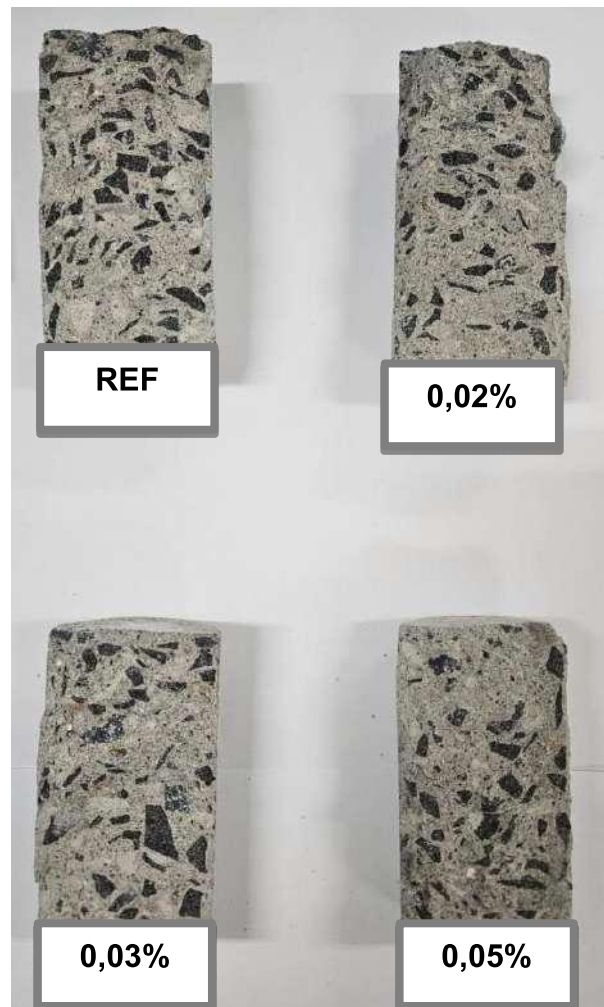
Na concentração de 0,05%, o CGO já não é mais percebido em forma de flor, e sim de bastões, os quais se assemelham às fibras anteriormente citadas. Além disso, é possível perceber uma má dispersão dessa concentração, o que confirma a tese proposta anteriormente.

As análises de MEV foram similares aos estudos de Lu e Ouyang (2017), Chen *et al.* (2019), Devi e Khan (2020), Anwar *et al.* (2020), Lv *et al.* (2016) e Wang, Yang e Ouyang (2019), os quais estudaram concretos com GO.

4.2.7 Análise visual

A Figura 33 a seguir mostra os corpos de prova de referência e os com 0,02%, 0,03% e 0,05% de CGO.

Figura 33 - Corpos de prova dos traços de REF, 0,02%, 0,03% e 0,05%.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Os corpos de prova foram obtidos a partir do ensaio de resistência à compressão axial, possibilitando a visualização da seção central dos mesmos. Há uma sutil diferença de coloração entre o corpo de prova com traço de referência e os demais com CGO. Os últimos são mais acinzentados devido ao CGO ser de cor preta, além de ser incorporado na mistura já diluído em água, a qual apresentou consequentemente a mesma coloração. Além disso, principalmente para a concentração de 0,05%, o agregado graúdo segregou mais, se concentrando na parte inferior do corpo de prova.

4.2.8 Determinação da melhor concentração de CGO

O fim da segunda etapa foi definido pela determinação da melhor concentração de CGO ensaiada. Para melhor defini-la, resumem-se todos os resultados na Tabela 16 a seguir, destacando a concentração que apresentou o melhor ganho percentual em relação à mistura de referência quando comparada as demais.

Tabela 16 - Resumo dos resultados encontrados comparados ao traço de referência.

Ensaio	Grupo Experimental		
	0,02%	0,03%	0,05%
Absorção	-36%	94%	95%
Índice de vazios	-36%	91%	90%
Massa específica real	-1%	-1%	-2%
Velocidade de pulso ultrassônico	12%	17%	-22%
Resistência à compressão axial	33%	14%	2%
Resistência à tração por compressão diametral	18%	7%	1%
Módulo de elasticidade estático	28%	14%	2%
Módulo de elasticidade dinâmico	33%	31%	-44%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Logo, a melhor concentração ensaiada foi a de 0,02% de CGO, confirmando a tese de que o aumento do percentual ocasiona uma má dispersão desse óxido na mistura. Além disso, é possível concluir que não basta apenas adicionar o CGO, pois diferentes percentuais exercem influências distintas no comportamento do concreto. Também é válido ressaltar, após comparação com pesquisas sobre a aplicação do GO em matrizes cimentícias presentes na literatura e neste trabalho, que a adição com o CGO, em sua maioria, apresentou maiores ganhos mesmo com menor percentual.

4.3 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS RESIDUAIS

Nessa fase foram avaliados os resultados tanto em temperatura ambiente (TA) para comparação, quanto após exposição às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C. As propriedades do concreto endurecido após essa exposição sofrem modificações e por isso são chamadas de residuais.

4.3.1 Ensaio de velocidade de pulso ultrassônico residual

Os resultados médios do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico (V) para cada traço são apresentados na Tabela 17 a seguir, com distinção entre TA e após serem expostos às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C.

Tabela 17 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.

Grupo experimental	V (m/s)					
	TA	300°C	TA	600°C	TA	900°C
REF	4006,78	2.584,67	3621,11	1.090,56	3632,22	447,33
0,02%	3495,89	1.651,78	3581,56	1.007,78	3839,56	544,00

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Na TA, o traço de referência apresentou o maior valor em número absoluto. Porém, em média, a velocidade de pulso ultrassônico do traço dosado com 0,02% foi 3% inferior ao de referência, apenas. Esses valores vão em desencontro ao resultado obtido na primeira etapa da pesquisa, na qual o percentual de 0,02% apresentou velocidade superior ao concreto de referência. Isso pode ser explicado por uma possível piora na dispersão do CGO nesta etapa, criando vazios na estrutura e afetando a velocidade.

A Tabela 18 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados a temperatura ambiente.

Tabela 18 - Comparação com a TA.

Grupo experimental	ΔV (m/s)		
	300°C	600°C	900°C
REF	-35%	-70%	-88%
0,02%	-53%	-72%	-86%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Como já era esperado, a velocidade de pulso ultrassônico sofre redução na medida em que a temperatura aumenta. Isso pode ser explicado devido ao aumento do número de vazios por conta da perda de água e decomposição dos produtos de hidratação, além da geração de microfissuras em razão da deterioração do concreto (RIBEIRO, TUTIKIAN, 2018).

Além disso, também é válido comparar as velocidades de ambos os grupos experimentais para cada elevação de temperatura, como exposto na Tabela 19 a seguir.

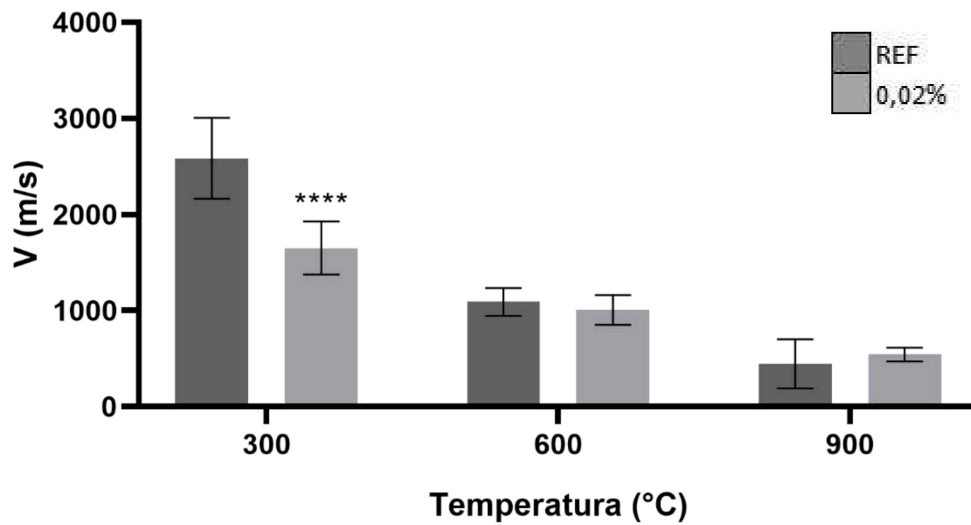
Tabela 19 - Comparação com o traço de referência.

Grupo experimental	ΔV (m/s)		
	300°C	600°C	900°C
0,02%	-36%	-8%	22%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O traço de referência apresentou os maiores valores para velocidade de pulso ultrassônico em número absoluto, com exceção da temperatura de 900°C. Nota-se que, na medida em que a temperatura de exposição aumenta, o concreto com 0,02% mostra tendência em apresentar melhores velocidades residuais, até mesmo superiores, como é o caso da temperatura de 900°C. É válido ressaltar a dificuldade de detecção de velocidade nessa temperatura, devido à elevada microfissuração do concreto.

Dessa forma, a análise estatística mostra que só houve diferença significativa na temperatura de 300°C entre os traços ensaiados (Gráfico 15).

Gráfico 15 - Avaliação estatística da velocidade de pulso ultrassônico (V).

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Pela classificação de Saint-Pierre *et al.* (2016) *apud* Natalli (2019) citada anteriormente, para as altas temperaturas os concretos foram classificados como pobres, tanto o de referência quanto o com 0,02% de CGO. Isso já era esperado, devido às razões supracitadas.

4.3.2 Ensaio de resistência à compressão axial residual

Os resultados médios do ensaio de resistência à compressão axial residual (f_c) para cada traço são apresentados na Tabela 20 a seguir, após serem expostos às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C.

Tabela 20 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial residual.

Grupo experimental	f_c (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	39,1	27,7	15,2
0,02%	47,0	33,0	18,5

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Como esperado, o concreto apresentou decréscimo da resistência com o aumento da temperatura de exposição para os dois traços ensaiados. Esse valor é expressivo a partir da temperatura de 600°C, pois nessa temperatura o concreto perde água livre presente em sua estrutura e a também presente na pasta do cimento, causando fissurações superficiais e expansão dos agregados. Como consequência surgem tensões internas que afetam negativamente a resistência à compressão da estrutura (DIAS *et al.*, 2020).

Além disso, segundo Yan *et al.* (2022), ocorre a desidratação e a decarbonatação na estrutura, como também a decomposição térmica do silicato de cálcio hidratado (C-H-S) e do carbonato de cálcio (CaCO₃), o que também contribui para a redução na resistência à compressão.

Comparados ao resultado de resistência à compressão supracitado na primeira etapa do estudo, temos o ilustrado na Tabela 21 a seguir.

Tabela 21 - Comparação com a TA.

Grupo experimental	Δf_c (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	1%	-28%	-61%
0,02%	-9%	-36%	-64%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Considerando o decréscimo de resistência com o aumento de temperatura, o traço de referência foi o que obteve os melhores resultados quando comparado ao valor de sua resistência em TA. A redução desse percentual é similar na temperatura de 900°C para os dois traços devido ao fato do CGO degradar a partir de 600°C (HAN *et al.*, 2022).

O aumento da resistência do traço de referência quando submetido à 300°C pode ser explicado devido a reação tardia de hidratação dos grãos de cimento, os quais preenchem os vazios do concreto e assim aumentam a resistência, similar a um processo de autoclavagem (HAN *et al.*, 2022; YAO E LU, 2021).

Contudo, quando comparamos os valores absolutos de resistência entre os traços ensaiado, o cenário é favorável a concentração de 0,02%. A Tabela 22 mostra as diferenças percentuais entre o traço de referência e o com CGO para elevadas

temperaturas.

Tabela 22 - Comparação com o traço de referência.

Grupo experimental	Δf_c (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
0,02%	20%	19%	22%

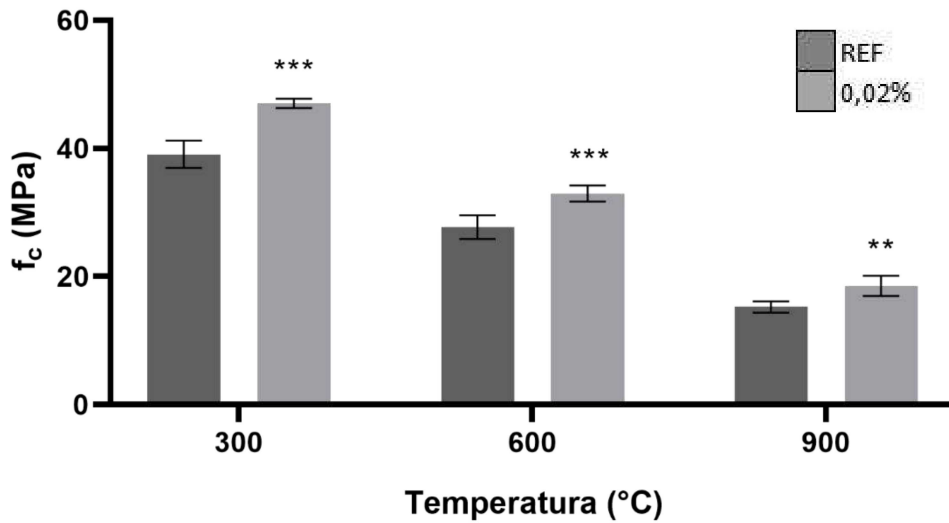
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O resultado encontrado é similar ao do estudo de Mohammed *et al.* (2017), no qual obtiveram uma redução de 70% na resistência à compressão para o concreto sem GO na temperatura de 800°C. Contudo, enquanto neste estudo a diminuição percentual de resistência com o aumento da temperatura foi similar entre o traço de referência e o traço com CGO, Mohammed *et al.* (2017) apresentaram uma redução de apenas 30% para o concreto com GO no valor dessa resistência para a temperatura de 800°C.

Já Han *et al.* (2022) ensaiaram concretos com 0,1%, 0,2% e 0,3% de GO e obtiveram resultado similar, com redução de 40 a 60% da resistência à compressão após exposição à temperatura de 1000°C.

Pela análise estatística, os ganhos de resistência à compressão da concentração de 0,02% de CGO são expressivos, já que para todas as temperaturas ensaiadas houveram diferenças entre esse grupo experimental e o concreto de referência (Gráfico 16).

