



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS

CARLOS FERNANDO GOMES DO NASCIMENTO

**COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE GRAFENO PURO
MULTICAMADAS: Investigação de Efeitos em Propriedades Estruturais,
Morfológicas, Químicas e Mecânicas**

Recife

2022

CARLOS FERNANDO GOMES DO NASCIMENTO

**COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE GRAFENO PURO
MULTICAMADAS: Investigação de Efeitos em Propriedades Estruturais,
Morfológicas, Químicas e Mecânicas**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Ciência de Materiais. Área de concentração: Materiais Não Metálicos

Orientador (a): Prof^a. Dr^a. Nathalia Bezerra de Lima

Coorientador (a): Prof. Dr. Tiago Felipe de Abreu Santos

Recife

2022

Catálogo na fonte
Bibliotecária Monick Raquel Silvestre da S. Portes, CRB4-1217

N244c Nascimento, Carlos Fernando Gomes do
Compósitos cimentícios com adição de grafeno puro multicamadas:
investigação de efeitos em propriedades estruturais, morfológicas, químicas e
mecânicas / Carlos Fernando Gomes do Nascimento. – 2022.
241 f.: il., fig., tab.

Orientadora: Nathalia Bezerra de Lima.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CCEN,
Ciência de Materiais, Recife, 2022.

Inclui referências e anexos.

1. Materiais não metálicos. 2. Propriedades mecânicas. I. Lima, Nathalia
Bezerra de (orientadora). II. Título.

620.19 CDD (23. ed.) UFPE - CCEN 2022-130

CARLOS FERNANDO GOMES DO NASCIMENTO

**COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE GRAFENO PURO
MULTICAMADAS: Investigação de Efeitos em Propriedades Estruturais,
Morfológicas, Químicas e Mecânicas**

Dissertação apresentada ao Programa de pós-Graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência de Materiais. Área de concentração: Materiais Não Metálicos

Aprovada em: 17/06/2022.

BANCA EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a. Nathália Bezerra de Lima
(Orientadora)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof^o. Dr^a. Eliana Cristina Barreto Monteiro
(Examinador Externa)
Universidade de Pernambuco

Prof. Dr. Felipe Mendes da Cruz
(Examinador Externo)
Universidade de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

Agradeço, pelas barreiras que encontrei no meu caminho, pois me tornaram perseverante o suficiente para lutar contra as minhas fraquezas. Aprendi que ter coragem e ser gentil, me fizeram crescer humanamente e espiritualmente, bem como me tornou mais forte para suportar as dores dos espinhos pontiagudos das colinas que perfuraram os meus pés.

Espiritualmente, sinto o olhar de Deus para mim em todos os momentos sabendo que me senti sozinho a ponto de me enxergar em um abismo sem fim, triste e abalado pelos julgamentos e pelas conclusões que haviam sobre mim. Deus sempre foi o meu refúgio, pois sem ele nada estaria concretizado. Sinto-o em meu coração, no ar que respiro, nas folhas que abrandam o sussurrar dos ventos em meu rosto, nas gotas das chuvas que percorrem a terra molhada, no sol que, com os seus raios, incendeiam o meu viver. Gratidão!

Gratidão eterna e especial para minha amada mãe Severina Edite dos Santos Gomes, pois sempre acreditou em minha capacidade e deu-me forças e sabedoria para seguir em frente sem perder a humildade e a simplicidade. Mãe, como sempre, uma mulher incrível e destemida!

Agradeço a minha querida avó Edite Maria dos Santos Gomes (*in memoriam*), por todos os momentos que estive ao meu lado dando-me conselhos para suportar os obstáculos da vida. Gratidão aos meus primos Marcio Henrique Gomes e Marcelo Henrique Gomes, ao meu irmão Jhonatan José Gomes e ao meu padrasto Edson Martins Gomes.

No contexto pós-graduação, agradeço imensamente a Universidade Federal de Pernambuco – (UFPE) por ter tido a oportunidade de cursar o Mestrado numa área que tanto sonhei, em prol de uma melhor educação.

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – (CNPq), por ter me auxiliado durante esses 24 meses de estudo, pois sem vocês nada estaria concretizado.

Agradeço imensamente a Escola Politécnica de Pernambuco – (POLI/UPE), por ter aberto suas portas para realizar todos os ensaios que necessitei para desenvolver a pesquisa.

Sou imensamente grato a empresa Metacaulim do Brasil Industria e Comércio LTDA, a empresa Votorantim Cimento pela doação dos sacos de cimento, pela Amazonas Grafeno por ter me concedido a amostra do grafeno puro e pela Contécnica Consultoria e Infraestrutura EIRELI pelo apoio com os equipamentos de informática.

Agradeço a Prof^a. Dr^a. Nathália Bezerra de Lima por me acompanhar durante todo o processo do Mestrado.

Agradeço imensamente a Prof^a. Dr^a. Yêda Póvoas por ter confiado em mim, além de ter aberto as portas dos laboratórios da POLI/UPE para que eu pudesse desenvolver as minhas pesquisas. Além disso, sou grato por todos os conselhos e acompanhamentos durante o período da pós-graduação.

Não poderia deixar de agradecer a Prof^a. Dr^a. Eliana Cristina Barreto Monteiro (UNICAP e POLI/UPE) por ter me auxiliado em algumas etapas do desenvolvimento experimental do Mestrado, através do seu conhecimento e formação profissional, além de ter me acompanhado durante toda a graduação.

Serei eternamente grato a Prof^a. Dr^a. Valderez Ferreira (CTG/UFPE), Virgínia Santos (DF/UFPE), Edson Reis (DQF/UFPE), Suelen Pereira (DQF/UFPE), Tarcyla Andrade (DF/UFPE), Lilian Assis (DF/UFPE), Filipe Marinho (LTM/UFPE), Daniele Muliterno (POLI/UPE), Lucas Cavalcanti (POLI/UPE), Leonardo do Vale (POLI/UPE), Leandro Mendonça (VOTORANTIM CIMENTOS) e a todos aqueles que contribuíram de forma direta e indiretamente durante esses 2 anos.

Gratidão especial aos meus melhores amigos e também aquelas que fiz durante o Mestrado: Graziely Rozendo (UFPE) e Inna França (UFPE). Também agradeço a todos os colegas que fiz durante a pós-graduação. Além deles, agradeço a todos que viram a minha luta durante esse tempo e pelos momentos que não pude estar presente com eles.

Agradeço aos profissionais da limpeza, da portaria e da secretaria da (POLI/UPE) por me auxiliarem e me ajudarem durante o semestre que estive presente.

Por fim, gratidão a todos aqueles que acreditaram em mim e torceram pelo meu crescimento acadêmico e profissional!

A Deus, a minha amada mãe e a minha querida avó (*in memoriam*).

RESUMO

O objetivo principal dessa pesquisa foi investigar a eficiência física, química e microestrutural dos compósitos argamassados com diferentes teores de grafeno puro em relação a quantidade em massa do aglomerante aos 7, 14, 21 e 28 dias. Para isto, foram confeccionados corpos-de-prova (CP's) prismáticos (4 cm x 4 cm x 16 cm) e cilíndricos (5 cm x 10 cm) utilizando 6 (seis) misturas: uma de referência (REF) e outras 5 (cinco) com 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de grafeno puro (GRAF). Os (CP's) foram utilizados para analisar os comportamentos físicos-mecânicos, bem como investigar o comportamento mineralógico e morfológico dos materiais precursores e dos compósitos cimentícios. Foram realizados os ensaios de difratometria a laser, difração de raios-X (DRX), fluorescência de raios-X (FRX), espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análises térmicas (TGA/DTA). No que diz respeito aos resultados de (DRX), foi possível notar que os compósitos a base de cimento possuem a formação de silicato tricálcico (C3S), silicato dicálcico (C2S) e aluminato tricálcico (C3A). Quanto aos resultados de (FRX), foi evidenciado a presença de (SiO₂) e (CaO) em maiores proporções. O ensaio de (MEV) com elétrons secundários (SE), evidenciou que as nanopartículas de grafeno puro possuem mais de 75% de carbono em sua composição. A partir dos ensaios de MEV/EDS (energia dispersiva), foi constatado que quanto maior o teor de nanopartículas de grafeno puro, maior o percentual de carbono. Para os resultados de (FTIR) notou-se a maioria das bandas de absorção foram deslocadas através da flexão de assimétrica, em que para os compósitos cimentícios foi evidenciado a formação da alita pertencente ao grupo funcional (Si – O). Os resultados de (TGA/DTA) mostraram que a decomposição do (C – S – H) ocorre entre 150 °C e 200 °C, (C – H) entre 430 °C e 520 °C e do carbonato de cálcio (CaCO₃) entre 700 °C e 800 °C. A desidratação do monossulfato (C4AS.H18) e da etringita Ca₆Al₂(SO₄)₃(OH)₁₂ ocorreram entre 91 °C e 160 °C. A decomposição dos silicatos foi verificada em temperaturas acima de 600 °C. Adicionalmente, as misturas com 0,06% de (GRAF) apresentaram resistência à compressão axial 15% maior quando comparadas as argamassas de (REF), sendo este considerado um valor “ótimo”. No que se refere a propriedades mecânicas, o ensaio de resistência à tração na flexão revelou que a mistura com 0,03% e 0,06% de (GRAF) tiveram melhorias significativas 8,5% e 18%, respectivamente. Os

resultados de absorção de água por capilaridade evidenciaram que os compósitos argamassados contendo 0,15% de nanopartículas de (GRAF), tiveram uma ascensão de água de, aproximadamente, 0,70 g/cm², ou seja, 33% menor quando comparados com as misturas de referência. As misturas contendo 0,15% de (GRAF), tiveram 6,8% de absorção de água por imersão, ou seja, 51% menor quando comparados com os compósitos cimentícios de referência. Em suma, estudos voltados para a utilização de nanomateriais em compósitos cimentícios foram realizados para promover a melhoria no desempenho físico, químico e mineralógico dos materiais na indústria da construção civil.

Palavras-chave: argamassas; compósitos cimentícios; grafeno multicamadas; propriedades mecânicas; propriedades microestruturais.

ABSTRACT

The main objective of this research was to investigate the physical, chemical and microstructural efficiency of mortar composites with different contents of pure graphene in relation to the amount by mass of binder at 7, 14, 21 and 28 days. For this purpose, prismatic (4 cm x 4 cm x 16 cm) and cylindrical (5 cm x 10 cm) specimens were made using 6 (six) mixtures: a reference (REF) and other 5 (five) with 0.03%, 0.06%, 0.09%, 0.12% and 0.15% of pure graphene (GRAP). The specimens were used to analyze the physical-mechanical behaviors, as well as investigate the mineralogical and morphological behavior of the precursor materials and the cementitious composites. X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM) and thermal analysis (TGA/DTA) tests were performed. Regarding the (XRD) results, it was possible to note that the cement-based composites have the formation of tricalcium silicate (C3S), dicalcium silicate (C2S) and tricalcium aluminate (C3A). As for the (XRF) results, the presence of (SiO₂) and (CaO) in larger proportions was evidenced. The (SEM) test with secondary electrons (SE), showed that the pure graphene nanoparticles have more than 75% of carbon in its composition. From the SEM/EDS tests, it was found that the higher the content of pure graphene nanoparticles, the higher the percentage of carbon. For the (FTIR) results it was noted that most of the absorption bands were displaced by asymmetric bending, where for the cementitious composites it was evidenced the formation of the alite belonging to the functional group (Si – O). The (TGA/DTA) results showed that the decomposition of (C – S – H) occurs between 150 °C and 200 °C, (C – H) between 430 °C and 520 °C, and of calcium carbonate (CaCO₃) between 700 °C and 800 °C. Dehydration of monosulfate (C4AS.H18) and ettringite Ca₆Al₂(SO₄)₃(OH)₁₂ occurred between 91 °C and 160 °C. The decomposition of the silicates was seen at temperatures above 600 °C. Additionally, mixtures with 0.06% (GRAP) presented axial compressive strength 15% higher when compared to (REF) mortars, which is considered an "optimum" value. Regarding mechanical properties, the flexural tensile strength test revealed that the mixture with 0.03% and 0.06% of (GRAP) had significant improvements 8.5% and 18%, respectively. The results of water absorption by capillarity showed that the mortar composites containing 0.15% of nanoparticles of (GRAP), had a water rise of approximately 0.70 g/cm², i.e., 33% lower when compared to the reference mixtures.

The mixtures containing 0.15% of (GRAP), had 6.8% water absorption per immersion, i.e., 51% lower when compared to the reference cementitious composites. In conclusion, studies aimed at the use of nanomaterials in cementitious composites were conducted to promote the improvement in the physical, chemical and mineralogical performance of materials in the construction industry.

Keywords: mortars; cementitious composites; multilayer graphene; mechanical properties; microstructural properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Desenvolvimento dos compostos do clínquer	31
Figura 2 –	Estágio de hidratação do cimento em função de suas características	36
Figura 3 –	Estrutura dos poros na pasta de cimento hidratado	37
Figura 4 –	Níveis do modelo multiescala: da matriz ($C - S - H$) à pasta de cimento	45
Figura 5 –	Modelo coloidal da estrutura do ($C - S - H$)	47
Figura 6 –	Correlação entre a pasta de cimento, agregados e zona de transição interfacial	50
Figura 7 –	Dimensões dos poros em diferentes escalas	52
Figura 8 –	Diferença entre o agregado leve e agregado comum	53
Figura 9 –	Forças intermoleculares conforme a dispersão de London	59
Figura 10 –	Difração de raios-X por retículo cristalino segundo a Lei de Bragg	69
Figura 11 –	Diagrama esquemático de um difratômetro de raios-X	69
Figura 12 –	Representação esquemática da região de ionização com a superfície da gema	72
Figura 13 –	Modo vibracional para molécula não linear	75
Figura 14 –	Fluxograma das atividades desenvolvidas	79
Figura 15 –	Materiais para realização dos ensaios	81
Figura 16 –	Amostra de grafeno puro em pó	82
Figura 17 –	Wafer de silício (a); microscopia de força atômica (AFM) evidenciando a limpeza	83
Figura 18 –	Procedimento de limpeza do polímero (cola) presente no substrato	84
Figura 19 –	Almofariz com pistilo (a); Balança com precisão de 0,01 g (b); Sequência das peneiras	85
Figura 20 –	Partículas de agregado miúdo passantes na peneira #2,4 mm (a); #1,2 mm (b); #0,6 mm (c); #0,3 mm (d); #0,15 mm (e); fundo (f)	86
Figura 21 –	Frasco Chapman com água (a); recipiente preenchido com agregado miúdo (areia) (b)	87
Figura 22 –	Bomba de sucção a vácuo	88
Figura 23 –	Amostra saturada pesada na balança analítica	89