Gráfico 16 - Avaliação estatística da resistência à compressão (f_c).



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Por fim, o concreto com CGO deste estudo apresentou melhores resultados de resistência comparado ao concreto de referência. Uma possível explicação é o fato do CGO ter efeito na retenção de água, a partir do fenômeno da nucleação, além de evitar a propagação de fissuras, funcionando como um reforço na estrutura.

4.3.2 Ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual

Os resultados médios do ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual (f_{ct}) para cada traço são apresentados na Tabela 23 a seguir, após serem expostos às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C.

Tabela 23 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual.

Grupo experimental	fct (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	9,7	5,4	1,4
0,02%	11,4	6,1	2,0

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Como também era esperado, o valor da resistência à tração reduz com o aumento de temperatura, com comportamento similar ao de resistência à compressão e devido as mesmas justificativas anteriormente citadas. A Tabela 24 mostra a comparação com o resultado de resistência à tração em temperatura ambiente apresentado na primeira etapa deste estudo.

Tabela 24 - Comparação com a TA.

Grupo experimental	Δfct (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	20%	-33%	-83%
0,02%	19%	-36%	-79%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O aumento de resistência na temperatura de 300°C também é observado para o concreto com CGO e pode ser explicado pela maior densificação da estrutura devido à presença desse óxido na matriz cimentícia, o que reduz a porosidade e intensifica o fenômeno da autoclavagem (HAN *et al.*, 2022).

A Tabela 25 mostra as diferenças percentuais entre o traço de referência e o com CGO para elevadas temperaturas.

Tabela 25 - Comparação com o traço de referência.

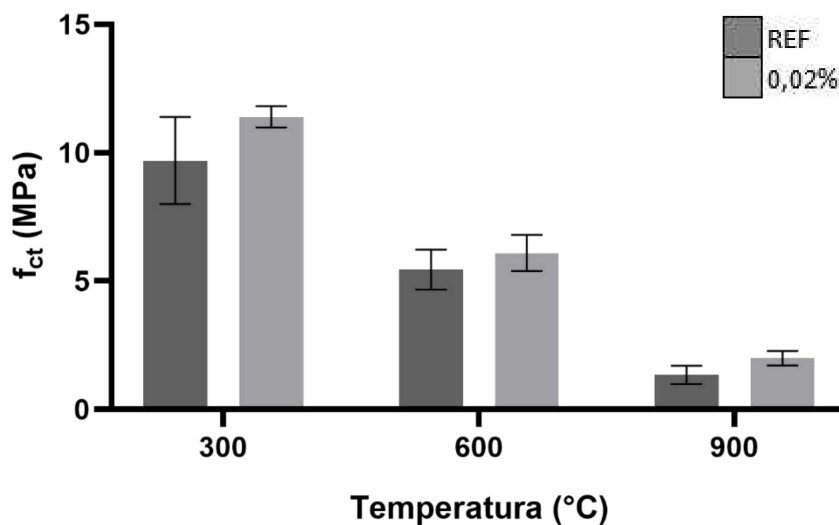
Grupo experimental	Δf_{ct} (MPa)		
	300°C	600°C	900°C
0,02%	17%	12%	49%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Assim, os resultados de resistência à tração com aumento da temperatura são similares ao de resistência à compressão. Porém, neste há uma maior degradação do concreto na medida em que a temperatura é elevada, tendo em vista a baixa capacidade do concreto em resistir às forças de tração. Mohammed *et al.* (2017) praticamente zerou a resistência à tração para o concreto de referência submetido à 800°C e reduziu em 47% para o concreto com GO. A justificativa é o desenvolvimento de muitas fissuras, tanto na escala micro quanto macro, devido as tensões térmicas e ao fato da resistência à tração ser mais suscetível a essas fissuras (METHA, 1999 *apud* MOHAMMED *et al.*, 2017).

A análise estatística mostra que não houveram diferenças significativas em todas as temperaturas ensaiadas (Gráfico 17).

Gráfico 17 - Avaliação estatística da resistência à tração (f_{ct}).



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

4.3.3 Ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico residuais

Os resultados médios do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático (E_{ci}) e dinâmico (E_d) residuais para cada traço são apresentados na Tabela 26 a seguir, após serem expostos às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C.

Tabela 26 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico residuais.

Grupo experimental	E _{ci} (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	31,6	14,1	5,7
0,02%	34,8	18,7	10,4

Grupo experimental	E _d (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	15,5	2,6	0,3
0,02%	4,7	1,9	0,7

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

É sabido que o aumento da temperatura causa aumento nos poros do concreto e maior ocorrência de microfissuração. Como o módulo de elasticidade quantifica a capacidade de deformação do concreto quando submetido a uma determinada tensão, é esperado que esse módulo apresente redução com o aumento de temperatura.

A Tabela 27 mostra a comparação com o resultado dos módulos de elasticidade estático e dinâmico em temperatura ambiente apresentados na primeira etapa deste estudo.

Tabela 27 - Comparação com a TA.

Grupo experimental	Eci (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	6%	-53%	-81%
0,02%	-18%	-56%	-76%

Grupo experimental	Ed (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
REF	-59%	-93%	-99%
0,02%	-91%	-96%	-99%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

O aumento do módulo de elasticidade estático do traço de referência para a temperatura de 300°C segue o mesmo comportamento do aumento de resistência à compressão, tendo em vista a similaridade dos ensaios para determinação dessas propriedades.

A redução expressiva do módulo de elasticidade dinâmico é diretamente influenciada pelo valor de velocidade de pulso ultrassônico, já que é uma propriedade quantificada a partir da correlação entre esses fatores.

A Tabela 28 mostra as diferenças percentuais quando os resultados são comparados ao traço de referência.

Tabela 28 - Comparação com o traço de referência.

Grupo experimental	Eci (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
0,02%	10%	32%	81%

Grupo experimental	Ed (GPa)		
	300°C	600°C	900°C
0,02%	-70%	-26%	118%

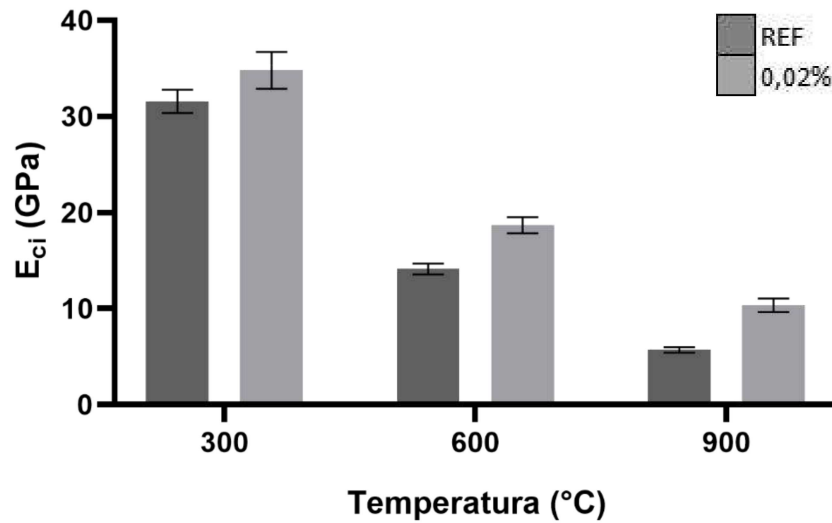
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Quanto maior o módulo de elasticidade, mais o concreto é capaz de suportar as cargas nele aplicadas. Por isso, é interessante a dosagem do concreto com CGO para o módulo de elasticidade estático, já que isso ocasionou aumento no valor desse fator para todas as temperaturas de exposição.

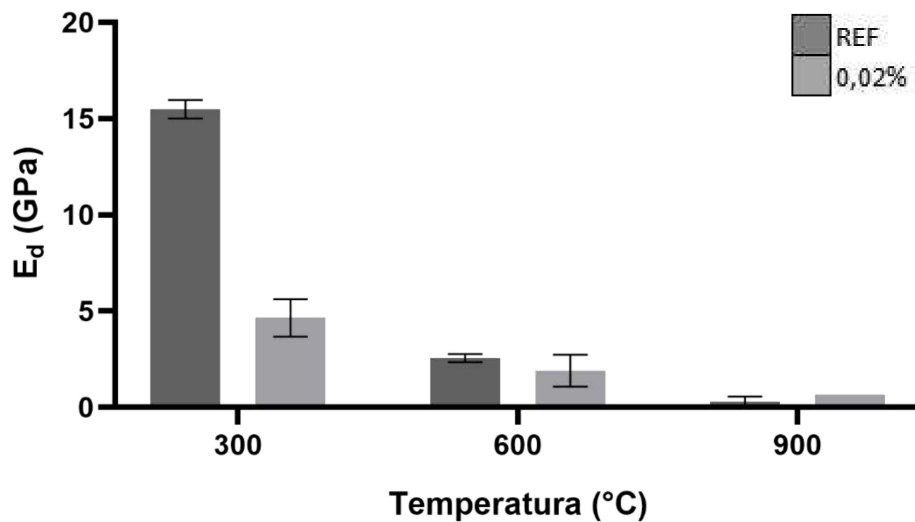
Para o módulo de elasticidade dinâmico, essa dosagem só se justifica na temperatura de 900°C, quando o CGO não existe mais na matriz cimentícia. Esse resultado corrobora com o obtido na velocidade de pulso ultrassônico residual, onde os valores foram menores para o concreto com 0,02% de CGO nas temperaturas de 300°C e 600°C comparado ao concreto de referência. A necessidade de haver um meio sólido para a propagação da onda ultrassônica explica esse decréscimo, pois as diferentes fases do concreto dosado com CGO submetido às altas temperaturas afeta esse valor de maneira negativa. Isso é explicado pela existência de diversos componentes na estrutura, como agregados, pasta de cimento, maior quantidade de vazios, bem como o próprio CGO (MENDES *et al.*, 2020).

Han *et al.* (2022) ensaiaram concretos com 0,1% de GO e obtiveram um aumento de 6% no módulo de elasticidade dinâmico à 250 °C. Já para as temperaturas de 500 °C, 750 °C e 1000 °C esse módulo apresentou redução, sendo similar ao resultado após exposição a temperatura de 600 °C deste estudo.

Pela análise estatística não houveram diferenças significativas entre os resultados para todas as temperaturas ensaiadas, tanto para o módulo de elasticidade estático (Gráfico 18), quanto para o dinâmico (Gráfico 19).

Gráfico 18 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade estático (E_{ci}).

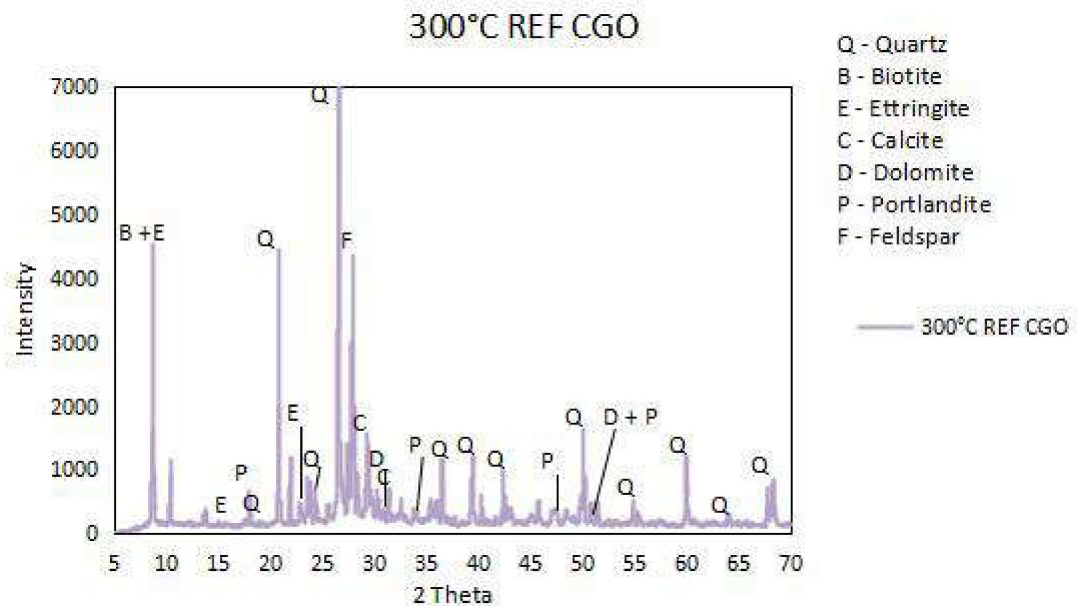
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Gráfico 19 - Avaliação estatística do módulo de elasticidade dinâmico (E_d).

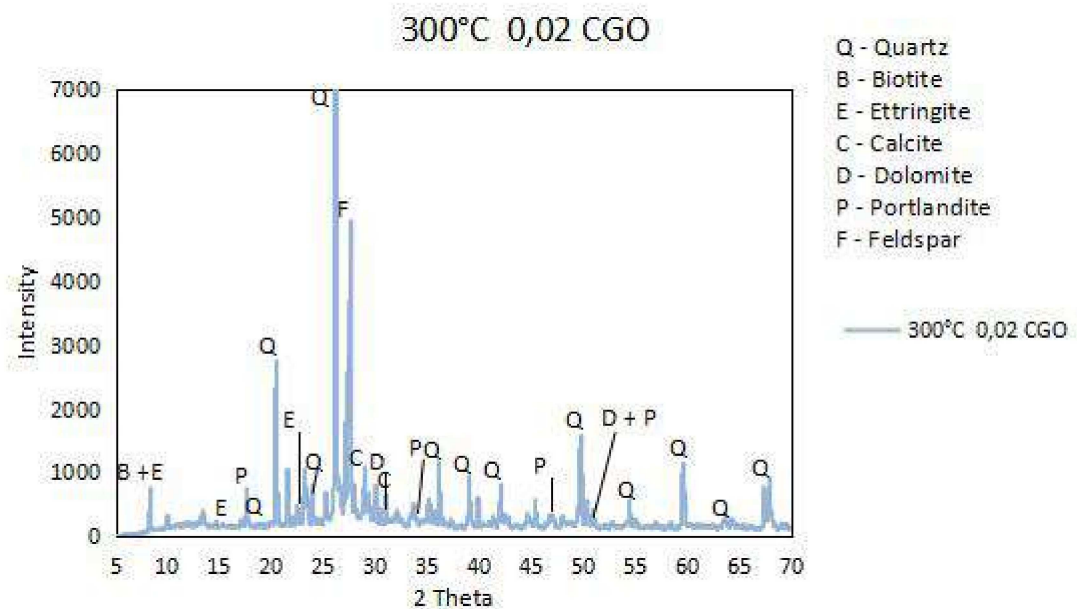
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

4.3.4 DRX

Os gráficos a seguir ilustram os resultados obtidos pelo ensaio de DRX para os traços após exposição às temperaturas de 300 °C, 600 °C e 900 °C.

Gráfico 20 - DRX para o traço REF após exposição à 300°C

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

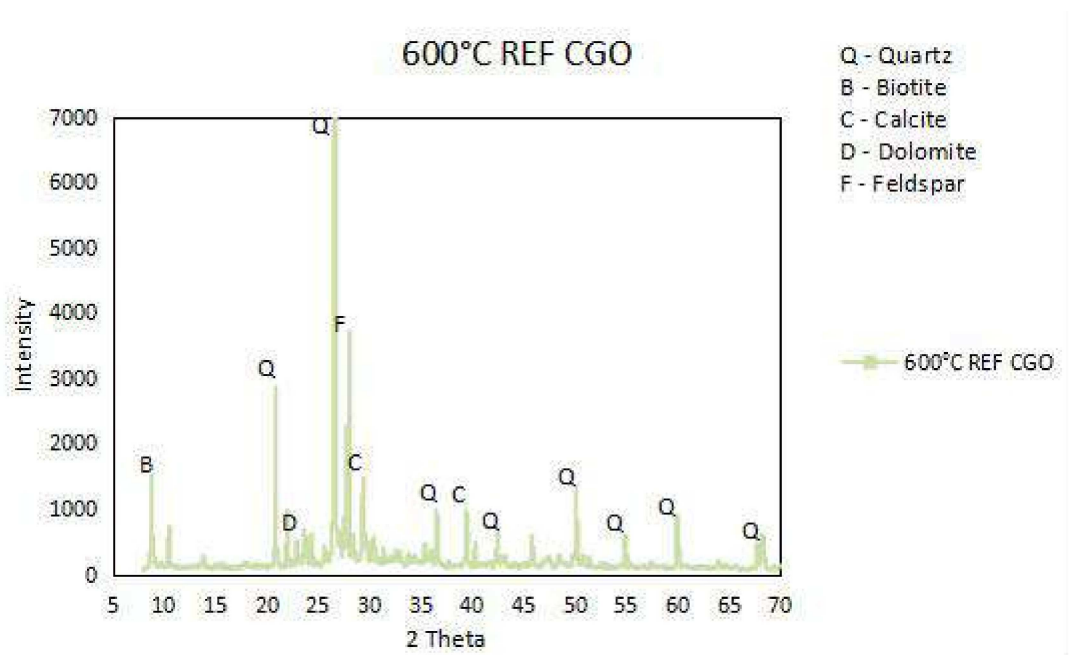
Gráfico 21 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 300°C.

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Em linhas gerais, comparando aos gráficos de TA obtidos na etapa anterior, as fases encontradas são as mesmas, pois à 300°C não há mudança abrupta dessas fases ou até mesmo a transformação em material amorfo.

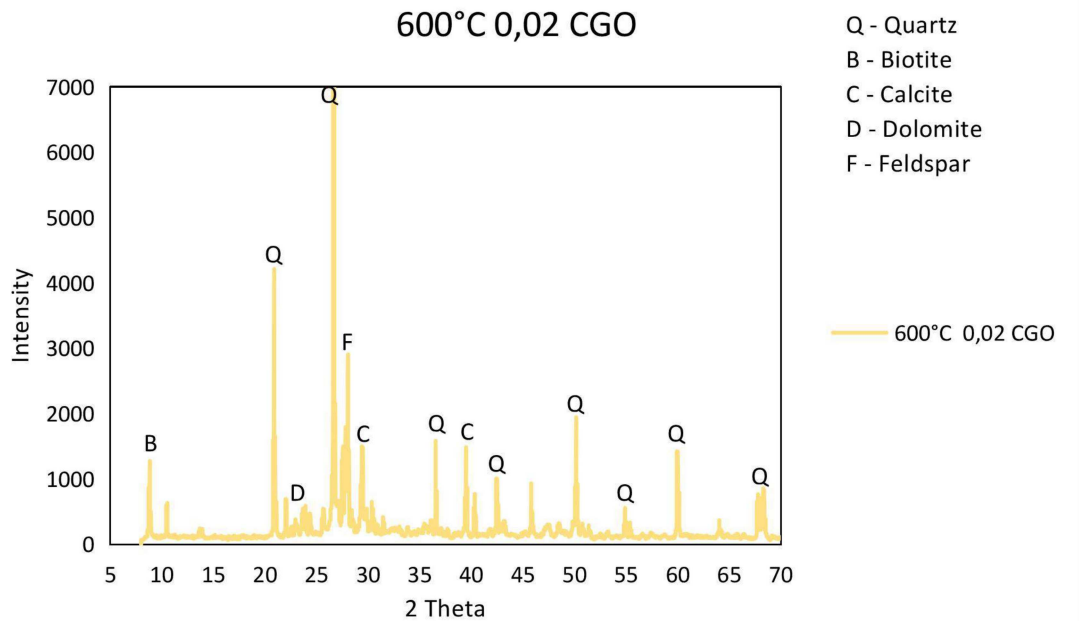
Contudo, quando comparamos o obtido pelo concreto de referência e o com 0,02% de CGO nota-se a redução dos picos para o concreto com presença de CGO. Isso significa que o CGO aumentou o número de material amorfo e impediu a cristalização das fases.

Gráfico 22 - DRX para o traço REF após exposição à 600°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

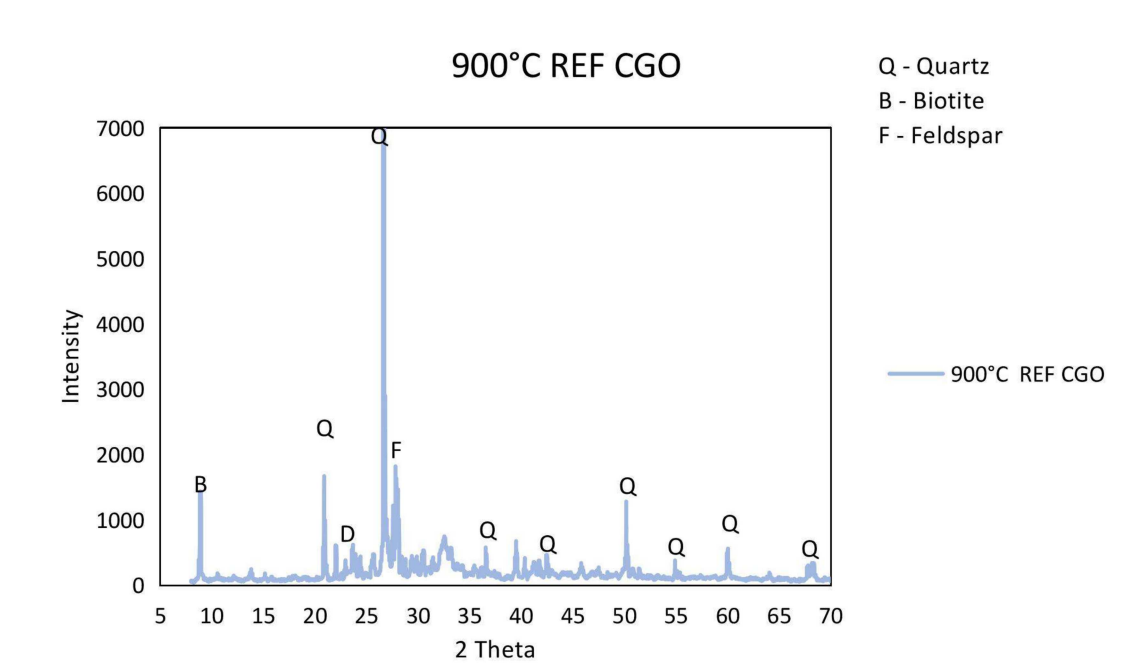
Gráfico 23 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 600°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

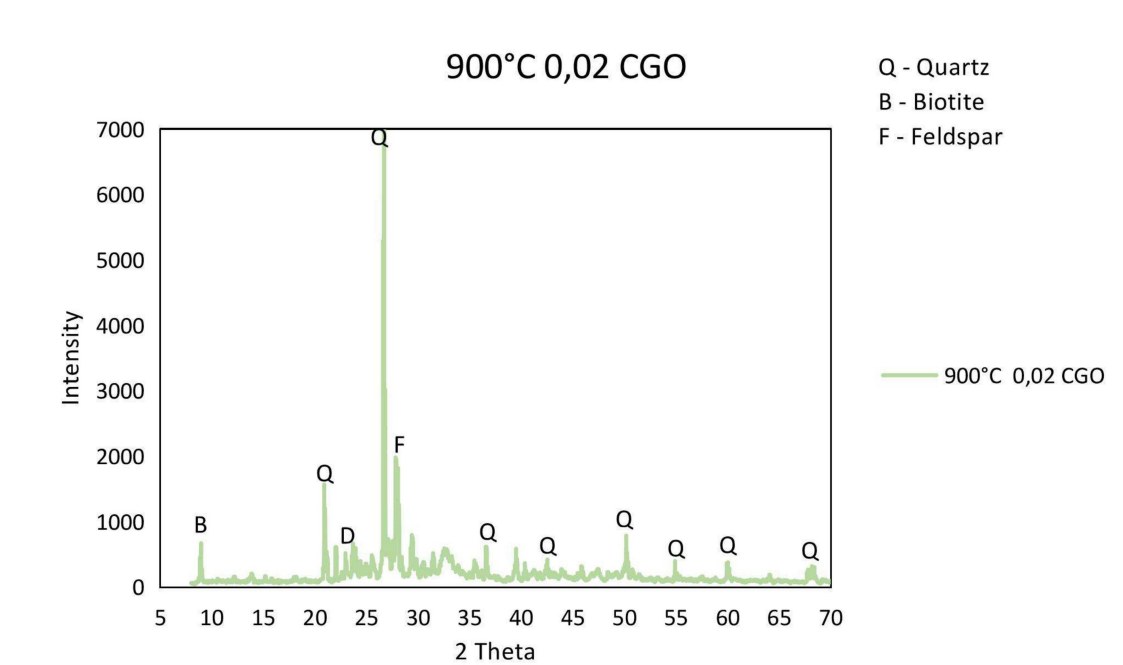
Comparando os resultados obtidos na temperatura de 600°C com os traços em TA supracitados é possível perceber a redução de componentes químicos detectados. A etringita é formada nos primeiros momentos da hidratação do cimento e na temperatura analisada esse composto já não está mais presente nos dois traços ensaiados, pois ela sofre desidroxilação à 250°C. Mesmo caso da portlandita, que também passa por desidroxilação entre 400°C e 500°C (CARDOSO, 2020).

Gráfico 24 - DRX para o traço REF após exposição à 900°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Gráfico 25 - DRX para o traço 0,02% após exposição à 900°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Quando na temperatura de 900°C mais dois compostos não aparecem mais na estrutura do concreto: calcita e dolomita. A primeira, em temperaturas de

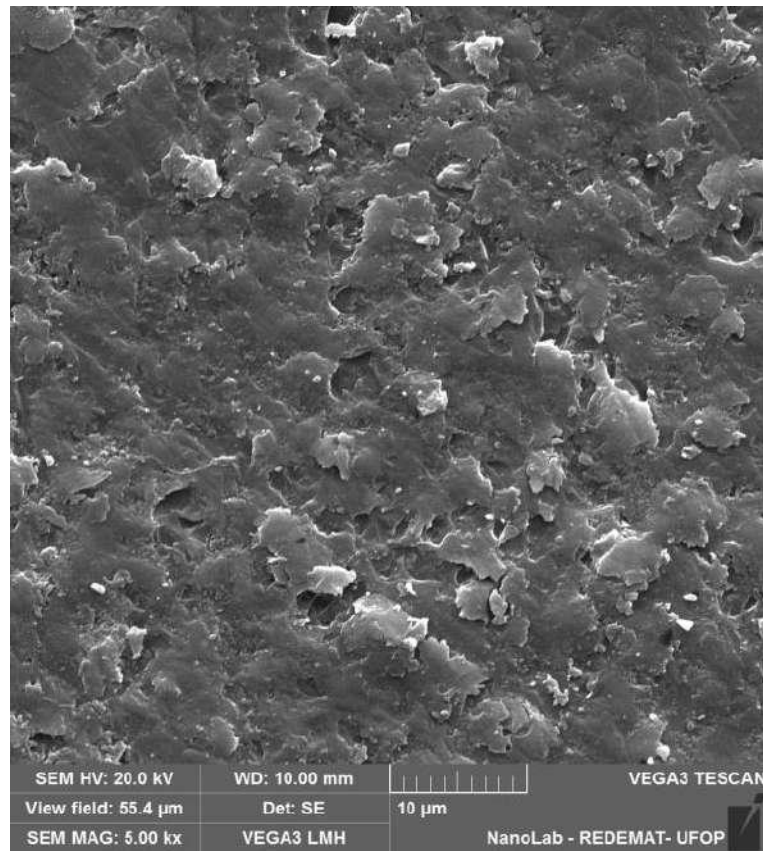
aproximadamente 850°C, se transforma em óxido de cálcio e dióxido de carbono (SILVA *et al.*, 2016). Já a segunda, em temperaturas superiores a 800°C, sofre o fenômeno da descarbonização, gerando assim o óxido de cálcio e dióxido de carbono (SANTOS *et al.*, 2021).