Figura 24 –	Cápsulas com amostra de agregado miúdo (areia)	90
Figura 25 –	Amostras passantes na peneira #200: (a) cimento Portland; (b) agregado miúdo (areia)	92
Figura 26 –	Fita de carbono inseridas no Stub (a); Amostras depositadas sobre a fita de carbono (b)	93
Figura 27 –	Amostras dos compósitos argamassados de referência e com teores de grafeno	95
Figura 28 –	Equipamento de marca Rigaku, modelo ZSX Primus II	95
Figura 29 –	Esquema metodológico FTIR (ATR)	97
Figura 30 –	Determinação do traço “ótimo” (adaptado para argamassas)	100
Figura 31 –	Corpos-de-prova desmoldados e devidamente retificados (a); (CP’s) inseridos em cura úmida (b)	103
Figura 32 –	Espalhamento dos compósitos argamassados: Referência (a); com adição de 0,03% (b), 0,06% (c), 0,09% (d), 0,12% (e), 0,15% (f) de grafeno	105
Figura 33 –	Realização do ensaio de resistência à compressão axial	108
Figura 34 –	Realização do ensaio de absorção de água por capilaridade	109
Figura 35 –	Curva granulométrica do agregado miúdo natural – (areia)	117
Figura 36 –	Curva de difração granulométrica a laser do grafeno puro	120
Figura 37 –	Padrões DRX: agregado miúdo (areia) (a) e cimento Portland (b)	121
Figura 38 –	Padrões DRX: nanomateriais a base de carbono	122
Figura 39 –	Reações químicas para a formação do poliuretano	123
Figura 40 –	Planos cristalográficos das partículas do nanomaterial a base de carbono	123
Figura 41 –	Padrões DRX: compósitos cimentícios de referência e com teores de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF)	124
Figura 42 –	MEV (SE) e (EDS) aplicados ao nanocompósito (grafeno puro)	128
Figura 43 –	Mapeamento dos elementos químicos presentes na amostra de grafeno	128
Figura 44 –	MEV (SE) e (EDS) aplicados ao cimento Portland	129
Figura 45 –	MEV (SE) aplicado ao cimento Portland: 9,38 kx (a) e 5,94 kx (b)	129
Figura 46 –	MEV (SE) e (EDS) aplicados ao agregado miúdo (areia)	130

Figura 47 –	Mapeamento dos elementos químicos presentes na amostra do agregado miúdo (areia)	130
Figura 48 –	MEV (SE) aplicado as misturas de (REF): 50,0 kx (a) e 19,3 kx (b)	132
Figura 49 –	MEV (SE) aplicado as misturas com 0,03% de (GRAF): 62,2 kx (a) e 100,0 kx (b)	133
Figura 50 –	MEV (SE) aplicado as misturas com 0,06% de (GRAF): 40,7 kx (a) e 100,0 kx (b)	133
Figura 51 –	MEV (SE) aplicado as misturas com 0,09% de (GRAF): 144,0 kx (a) e 153,0 kx (b)	134
Figura 52 –	MEV (SE) aplicado as misturas com 0,12% de (GRAF): 50,0 kx (a) e 20,0 kx (b)	134
Figura 53 –	MEV (SE) aplicado as misturas com 0,15% de (GRAF): 26,4 kx (a) e 20,0 kx (b)	135
Figura 54 –	MEV (EDS) aplicados as misturas de referência (REF)	137
Figura 55 –	MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,03% de (GRAF)	137
Figura 56 –	MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,06% de (GRAF)	138
Figura 57 –	MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,09% de (GRAF)	138
Figura 58 –	MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,12% de (GRAF)	138
Figura 59 –	MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,15% de (GRAF)	139
Figura 60 –	Espectro de absorção FTIR do cimento Portland, GRAF em pó e GRAF em pasta	140
Figura 61 –	Espectros de absorção FTIR dos compósitos cimentícios contendo diferentes teores de GRAF	142
Figura 62 –	Análise termogravimétrica (TGA) dos compósitos (REF), 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF) aos 28 dias de hidratação	144
Figura 63 –	Análise termogravimétrica (TGA/derivada-DTA) das pastas aos 28 dias de hidratação	146
Figura 64 –	Espalhamento dos compósitos argamassados: Referência (a); com adição de 0,03% (b), 0,06% (c), 0,09% (d), 0,12% (e), 0,15% (f) de grafeno	148
Figura 65 –	Resistência à compressão axial dos compósitos cimentícios	149
Figura 66 –	Resistência média à compressão axial aos 7 e 28 dias	150

Figura 67 –	Curvas de tensão x deformação características aos 28 dias de ensaio	152
Figura 68 –	Análise da distribuição normal dos dados	153
Figura 69 –	Resistência média à tração na flexão aos 7 e 28 dias	155
Figura 70 –	Resultado da variação dos dados obtidos através do método de variância <i>boxplot</i>	158
Figura 71 –	Absorção de água por capilaridade em função do tempo	161
Figura 72 –	Representação da absorção por capilaridade através de diagramas em 72 horas	162
Figura 73 –	Análise de regressão linear definida pelo conjunto de dados de absorção por capilaridade	163
Figura 74 –	Taxa de absorção de água por imersão presentes nos compósitos argamassados	164
Figura 75 –	Massa específica da amostra seca em (kg/m ³)	167
Figura 76 –	Índice de vazios x Massa específica das amostras seca	168
Figura 77 –	Superfície resposta (a); diagrama de Pareto (b)	169
Figura 78 –	Propagação de onda ultrassônica nos compósitos argamassados	170
Figura 79 –	Módulo de elasticidade nos compósitos argamassados	172
Figura 80 –	Superfície resposta tridimensional (a); bidimensional (b)	173
Figura 81 –	Índice de desempenho dos compósitos argamassados relacionados ao cimento Portland	176

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 –	Principais reações durante o processo de sinterização do clínquer	32
Quadro 2 –	Exigências químicas para materiais pozolânicos	55
Quadro 3 –	Delineamento dos compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno puro	63
Quadro 4 –	Propriedades características quanto a utilização do grafeno (GRAF)	82
Quadro 5 –	Composição matricial dos materiais cimentícios em função do consumo de aglomerante	100
Quadro 6 –	Determinação do traço referência	100
Quadro 7 –	Quantidade de material utilizado para as misturas dos compósitos cimentícios	101
Quadro 8 –	Ensaio de caracterização físico-mecânico das argamassas no estado fresco	104
Quadro 9 –	Quantificação dos corpos-de-prova por traço e por ensaio	107
Quadro 10 –	Parâmetros que definem a qualidade dos compósitos cimentícios	113
Quadro 11 –	Resultados da análise do método do frasco de Lê Chatelier	115
Quadro 12 –	Análise química do aglomerante	116
Quadro 13 –	Análise físico-mecânica do aglomerante	116
Quadro 14 –	Resultados da análise do método do frasco de Chapman	116
Quadro 15 –	Características físicas do agregado miúdo (areia)	117
Quadro 16 –	Composição química dos materiais precursores obtida por fluorescência de raios-X (FRX)	125
Quadro 17 –	Composição química dos compósitos argamassados obtida por fluorescência de raios-X (FRX)	126
Quadro 18 –	Análise estequiométrica dos compósitos cimentícios	147
Quadro 19 –	Análise de variância da resistência à compressão axial dos compósitos cimentícios aos 7, 14, 21 e 28 dias de cura	152
Quadro 20 –	Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura	154

Quadro 21 –	Análise de variância da resistência à compressão axial aos 7 e 28 dias de cura	157
Quadro 22 –	Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura	159
Quadro 23 –	Valores de absorção de água, índice de vazios e massas específicas dos compósitos argamassados	164
Quadro 24 –	Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura	172
Quadro 25 –	Análise de variância do módulo de elasticidade dinâmico aos 7 e 28 dias de cura	174
Quadro 26 –	Análise de variância do índice de atividade pozolânica	175
Quadro 27 –	Tendência comparativa dos resultados físicos e mecânicos	177

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
1.1	Contextualização e Justificativa	25
1.2	Objetivos	27
1.2.1	<i>Objetivo geral</i>	27
1.2.2	<i>Objetivos específicos</i>	27
1.3	Estrutura do projeto de dissertação	27
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	29
2.1	Aspectos gerais do cimento Portland	29
2.1.1	<i>Produção de clínquer e suas reações de hidratação</i>	39
2.1.2	<i>Impactos ambientais causados pela fabricação do cimento Portland</i>	40
2.2	Compósitos argamassados como materiais de construção civil	41
2.3	Fases constituintes do concreto	43
2.3.1	<i>Fases do agregado</i>	43
2.3.2	<i>Pasta hidratada</i>	44
2.3.3	<i>Zona de transição</i>	48
2.3.4	<i>Estrutura dos poros dos compósitos cimentícios</i>	50
2.3.5	<i>Materiais e reações pozolânicas</i>	54
2.4	Adições químicas para a fabricação dos compósitos cimentícios	55
2.5	Movimentação da água nos compósitos cimentícios	57
2.5.1	<i>O papel da água nas reações de hidratação dos compósitos cimentícios</i>	57
2.6	Aspectos gerais referentes ao grafeno puro	61
2.6.1	<i>Dispersão do grafeno multicamadas em compósitos cimentícios</i>	62
2.6.2	<i>Propriedades dos compósitos cimentícios a base de grafeno</i>	63
2.7	Técnicas de análise microestrutural aplicadas aos compósitos argamassados	67
2.7.1	<i>Difração de raios-X (DRX)</i>	67
2.7.1.1	Equação de Bragg	68
2.7.2	<i>Espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX)</i>	70
2.7.3	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	71
2.7.4	<i>Espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR)</i>	74
2.7.5	<i>Análises térmicas (TG/TGA/DTA)</i>	76

3	METODOLOGIA	78
3.1	Materiais utilizados	80
3.2	Caracterização física dos materiais precursores	80
3.2.1	<i>Cimento Portland</i>	80
3.2.2	<i>Grafeno multicamada</i>	81
3.2.3	<i>Agregado miúdo natural (areia)</i>	84
3.3	Caracterização química e mineralógica dos materiais	91
3.3.1	<i>Técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	92
3.3.2	<i>Técnica de difração de raios-X (DRX)</i>	93
3.3.3	<i>Técnica de fluorescência de raios-X (FRX)</i>	94
3.3.4	<i>Técnica de espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FRX)</i>	96
3.3.5	<i>Técnica para análise termogravimétrica e térmica diferencial (TG/DTG)</i>	97
3.3.6	<i>Técnica de análise granulométrica a laser (TG/DTG)</i>	98
3.4	Procedimentos experimentais da preparação dos materiais compósitos	99
3.4.1	<i>Produção e moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos</i>	101
3.4.2	<i>Produção e moldagem dos corpos-de-prova prismáticos</i>	103
3.5	Ensaio nos compósitos argamassados no estado fluido	104
3.5.1	<i>Ensaio de consistência (flow table)</i>	104
3.5.2	<i>Teor de ar incorporado e densidade de massa</i>	105
3.6	Ensaio nos compósitos argamassados no estado endurecido (hidratado)	107
3.6.1	<i>Resistência à compressão axial</i>	107
3.6.2	<i>Resistência à tração na flexão</i>	108
3.6.3	<i>Absorção de água por capilaridade</i>	109
3.6.4	<i>Absorção de água por imersão (A%)</i>	110
3.6.5	<i>Determinação dos índices de vazios (I_v%)</i>	111
3.6.6	<i>Determinação da massa específica</i>	112
3.6.7	<i>Propagação de onda ultrassônica e módulo de elasticidade</i>	112
3.6.8	<i>Índice de atividade pozolânica – (IAP)</i>	114
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	115
4.1	Resultados dos materiais precursores	115

4.1.1	<i>Cimento Portland (aglomerante)</i>	115
4.1.2	<i>Agregado miúdo natural (areia)</i>	116
4.1.3	<i>Grafeno multicamadas</i>	119
4.2	Análises microestruturais dos materiais	120
4.2.1	<i>Difração de raios-X (DRX)</i>	120
4.2.2	<i>Fluorescência de raios-X (FRX)</i>	125
4.2.3	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	127
4.2.4	<i>Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR)</i>	140
4.2.5	<i>Análises termogravimétricas (TG/TGA/DTA)</i>	144
4.3	Resultados dos compósitos argamassados no estado fresco e hidratado	147
4.3.1	<i>Índice de consistência (flowtable)</i>	147
4.3.2	<i>Resistência à compressão axial</i>	148
4.3.3	<i>Resistência à tração na flexão</i>	155
4.3.4	<i>Absorção de água por capilaridade</i>	160
4.3.5	<i>Absorção de água por imersão (A%) e Índice de vazios ($I_v\%$)</i>	163
4.3.6	<i>Densidade de massa</i>	166
4.3.7	<i>Propagação de onda ultrassônica e módulo de elasticidade</i>	170
4.3.8	<i>Índice de atividade pozolânica (IAP%) aos 28 dias de cura</i>	174
4.4	Efeito da sustentabilidade, saúde e segurança frente aos compósitos cimentícios a base de grafeno	176
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	178
5.1	Sugestões para pesquisas futuras	181
	REFERÊNCIAS	183
	ANEXO A – RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL (RESULTADOS)	232
	ANEXO B – RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO AOS 7 E 28 DIAS	233
	ANEXO C – ENSAIO DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA	234
	ANEXO D – RESULTADOS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE	235
	ANEXO E – RESULTADOS DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE	236

ANEXO F – RESULTADOS DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO	238
ANEXO G – DADOS ESTATÍSTICOS	240
ANEXO H – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA A LASER	241

1 INTRODUÇÃO

Os compósitos cimentícios são amplamente utilizados na indústria da construção civil devido as suas propriedades físico-mecânicas, mas sabe-se que a produção desses materiais influi diretamente no meio ambiente. Atualmente, estão sendo estudados materiais de alto desempenho utilizando adições e/ou aditivos que atuam diretamente na microestrutura, possibilitando uma maior durabilidade.

A durabilidade é uma das propriedades que vem sendo discutida por diversos estudiosos e, nos moldes de hoje, é tratada em diferentes áreas com visões complementares. Na Engenharia Civil, essa característica está diretamente relacionada com o comportamento do material quanto ao desempenho físico-mecânico e, sobretudo, com o tempo de vida útil, frente aos agentes agressivos presentes na atmosfera e no meio comum, como o dióxido de carbono e os íons cloreto.

Na Ciência de Materiais, os compósitos cimentícios são avaliados em função de suas propriedades microestruturais em termos de estabilidade energética, bem como investigados a nível molecular, no que diz respeito as análises relacionadas a química e a mecânica quântica computacional. Assim, se é necessário investigar no campo das ciências, o quão importante é relacionar essas áreas do conhecimento.

Para esse estudo, é necessário estabelecer uma melhor compreensão sobre o tema em discussão, quando relacionados as questões pouco detalhadas no aspecto da durabilidade com viés microestrutural, cuja solução possui correlação direta com propósitos tecnológicos voltados a utilização dos nanomateriais e, suas interações químicas a serem aplicados na matriz dos compósitos cimentícios como a argamassa, por exemplo.

Pesquisas recentes demonstram que a utilização de diferentes concentrações de nanomateriais, podem melhorar as propriedades físico-mecânicas dos materiais cimentícios, além de melhorar a estrutura matricial possibilitando uma maior durabilidade. Segundo Ho *et al.*, (2020) elevados teores de nanopartículas grafeno puro, nanosilicatos (nano-SiO₂) e nanocompostos contendo carbonato de cálcio (CaCO₃), podem elevar a área e a superfície específica dos compósitos, além de acelerar o processo de hidratação possibilitando o avanço de géis de silicato de cálcio hidratado (C – S – H).

Um dos mecanismos observados pela adição de nanopartículas em compósitos cimentícios, é a possibilidade de preenchimento dos vazios, permitindo que aos materiais uma microestrutura mais densa. Nesse aspecto, nanocompostos com raio atômico menor, são capazes de impedir a propagação das microfissuras, melhorando as propriedades físico-mecânicas de um material (ABOUSNINA *et al.*, 2020).

Um composto cimentício, em que sua microestrutura é formada por interstícios/vazios é denominado permeável, ou seja, essa região é constituída por produtos de hidratação densos e, sobretudo, amorfos (não cristalinos). Além disso, sabe-se que a estrutura de poros preenchida, apresenta uma melhor correlação entre a matriz formada pelos materiais constituintes que diminuem as microfissuras e dificultam a movimentação da água, tornando os compósitos mais duráveis e estáveis (LI *et al.*, 2020).

De acordo com Ozen e Derun (2019), as micropartículas de um nanocomposto podem preencher os vazios/ interstícios presentes na matriz do composto hidratado, tornando o material com uma microestrutura mais densa. Além disso, partículas com maiores raios atômicos impedem a propagação de fissuras em nanoescala que influenciam numa melhor eficiência do composto cimentício. Para tanto materiais a base de carbono demonstram algumas limitações quanto as ligações atômicas, devido à falta de áreas interfaciais entre esses componentes.

O grafeno puro é caracterizado como um material bidimensional (2D), em que possui diversas propriedades, tais como, alta condutividade elétrica e térmica, estabilidade a altas temperaturas e melhor performance as propriedades mecânicas devido a uma maior superfície e área específica. Além disso, o nanomaterial possui características que podem melhorar o desempenho dos compósitos cimentícios (HO *et al.*, 2020).

Dependendo da aplicabilidade desejada, materiais com granulometrias finas melhoram a trabalhabilidade e prologam a vida útil dos compósitos cimentícios. Materiais pozolânicos aplicados em quantidades ideais, contribuem para o empacotamento das partículas atuantes nas regiões microestruturais tornando-as resistentes a ação dos agentes agressivos (WU *et al.*, 2020).

Existem diversos estudos que tratam das melhorias que as atividades pozolânicas relacionados ao cimento Portland, porém faz-se necessário analisar as consequências quanto a utilização dessas adições, ou seja, compreender o comportamento e as reações micro e macroestruturas em função das condições em

que a estrutura está inserida, afim de desenvolver contribuições e limitações baseadas em uma visão sistêmica relacionado ao composto em análise.

O efeito pozolânico é determinado através do consumo de hidróxido de cálcio Ca(OH)_2 , responsável pela alta alcalinidade frente a solução aquosa dos poros no interior do compósito cimentício, ou seja, os materiais contendo adições, apresentam menor reserva alcalina, sendo este susceptível a difusão da carbonatação (LEI; LAW; YANG, 2021).

Segundo Lei, Law e Yang (2021), materiais pozolânicos são compostos por silicatos ou sílico-aluminatos amorfos com pouca atividade aglomerante que, em contato com água e em temperatura ambiente de aproximadamente 25 °C, reagem com hidróxido de cálcio Ca(OH)_2 formando componentes com propriedades cimentícias. O silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$) é formado pela reação entre a pozolana e o Ca(OH)_2 , podendo haver a formação de aluminatos de cálcio hidratados. A precipitação do ($C - S - H$) ocorre através da dissolução da pozolana em meio alcalino combinados com íons Ca^{2+} em solução.

Segundo Wu *et al.*, (2020) a incorporação de nanomateriais em compósitos cimentícios tem sido alvo de várias pesquisas, pois melhoram as propriedades físico-mecânicas e atuam no retardo da propagação de microfissuras quando utilizados adequadamente. Ao utilizar-se teores maiores a base de carbono em função da massa do aglomerante, pode-se haver a dispersão do nanomaterial, influenciando na coesão matricial do composto cimentício, devido a elevada área superficial, que acelera o processo de hidratação e influi no aumento dos géis de silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$).

As nanopartículas de grafeno puro são produzidas através do processo de esfoliação mecânica a partir de seu componente principal, o grafite. Esse método eletroquímico é ideal, pois diminui os defeitos e perdas dos analitos, melhora a cristalinidade e a condutividade térmica. Esta é uma das razões pelas quais o grafeno puro e seus derivados estão sendo explorados como aditivo e/ou adição para melhorar o desempenho físico-mecânico dos compósitos cimentícios.

Levando em consideração esses aspectos, estudos realizados por Ho *et al.*, (2020) demonstraram que a incorporação de 0,07% de grafeno puro na argamassa, pode aumentar 34,3% a resistência a compressão axial e 27,5% a resistência a tração na flexão, aos 28 dias de análise. Esse comportamento foi confirmado por Zhao *et al.*, (2020), onde relataram que a utilização de um percentual “ótimo”, variando entre

0,05% e 0,09% de grafeno puro, pode melhorar as propriedades mecânicas e a tenacidade dos compósitos a base de cimento. Os autores observaram que o teor de 0,06% de grafeno puro potencializa em, aproximadamente, 10% a resistência a compressão axial das argamassas.

O grafeno puro é um nanomaterial altamente hidrofóbico e dispersível em água, mas em solução aquosa pode ser melhorado através da combinação de surfactantes ultrassônicos. Estudos realizados por Wang e Pan (2016), revelaram que a adição de 0,05% de grafeno puro em argamassas de cimento melhora a resistência à tração na flexão em 24% aos 28 dias.

Tong *et al.*, (2016), utilizaram 0,1% de grafeno puro em relação a massa do aglomerante e evidenciaram que a resistência mecânica dos compósitos argamassados melhorou em 20% após 28 dias de análise. Esses estudos concentraram-se apenas na investigação das alterações das propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios entre a argamassa de referência e com diferentes teores de grafeno puro.

Recentemente, Du e Dai Pang (2015) analisaram o comportamento das argamassas de cimento com diferentes teores de grafeno puro, onde as dosagens foram: 2,5%, 5,0% e 7,5% e partículas dimensionadas em 8 mm. Diante das análises, observaram que maiores teores de nanopartículas a base de carbono, podem diminuir a percolação de água por capilaridade.

Ainda sobre os autores, os resultados não foram significativos frente as propriedades mecânicas, pois perceberam que elevadas taxas do nanomaterial, resultaram na aglomeração das folhas de grafeno, tornando-as multicamadas que potencializam o aumento da fricção na área de transição, havendo a perda da resistência a compressão axial por cisalhamento.

Embora esses estudos tenham apresentado resultados significativos quanto a utilização de nanopartículas de nanomateriais a base de carbono, algumas características do mecanismo químico não foram compreendidas. O mecanismo de durabilidade dos compósitos cimentícios com grafeno puro propicia uma forte aderência interfacial entre os grupos funcionais de carboxila, hidroxila e os silicatos presentes na matriz do cimento hidratado.

Na perspectiva de controlar tecnologicamente os materiais, ao longo dos anos, algumas adições químicas estão sendo analisadas, em função de sua aplicabilidade, com o intuito de melhorar as propriedades dos materiais. É de fundamental

importância a realização de análises micro e macroestruturais, uma vez que a correlação entre essas duas vertentes, proporcionará uma melhor compreensão dos compósitos cimentícios estudados, no que diz respeito às suas aplicabilidades. Portanto, faz-se necessário analisar o principal potencial a nível acadêmico/industrial da utilização de adições químicas e, principalmente, sua viabilidade econômica.

1.1 Contextualização e justificativa

Os compósitos cimentícios são materiais de Engenharia Civil amplamente difundidos, devido as suas propriedades físico-mecânicas e funcionalidade que, por sua vez, são aplicados e utilizados na indústria da construção moderna. Com o intuito de melhorar a durabilidade dos materiais a base de cimento, os nanomateriais tem sido amplamente utilizado.

No ano de 2004, Geim e Novoselov utilizaram o método de “descasque” micromecânico para a obtenção de folhas de grafite. Assim, foi obtida uma folha fina composta apenas de uma camada de átomo de carbono denominada como grafeno. Posteriormente, o nanomaterial atraiu investigações acerca de suas propriedades físicas e químicas.

O grafeno, por sua vez, é um nanomaterial de efeito nanotecnológico que são constituídos por carbono puro, dispostos em uma única camada que configura um átomo de espessura. Como o carbono é a base química, torna o grafeno potencialmente uma solução ecológica e sustentável aplicado em inúmeras soluções, incluindo o campo da construção civil.

De acordo com Lee *et al.*, (2008), o grafeno puro é um dos nanomateriais mais fortes, pois possui resistência a tração de 130 GPa, módulo de Young de 1 TPa, rigidez com tensão de 340 GPa.nm³. Devido a essas propriedades, muitas investigações estão sendo realizadas, das quais possibilitam a utilização do nanomaterial em diversos compósitos cimentícios.

Materiais a base de carbono como o grafeno puro, grafeno monocamada e multicamadas, foram considerados como nanofillers favoráveis para aplicação em compósitos cimentícios devido as suas propriedades tais como condutividade térmica, resistência à tração na flexão e lubricidade. A incorporação de materiais grafênicos podem tornar os compósitos cimentícios mais duráveis, além de multifuncionais conforme estudos realizados por Lee *et al.*, (2008).

A partir dos aspectos supracitados, o objetivo dessa pesquisa foi investigar a utilização de nanopartículas de grafeno puro obtido pelo processo de esfoliação mecânica aplicadas aos compósitos cimentícios (argamassas), bem como compreender suas propriedades físicas e mecânicas.

Para compreender os mecanismos referentes ao comportamento das misturas, foi preciso realizar algumas análises estruturais constituídas por difração de Raios-X (DRX), fluorescência de raios-X (FRX), análise termogravimétrica (TGA), espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) constituídos por elétrons secundários (SE) e por energia dispersiva (EDS).

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo é avaliar a influência do grafeno puro multicamadas nas propriedades físicas, químicas e mecânicas dos compósitos cimentícios (argamassas), bem como compreender o potencial pozolânico através das técnicas de análises de propriedades estruturais, morfológicas, químicas e mecânicas.

1.2.2 Objetivos específicos

- ✓ Embasar teoricamente aspectos voltados a utilização de nanopartículas de grafeno puro em compósitos cimentícios;
- ✓ Realizar caracterização estrutural, morfológica, química, física e mineralógica dos materiais precursores;
- ✓ Analisar propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios (argamassas);
- ✓ Verificar a influência do grafeno puro multicamadas nas propriedades físicas, químicas e mineralógicas das compósitos cimentícios preparados com adição de grafeno.

1.3 Estrutura da dissertação

Esta dissertação encontra-se dividida em cinco principais capítulos, além das referências bibliográficas e os respectivos anexos, sendo estes descritos de forma sucinta nos parágrafos consecutivos. Dentro dessa premissa, o primeiro capítulo refere-se à introdução, onde foram discutidos os principais temas do estudo, bem como a definição dos objetivos, contextualização e justificativa do tema proposto.

O segundo capítulo foi dedicado às pesquisas e análises bibliográficas para fomentar o tema abordado, que se refere ao estado do conhecimento atual relativo à aplicação de materiais a base de carbono, tal como grafeno puro, no setor da construção civil.

Nanomateriais são temas considerados recentes no campo da investigação científica, principalmente aplicados a Engenharia Civil. Em uma primeira fase, procurou-se descrever os principais materiais utilizados atualmente e, depois, foi

realizada uma pesquisa mais aprofundada no que diz respeito a aplicação de nanopartículas de grafeno em compósitos cimentícios.

No terceiro capítulo, foi descrito todo o aparato experimental utilizado para caracterizar os materiais precursores, tanto macroscopicamente, quanto microscopicamente. Todos os compósitos cimentícios foram analisados no estado fresco e, após o estado de hidratação, foram submetidos aos procedimentos baseados nos ensaios físicos, mecânicos e mineralógicos, afim de obter os resultados.

No quarto capítulo é apresentada a síntese dos resultados obtidos após os procedimentos experimentais, sendo estes analisados conforme os parâmetros comportamentais frente a utilização de grafeno puro em argamassas a base de cimento, justificando cada comportamento de forma individualizada, além de embasá-los com pesquisas recentes de outros pesquisadores. Além disso, foi realizado uma análise de custo comparando os compósitos cimentícios sem a adição do nanomaterial e com a adição do mesmo.

No quinto capítulo foram desenvolvidas as principais conclusões obtidas ao longo do respectivo estudo, onde estas, foram descritas de forma sintetizada. Além disso, foi proposto alguns temas para estudos que poderão ser desenvolvidos futuramente. Por fim, foram apresentadas as referências bibliográficas utilizadas no estudo e, além disso, os anexos que consiste na descrição dos ensaios que fomentaram a aparato experimental.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A construção do conteúdo que será abordado nesse capítulo traz alguns aspectos sobre os mecanismos químicos que ocorrem no interior dos compósitos cimentícios, desde as reações químicas, até as evidências dos sais que atingem a estrutura. Além disso, serão discutidos sobre as primeiras evidências das reações químicas recorrentes frente a degradação dos compósitos cimentícios, bem como os fatores que influenciam diretamente a estrutura externa e interna do material utilizado em estudo.

2.1 Aspectos gerais do cimento Portland

Segundo An *et al.*, (2019), Vamshidhar *et al.*, (2020), Wu *et al.*, (2020), Jafari-Sadeghi *et al.*, (2021), o mundo vem passando por diversas mudanças e transformações principalmente quando se trata de tecnologia. Na engenharia não é diferente, uma vez que novas técnicas, métodos e procedimentos são utilizados para aprimorar o desempenho dos materiais que foram utilizados durante séculos como as argilas, por exemplo.

Afim de compreender o processo de transformação desses materiais, faz-se necessário aprimorar os conhecimentos pautados em estudos técnicos e científicos, dos quais abrange critérios de desempenho e aplicabilidade, onde pode-se citar o cimento Portland que teve sua primeira aplicabilidade no século XIX na Inglaterra.

Caracterizado como um pó fino, o cimento Portland possui propriedades ligantes que, com a ação de algum tipo de solvente como a água, apresenta-se com um tempo, uma pasta sólida formada através das reações de hidratação no interior do material, por meio de um mecanismo denominado coesão e, uma vez hidratado, o material possui resistência ao decompor-se mesmo passando por um processo de degradação (ZHU *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2021; GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2021; AZEVEDO *et al.*, 2021).

De acordo com Andrade Neto, Latorre, Kirchheim (2021), Szewczenko, Kotsay (2021), Medeiros *et al.*, (2021), Ni *et al.*, (2021) e Agostinho *et al.*, (2021) o cimento é produzido com a presença de calcário e argila e, além disso, utilizando bauxita e minérios de ferro em pequenas proporções, com a finalidade de equilibrar a quantidade de óxidos produzidos em todo o processo de fabricação. Assim, ao se

tratar da formação química do clínquer, os óxidos de cálcio, sílica, alumínio e ferro formam 95% de sua composição caracterizada, normalmente, pela presença de quartzo, rochas ígneas e sedimentares.