Com os resultados das análises de DRX é possível concluir que o CGO não causou a formação de nenhuma fase cristalina, e sim atuou como catalisador acelerador da hidratação do cimento, a partir da ligação covalente entre os grupos funcionais oxigenados do CGO com os produtos do cimento (LIN *et al.*, 2016 *apud* DEVI E KHAN, 2020).

4.3.5 MEV

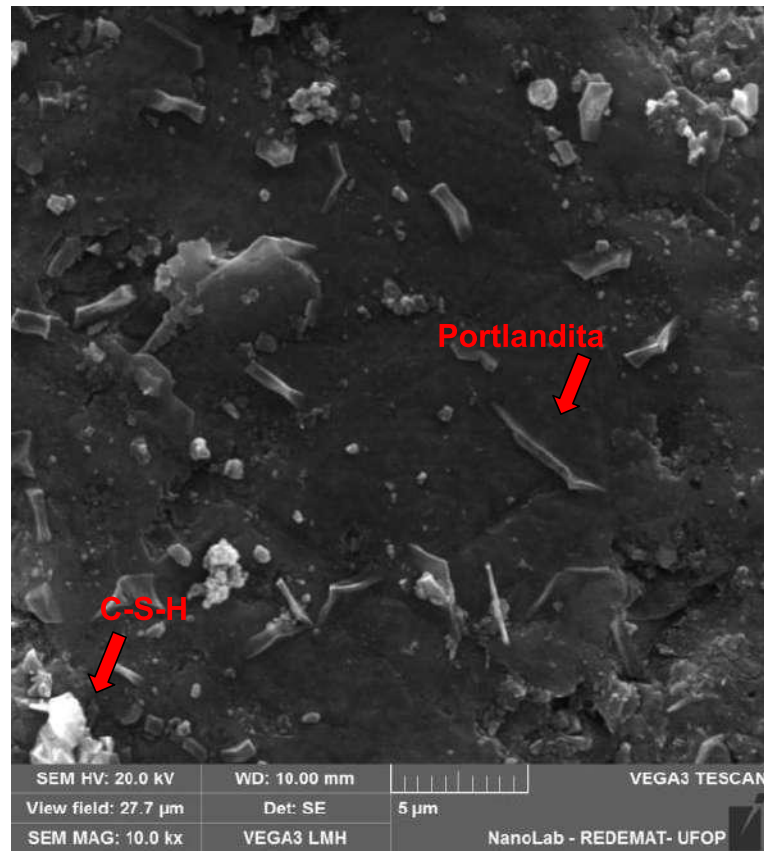
A análise de MEV foi feita para os dois traços ensaiados após exposição nas temperaturas de 300 °C, 600 °C e 900 °C.

Figura 34 - MEV do traço REF à 300°C, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

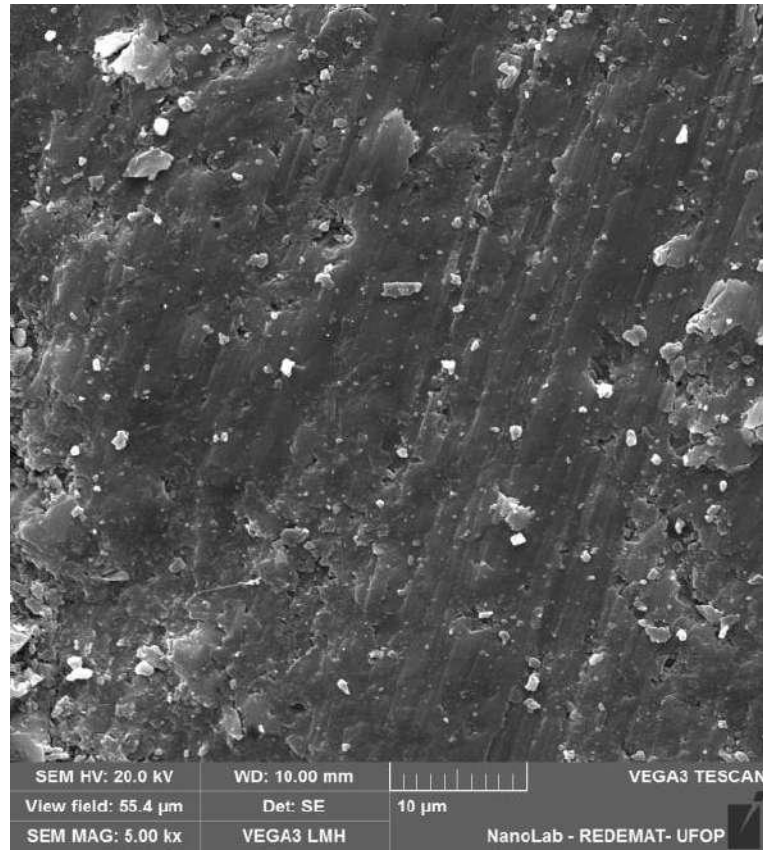
Figura 35 - MEV do traço REF à 300°C, magnificação de 10.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

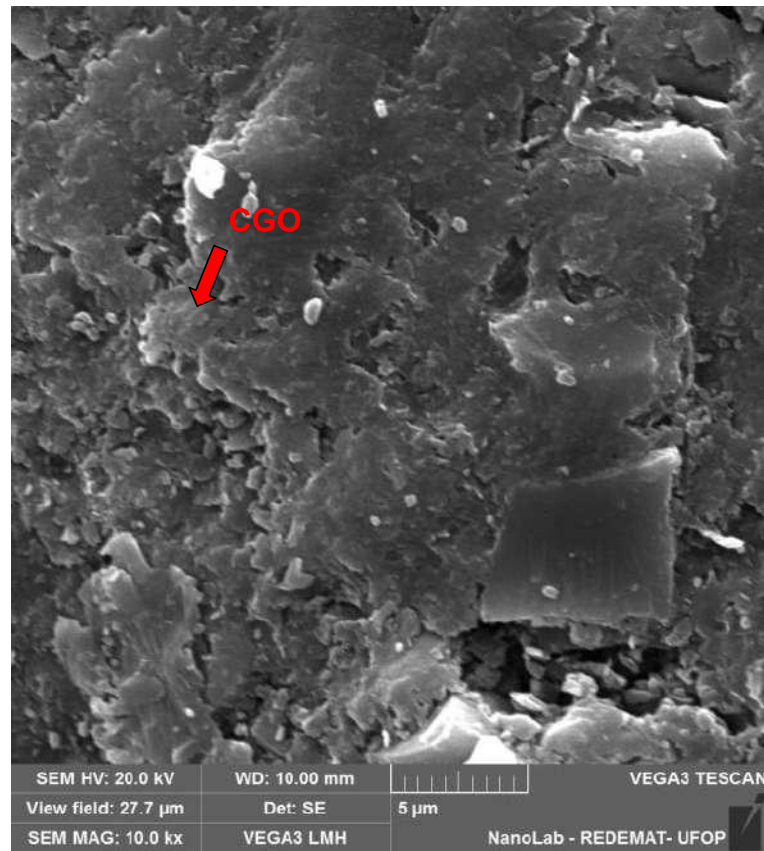
É possível perceber o início da desidratação dos produtos da hidratação do cimento, além da presença do C-S-H e da portlandita. Para essa temperatura já não é mais possível identificar a etringita.

Figura 36 - MEV do traço 0,02% à 300°C, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

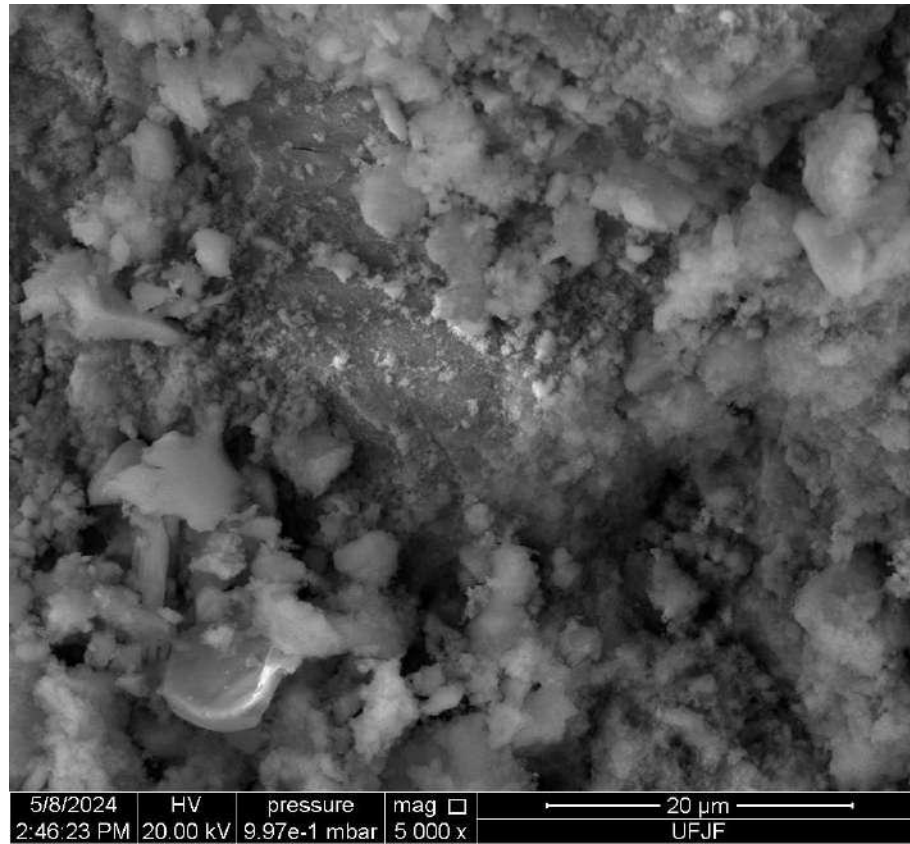
Figura 37 - MEV do traço 0,02% à 300°C, magnificação de 10.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

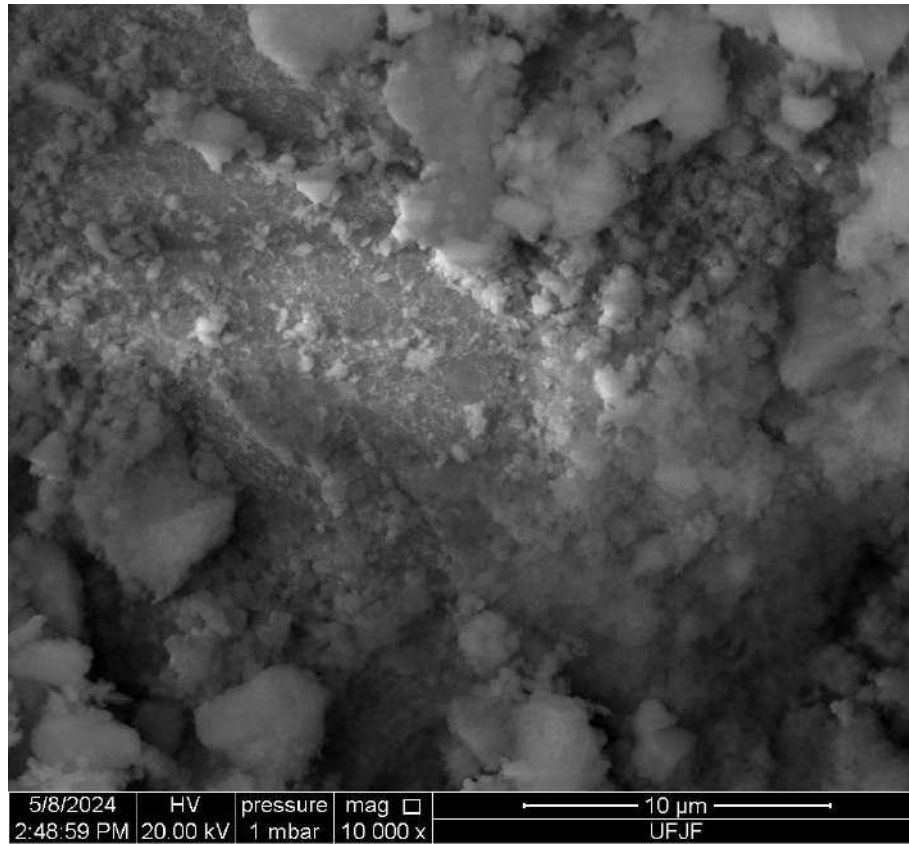
A comparação entre o concreto com CGO e o de referência permite observar que o primeiro, após exposição à temperatura de 300°C, sofreu menos com a microfissuração, devido a menor quantidade de poros presentes em sua estrutura.

Figura 38 - MEV do traço REF à 600°C, magnificação de 5.000x.



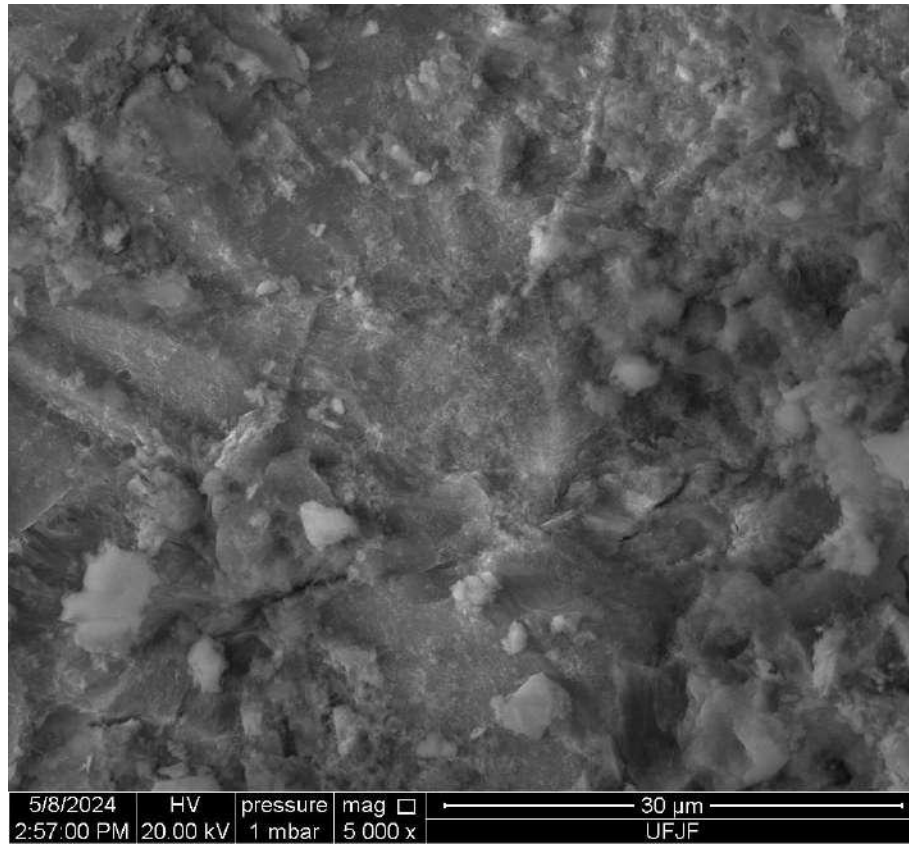
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 39 - MEV do traço REF à 600°C, magnificação de 10.000x.