Ao se comentar sobre o calcário, um dos principais componentes para a formação do cimento, é a cal (material utilizado na construção civil), onde sua composição é apresentada pelo carbonato de cálcio (CaCO_3) sendo utilizado entre 80% a 85% na fabricação do cimento. Em sua composição há o clínquer como matéria prima principal, que é denominado como um material proveniente da mistura da rocha calcária britada moída, argila e corretivos químicos como filito (Al_2O_3), quartzito (SiO_2) e minério de ferro (Fe_2O_3) (CHENG *et al.*, 2020; MA *et al.*, 2020; LIU *et al.*, 2020; ZHUTOVSKY; SHISHKIN, 2021; PARK *et al.*, 2021).

Outros elementos químicos devem ser levados em consideração na fabricação do aglomerante, como o óxido de magnésio (MgO), pois seu teor utilizado possui um caráter limitado de aproximadamente 6,5%, no que diz respeito as normas nacionais e internacionais. É sabido que esse percentual não altera a formação cristalográfica.

O composto MgO ao entrar em contato direto com a água presente na composição matricial dos compósitos cimentícios, hidratam-se, formando lentamente cristais de hidróxido de magnésio (MgOH_2) que aumentam de volume, principalmente nas zonas de transição. Esse comportamento dar-se-á pelas interações de tensões internas e, sobretudo, microestruturais que provocam trincas ou fissuras de dentro para fora naquele composto (WANG *et al.*, 2020; MA *et al.*, 2020; HAY; CELIK, 2020; LI; QIN; YI, 2021; WU *et al.*, 2021).

Ainda sobre o calcário, este material pode ser classificado em três principais tipos conforme o percentual do teor de óxido de magnésio. O primeiro é chamado de calcítico, onde o teor de (MgO) utilizado deve ser menor que 4%; o segundo é caracterizado como dolomítico, onde o teor está entre 4% e 18% e, por fim, o calcário magnesiano se o teor utilizado for maior que 18% (XIE *et al.*, 2021; PARVAN *et al.*, 2021; YU *et al.*, 2021; HOU *et al.*, 2021; POWDYAL; ADHIKARI; WON, 2021; SHARMA *et al.*, 2021).

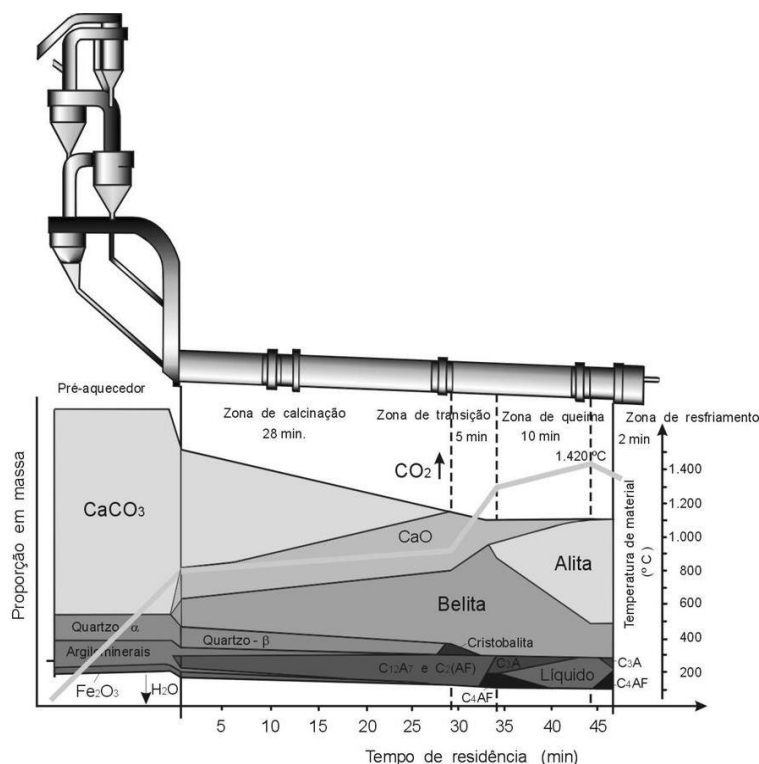
Todos os componentes utilizados passam por um processo de mistura e moagem da matéria prima, onde adiciona-se de 3 a 5 % de sulfato de cálcio com o objetivo de regular o tempo do início de hidratação do cimento. Esses materiais são submetidos a sinterização, com uma temperatura de aproximadamente 1400 °C e, após esse estágio, o mesmo passa por um processo de arrefecimento rápido,

formando os chamados cristais de clínquer (LI *et al.*, 2021; SHIRANI *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2021; DORN *et al.*, 2022).

O processo de formação do clínquer é constituído liberação de água que ocorre numa temperatura entre 100 °C e 200 °C, reações como desidroxilação dos argilominerais e alotropia do quartzo ocorrendo na temperatura entre 500 °C e 600 °C, decarbonatação pela presença de ferroaluminatos cálcicos, a formação dos cristais de belita em fase inicial e o surgimento da cristobalita. Todos ocorrendo numa temperatura entre 700 °C a 900 °C (SANTANA-CARRILLO *et al.*, 2021; KOGUT; GÓRECKI; BURMISTRZ, 2021; SIMONI *et al.*, 2021; GASTALDI *et al.*, 2021).

Há também as transformações de fases dos compostos $C_{12}A_7$ e $C_2[A,F]$ em C_3A e C_4AF , ocorrendo numa temperatura entre 900 °C e 1200 °C. As relações proporcionais das massas características de cada composto analisado, bem como as variações de temperatura podem ser vistas na (Figura1) e no (Quadro 1) onde contém, de forma mais detalhada, os fenômenos químicos ocorridos no processo de clínquerização (WOLTER, 1985; CENTURIONE, 1993).

Figura 1 – Desenvolvimento dos compostos do clínquer.



Fonte: Adaptado por Wolter, (1985).

Quadro 1 – Principais reações durante o processo de sinterização do clínquer.

Temperatura (°C)	Reações
100 - 200	Liberação de água livre.
500 - 700	Desidroxilação dos argilominerais; transformação de quartzo- α em quartzo- β .
700- 900	Decomposição dos carbonatos, com liberação de CO_2 ; primeiras reações de estado sólido, levando à formação de aluminatos e ferroaluminatos cálcicos C_{12}A_7 e $\text{C}_2[\text{A},\text{F}]$ e início de formação de belita ($2\text{CaO} + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Ca}_2\text{SiO}_4$); conversão de quartzo- β em cristobalita.
900 -1200	Conversão de ferroaluminatos e aluminatos em C_4AF e C_3A ; formação da belita a partir da sílica remanescente e dos cristais de cal livre.
1200- 1350	Cristalização das primeiras alitas ($\sim 1200^\circ\text{C}$), a partir de cristais pré-existent de belita e cal livre; a partir de $\sim 1280^\circ\text{C}$ inicia-se a formação da fase líquida a partir dos aluminatos e ferroaluminatos cálcicos, com consequente nodulização do clínquer.
Acima de 1350	Desenvolvimento dos cristais de alita.

Fonte: Adaptado de Centurione, (1993).

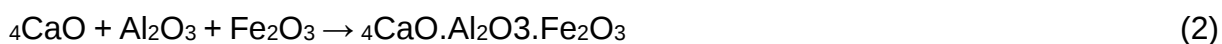
O clínquer é comumente caracterizado pela composição química tipicamente utilizada no cimento Portland que, por sua vez, possui quatro principais componentes, tais quais: óxido de cálcio (CaO) sendo este presente em 67%, óxido de silício (SiO_2) representado por 22%, óxido de alumínio (Al_2O_3)_(alumina) correspondente a 5%, óxido de ferro (Fe_2O_3) com um percentual formado de 3% e outros óxidos que caracterizam 3% do composto (SCHERB *et al.*, 2021; HAMADA *et al.*, 2021; ASADI *et al.*, 2021; ZHU *et al.*, 2021).

No que diz respeito as fases cristalinas anidras metaestáveis, em temperatura ambiente, o clínquer é formado em sua maior composição entre 50% – 75% de $\text{C}_3\text{S}_{(\text{alita})}$ e silicato dicálcico com um percentual entre 15% – 30% composto por $\text{C}_2\text{S}_{(\text{belita})}$. Além desses, também é constituído por aluminato tricálcico contendo um percentual de 5% – 10% de $\text{C}_3\text{A}_{(\text{celita})}$ com a presença de MgO e, por fim, ferroaluminato tetracálcico atingindo um percentual de 5% – 15% de $\text{C}_4\text{AF}_{(\text{felita})}$ (KIPKEMBOI *et al.*, 2020; BARBOZA-CHAVEZ *et al.*, 2020; RODRIGUEZ; TOBON, 2021; JIAN *et al.*, 2020; GHAZIZADEH *et al.*, 2020).

Dentre os compostos citados, o aluminato tricálcico é um dos principais componentes para a formação do cimento Portland e suas características químicas são determinadas através da reação em óxidos ($3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$). Além disso, são encontrados na matriz do cimento em pequenos percentuais, mas influencia para o enrijecimento instantâneo do composto cimentício (SMIRNOVA *et al.*, 2020; SEO *et al.*, 2021; XU *et al.*, 2021). No processo de clínquerização, a formação desse composto ocorre numa temperatura entre 1200 °C e 1300 °C e a reação química correspondente pode ser vista na (Equação 1).



O Aluminato tricálcico é determinado através da composição química resultante dos óxidos $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$. Sabe-se, portanto, que esse composto possui uma interação direta nas regiões microestruturas e no comportamento físico dos materiais cimentícios (MAO *et al.*, 2021; MEI *et al.*, 2021; ZHENG *et al.*, 2021; LIU *et al.*, 2021). A determinação para a compreensão dessa reação é definida conforme a (Equação 2).



Essas são as primeiras reações que ocorrem, mas há também a fusão dos constituintes na fase intersticial C_3A e C_4AF , além da formação dos cristais de alita. Para melhor contextualizar esse ponto, a formação do silicato dicálcico correspondente ao processo de hidratação dos materiais cimentícios, resulta na formação em óxidos ($2\text{CaO}.\text{SiO}_2$), auxiliando no aumento da resistência do composto (ZHANG *et al.*, 2020; CHEN *et al.*, 2020; MEI *et al.*, 2020). A formação das fases cristalinas desses materiais ocorre entre a temperatura de 1250 °C e 1300 °C e esse processo é apresentado na (Equação 3).



De acordo com Li *et al.*, (2020), Li *et al.*, (2020) e Kang *et al.*, (2020), a composição química e a cinética de fases do silicato tricálcico, auxiliam no aumento da resistência do material nas primeiras semanas de hidratação. Esse processo é

caracterizado numa temperatura equivalente entre 1350 °C e 1450 °C ocorrendo a reação química apresentada na (Equação 4).



De acordo com Pei *et al.*, (2022), a matriz do cimento Portland é constituída por cal, sílica e alumina do qual é caracterizado como material aluminoso. Deste modo, as fases podem transformar-se em subfases quanto a formação de um sistema binário determinado pela presença dos compostos químicos C_2S e $2\text{Fe}.\text{SiO}_2$ (F_2S) interagindo diretamente com C_2S , formando uma composição sólida determinado pela interação (cal/ferro).

Segundo Dener, Karatas e Mohabbi (2021), o cimento é composto por um baixo teor de álcalis em sua composição, porém no processo de sinterização para a formação da matéria ocorre a volatilização composta pelas cinzas do aglomerante que são ricas em álcalis, sendo que no cimento Portland esse valor está entre 0,5% e 1,3% de ($\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$).

No processo de moagem do cimento, adições são utilizadas para formar sua composição, mas sabe-se que para cada tipo de aglomerante obtido, teores químicos são utilizados especificamente capazes de modificar suas propriedades e funções. Adições como gesso, fíler, escória de alto forno, materiais pozolânicos e carbonáticos são utilizadas no processo de fabricação do material e, portanto, garantem características físicas adequadas (PARVAN *et al.*, 2021).

Com o intuito de garantir a qualidade do clínquer, é necessário levar em consideração alguns parâmetros conforme estabelecidos pelos devidos intervalos de valores. Deste modo, os parâmetros são o módulo de sílica (MS) e o módulo de alumina (MA) frente a proporção de óxidos no clínquer (NI *et al.*, 2021).

O módulo de sílica, parâmetro utilizado para determinar o comportamento do cimento quanto as interações químicas, interferem diretamente na queima da “farinha”, na formação da colagem do refratário, na granulometria do clínquer e na fase líquida (REGO; CARDOSO; PILEGGI, 2021).

Compreende-se então que, quando se obtém um módulo de sílica baixo, há aumento da fase líquida e a formação de colagens que beneficia a queima (ANDRADE NETO; LATORRE; KIRCHHEIM, 2021). Todas essas características são otimizadas quando aplicadas a (Equação 5) e o valor obtido se encontra entre 2,3 e 2,7.

$$MS = \frac{\%SiO_2}{\%Al_2O_3 + \%Fe_2O_3} \quad (5)$$

No que diz respeito ao módulo de alumina, sabe-se que essa característica torna a fase líquida menos viscosa que facilita a cinética das reações e melhora a nodulização do clínquer, tendo valores utilizáveis entre 1,3 e 2,7 (CLAVÉRIE *et al.*, 2022). A (Equação 6), especifica os parâmetros utilizados para cálculo.

$$P = \frac{\%Al_2O_3}{\%Fe_2O_3} \quad (6)$$

Para melhor contextualizar esse ponto, estudos realizados por Scrivener *et al.*, (2019) corroboram com os valores médios definidos, onde ao estudarem o processo de combustão do cimento, perceberam que os resultados do módulo de alumina variaram entre 1,5 e 2,5. Além disso, Krouer *et al.*, (2020), avaliaram o comportamento do raio do cimento quanto a utilização de agregados reciclados e relataram valores próximos ao estabelecido, sendo este de 2,4. Krishnan, Manikandam e Thenmuhil (2021), em seus estudos, evidenciaram valores de 2,25.

Uma das características mais importante na composição mineral de um cimento Portland é o coeficiente de saturação de sílica com a presença de cal (FSC), que expressa a proporção entre a quantidade de cal que permanece no clínquer após a formação dos silicatos e sulfatos, necessária para interagir com a sílica formando $3CaO.SiO_2$. Na (Equação 7) pode-se observar os parâmetros utilizados para cálculo.