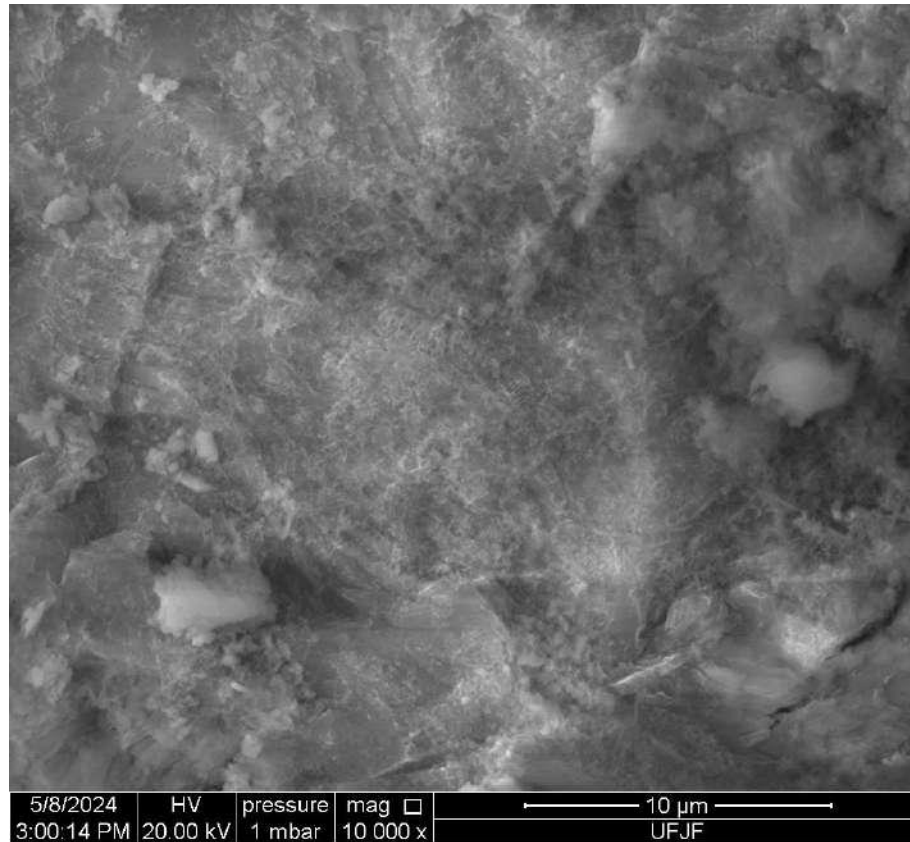
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 40 - MEV do traço 0,02% à 600°C, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

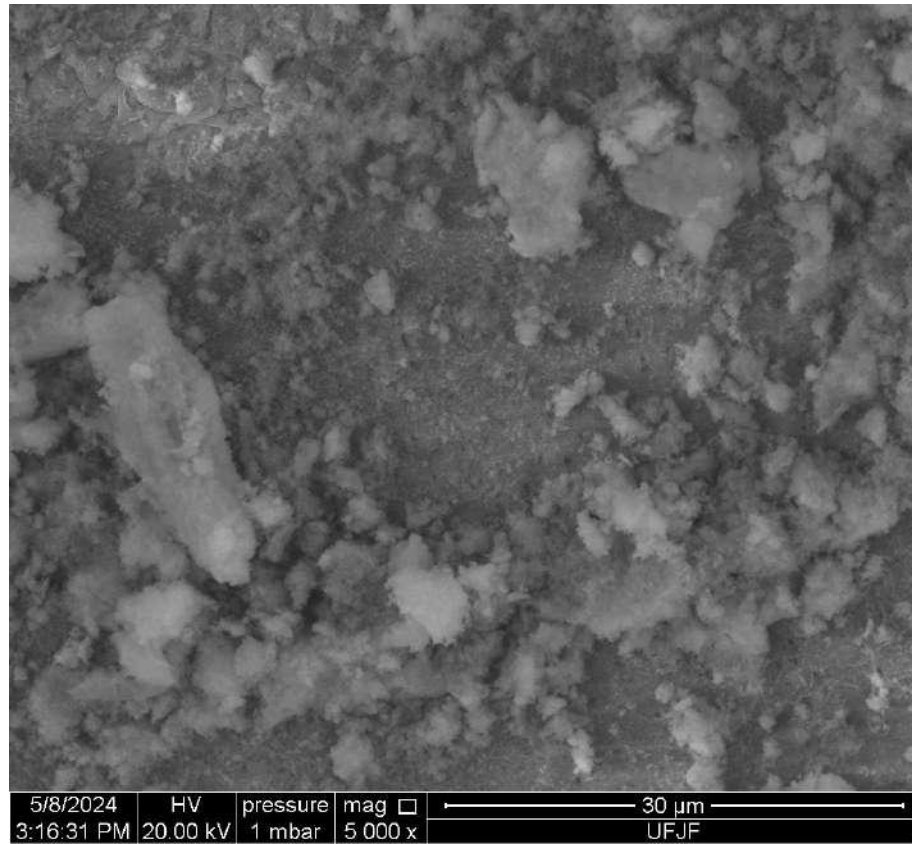
Figura 41 - MEV do traço 0,02% à 600°C, magnificação de 10.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

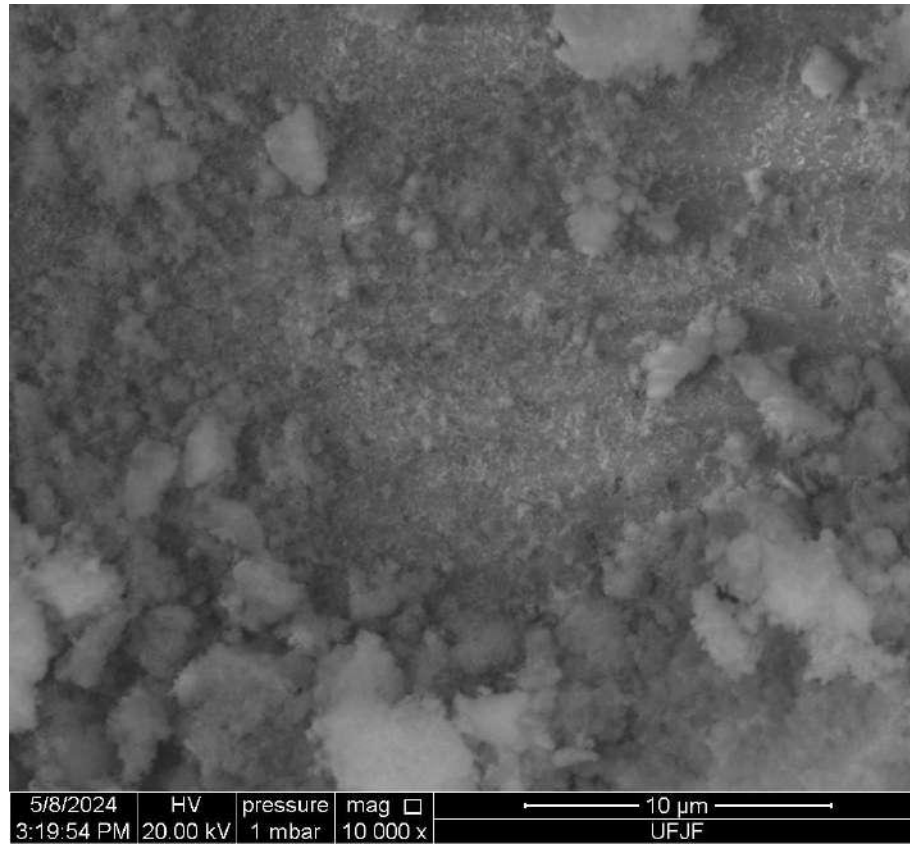
Pelas figuras é possível perceber o aumento na fissuração dos concretos ensaiados, devido ao aparecimento de maior quantidade de poros na estrutura. Além disso, o CGO não é mais encontrado nessa temperatura, pois já foi degradado.

Figura 42 - MEV do traço REF à 900°C, magnificação de 5.000x.



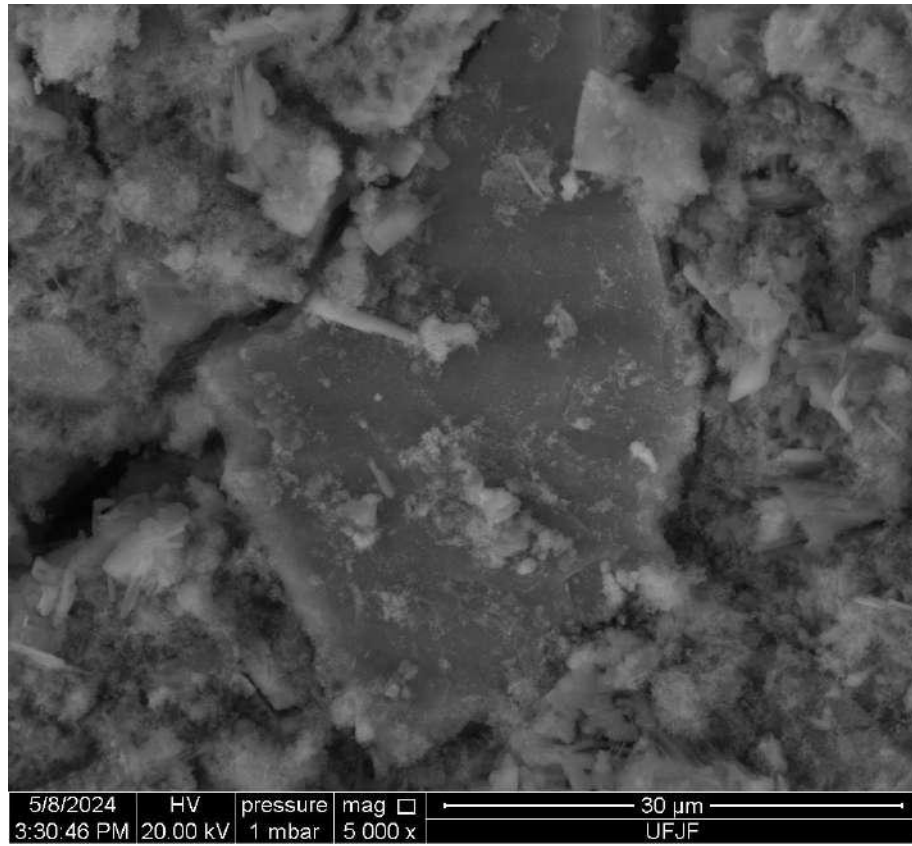
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 43 - MEV do traço REF à 900°C, magnificação de 10.000x.



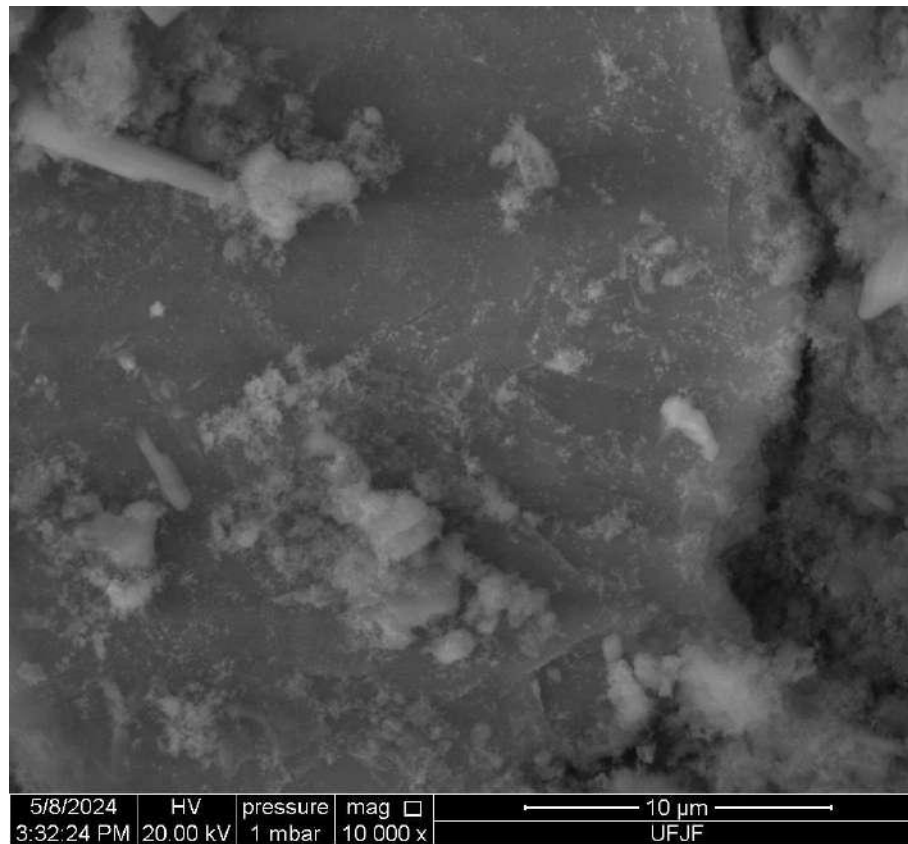
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 44 - MEV do traço 0,02% à 900°C, magnificação de 5.000x.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Figura 45 - MEV do traço 0,02% à 900°C, magnificação de 10.000x.



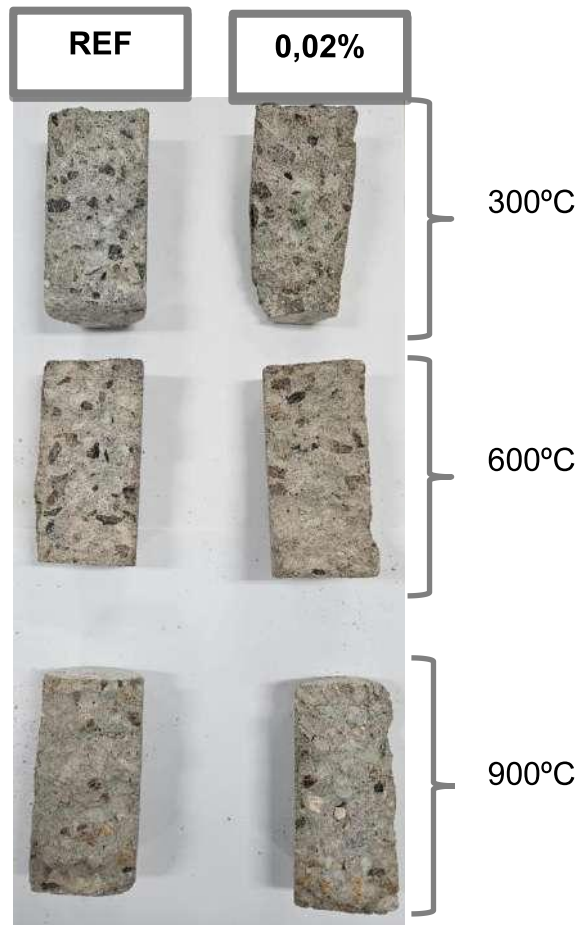
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Nessa temperatura é notório a fissuração intensa dos traços ensaiados, tanto o de referência como o com 0,02% de CGO. Porém, para esse último, esse processo é menos agudo se comparado ao concreto de referência.

4.3.6 Análise visual

A Figura 38 a seguir mostra os corpos de prova de referência e os com 0,02% de CGO após submetidos às temperaturas de 300°C, 600°C e 900°C.

Figura 46 - Corpos de prova dos traços de REF e 0,02% após exposição em altas temperaturas.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Os corpos de prova foram obtidos a partir do ensaio de resistência à compressão axial, possibilitando a visualização da secção central dos mesmos. Para a temperatura de 300°C não foi possível identificar diferenças nítidas entre as amostras. Na temperatura do 600°C, tanto o traço de referência quanto o com CGO apresentaram mudança de cor, sendo mais rosado como mostra a Figura 39.

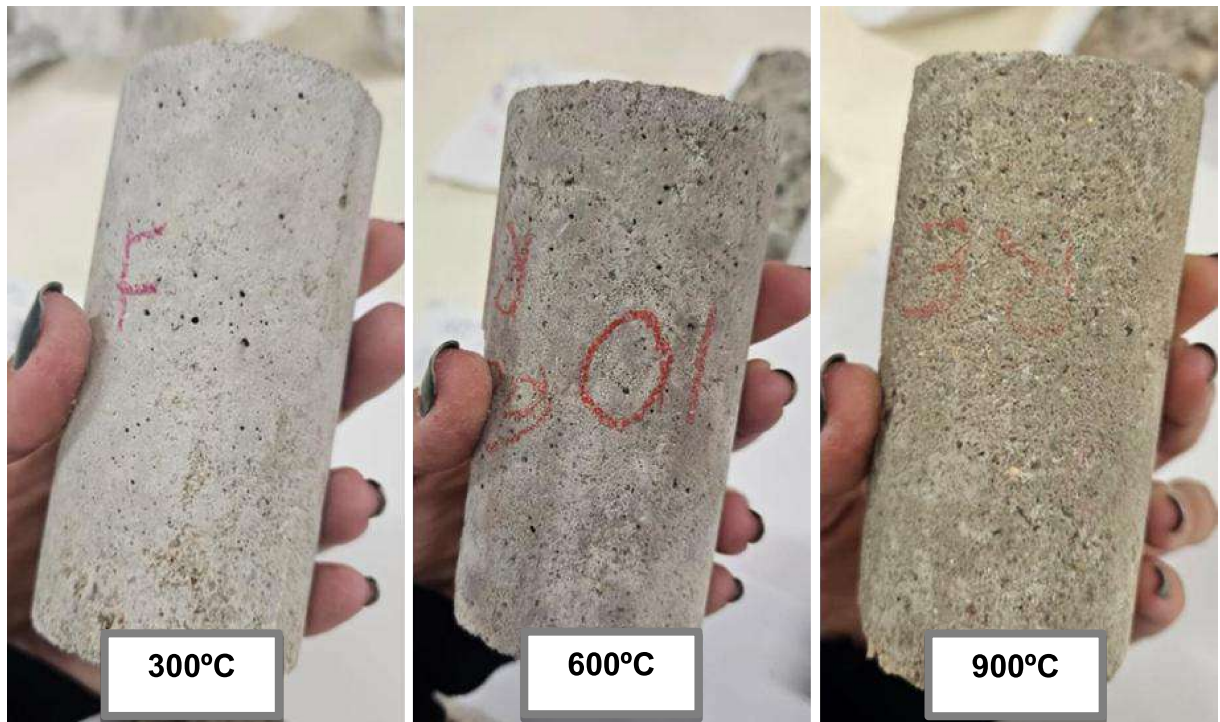
Figura 47 - Corpo de prova 0,02% de CGO exposto à temperatura de 600°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

E para a temperatura de 900°C também foi perceptível a diferença na coloração das amostras, sendo neste caso mais avermelhada. Cabe ressaltar que as temperaturas de 600°C e 900°C ocasionaram o surgimento de microfissuras no concreto, como já era esperado. Esse fenômeno é fruto das condições térmicas extremas na qual o corpo de prova é submetido, causando tensões na estrutura e lascamentos do concreto (ROCHA, 2018). A Figura 40 a seguir ilustra o aparecimento das microfissuras na medida em que a temperatura aumenta.

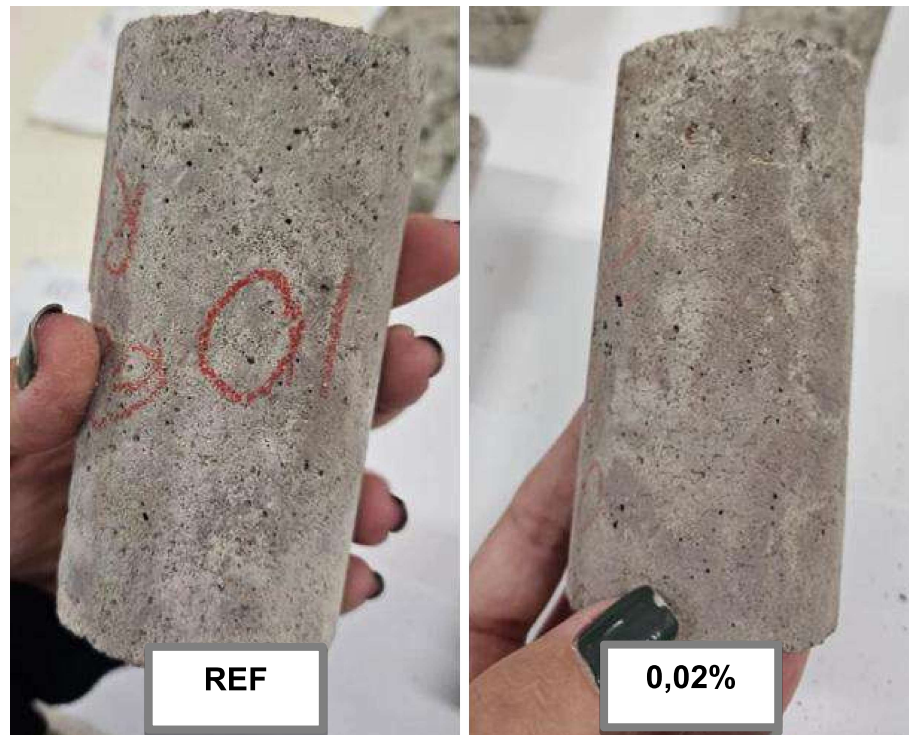
Figura 48 - Evolução das microfissuras nas amostras REF.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Além disso, percebe-se maior quantidade de microfissuras na estrutura no concreto de referência, como mostra a Figura 41.

Figura 49 - Microfissuras nas amostras REF e 0,02% à 600°C.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

4.3.7 Resumo

A Tabela 29 apresenta os resultados obtidos para cada temperatura ao fim dessa etapa de aquecimento. O objetivo é avaliar o concreto dosado com 0,02% de CGO com o concreto de referência. O percentual mostrado representa os ganhos ou perdas obtidas pelo concreto com CGO, dando destaque nos casos de ganhos.

Tabela 29 - Resumo dos resultados do concreto 0,02% comparado ao REF.

Ensaio	Temperatura		
	300°C	600°C	900°C
Velocidade de pulso ultrassônico	-36%	-8%	22%
Resistência à compressão axial	20%	19%	22%
Resistência à tração por compressão diametral	17%	12%	49%
Módulo de elasticidade estático	10%	32%	81%
Módulo de elasticidade dinâmico	-70%	-26%	118%

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Logo, a concentração de 0,02% de CGO para concretos submetidos em altas temperaturas se mostra positiva, visto que sua presença causou melhora nas propriedades termomecânicas residuais.

5 CONCLUSÃO

O objetivo do presente trabalho foi, primariamente, determinar a melhor concentração de CGO a ser adicionada ao concreto a partir dos resultados obtidos através de suas propriedades mecânicas. Na sequência, avaliou-se o comportamento termomecânico do concreto com a melhor concentração desse óxido expostos a elevados gradientes de temperatura e também foi verificado seu processo de degradação, compreendendo assim os possíveis ganhos com a adição proposta. Além disso, objetivava-se desenvolver uma metodologia para a adição do CGO ao concreto, como também avaliar a influência das diferentes concentrações do mesmo frente ao concreto de referência.

Conclui-se que o CGO revelou ter boas propriedades de reforço e microestruturais, devido aos seus grupos funcionais ativos, que nesse caso é a carbonila. Esse composto é capaz de influenciar o processo de hidratação do cimento e melhorar as propriedades mecânicas do concreto.

Os resultados dos ensaios realizados mostraram que:

- A escolha da concentração de CGO influencia diretamente na qualidade do concreto;
- A concentração de 0,03% apresentou piora nos valores de absorção e índice de vazios, apenas. A causa provável é a formação de microporos na estrutura;
- A concentração de 0,05% não obteve melhoria nos resultados em comparação ao concreto de referência e também com as demais concentrações. Além de também possivelmente ter gerado microporos, esse percentual de CGO não atingiu boa dispersão na matriz, como pode ser constatado nas imagens da MEV;
- Pela análise de DRX pode-se perceber que o CGO influencia positivamente o processo de hidratação do cimento e que o aumento da sua concentração causou maior amorfização no concreto;
- Com as imagens obtidas através da MEV foi possível verificar a ligação entre o CGO e os produtos de hidratação do cimento, em especial o C-S-H, bem como concluir que o aumento da concentração prejudica a dispersão desse óxido na matriz;

- Das concentrações avaliadas, a de 0,02% de CGO foi a que apresentou os melhores resultados, com exceção do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico. Os destaques mais positivos foram para a resistência à compressão axial e resistência à tração por compressão diametral, as quais obtiveram resultados 33% e 18% acima do concreto de referência, respectivamente. Essa foi a melhor concentração ensaiada e com ela prosseguiram-se os ensaios em elevadas temperaturas;
- O ensaio de velocidade com pulso ultrassônico residual categorizou o concreto com 0,02% de CGO como inferior ao de referência para todas as temperaturas ensaiadas, exceto a de 900°C;
- Em contrapartida, nos ensaios de resistência à compressão axial residual e resistência à tração por compressão diametral residual, o traço com CGO apresentou ganhos em todas as temperaturas, inclusive à 900°C, quando o CGO já não existe mais na estrutura. Isso é em razão desse óxido dificultar a propagação de microfissuras e ser capaz de reter mais água, evitando a formação de vazios;
- O ensaio de módulo de elasticidade estático residual também comprovou a melhora com a dosagem com CGO comparado ao concreto de referência, aumentando assim a capacidade resistiva do concreto a se deformado de forma não permanente quando uma carga é aplicada. Já o módulo de elasticidade dinâmico sofreu redução para o concreto com 0,02% de CGO devido à influência do resultado da velocidade de pulso ultrassônico residual;
- Com a análise de DRX concluiu-se que o CGO não causou a formação de nenhuma fase cristalina, e sim atuou como catalisador acelerador da hidratação do cimento;
- Com as imagens de MEV à 300°C foi visto que o concreto com CGO gerou menor quantidade de microfissuras, devido a menor quantidade de poros presentes em sua estrutura;
- Pela análise visual, o concreto com 0,02% de CGO apresentou menor microfissuração quando comparado ao de referência e ambos tiveram alteração de cor conforme o aumento da temperatura, como já era esperado.

Levando-se em consideração todos os resultados obtidos nessa pesquisa, pode-se afirmar que a dosagem do concreto com CGO é benéfica e apresenta

ganhos para as propriedades do mesmo, até quando submetido em altas temperaturas. De modo geral, o teor mais adequado e recomendado é o de 0,02% sobre o peso do cimento, com o qual foi possível obter as melhorias mais expressivas.