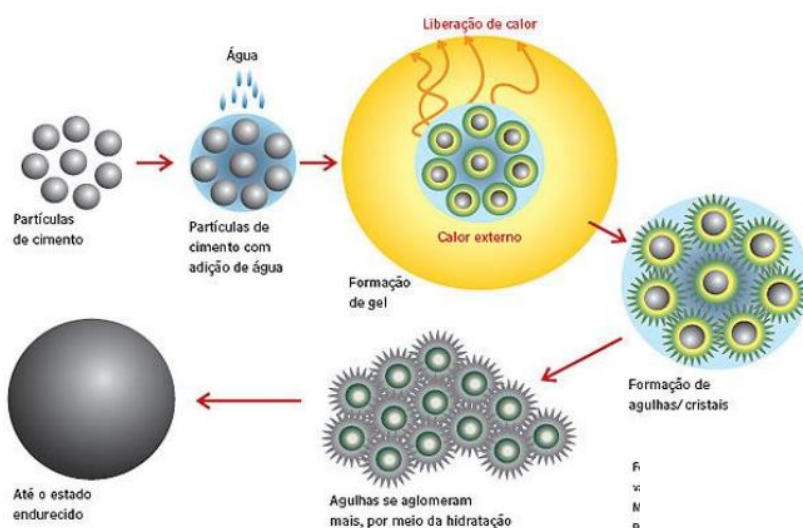
$$FSC = \frac{(CaO_{total} - CaO_{livre}) - (1,65Al_2O_3 + 0,35Fe_2O_3 + 0,7SO_3)}{2,8(SiO_{2\ total} - SiO_{2\ livre})} \quad (7)$$

Segundo Briki *et al.*, (2021), a determinação do coeficiente de saturação tem por finalidade, quantificar o teor de cal livre composta ao clínquer, reduzindo a quantidade de C_3S – (silicato dicálcico) no processo de queima do aglomerante. Vale ressaltar que, o (CPV – ARI) cimento Portland de alta resistência inicial, é rico em C_3S , elemento este que proporciona uma melhoria na resistência dos compósitos cimentícios nas primeiras idades de hidratação.

Ao se obter o valor correspondente do coeficiente e , após as análises químicas das matérias primas formada pela presença de rocha calcária e argila, calcula-se então os percentuais de carga. O coeficiente de saturação do cimento Portland varia entre 0,80 e 0,95 e, quanto maior o FSC, maior o teor de C_2S presente no clínquer e, portanto, menor a reatividade do cimento (YAN *et al.*, 2021).

No Brasil, há diferentes tipos de cimento Portland e suas funções são correlatadas através de sua composição físico-química. Além disso, a definição do tipo de aglomerante é pautada ao calor de hidratação gerado, ou seja, para um maior volume de compósitos argamassados deve ser utilizado um tipo de cimento com baixo calor de hidratação (HIRSCH; LU; STEPHAN, 2021). O processo de hidratação do cimento pode ser visto na (Figura 2), ilustrada a seguir.

Figura 2 – Estágios de hidratação do cimento em função de suas características.



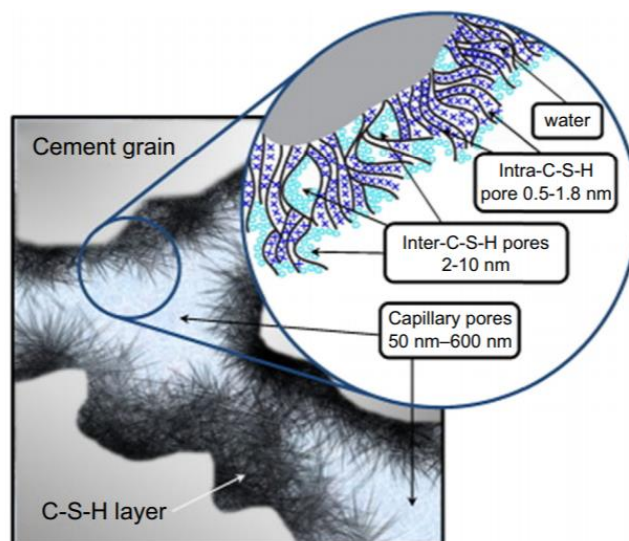
Fonte: Mehta e Monteiro, (2014).

Segundo Linderöth, Wadsö e Jansen (2021), a formação dos produtos de hidratação do cimento Portland é definida pelo teor de silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$), composto por uma estrutura fibrilar que compõe entre 50% e 60% do volume dos materiais sólidos na fase de hidratação da pasta, onde sua morfologia é caracterizada pela presença de fibras semicristalinas poliméricas e/ou redes reticulares formadas por grãos irregulares.

Segundo John, Matschel, Stephan (2018), Cho, Chung Nam (2020), quando o cimento é misturado com água, a fase ($C - S - H$) (amorfa) junto com o hidróxido

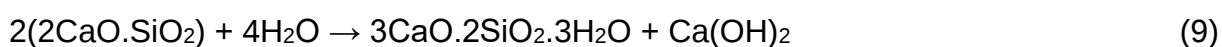
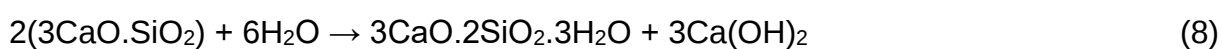
de cálcio (CH, cristalino) precipita como aglomerados de partículas coloidais em nanoescala com um sistema de poros internos observado na (Figura 3).

Figura 3 – Estrutura dos poros na pasta de cimento hidratado.



Fonte: Badea, Scurtu e Ardelean (2016).

Nesse contexto, compreende-se que as ligações químicas presentes no processo de hidratação, influenciam diretamente na resistência microestrutural dos compósitos cimentícios, sendo esta, determinada através das forças de Van Der Waals, estruturadas nas (Equações 8 e 9).



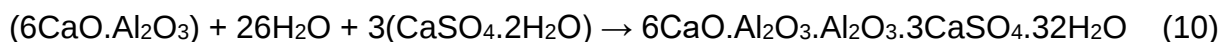
Os estágios de hidratação definem o comportamento dos materiais precursores quando avaliados separadamente em um composto, pois a presença de cristais prismáticos de hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e cristais fibrilares de silicatos como (C_3S) e (C_2S) , iniciam o processo de preenchimento dos interstícios/vazios, espaços estes ocupados pela presença de água e partículas de cimento em dissolução (TANG *et al.*, 2021; LINDEROTH; WADSÖ; JANSEN, 2020).

A Portlandita é um tipo de mineral formado pela estruturação dos cristais maiores de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e constitui cerca de 20% a 25% do volume dos sólidos presentes na pasta, caracterizada por uma morfologia prismática hexagonal distinta. Esse

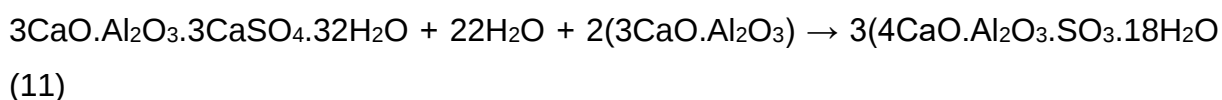
comportamento dar-se-á pela disponibilidade de espaço, temperatura de hidratação e das impurezas presentes no sistema matricial do composto (HERNANDEZ; LIZARAZO-MARRIAGA; RIVAS, 2018; LIU *et al.*, 2021). Nesse sentido, o hidróxido de cálcio possui resistência limitada entre seus componentes, uma vez que a área superficial desse composto é mais baixa comparada a distribuição das partículas de $(C - S - H)$.

No processo de hidratação microestrutural dos materiais cimentícios, o volume de sulfoaluminato de cálcio presente na pasta de cimento é composta por aproximadamente 20%, sendo este, essencial em função das propriedades nanomecânicas dos compósitos (GU *et al.*, 2019; HOMORO; MICHEL; BARANGER, 2019).

É sabido que nos estágios iniciais do processo de hidratação, a relação sulfato/alumina colabora na formação de trissulfoaluminato de cálcio hidratado ($C_6AS_3H_{32}$), denominado como etringita (STEINER *et al.*, 2020; YU *et al.*, 2019; GUO *et al.*, 2020). Sua morfologia possui cristais prismáticos aciculares (formato de agulhas) e o comportamento químico dessa estrutura pode ser vista na (Equação 10).



Segundo Chen *et al.*, (2019), Chen *et al.*, (2020) e Jebli *et al.*, (2021) a etringita formada na pasta de cimento, transforma-se em monossulfato hidratado, (C_4ASH_{18}), sendo este constituído de cristais com placas hexagonais. A presença desse composto químico nos compósitos a base de cimento torna-o vulnerável frente aos ataques por sulfatos. As configurações estruturais formadas podem ser realizadas conforme a (Equação 11).



Finalmente, compreende-se que os grãos de clínquer não hidratados estão correlacionados com os tamanhos das partículas composta ao cimento anidro e do grau de hidratação na microestrutura dos compósitos cimentícios. Nesse contexto, a composição física matricial, formada por grãos menores de materiais precursores, se dissolvem dando ênfase para que as partículas com maiores dimensões, também

passa por um processo de redução, devido as interações nas zonas de transição formadas nas bandas de absorção. A falta de espaço, potencializa a hidratação das partículas de cimento *in situ*, resultante do processo de formação de um produto denso morfologicamente assemelhado as partículas de clínquer.

2.1.1 Produção do clínquer e suas reações de hidratação

O clínquer é um dos materiais mais estudados devido a sua complexidade e, sobretudo, sua funcionalidade quanto a produção do cimento frente as reações de hidratação. Nesse sentido, suas propriedades e características são essenciais na matriz cimentícia, no que diz respeito, as suas fases mineralógicas e, principalmente, as interações com o cimento por ser seu principal constituinte (YAN *et al.*, 2022; MA *et al.*, 2021)

As fases mineralógicas principais que compõem o clínquer são formadas por silicato tricálcico (C_3S_{alita}), silicato dicálcico (C_2S_{belita}), aluminato tricálcico (C_3A) e ferroaluminato tetracálcico ($C_4AF_{ferrita}$). Segundo Liu *et al.*, (2021), o clínquer pode apresentar periclásio formado pelo (MgO) – óxido de magnésio e cal livre (CaO).

Analisar o comportamento desse material é algo complexo e, portanto, cada fase do material é estudada separadamente para melhor compreensão do processo de hidratação do cimento. Assim, entende-se que esse processo dar-se-á através das interações de dissolução das fases levando em consideração a ordenação dada por $C_3A - C_3S - C_4AF$ e C_2S . Essas reações são complexas e a composição dos produtos hidratados passam por um processo de transformação até atingirem a estabilidade (PADILLA-ENCINAS *et al.*, 2021; ZHANG *et al.*, 2021).

O cimento Portland ao entrar em contato com água (H_2O) promove uma reação de hidratação, onde forma-se produtos hidratados constituídos por anidros. Esses produtos anidros transformam-se, integrando íons de hidroxila (OH^-) a estrutura cristalina formando silicatos de cálcio hidratados, portlandita e sulfoaluminatos. A saturação da solução ocorre com a interação entre a fase do clínquer e do sulfato de cálcio, onde aglomeram-se e, posteriormente, ligam-se entre si para formar produtos hidratados (SCHERB *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2021).

Inicialmente, a suspensão possui uma característica fluída e gradativamente torna-se mais rígida devido a formação de produtos hidratados a partir de cada fase do clínquer, através das reações químicas presentes no processo. O processo de

hidratação do cimento continua com o endurecimento da pasta, devido aos produtos depositados nos vazios resultantes das interações das reações pozolânicas (YAN *et al.*, 2021; ZHANG *et al.*, 2021).

A pasta hidratada possui diversos mecanismos químicos e o silicato de cálcio hidratado ($C-S-H$) compõe em até 60% do seu volume e, além disso, é considerado a fase mais importantes devido as suas propriedades. Numa escala atômica, o silicato de cálcio possui uma estrutura cristalina formada por cadeias tetraédricas isoladas por (SiO_4) interligados ionicamente, através de cátions intersticiais, onde o silício pode ser substituído por alumínio (CUESTA *et al.*, 2021; DONG *et al.*, 2022).

Já a portlandita é caracterizada por cristais prismáticos hexagonais e constitui um volume de aproximadamente 25% quanto a pasta de cimento hidratada. Assim, a hidratação do cimento Portland atinge, aos 28 dias de cura, entre 70% e 80% do seu grau de hidratação final e completa aos 365 dias de idade (LIU *et al.*, 2021; HE; LIAO, 2021).

2.1.2 Impactos ambientais causados pela fabricação do cimento Portland

As indústrias cimentícias emitem uma grande quantidade de poluentes na atmosfera e, muitos destes, são oriundos dos produtos gerados pela presença de gás carbônico (CO_2). Os processos e técnicas vinculados para reduzir a emissão desses agentes agressivos, causados pela produção do cimento Portland, possuem alto custo (BENHELAL; SHAMSAEI; RASHID, 2021; LIU *et al.*, 2021; DUNG *et al.*, 2021).

No que diz respeito a esse estudo, a utilização de materiais pozolânicos como adições químicas e minerais, melhoram a durabilidade e a vida útil das estruturas contendo materiais cimentícios possibilitando um melhor desempenho físico-mecânico. Para tanto, uma das vantagens da utilização dessas adições pozolânicas é potencializar uma melhor resistência externa do composto cimentício quanto a presença de agentes agressivos externos que, por sua vez, podem afetar e degradar a região interna do material até as armaduras de aço (SWATHI; ASADI, 2021; ALBIAJAWI; EMBONG; MUTHUSAMY, 2022).

As indústrias são responsáveis por aproximadamente 25% da emissão mundial de CO_2 e, de acordo com suescum-morales *et al.*, (2021), as fábricas de cimento são geradoras de 5% a 7% deste total. Para a produção de uma tonelada de cimento são

gerados entre 0,73 a 0,99 toneladas de CO₂ dependendo do teor de clínquer no cimento frente as suas adições.

A emissão de CO₂ na produção do cimento Portland comum é composta de duas fontes: a descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO₂), que libera aproximadamente 528 kg CO₂ para cada tonelada de cimento, e a queima de combustíveis fósseis, responsável pela emissão de cerca de 367 kg CO₂/ton. de cimento, totalizando, aproximadamente, 895 kg de CO₂/ton. de cimento (ALBIAJAWI; EMBONG; MUTHUSAMY, 2022).

Para efeitos de produção, estima-se que são gerados 540 kg de CO₂ para cada tonelada de clínquer, pois na calcinação do calcário é liberado dióxido de carbono com a decomposição térmica do carbonato de cálcio (CaCO₃), sendo o restante do CO₂ oriundo da queima do combustível necessário para o fornecimento da energia no processo de fabricação do cimento Portland, que pode atingir a uma temperatura próxima de 1500 °C (BATUECAS *et al.*, 2021)

2.2 Compósitos argamassados como materiais de construção civil

Os compósitos cimentícios são materiais utilizados amplamente no mundo e possui propriedades necessárias importantes para o comportamento das estruturas em geral. Além de resistir aos esforços solicitados, o mesmo protege as armaduras em seu interior em dois estágios: o primeiro, através da proteção física, agindo como uma barreira frente ao ambiente externo e as armaduras; o segundo está relacionada com a proteção química, assegurada pelo elevado pH do compósito armagassado, que promove a formação de uma película passivadora envolta de todo o aço (RODRIGUES *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2021).

Os compósitos argamassados são materiais constituído por cimento, água e agregado miúdo (areia) e, além disso, pode conter adições e aditivos químicos, com a finalidade de melhorar ou modificar suas propriedades básicas. São exemplos de adições: nanopartículas de grafeno puro, óxido de grafeno, cinza volante, pozolana natural, sílica ativa, metacaulim, entre outras (SOIVE *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2021).

O cimento, por sua vez, é o aglomerante que é utilizado em maior proporção na constituição de um composto e, por ser um material com propriedades ligantes, proporciona uma interação com os outros componentes por ser considerado um material pulverizado atuando nas principais ligações químicas juntamente com a água.

Os agregados naturais são facilmente observados de forma macroscópica nas argamassas, no entanto, os elementos da pasta só podem ser vistos através de um microscópio (WANG *et al.*, 2021; ZAJAC *et al.*, (2021).

Os compósitos argamassados são constituídos por duas fases dentistas entre si, onde a primeira é constituída por partículas de agregados distribuídas em tamanhos e formas diferentes. A outra é caracterizada através do meio ligante composto por uma massa de pasta de cimento hidratado. Além disso, esse material é considerado bifásico quanto ao nível macroscópico, onde é constituído por partículas dispersas na matriz da pasta de cimento (MENG *et al.*, 2021; ABOLHASANI; NAZARPOUR; DEHESTANI, 2021).

Em uma região microscópica esse comportamento modifica-se, pois a heterogeneidade interior é definida através do processo de hidratação e ligações químicas, cuja distribuição é realizada sob a massa da pasta de cimento hidratada densa, enquanto a outra é porosa. Assim, sabe-se que na microscopia é possível determinar uma terceira fase caracterizada pela junção interfacial entre as partículas dos agregados naturais e a pasta, conhecida, por sua vez, como zona de transição (WANG *et al.*, 2022; GAO *et al.*, 2021).

Um composto cimentício é considerado um material conglomerado, onde suas partículas são apresentadas em volta da pasta de cimento que possui um comportamento heterogêneo, frente a presença de partículas, filmes, microcristais, elementos sólidos interligados através de uma composição porosa que possui um teor de vazios e espaços com soluções (SOUZA *et al.*, 2022).

A composição matricial dos materiais a base de cimento, não se limita apenas a esses componentes, pois pode conter outros materiais, como pigmentos coloridos, fibras, agregados especiais, agregados artificiais e etc. No caso de aditivos, são largamente empregados os plastificantes e os superplastificantes, para reduzir a quantidade de água dos compósitos e possibilitar a trabalhabilidade necessária (SOUZA *et al.*, 2022; LISBOA *et al.*, 2021).

Todos esses materiais possuem interações químicas e físicas, pois influenciam também nas propriedades mecânicas dos compósitos argamassados. Para tanto, essas interações químicas e a tenacidade também são pautadas em fatores, cujo principal mecanismo, depende do comportamento da pasta e de suas ligações que são fundamentais para a contribuição do produto final (LIU *et al.*, 2021; JUEYENDAH *et al.*, 2021).

Levando em consideração essas características, a análise da durabilidade como função da resistência mecânica, da estabilidade dimensional e da resistência química dos compósitos cimentícios, implica perfeito conhecimento destas suas características, que, por sua vez, são dependentes das características de seu principal componente, o cimento (MAŁEK *et al.*, 2021; FADA; SHAHGOLI; KARIMIAN, 2021).

Os diversos constituintes de um composto a base de cimento são analisados pela ciência que estuda sua tecnologia quanto a sua aplicabilidade, frente as propriedades mecânicas, químicas, físicas e de durabilidade afim de conhecer melhor as características dos materiais matriciais, e a definição das proporções dos seus constituintes.

2.3 Fases constituintes do agregado

2.3.1 Fases do agregado

Os tipos de agregados utilizados nos compósitos cimentícios são regidos pela NBR 7211 (ABNT, 2009) onde trata das características e propriedades que esses elementos devem possuir e, dentre essas, sua constituição, pois são compostos por minérios densos, estáveis, compactos e duráveis. A norma também define os parâmetros que delimita os tamanhos dos grãos desses constituintes, sendo a peneira #4 com dimensão de (4,75 mm), definida como a subjunção dos agregados caracterizando os agregados miúdos, o material passante na peneira e os agregados graúdos, o material retido na mesma.

Dentre essas características físicas, os agregados influenciam diretamente no comportamento de um composto a base de cimento, onde a fase constituinte ocupa cerca de 80% do volume do material quando analisados em conjunto. Para tanto, os agregados influem, sobretudo, em algumas propriedades quanto a matriz cimentícia, como o módulo de elasticidade, massa unitária e estabilidade dimensional do composto cimentício. Outras características também são observadas como volume, forma, textura, distribuição de poros e, além dessas, a composição mineralógica e química desses materiais (NI *et al.*, 2021).

Do ponto de vista estrutural, os agregados influenciam diretamente no desempenho comportamental do composto cimentício quanto a durabilidade. Para que se possa compreender a atuação desses materiais, é necessário que sejam

considerados constituintes não inertes, levando em consideração suas propriedades físicas, químicas e térmicas frente ao processo de hidratação do composto até a fase fina (ROBALO *et al.*, (2021).

Para melhor contextualizar esse ponto, propriedades físicas como rugosidade, orientação das partículas e do formato dos grãos, influenciam no comportamento do composto a base de cimento e podem incidir um maior calor de hidratação tendo como consequência um tipo de retração térmica, podendo gerar fissuras, mecanismo que facilita o processo de degradação do material quando exposto a ambientes agressivos (IIU *et al.*, (2021).

A influência dos agregados sobre a resistência de um compósito cimentício, por vezes, não é levada em consideração, uma vez que, a resistência do mesmo normalmente não é um fator determinante quanto as suas propriedades na fase de hidratação pois, com exceção dos agregados leves, a partícula de agregado é muito mais resistente do que a estrutura interna matricial e a zona de transição na interface (PEKGÖZ; TEKIN, 2021; NASCIMENTO *et al.*, 2022).

Algumas outras características influenciam no comportamento do material a base de cimento como o teor de umidade dos agregados, uma vez que, a quantidade de água conduzida aos compósitos argamassados alteram consideravelmente a relação água/cimento. Além desses, a composição granulométrica influencia diretamente na qualidade do material, quanto a compacidade e a resistência aos esforços mecânicos.

2.3.2 Pasta hidratada

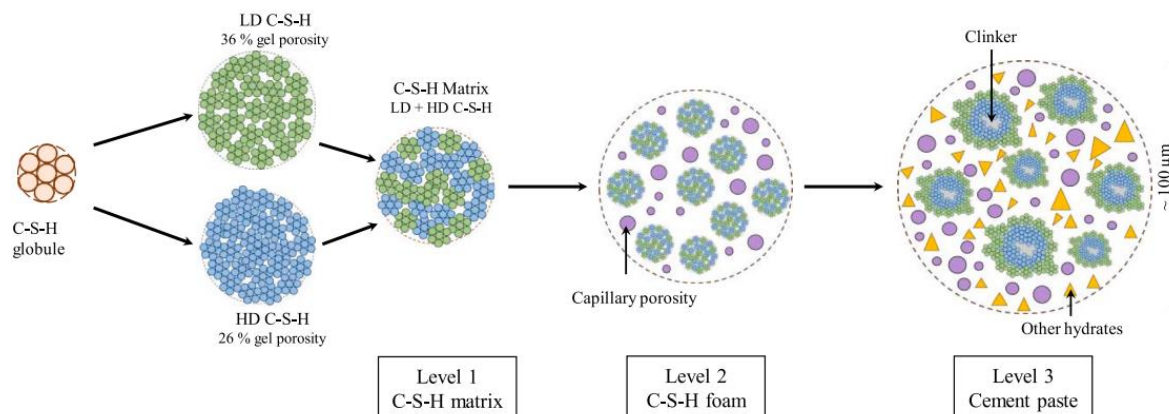
Segundo Djerbi (2018) e Hu *et al.*, (2022) a pasta endurecida tem aparência homogênea na forma macroestrutural, porém, quanto à forma microestrutural apresenta uma estrutura heterogênea, formada por três fases: sólidos, vazios e água presente na pasta de cimento que são denominados elementos principais para a ocorrência das reações de hidratação, tais como:

- Silicatos de cálcio hidratado ($C - S - H$): é denominada como a fase mais importante no processo de hidratação de um composto cimentício e, além disso, determina as propriedades da pasta completamente hidratada, sendo esta, presente em até 60% do volume de um sólido;

- Hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$: esses componentes formados pela presença de cristais de hidróxido de cálcio, são caracterizados como (portlandita) e constituem até 25% do volume de sólidos presentes nos compósitos cimentícios;
- Sulfoaluminatos de cálcio (etringita): atuam de forma secundária em função das micropropriedades na matriz cimentícia e ocupam até 20% do volume da pasta de cimento hidratada;
- Grãos de clínquer não hidratados: em função do tamanho das partículas de cimento e do grau de hidratação, compreende-se que alguns grãos de clínquer podem ser encontrados na microestrutura dos compósitos em diferentes estágios de hidratação.

Alguns estudos voltados para definir o comportamento do cimento quanto as reações de hidratação estão sendo desenvolvidos por Krishnya, Yoda e Elakneswaran, (2021), que analisaram as propriedades mecânicas do material conforme um modelo de sistema de multi-escala ilustrado na (Figura 4).

Figura 4 – Níveis do modelo multiescala: da matriz (C – S – H) na pasta de cimento.



Fonte: Krishnya, Yoda e Elakneswaran, (2021).

A partir da (Figura 4), percebe-se um tipo de correlação sistemática quanto as propriedades microestruturais do (C – S – H) com o micro desempenho da pasta de cimento em três níveis hierárquicos. No nível 1, a matriz (C – S – H) consiste em LD (C – S – H) e HD (C – S – H) foi considerada na escala característica de 1-100 nm. A porosidade capilar foi incluída com a matriz (C – S – H) no nível 2 na escala de 100 nm – 10 µm, referida como espuma composta por (C – S – H). Minerais de clínquer

que não reagem e outros produtos de hidratação foram adicionados ao modelo no nível 3. A característica da pasta de cimento no nível 3, varia de 10 μm a 100 μm .

Para prever as propriedades mecânicas da pasta de cimento (resistência à compressão, módulo Young e a razão de Poisson) da matriz nano ($C - S - H$), a fração de volume de produtos de hidratação, minerais clínquer e capilares porosidade obtida na análise correspondente ao estágio 1, foram utilizadas como parâmetros de estudo.

Além dos sólidos, a pasta de cimento hidratada contém vazios ou interstícios que influenciam diretamente nas propriedades da matriz do material. Segundo Yoshida, Elakneswaran, Nawa, (2021), Liu e Zhang, (2022), a divisão dos vazios pode ser entendida como espaços interlamelares no ($C - S - H$), vazios capilares e, por fim, ar incorporado.

Alguns espaços interlamelares presentes na formação do ($C - S - H$) hidratado possuem dimensões em escala nano variando entre 15 Å e 18 Å, ou seja, sua estrutura pode proporcionar uma melhor resistência as interações internas absorvendo os esforços de retração por secagem e no grau de hidratação detectado pela fluência, porém esses não auxiliam na questão da permeabilidade e na resistência (TANG *et al.*, 2021).

Segundo Brix, Sail e Bezzar (2021), os vazios capilares são denominados como espaços não preenchidos pelas partículas sólidas da pasta de cimento hidratada e são constituídos de regiões irregulares que resultam no processo de formação de vazios potencializando a porosidade do material. Esses interstícios são subdivididos em microporos com dimensões menores do que 50 nm e macroporos com tamanhos entre 50 nm e 100 nm. Os microporos auxiliam no processo da expansão da retração e os macroporos não são provenientes aos compósitos impermeáveis e a interação entre as zonas dos materiais precursores quanto a resistência.

Alguns elementos são utilizados na matriz cimentícia, porém possuem propriedades e características diferentes. No processo de incorporação de ar, as dimensões das bolhas variam entre 50 μm e 200 μm , onde facilitam na trabalhabilidade do material por conter uma menor superfície específica, porém quando os materiais precursores são analisados conjuntamente, algumas bolhas são formadas no processo de mistura na betoneira, estas então, podem ter dimensões de aproximadamente 3 mm (WANG *et al.*, 2021).

Por sua vez, a água na pasta de cimento hidratada comporta-se de várias maneiras, onde sua classificação é baseada no grau de dificuldade ou na facilidade

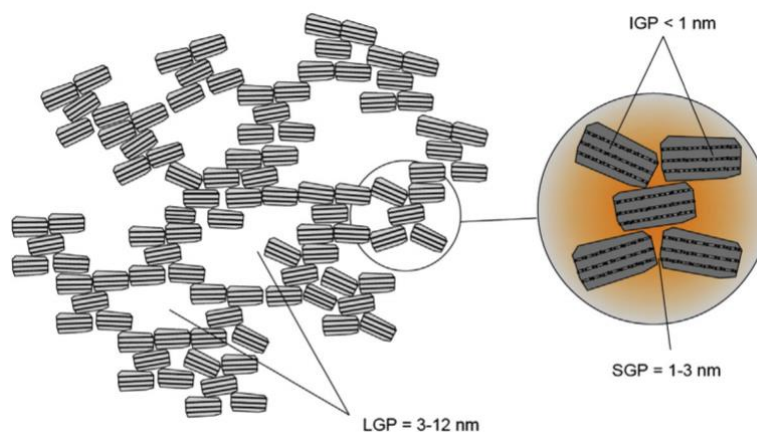
com que pode ser removida da pasta de cimento. Nesse sentido, a água capilar está presente no interior dos compósitos e os vazios possuem dimensões de aproximadamente 50 Å, conceituada como o volume de solvente livre influenciada pelas forças de atração correlacionadas pela superfície sólida (ZOU *et al.*, 2021).

No que diz respeito a água adsorvida, sabe-se que a mesma é encontrada próxima a superfície de um sólido e a sua perda é responsável pela retração da pasta de cimento hidratada. Além disso, a quantidade de água contida no interior do material, quando em contato direto com a temperatura, pode emergir através dos poros os deixando preenchido de ar. Esses vazios se retraem no interior do material, formando microfissuras, facilitando o processo de interação superficial com o meio externo potencializando a entrada de agentes agressivos (WU; SHI, 2021).

Ao se tratar da água interlamelar (água de gel), compreende-se que a mesma é interligada através de pontes de hidrogênio ao Silicato de cálcio hidratado (C – S – H) e é perdida através de uma forte secagem com umidade relativa de aproximadamente 11%. A água quimicamente hidratada é composta por produtos hidratados na região microestrutural dos compósitos cimentícios e essas partículas são removidas através de uma elevada temperatura (CAI *et al.*, 2021).

Segundo Gencel *et al.*, (2021), Papatzani e Paine (2015), a dimensão dos espaços interlamelares varia em torno de 1 nm e há dois tipos de poros formados no sistema hidratado combinado com o (C – S – H): os poros menores, das quais as partículas variam entre 1 nm a 3nm e os poros maiores compostos por elementos hidratados que variam entre 3 nm a 12 nm. Essas definições estão ilustradas na (Figura 5).

Figura 5 – Modelo coloidal da estrutura do (C – S – H).



Fonte: Papatzani e Paine (2015).

Com a aplicação de tensão, os glóbulos podem se reorganizar dentro da estrutura e, sobretudo, os poros de géis maiores reduzem como resultado da secagem, aquecimento e envelhecimento. A observação de deformações muito grandes na secagem levou à conclusão de que o gel coloidal de $(C - S - H)$ se comporta como um material granular e não como um poroso contínuo de material (AMIN; TAYEH; AGWA, 2020; WU *et al.*, 2020).