5.1 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos nessa pesquisa e pelo fato da literatura ainda ser incipiente em estudos que avaliam o concreto com a adição de CGO, sugerem-se os seguintes temas para trabalhos futuros:

- Avaliar a influência de outras concentrações de CGO no concreto após exposição a altas temperaturas, principalmente valores entre os percentuais de 0,02% e 0,03%;
- Avaliar a dosagem do concreto com óxido de grafeno rico em outros grupos oxigenados além da carbonila, como o grupo epóxi (EGO);
- Avaliar a durabilidade, a deterioração e a perda de massa do concreto com CGO após exposição a altas temperaturas;
- Avaliar a dosagem de concretos de alto desempenho com CGO;
- Avaliar o custo de produção desse concreto e analisar a pegada de carbono de concreto dosados com óxido de grafeno, devido a possibilidade de redução de carbono global no ambiente.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANWAR, A.; MOHAMMED, B. S.; WAHAB, M. A.; LIEW, M. S.. Enhanced properties of cementitious composite tailored with graphene oxide nanomaterial - A review. **Developments In The Built Environment**, v. 1, p. 100002, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11582: Cimento Portland - Determinação da expansibilidade Le Chatelier**. Rio de Janeiro, 1985.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14656: Cimento Portland e matérias-primas — Análise química por espectrometria de raios X — Métodos de ensaio**. Rio de Janeiro, 2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16372: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)**. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16607: Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega**. Rio de Janeiro, 1985.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16916: Agregado miúdo - Determinação da densidade e da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16917: Agregado graúdo - Determinação da densidade e da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16972: Agregados - Determinação da massa unitária e do índice de vazios**. Rio de Janeiro, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16973: Agregados - Determinação do material fino que passa pela peneira de 75 µm por lavagem**. Rio de Janeiro, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 17053: Agregado miúdo - Determinação de impurezas orgânicas**. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 17054: Agregados – Determinação da composição granulométrica – Métodos de ensaio**. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos**. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215: Cimento**

Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1985.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7218: Agregados – Determinação do teor de argila em torrões e materiais friáveis.** 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7222: Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos.** 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8522: Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão.** 2017.

ASSOCIAÇÃO DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8802: Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica.** 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9202: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura por meio da peneira 0,044 mm (número 325).** Rio de Janeiro, 1985.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.** 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 15: Cimento Portland - Análise química - Determinação de resíduo insolúvel.** Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 18: Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo.** Rio de Janeiro, 2012.

AZEVEDO, C. F.; CARVALHO, J. M. F.; MENDES, J. C.; CASTRO, A. S. S.; BARRETO, R. R.; PEIXOTO, R. A. F.. Compressive strength of reduced concrete specimens considering dimensional distortion of coarse aggregates. **Construction And Building Materials**, v. 257, p. 119448, 2020.

BASTOS, P. S. **Fundamentos do concreto armado.** 2019. Disponível em: <https://wwwp.feb.unesp.br/pbastos/concreto1/Fundamentos%20CA.pdf>. Acesso em: 28 maio 2020.

BAUTISTA-GUTIERREZ, K. P.; HERRERA-MAY, A. L.; SANTAMARÍA-LÓPEZ, J. K.; HONORATO-MORENO, A.; ZAMORA-CASTRO, S. A. Recent Progress in Nanomaterials for Modern Concrete Infrastructure: advantages and challenges. **Materials**, v. 12, n. 21, p. 3548, 2019.

CARDOSO, J. O. M.. **INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE NANOSÍLICA E NANO-METACAULIM NA FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA: ESTUDOS DE DISPERSÃO DAS ADIÇÕES E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE PASTAS SUBMETIDAS À CURA TÉRMICA.** 166 f. Tese (Doutorado) - Curso de

Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Sergipe, 2020.

CHEN, Z.; XU, Y.; HUA, J.; ZHOU, X.; WANG, X.; HUANG, L. Modeling Shrinkage and Creep for Concrete with Graphene Oxide Nanosheets. **Materials**, v. 12, n. 19, p. 3153, 2019.

CIMENTO NACIONAL. **MAX PERFORMANCE CP V-ARI**. Disponível em: <https://www.cimentonacional.com.br/produto/max-performance-cp-v-ari>. Acesso em: 18 fev. 2023.

COUTO, J. A. S.; CARMINATTI, R. L.; NUNES, R. R. A.; MOURA, R. C. A. O concreto como material de construção. **Cadernos de Graduação - Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 1, n. 17, p. 49-58, 2013.

DEVI, S. C.; KHAN, R. A. Compressive strength and durability behavior of graphene oxide reinforced concrete composites containing recycled concrete aggregate. **Journal Of Building Engineering**, v. 32, p. 101800, 2020.

DEVI, S. C.; KHAN, R. A.. Effect of graphene oxide on mechanical and durability performance of concrete. **Journal Of Building Engineering**, v. 27, p. 101007, 2020.

DIAS, A. R. DE O.; AMANCIO, F. A.; RAFAEL, M. F. DE C.; CABRAL, A. E. B.. Comportamento do concreto submetido a elevadas temperaturas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 25, n. 2, 2020. FapUNIFESP (SciELO).

EBRAHIMI, K.; DAIEZADEH, M. J.; ZAKERTABRIZI, M.; ZAHMATKESH, F.; KORAYEM, A. H. A review of the impact of micro- and nanoparticles on freeze-thaw durability of hardened concrete: mechanism perspective. **Construction And Building Materials**, v. 186, p. 1105-1113, 2018.

FERNANDES, B.; GIL, A. M.; BOLINA, F. L.; TUTIKIAN, B. F.. Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, v. 10, n. 4, p. 838-863, 2017.

GONG, K.; PAN, Z.; KORAYEM, A. H.; QIU, L.; LI, D.; COLLINS, F.; WANG, C. M.; DUAN, W. H. Reinforcing Effects of Graphene Oxide on Portland Cement Paste. **Journal Of Materials In Civil Engineering**, v. 27, n. 2, p. 1-6, 2015.

HAN, S.; HOSSAIN, M. S.; HA, T.; YUN, K. K.. Graphene-oxide-reinforced cement composites mechanical and microstructural characteristics at elevated temperatures. **Nanotechnology Reviews**, v. 11, p. 3174–3194, 2022.

HUANG, X.; QI, X.; BOEY, F.; ZHANG, H. Graphene-based composites. **Chem. Soc. Rev.**, v. 41, n. 2, p. 666-686, 2012.

IM, H.; KIM, J. Thermal conductivity of a graphene oxide–carbon nanotube hybrid/epoxy composite. **Carbon**, v. 50, n. 15, p. 5429-5440, 2012.

LABORATÓRIO DE MICROSCOPIA E MICROANÁLISES - UFOP. **Microscópio**

Eletrônico de Varredura - MEV. Disponível em:
<https://lmic.degeo.ufop.br/microscopia-eletr%C3%B4nica>. Acesso em: 22 fev. 2024.

LIMA, A. H.. **Síntese e Caracterização de Óxido de Grafeno e Aplicações em Eletrônica Orgânica.** 2017. 147 f. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Física. Área de Concentração: Física da Matéria Condensada, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2017.

LIN, C.; WEI, W.; HU, Y. H.. Catalytic behavior of graphene oxide for cement hydration process. **Journal Of Physics And Chemistry Of Solids**, v. 89, p. 128-133, 2016.

LIU, L.; ZHANG, J.; ZHAO, J.; LIU, F. Mechanical properties of graphene oxides. **Nanoscale**, v. 4, n. 19, p. 5910, 2012.

LU, L.; OUYANG, D. Properties of Cement Mortar and Ultra-High Strength Concrete Incorporating Graphene Oxide Nanosheets. **Nanomaterials**, v. 7, n. 7, p. 187, 2017.

LV, S. H.; DENG, L. J.; YANG, W. Q.; ZHOU, Q. F.; CUI, Y. Y.. Fabrication of polycarboxylate/graphene oxide nanosheet composites by copolymerization for reinforcing and toughening cement composites. **Cement And Concrete Composites**, v. 66, p. 1-9, 2016.

MALHOTRA, V. M.; CARINO, N. J. **Handbook on Nondestructive Testing of Concrete.** 2 ed. Boca Raton, Florida: CRC Press. 2004.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais.** 3 ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

MENDES, J. C.; BARRETO, R. R.; COSTA, L. C. B.; BRIGOLINI, G. J.; PEIXOTO, A. F.. Correlation Between Ultrasonic Pulse Velocity and Thermal Conductivity of Cement-Based Composites. **Journal of Nondestructive Evaluation**, p. 10, 2020.

MOHAMMED, A.; AL-SAADY, N. T. K.; SANJAYAN, J.. Inclusion of graphene oxide in cementitious composites: state-of-the-art review. **Australian Journal Of Civil Engineering**, v. 16, n. 2, p. 81-95, 2018.

MOHAMMED, A.; SANJAYAN, J. G.; NAZARI, A.; AL-SAADY, N. T. K.. Effects of graphene oxide in enhancing the performance of concrete exposed to high-temperature. **Australian Journal Of Civil Engineering**, v. 15, n. 1, p. 61-71, 2017.

MOHAMMED, A.; SANJAYAN, J.G.; DUAN, W.H.; NAZARI, A.. Incorporating graphene oxide in cement composites: a study of transport properties. **Construction And Building Materials**, v. 84, p. 341-347, 2015.

NATALLI, J. F.. **PROTOCOLO RECICLOS #12: VELOCIDADE DE PULSO ULTRASSÔNICO COM EQUIPAMENTO TICO MARCA PROCEQ.** 2019. Disponível em:
<https://reciclos.ufop.br/sites/default/files/reciclos/files/reciclos13.pdf?m=1567179423#>:

SIKA BRASIL. **Sika® ViscoCrete®-3535 CB**: aditivo superplastificante de alto desempenho. ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE DE ALTO DESEMPENHO. 2023. Disponível em: <https://bra.sika.com/pt/construcao/tecnologia-do-concreto/concreteiras/aditivos/superplastificantetipoi/sika-viscocrete-3535cb.html>. Acesso em: 19 ago. 2023.

SILVA, P. H. S.; DIAS, F. A. C.; VIEIRA, B. L. M.; SALLES, P. H. L.; NASCIMENTO, J. C.; TOLEDO, T. A.; BARBOSA, D. B. A.. ESTUDO DA DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DA CALCITA. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 56., 2016. **ANais DO 56º CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA**. CBQ, 2016.

TAHRIRI, M.; MONICO, M. del; MOGHANIAN, A.; YARAKI, M. T.; TORRES, R.; YADEGARI, A.; TAYEBI, L. Graphene and its derivatives: opportunities and challenges in dentistry. **Materials Science And Engineering: C**, v. 102, p. 171-185, 2019.

UFSCAR, Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais -. **Difração de Raio-X (DRX) - Fases Cerâmicas Cristalinas**. Disponível em: <http://www.ccdm.ufscar.br/ensaios-tecnologicos-em-materiais/ceramicas-ensaio-tecnologico/blocos-e-artigos-ceramicos/difracao-de-raio-x-drx-fases-ceramicas-cristalinas/>. Acesso em: 22 fev. 2024.

USP. **CAPÍTULO III - DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/44/44133/tde-09102003-112552/publico/CAPITULOIII-DifracaoDeRaios-X.pdf>. Acesso em: 22 fev. 2024.

WANG, Y.; YANG, J.; OUYANG, D. Effect of Graphene Oxide on Mechanical Properties of Cement Mortar and its Strengthening Mechanism. **Materials**, v. 12, n. 22, p. 3753, 2019.

WU, Y.; QUE, L.; CUI, Z.; LAMBERT, P. Physical Properties of Concrete Containing Graphene Oxide Nanosheets. **Materials**, v. 12, n. 10, p. 1707, 2019.

YAO, Y.; LU, H. Mechanical properties and failure mechanism of carbon nanotube. **Construction and Building Materials**, p. 12, 2021.

YAN, J.; WANG, J.; CHEN, H.; XIANG, P.. High Temperature Exposure Assessment of Graphene Oxide Reinforced Cement. **Frontiers In Materials**, v. 9, p. 1-7, 2022.

ZHANG, N.; SHE, W.; DU, F.; XU, K. Experimental Study on Mechanical and Functional Properties of Reduced Graphene Oxide/Cement Composites. **Materials**, v. 13, n. 13, p. 3015, 2020.

ZHANG, R.; LONG, Z.; LONG, G.; WANG, J.; WANG, X.; ZHANG, X.; JIANG, Y.. Mechanism of graphene oxide concrete macro-micro properties evolution under large temperature difference freeze-thaw action. **Construction And Building Materials**, v. 415, p. 135019, 2024.

APÊNDICE A - RESULTADOS DE CADA CORPO DE PROVA

Tabela A 1 - Resultados dos ensaios de caracterização.

REF			
Amostra	A (%)	I_v (%)	ρ_r (g/cm³)
CP 1	0,74	1,76	2,44
CP 2	0,43	1,04	2,45
CP 3	0,38	0,93	2,44
CP 4	0,47	1,13	2,46
CP 5	0,40	0,99	2,49
CP 6	0,42	1,03	2,47
CP 7	0,60	1,51	2,55
CP 8	0,36	0,90	2,51
CP 9	0,25	0,60	2,44
Média	0,45	1,10	2,47
Desvio padrão	0,13	0,32	0,04
Coefficiente de variação	29,98%	29,47%	1,45%
0,02%			
Amostra	A (%)	I_v (%)	ρ_r (g/cm³)
CP 1	0,50	1,22	2,48
CP 2	0,34	0,82	2,43
CP 3	0,32	0,76	2,41
CP 4	0,31	0,75	2,42
CP 5	0,30	0,73	2,48
CP 6	0,30	0,73	2,47
CP 7	0,17	0,42	2,44
CP 8	0,17	0,41	2,43
CP 9	0,20	0,48	2,42
Média	0,29	0,70	2,44
Desvio padrão	0,10	0,24	0,03
Coefficiente de variação	33,51%	33,68%	1,05%

0,03%			
Amostra	A (%)	I_v (%)	ρ_r (g/cm³)
CP 1	0,96	2,32	2,47
CP 2	0,91	2,16	2,44
CP 3	0,99	2,38	2,47
CP 4	0,98	2,35	2,45
CP 5	0,83	1,99	2,46
CP 6	0,85	2,05	2,46
CP 7	0,72	1,73	2,44
CP 8	0,85	2,06	2,47
CP 9	0,78	1,89	2,47
Média	0,87	2,10	2,46
Desvio padrão	0,09	0,21	0,01
Coefficiente de variação	10,01%	9,90%	0,49%
0,05%			
Amostra	A (%)	I_v (%)	ρ_r (g/cm³)
CP 1	0,97	2,32	2,44
CP 2	0,99	2,34	2,43
CP 3	0,92	2,20	2,44
CP 4	0,96	2,29	2,43
CP 5	0,90	2,15	2,43
CP 6	0,88	2,10	2,43
CP 7	0,72	1,70	2,42
CP 8	0,77	1,83	2,43
CP 9	0,80	1,91	2,43
Média	0,88	2,09	2,43
Desvio padrão	0,09	0,22	0,01
Coefficiente de variação	10,23%	10,36%	0,23%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Tabela A 2 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico.

REF	
Amostra	V (m/s)
CP 1	3.509,00
CP 2	4.950,00
CP 3	3.115,00
CP 4	3.676,00
CP 5	4.854,00
CP 6	3.891,00
CP 7	3.922,00
CP 8	3.571,00
CP 9	4.717,00
Média	4.022,78
Desvio padrão	621,16
Coefficiente de variação	15,44%

0,02%	
Amostra	V (m/s)
CP 1	4695,00
CP 2	4785,00
CP 3	3600,00
CP 4	4695,00
CP 5	4831,00
CP 6	3597,00
CP 7	4831,00
CP 8	4785,00
CP 9	4717,00
Média	4504,00
Desvio padrão	486,48
Coefficiente de variação	10,80%

0,03%	
Amostra	V (m/s)
CP 1	4717,00
CP 2	4695,00
CP 3	4717,00
CP 4	4739,00
CP 5	4695,00
CP 6	4692,00
CP 7	4673,00
CP 8	4695,00
CP 9	4785,00
Média	4712,00
Desvio padrão	31,44
Coefficiente de variação	0,67%

0,05%	
Amostra	V (m/s)
CP 1	3623,00
CP 2	2801,00
CP 3	3058,00
CP 4	3425,00
CP 5	3040,00
CP 6	3040,00
CP 7	3058,00
CP 8	3175,00
CP 9	3125,00
Média	3149,44
Desvio padrão	226,94
Coefficiente de variação	7,21%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Tabela A 3 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial.

REF		0,02%	
Amostra	f_c (MPa)	Amostra	f_c (MPa)
CP 1	37,7	CP 1	50,3
CP 2	40,7	CP 2	52,8
CP 3	37,2	CP 3	50,9
CP 7	38,2	CP 7	52,2
CP 8	38,0	CP 8	51,1
CP 9	40,2	CP 9	52,0
Média	38,7	Média	51,6
Desvio padrão	1,42	Desvio padrão	0,95
Coefficiente de variação	3,66%	Coefficiente de variação	1,84%

0,03%		0,05%	
Amostra	f_c (MPa)	Amostra	f_c (MPa)
CP 1	42,7	CP 1	37,7
CP 2	44,6	CP 2	39,6
CP 3	44,9	CP 3	40,1
CP 7	43,0	CP 7	40,2
CP 8	43,1	CP 8	40,0
CP 9	44,4	CP 9	41,2
Média	43,8	Média	39,8
Desvio padrão	0,96	Desvio padrão	1,15
Coefficiente de variação	2,18%	Coefficiente de variação	2,90%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Tabela A 4 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.

REF		0,02%	
Amostra	fct (MPa)	Amostra	fct (MPa)
CP 4	8,8	CP 4	10,0
CP 5	7,9	CP 5	9,0
CP 6	7,6	CP 6	9,7
Média	8,1	Média	9,6
Desvio padrão	0,61	Desvio padrão	0,47
Coefficiente de variação	7,54%	Coefficiente de variação	4,95%

0,03%		0,05%	
Amostra	fct (MPa)	Amostra	fct (MPa)
CP 4	8,8	CP 4	8,5
CP 5	9,0	CP 5	7,9
CP 6	8,2	CP 6	8,2
Média	8,7	Média	8,2
Desvio padrão	0,39	Desvio padrão	0,27
Coefficiente de variação	4,55%	Coefficiente de variação	3,30%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Tabela A 5 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico.

REF					
Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 7	38,5	11,6	38,2	28,89	35,30
CP 8			38,0	29,26	28,81
CP 9			40,2	31,23	48,86
Média				29,79	37,66
Desvio padrão				1,26	10,23
Coefficiente de variação				4,23%	27,17%

0,02%					
Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 7	51,3	15,4	52,2	44,00	51,25
CP 8			51,1	40,53	50,07
CP 9			52,0	42,78	48,46
Média				42,44	49,93
Desvio padrão				1,76	1,40
Coefficiente de variação				4,15%	2,81%

0,03%					
Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rup (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 7	44,1	13,2	43,0	33,90	47,95
CP 8			43,1	34,79	49,00
CP 9			44,4	36,73	50,90
Média				35,14	49,28
Desvio padrão				1,44	1,49
Coefficiente de variação				4,11%	3,03%
0,05%					
Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rup (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 7	44,1	13,2	40,2	33,07	20,37
CP 8			40,0	32,16	22,05
CP 9			41,2	34,03	21,36
Média				33,09	21,26
Desvio padrão				0,93	0,84
Coefficiente de variação				2,82%	3,97%

Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Tabela A 6 - Resultados do ensaio de velocidade de pulso ultrassônico residual para o concreto REF e 0,02%.

REF			
Amostra	V (m/s)		
	TA	300°C	
CP 1	5.051,00	2.354,00	Δ
CP 2	4.181,00	3.546,00	
CP 3	3.861,00	2.732,00	
CP 4	3.972,00	2.066,00	
CP 5	3.331,00	2.655,00	
CP 6	4.623,00	2.669,00	
CP 7	4.688,00	2.592,00	
CP 8	3.021,00	2.315,00	
CP 9	3.333,00	2.333,00	
Média	4.006,78	2.584,67	-35%
Desvio padrão	655,69	396,69	
Coefficiente de variação	16,36%	15,35%	

REF

Amostra	V (m/s)		
	TA	600°C	
CP 10	3.352,00	972,00	Δ
CP 11	4.272,00	1.272,00	
CP 12	3.088,00	1.282,00	
CP 13	3.137,00	812,00	
CP 14	3.279,00	1.066,00	
CP 15	3.268,00	1.037,00	
CP 16	3.690,00	1.121,00	
CP 17	4.378,00	1.100,00	
CP 18	4.126,00	1.153,00	
Média	3.621,11	1.090,56	-70%
Desvio padrão	481,77	137,28	
Coefficiente de variação	13,30%	12,59%	

REF

Amostra	V (m/s)		
	TA	900°C	
CP 19	3.289,00	538,00	Δ
CP 20	3.717,00	538,00	
CP 21	3.890,00		
CP 22	4.344,00	300,00	
CP 23	4.311,00		
CP 24	3.289,00	51,00	
CP 25	3.332,00		
CP 26	3.128,00	449,00	
CP 27	3.390,00	808,00	
Média	3.632,22	447,33	-88%
Desvio padrão	432,00	232,85	
Coefficiente de variação	11,89%	52,05%	

0,02%

Amostra	V (m/s)		
	TA	300°C	
CP 1	4.175,00	1.885,00	Δ
CP 2	3.534,00	1.695,00	
CP 3	4.040,00	1.333,00	
CP 4	3.289,00	1.779,00	
CP 5	3.288,00	1.525,00	
CP 6	3.048,00	1.555,00	
CP 7	3.185,00	1.268,00	
CP 8	3.625,00	2.165,00	
CP 9	3.279,00	1.661,00	
Média	3.495,89	1.651,78	-53%
Desvio padrão	366,01	260,40	
Coefficiente de variação	10,47%	15,76%	

0,02%

Amostra	V (m/s)		
	TA	600°C	
CP 10	3.083,00	1.080,00	Δ
CP 11	4.049,00	1.106,00	
CP 12	3.268,00	1.085,00	
CP 13	4.215,00	1.013,00	
CP 14	3.083,00	1.136,00	
CP 15	3.367,00	865,00	
CP 16	3.475,00	755,00	
CP 17	3.448,00	829,00	
CP 18	4.246,00	1.201,00	
Média	3.581,56	1.007,78	-72%
Desvio padrão	438,67	145,63	
Coefficiente de variação	12,25%	14,45%	

0,02%

Amostra	V (m/s)		Δ
	TA	900°C	
CP 19	3.448,00	577,00	
CP 20	4.296,00	571,00	
CP 21	3.534,00	436,00	
CP 22	3.788,00		
CP 23	4.189,00		
CP 24	3.532,00		
CP 25	3.279,00		
CP 26	4.215,00	592,00	
CP 27	4.275,00		
Média	3.839,56	544,00	
Desvio padrão	382,85	62,82	-86%
Coefficiente de variação	9,97%	11,55%	

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Tabela A 7 - Resultados do ensaio de resistência à compressão axial residual para o concreto REF e 0,02%.

REF

300°C	
Amostra	f _c (MPa)
CP 2	38,2
CP 4	43,4
CP 5	37,4
CP 6	38,8
CP 7	37,5
CP 8*	40,2
CP 9*	38,1
Média	39,1
Desvio padrão	2,10
Coefficiente de variação	5,39%

*contra-prova

REF**600°C**

Amostra	fc (MPa)
CP 12	28,0
CP 13	29,8
CP 14	26,2
CP 15	27,0
CP 16	24,9
CP 17*	28,2
CP 18*	30,0
Média	27,7
Desvio padrão	1,86
Coefficiente de variação	6,73%

*contra-prova

REF**900°C**

Amostra	fc (MPa)
CP 20	15,0
CP 22	14,1
CP 23	15,3
CP 24	16,4
CP 25	14,8
CP 26*	14,8
CP 27*	16,4
Média	15,2
Desvio padrão	0,86
Coefficiente de variação	5,65%

*contra-prova

0,02%**300°C**

Amostra	f_c (MPa)
CP 3	48,1
CP 4	47,4
CP 5	47,1
CP 6	46,2
CP 7	47,5
CP 8*	46,0
CP 9*	47,0
Média	47,0
Desvio padrão	0,73
Coefficiente de variação	1,56%

*contra-prova

0,02%**600°C**

Amostra	f_c (MPa)
CP 12	34,2
CP 13	32,0
CP 14	32,2
CP 15	34,0
CP 16	31,1
CP 17*	32,9
CP 18*	34,4
Média	33,0
Desvio padrão	1,26
Coefficiente de variação	3,81%

*contra-prova

0,02%	
900°C	
Amostra	f_c (MPa)
CP 21	16,2
CP 22	18,2
CP 23	19,2
CP 24	21,3
CP 25	19,0
CP 26*	17,8
CP 27*	18,1
Média	18,5
Desvio padrão	1,56
Coefficiente de variação	8,42%

*contra-prova

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Tabela A 8 - Resultados do ensaio de resistência à tração por compressão diametral residual para o concreto REF e 0,02%.

REF	
300°C	
Amostra	f_{ct} (MPa)
CP 1	8,5
CP 3	10,9
Média	9,7
Desvio padrão	1,65
Coefficiente de variação	17,04%

REF	
600°C	
Amostra	f_{ct} (MPa)
CP 10	6,0
CP 11	4,9
Média	5,4
Desvio padrão	0,81
Coefficiente de variação	14,85%

REF	
900°C	
Amostra	fct (MPa)
CP 10	1,1
CP 11	1,6
Média	1,4
Desvio padrão	0,38
Coefficiente de variação	28,28%

0,02%	
300°C	
Amostra	fct (MPa)
CP 1	11,1
CP 2	11,7
Média	11,4
Desvio padrão	0,41
Coefficiente de variação	3,60%

REF	
600°C	
Amostra	fc (MPa)
CP 12	28,0
CP 13	29,8
CP 14	26,2
CP 15	27,0
CP 16	24,9
CP 17*	28,2
CP 18*	30,0
Média	27,7
Desvio padrão	1,86
Coefficiente de variação	6,73%

*contra-prova

REF	
900°C	
Amostra	f_c (MPa)
CP 20	15,0
CP 22	14,1
CP 23	15,3
CP 24	16,4
CP 25	14,8
CP 26*	14,8
CP 27*	16,4
Média	15,2
Desvio padrão	0,86
Coefficiente de variação	5,65%

*contra-prova

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Tabela A 9 - Resultados do ensaio de determinação dos módulos de elasticidade estático e dinâmico residuais para o concreto REF e 0,02%.

REF - 300°C

Amostra	fc (MPa)*	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 5	40,7	12,2	37,4	32,38	15,68
CP 6			38,8	32,17	15,85
CP 7			37,5	30,18	14,95
Média				31,58	15,49
Desvio padrão				1,21	0,48
Coefficiente de variação				3,84%	3,10%

*média dos CPs 2 e 4

REF - 600°C

Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 14	28,9	8,7	26,2	13,72	2,53
CP 15			27,0	14,77	2,39
CP 16			24,9	13,85	2,80
Média				14,11	2,57
Desvio padrão				0,57	0,21
Coefficiente de variação				4,06%	7,98%

*média dos CPs 12 e 13

REF - 900°C

Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 23	14,5	4,4	15,3	5,58	0,45
CP 24			16,4	6,04	0,01
CP 25			14,8	5,52	0,45
Média				5,71	0,30
Desvio padrão				0,28	0,25
Coefficiente de variação				4,97%	84,92%

*média dos CPs 20 e 22

0,02% - 300°C

Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 5	47,8	14,3	47,1	36,98	5,11
CP 6			46,2	33,33	5,31
CP 7			47,5	34,12	3,53
Média				34,81	4,65
Desvio padrão				1,92	0,97
Coefficiente de variação				5,52%	20,95%

*média dos CPs 3 e 4

0,02% - 600°C

Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 14	33,1	9,9	32,2	18,11	2,84
CP 15			34,0	19,64	1,64
CP 16			31,1	18,32	1,25
Média				18,69	1,91
Desvio padrão				0,83	0,82
Coefficiente de variação				4,42%	43,15%

*média dos CPs 12 e 13

0,02% - 900°C

Amostra	fc (MPa)	30% fc (MPa)	fc,rupt (MPa)	Eci (GPa)	Ed (GPa)
CP 23	17,2	5,2	19,2	10,46	0,65
CP 24			21,3	10,99	0,65
CP 25			19,0	9,61	0,65
Média				10,35	0,65
Desvio padrão				0,70	0,00
Coefficiente de variação				6,73%	0,00%

*média dos CPs 21 e 22

Fonte: Elaborado pela autora (2024).