2.3.3 Zona de transição

De acordo com Wang *et al.*, (2021), a zona de transição é composta pela região de maior porosidade devido a formação de cristais com maior dimensão. Os autores definem como zona de transição, a área pela qual possui um “elo mais fraco da corrente”, caracterizando uma região que possui baixa resistência quando comparada ao agregado e a pasta do cimento. Além disso, essa região é denominada como zona de ruptura de um determinado composto.

Embora essa zona seja equiparada ao cimento hidratado por conter elementos similares em sua composição, a microestrutura e suas propriedades na interface são diferentes da matriz da pasta. Assim, pode-se denominar que a zona de transição é caracterizada como uma outra fase isolada da microestrutura dos compósitos argamassados (XI *et al.*, 2021).

Levando em consideração que as regiões ocupadas pelas diferentes partículas de agregados e cimento/aglomerante possuem diferentes direções, sabe-se que a pasta de cimento se comporta como um material isotrópico, ou seja, suas propriedades não são comprometidas e se mantêm constantes em todas as direções. No que diz respeito a zona de transição, e devido a composição física dos materiais presentes na matriz, a mesma possui propriedades e direções diferentes (ZHOU *et al.*, 2021).

Os cristais lamelares formados na zona de transição, possuem características diferentes quanto a superfície dos agregados, ou seja, potencializam a formação intercristalinas das microfissuras. A ação desses cristais em conjunto, com a pasta de cimento, proporciona aos compósitos cimentícios uma melhor resistência, quando submetidos as cargas solicitantes, porém a concentração das tensões nessa região, pode fragilizar essa interação, resultando na ruptura do material (ZHENG *et al.*, 2021).

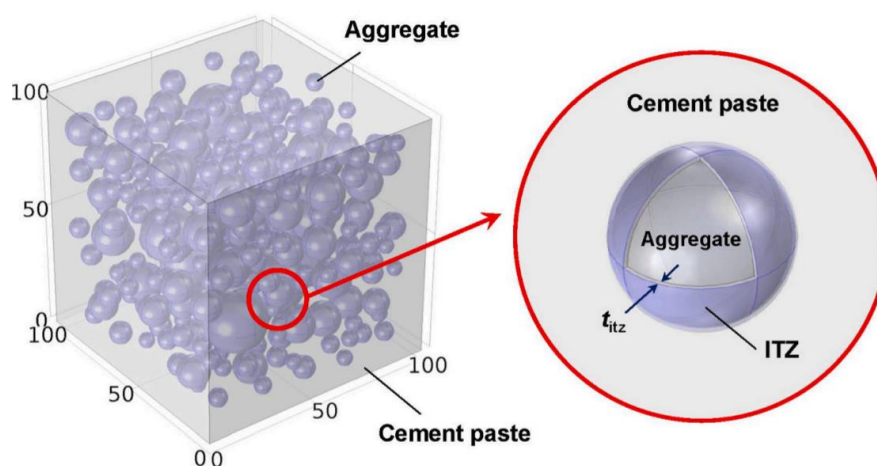
A zona de transição é denominada pela correlação da microestrutura correspondente as propriedades moleculares dos materiais e, sobretudo, influencia diretamente no processo de rigidez e no módulo de elasticidade dos compósitos cimentícios. Há alguns fatores que minimizam a resistência entre a superfície agregado/pasta tais quais: a formação de vazios ou interstícios preenchidos de ar, formação de cristais de $(C - S - H)$, vibrações e quebra das interações químicas nas camadas de transição (FANG; WANG; ZHANG, 2021).

Esses fatores, portanto, afetam diretamente no conceito de macroestrutura fundamentada pelas propriedades principais dos compósitos cimentícios como as argamassas, por exemplo. A durabilidade, a resistência físico-mecânica e a interação química da pasta de cimento resultam em um processo tecnológico pautado nas condições físicas dos materiais, bem como no controle entre as interações dinâmicas numa escala micro e macroestrutural (WANG *et al.*, 2021).

Segundo Lv *et al.*, (2021), a zona de transição é denominada como a região mais fraca da matriz cimentícia, onde microfissuras são formadas e se propagam, servindo como passagem para a ingressão de agentes agressivos. Por esse motivo, Ramaniraka *et al.*, (2021) sugeriu que fosse analisado inicialmente a região da zona de transição, e não à matriz de cimento, quando se pretende alcançar uma melhoria das propriedades de um compósito cimentício.

Conforme Djerbi (2018), as propriedades mecânicas e de durabilidade dos materiais cimentícios dependem de sua microestrutura e, além disso, a presença de partículas agregadas na pasta de cimento agitam as partículas presentes na interface com o agregado. De acordo com Wu *et al.*, (2020) esta região é composta essencialmente por três fases principais: uma película de água, uma camada de cristais de $Ca(OH)_2$ e uma camada de matriz de pasta porosa como mostrado na (Figura 6).

Figura 6 – Correlação entre a pasta de cimento, agregados e zona de transição interfacial.



Fonte: Wu *et al.*, (2020).

De acordo com Feng *et al.*, (2021) a interação da zona de transição entre os agregados e argamassa de cimento é devido ao “efeito parede” que impede partículas de cimento de preencher os espaços adjacentes à superfície do agregado, bem como a formação de uma película de água ao redor do agregado no estado fluido. Para tanto, os espaços nas proximidades do agregado são menos eficientes, sendo estes preenchidos por produtos de hidratação havendo um consequente aumento da formação de poros nesta região.

2.3.4 Estrutura dos poros dos compósitos cimentício

Materiais argamassados possuem estrutura sólida, mas deve-se entender que o mesmo possui uma característica interna porosa, que varia em função do tamanho, volume e ordenação dos vazios existentes. Assim, essa estrutura determina a rapidez que os compósitos cimentícios possuem em absorver água e mantê-la nos poros (MADDALENA; TAHA; GARDNER, 2021).

Segundo Jin *et al.*, (2021), o termo estrutura de poros é denominado como uma propriedade do material que inclui volume de vazios, sua superfície, características morfológicas e geométricas, além da distribuição espacial dos poros. Além disso, portanto, o volume de vazios define os aspectos funcionais dos poros que é conhecida como espaços vazios no interior de um composto.

Esses parâmetros físicos quando relacionados ao cimento, são designados como fase não sólida, sendo estes preenchidos de água e ar. Esses vazios são

formados durante o processo de hidratação da pasta resultando na cristalização do composto, da presença de ar e da ascensão da água. Quando se submerge um corpo, sendo este, um compósito cimentício, por exemplo, o equilíbrio hidrostático entre a água do meio circundante e o ar que se encontra nas cavidades determina os poros denominados inacessíveis a água (ZHOU; JJIN; SONG, 2021).

Os poros, por sua vez, quando possuem seu diâmetro reduzido, impedem a passagem dos fluidos, pois as partículas de água firmemente adsorvidas às lamelas de $(C - S - H)$ bloqueiam os espaços. Assim, há o chamado raio crítico mínimo do qual os poros não são permeáveis e, o mesmo, apresenta-se numa escala na faixa de 50 nm (QIAN *et al.*, 2021; XU *et al.*, 2021).

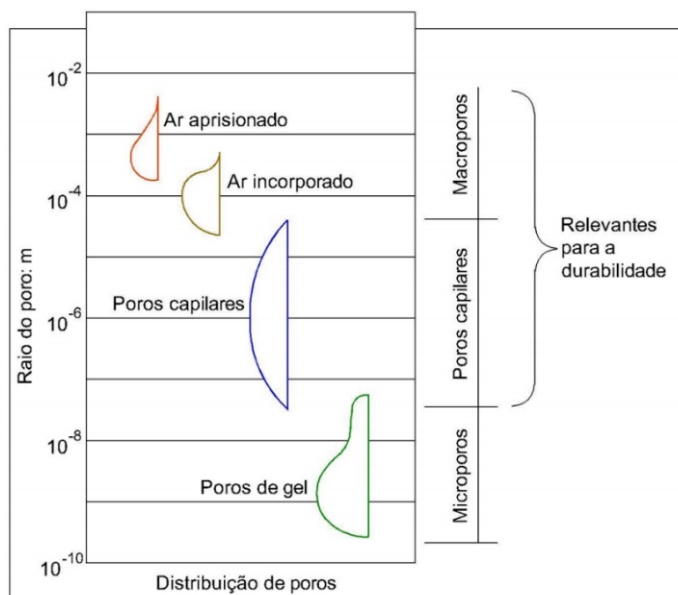
Levando em consideração o conceito de inacessibilidade, é importante diferenciar dois termos: a porosidade relativa que engloba apenas os vazios acessíveis a água e a porosidade absoluta que relaciona os poros inacessíveis e a porosidade fechada, definida como um conjunto de poros dos quais não interagem entre si. Quando não se há circulação de fluidos no interior de um material, o mesmo é denominado como impermeável. Pode-se dizer então, que a porosidade relativa é igual a porosidade absoluta não levando em consideração a porosidade fechada, os vazios inacessíveis e a redução dos diâmetros causada pela água adsorvida nos capilares maiores (KE *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2021).

Na perspectiva da durabilidade é de suma importância e interesse conhecer a porosidade aberta mais conhecida como permeabilidade, onde os poros interconectados permitem a circulação de líquidos, gases e a troca de substâncias em solução. Segundo Wu, Yang e Ma (2021), a pasta endurecida do cimento, possui uma porosidade aberta de aproximadamente 30% e varia com o grau de hidratação do material. Para Jin *et al.*, (2021), relações água/ cimento (a/c) maiores do que 0,45, mesmo em condições de hidratação adequada não é possível causar descontinuidade no sistema de formação de poros, sendo estes acessíveis a água.

De acordo com Cascudo (1997) e Polito (2006), a porosidade, bem como diversas outras propriedades dos compósitos cimentícios, pode ser expressa através de soluções multidimensionais levando em consideração a interação de variáveis como o tipo de cimento, características dos agregados naturais, a quantidade de água, os parâmetros de produção e execução, além das interferências como adições minerais ou químicas e a presença de armaduras. Pode-se subdividir os poros em

diversas categorias e tamanho, mas de modo geral, é composto por três principais classes: macroporos, poros capilares e microporos como pode ser visto na (Figura 7).

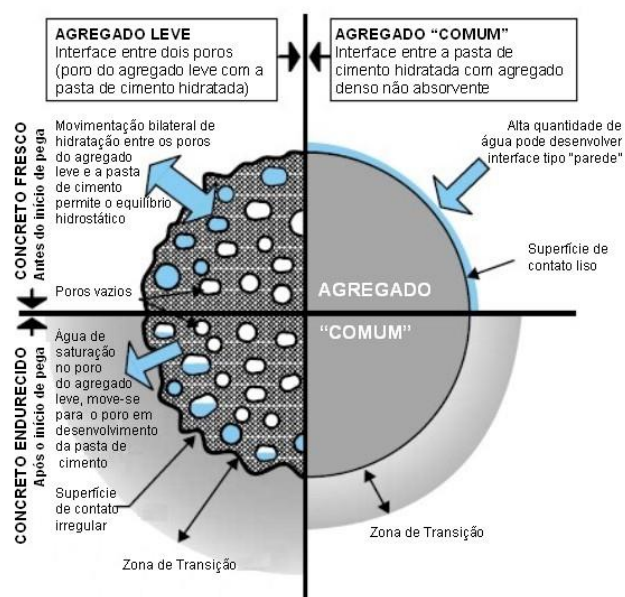
Figura 7 – Dimensões dos poros em diferentes escalas.



Fonte: Adaptado de Cascudo (1997) *apud* Polito (2006).

Devido a sua morfologia, os microporos são inacessíveis e, por sua vez, são constituídos pela porosidade presente no gel hidratado que, na prática, tem pouca influência na durabilidade. No que diz respeito aos macroporos, os mesmos podem ser divididos em função da sua origem e característica em dois principais tipos: bolhas de ar formadas durante o processo de compactação e bolhas de ar que foram utilizadas como aditivo incorporador de ar (BENTZ; SNYDER, 1999). Na (Figura 8) estão apresentados a classificação e a comparação dos tipos de agregados quanto a sua morfologia.

Figura 8 – Diferença entre o agregado leve e agregado comum.



Fonte: Bentz e Snyder (1999).

De acordo com Liu *et al.*, (2022), a permeabilidade é caracterizada pelo fluxo de fluidos através de um material sob ação de um gradiente hidráulico, onde os fluidos podem migrar através dos poros presentes na estrutura interna dos compósitos cimentícios, sendo este relacionado ao mecanismo de transporte da penetração sob pressão, onde a taxa calculada é dada pelo coeficiente de permeabilidade **k**.

Segundo Li *et al.*, (2021), o conceito de permeabilidade está relacionado com o fluxo de líquidos que é transcorrido através de um material com uma devida ação diferencial de pressão. Além disso, Hu *et al.*, (2021), define que essa característica é uma propriedade importante e está associada a passagem de líquidos no interior do material, sendo distinta a relação entre a penetração de umidade por meio de absorção decorrente da sucção capilar. De acordo com Zhang *et al.*, (2022), essa condição potencializa a fluidez de algum elemento líquido, sob ação de uma diferença de pressão existente entre as superfícies opostas do material.

Quanto a porosidade, pesquisadores como Wu *et al.*, (2021), afirmam que a permeabilidade é um dos fatores mais importantes quando relacionada a durabilidade. Assim Rastogi *et al.*, (2021), a durabilidade está diretamente relacionada a permeabilidade, pois quanto mais permeável os compósitos cimentícios, menor será a sua vida útil. Segundo Craipeau *et al.*, (2021), essa característica é tão importante para os compósitos cimentícios quanto a resistência característica do material e seu comportamento mecânico em geral.

Em relação as propriedades dos compósitos cimentícios, a permeabilidade é influenciada pelo grau de compactação, pela geometria da seção e por outros fatores correspondentes ao processo de produção dos compósitos cimentícios, como a disposição do material nas formas e o tipo e forma de adensamento (PANG *et al.*, 2022).

Um dos fatores mais importantes que diminui a permeabilidade e melhora a durabilidade é a camada superficial dos compósitos cimentícios, pois quando bem aplicada, garante uma melhor proteção físico-química contra agentes agressivos líquidos e gasosos oriundos do meio externo (HORSAKULTHAI, 2021).

Dentre as observações realizadas, entende-se que a permeabilidade está diretamente relacionada com a porosidade, mas se é necessário ressaltar algumas diferenças entre essas duas variáveis. Os compósitos cimentícios leves, com um alto número de vazios resultantes da incorporação de ar, apresenta alta porosidade e, por sua vez, uma baixa permeabilidade.

Esse comportamento dar-se-á devido à falta de interconexão desses poros que atuam como câmara de descompressão reduzindo a sucção capilar. Já em materiais que possuem sua microestrutura densa, como os compósitos cimentícios, por exemplo, com poros conectados, podem apresentar uma alta permeabilidade (KEWALRAMANI; KHARTABIL, 2021).

2.3.5 *Materiais e reações pozolânicas*

A atividade pozolânica de um determinado material é proveniente das reações recorrentes entre a formação matricial na região microestrutural e os componentes precursores com o hidróxido de cálcio que depende das características morfológicas, do teor de CH e da umidade. Um dos fatores analisados é a área superficial do material que interage diretamente com o Ca(OH)_2 , a portlandita, que interage com os reagentes presentes na área de contato (YUANLIANG *et al.*, 2021).

Os métodos utilizados para quantificar a área superficial são: o BET – determinado por uma técnica de análise direta, Blaine e pela classificação granulométrica característica conforme as especificações estabelecidas pela NBR 12563 (ABNT, 2014). A norma retrata que o percentual máximo retido na peneira 45 μm é de aproximadamente 35% denominado como uma característica física para determinar uma pozolana.

De acordo com Khandelwal, Rhee (2022) e Cheng *et al.*, (2021), os materiais pozolânicos possuem interações com altos teores de (SiO_2) e (Al_2O_3) em seu estado vítreo. O dióxido de silício é o principal componente químico para a formação da sílica, sendo 78% da massa formada em estado amorfo, bem como é composto por impurezas tais como o quartzo, ferro metálico, argilas e materiais orgânicos.

De acordo com as diretrizes estabelecidas pela NBR 12635 (ABNT, 2014), os percentuais relativos ao dióxido de silício, alumina e óxido de ferro não são predominantes, ou seja, todos os materiais podem conter teores com proporções diferentes. No (Quadro 2) estão representados alguns requisitos de acordo com a classe do material.

Quadro 2 – Exigências químicas para materiais pozolânicos.

Características	Classe N	Classe C	Classe E
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$, % mínimo	70	70	50
SO_3 , % mínimo	4	5	5
Teor de umidade, % máximo	3	3	3
Perda de fogo, % máximo	10	6	6
Álcalis disponíveis em Na_2O , % máximo	1,5	1,5	1,5

Fonte: NBR 12635 (ABNT, 2014).

*Classe N: pozolanas naturais e artificiais (argilas calcinadas);
Classe C: cinzas volantes e materiais resultantes da queima do carvão;
Classe E: os que não enquadram nas classes N ou C.*

Segundo Pitarch *et al.*, (2021), quando as pozolanas interagem em conjunto com os componentes químicos na matriz cimentícia, a mesma contribui para a melhoria da resistência física e mecânica devido a melhor coesão e trabalhabilidade além do efeito da distribuição das partículas no sistema. A presença das partículas finas em materiais pozolânicos auxiliam na microestrutura de um composto cimentício e, sobretudo, preenchem os interstícios reduzindo a retração pela presença de hidróxido de cálcio e silicato de cálcio hidratado (MARTÍN *et al.*, 2021).

Segundo Santos e Cordeiro (2021), o diâmetro das nanopartículas varia em torno de 0,5 μm , ou seja, bem menor do que as partículas do cimento Portland que variam em torno de 45 μm . A composição granulométrica influencia diretamente no empacotamento e na distribuição de partículas que reagem com $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e, além disso, preenchem as regiões intersticiais (YAO *et al.*, 2021). Os materiais que não

reagem ou não são decompostos, são classificados como *filler* que se densificam na zona de transição nas idades iniciais quando as reações pozolânicas ainda não são expressivas (WU *et al.*, 2021).

2.4 Adições químicas para a fabricação dos compósitos cimentícios

Existem alguns componentes químicos que são utilizados como fator de controle na matriz dos compósitos cimentícios frente a durabilidade. Para tanto, é necessário entender que alguns produtos com a utilização das adições, estão cada vez mais sendo difundida nos estudos voltados no campo da durabilidade.

De modo geral, sabe-se que as adições são caracterizadas por reagirem quimicamente com os compostos hidratados que, por sua vez, estão atreladas aos efeitos físicos e mecânicos. De acordo com Mehta e Monteiro (2014), pode-se dividir os tipos de adições em quatro principais grupos:

- **Materiais cimentantes secundários:** caracterizados pelas cinzas volantes com alto teor de cálcio/ escória de alto-forno que são utilizados na composição e na fabricação do cimento CP – II – E (Escória) em um percentual de (6% a 34% de escória) e CP – III (35% a 70% de escória).
- **Pozolanas naturais:** Segundo Wu *et al.*, (2021) são denominados como materiais silicosos ou sílico-aluminosos que, ao serem incorporadas nos compósitos cimentícios, reagem com hidróxido de cálcio à temperatura ambiente e com a presença de água fazendo com que seja caracterizada suas propriedades aglomerantes. As pozolanas são oriundas por fundição vulcânica ou sedimentar e as pozolanas superficiais são obtidas através de tratamento térmico dos subprodutos em processos industriais (KARA, 2021).
- **Pozolanas artificiais normais e de alto desempenho:** São resultantes do processo de combustão do carvão, utilizado a produção do cimento Portland CP – IV. Já as pozolanas de alto desempenho possui um teor elevado de sílica sendo caracterizada pelas propriedades físicas e mineralógicas da microssílica (PITARCH *et al.*, 2021).

Dentre essas características comentadas, compreende-se que a utilização de adições melhora a durabilidade, no que diz respeito, ao seu aspecto comportamental, embora, em alguns casos, a utilização inconformada desses elementos podem

potencializar a formação de pastas menos duráveis, levando em consideração a sucção capilar através do refinamento dos poros.

De acordo com Oliveira *et al.*, (2021) a utilização das adições melhora a durabilidade, pois tem o objetivo de reduzir a permeabilidade do material em idades avançadas e, sobretudo, aumentam a resistência frente aos ataques químicos. Assim, compósitos cimentícios com percentuais de adições em sua matriz apresentam uma boa resistência aos agentes agressivos.

Conforme estudos realizados por Borges *et al.*, (2021) as adições pozolânicas formam uma zona de transição com uma espessura menor ocorrendo através da formação de um maior número de núcleos de cristalização, no qual incide na construção de cristais de hidróxido de cálcio menores. Assim, as reações desses cristais de forma contínua, pode influir na formação de (C – S – H) secundário que preenche os poros, melhorando, sobretudo, as propriedades elásticas dos compósitos cimentícios reduzindo a permeabilidade (LIMA; CORDEIRO, 2021).

Nesse contexto, deve-se comentar sobre a homogeneidade do material que implica no desempenho dos compósitos cimentícios resultante. Além disso, utilização das adições podem retardar o desenvolvimento da resistência e uma melhor cura para a formação de reações secundárias principais. Nesse sentido a utilização de adições químicas em grandes percentuais, implicam num maior aumento de calor de hidratação ocasionando fissuras por retração e, além disso, perda na trabalhabilidade por ser um material com uma granulometria homogênea.

2.5 Movimentação da água nos compósitos cimentícios

2.5.1 O papel da água nas reações de hidratação dos compósitos cimentícios

A água é o solvente mais consumido do mundo e possui um papel importantíssimo na reação microestrutural dos compósitos cimentícios. Ela é caracterizada nos materiais cimentantes, por exercer a fluidez em seu estado fresco, com a função de promover as reações, através das pontes de hidrogênio com outros elementos químicos que facilitam o processo de hidratação ao longo do tempo, tornando a estrutura coesa e resistente (ZHANG *et al.*, 2021).

De acordo com Chen *et al.*, (2021) a água deve ser avaliada numa perspectiva adequada, pois há uma dualidade expressiva, no que diz respeito a influência que

esse solvente possui, ou seja, por um lado é necessária para a formação das reações de hidratação dos compostos e, por outro, quando dosada de forma incorreta, pode potencializar na degradação dos compósitos cimentícios quando em contato direto com agentes deletérios.

Para Zhao *et al.*, (2021) a hidratação dos componentes do cimento pode ocorrer com a utilização de uma relação água/cimento (a/c) de 0,20, mas esse fator dificulta a trabalhabilidade e incide no aumento dos vazios no interior dos compósitos cimentícios endurecido aumentando a porosidade e a permeabilidade e, como consequência, o aumento da retração incidindo na perda de resistência mecânica.

A água utilizada para a reação de consistência dos materiais cimentícios são denominadas como água de constituição, pois interage com as substâncias promovendo as reações de hidratação, onde este percentual não pode ser retirado dos compósitos cimentícios para efeitos de variação da temperatura e umidade (GAMAL *et al.*, 2021).

Esse solvente pode interagir internamente dentro do gel formado pelos compostos hidratados como os silicatos e aluminatos, sendo caracterizada conforme sua interação como água intersticial e adsorvida ao (C-S-H). Segundo Zhang *et al.*, (2022) a água capilar é retraída para o interior dos compósitos cimentícios, possibilitando os aumentos dos cristais constituintes dos produtos hidratados, que interagem com as mudanças de temperatura e umidade.

No processo de desenvolvimento de hidratação dos compósitos cimentícios, a água livre que forma os poros, é denominada como água de amassamento que ingressa no interior dos poros, transportando agentes agressivos, resultando no processo de degradação da estrutura, de tal maneira que, esse transporte é caracterizado por uma energia mecânica, onde há reações que podem influir em mudanças estruturais expansivas (ROCHA; VILLANUEVA, 2021).

Essas mudanças ao ocorrerem, podem acarretar num aumento expressivo de volume a ser absorvido pelos vazios dos compósitos cimentícios presentes na microestrutura, havendo assim, tensões que podem deteriorar a estrutura cristalina do material. Sabe-se que os materiais porosos possuem uma maior facilidade de degradação frente ao processo de aumento da molécula de água, facilitando a sua penetração e, além disso, possuem uma alta dissolução (SUN; XU, 2021).

Os íons hidroxila atuam sobre os agregados reativos originando o gel alcalino higroscópico que, por osmose, atrai as partículas moleculares da pasta do cimento

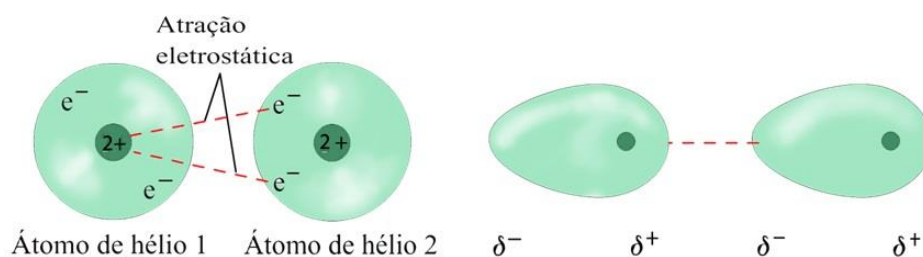
tendo, como consequência, a expansão. Levando em consideração que as reações de hidratação dos compósitos cimentícios são as principais responsáveis por dissolver as fases de aluminatos, silicatos e os íons alcalinos por dissolução e precipitação há, então, a elevação do pH do meio (ZADHOUSH; GIANNOPOULOS; GIANNAKIS, 2021).

Uma das propriedades a ser analisada é a tensão de volume frente ao teor de água presente na composição dos compósitos cimentícios, influenciada pela umidade relativa denominada como retração por secagem resultando em microfissuras que, por sua vez, induz a perda da durabilidade e deterioração das estruturas de compósitos cimentícios numa escala macroestrutural (XUE; ZHANG; WANG, 2021).

Em relação a secagem por retração, sabe-se que a mesma pode afetar as principais propriedades desses compósitos como a resistência à compressão, resistência a tração e o módulo de elasticidade. Esse problema é recorrente em compósitos argamassados expostas as incidências solares, pois a evaporação intercapilar inibe a presença das partículas de água contidas no interior desses compósitos. Por esse motivo faz-se necessário que sejam mantidas a umidade relativa local, promovendo menor plasticidade dos elementos construtivos (RAHMAN *et al.*, 2022).

Segundo Solel, Ruth e Schreiner (2021) as partículas de água presentes no interior desses componentes como os compósitos cimentícios, por exemplo, possuem distância entre 0,5 nm e 1,0 nm dos poros superficiais presentes na microrregião. O comportamento dessas partículas dar-se-á pelas forças intermoleculares exercidas pelas partículas de (H₂O) e os íons dissolvidos na matriz da estrutura em processo de hidratação. Essas forças também são denominadas como dispersão de London, como pode ser visto na (Figura 9).

Figura 9 – Forças intermoleculares conforme a dispersão de London.



Fonte: Solel, Ruth e Schreiner, (2021),

A água possui um papel importante quando se refere aos poros capilares que possui poucas partículas de H₂O na região superficial adsorvida, mas essa correlação é inversamente proporcional. Segundo Wang *et al.*, (2022) quando a dimensão dos poros diminui, o volume de água adsorvida aumenta significativamente e, dependendo de sua localização, a taxa de difusão será reduzida desempenhando uma função necessária quando há retração por secagem a baixa umidade.

Levando em consideração as propriedades dos compósitos cimentícios, a resistência a compressão está diretamente relacionada com a distribuição de poros contidos no interior da matriz cimentícia, sendo essa característica determinada pela (Equação 12).

$$\sigma = K \left(\frac{c}{c + w + a} \right)^2 \quad (12)$$

Onde:

σ = resistência à compressão;

K = constante;

c = volume da pasta de cimento;

w = volume de água;

a = volume de ar

Esta equação relaciona-se diretamente com a resistência a compressão e a quantidade de água presente na matriz cimentícia. A relação dessa propriedade com os poros em gel é dada através da (Equação 13).

$$\sigma = AX^n \quad (13)$$

Onde X, é a relação gel/interstícios definida pelo volume de produtos sólidos de hidratação e pequenos poros associados, em função do volume total da pasta de cimento.

Esta quantidade pode ser ajustada lavando em consideração duas constantes desconhecidas, A e n: Esta relação é responsável pelos efeitos do grau de hidratação e da relação água/cimento (a/c) calculadas em função de X. A redução do número de vazios tende a aumentar a resistência, pois as partículas de água que não foram

afetadas no processo de evaporação, potencializam a formação dos poros de gel contendo ($C - S - H$) não expansível (XU *et al.*, 2021).

A porosidade capilar depende das características e propriedades do aglomerante e não apenas do grau de reação. Os poros contidos na pasta de cimento podem ser preenchidos por água ou por ar, com camadas finas de água adsorvida que cobrem a região superficial dos poros. A captação e/ou liberação da água por produtos de hidratação é evidenciada pelos processos de sorção a longo prazo (ZHUANG *et al.*, 2022).

Estudos realizados por Rashidi *et al.*, (2021) o processo de transformação isotérmica reversível foi evidenciado em dois locais com propriedades únicas na estrutura da pasta de cimento, onde havia a presença água evaporável. Os autores utilizaram um mecanismo de bloqueio de poros para dessorção e termodinâmica de equilíbrio para adsorção explicando, portanto, a histerese de adsorção na região da pasta que permanece com umidade relativa de aproximadamente 20%.

No modelo intermolecular explicado pelos autores, percebeu-se que os espaços preenchidos pelas partículas de água exercem uma largura de aproximadamente 1 nm, onde é evaporada a uma umidade relativa menor do que 20% (WANG *et al.*, 2021). Esta água é responsável por uma histerese relacionada a retração por secagem que fornece parâmetros para prever as mudanças dimensionais correspondentes. Este modelo possui um grande potencial para melhorar os problemas relacionados a retração abrupta por secagem a longo prazo, correlacionando o comportamento da tensão induzida pela histerese (MORO; FRANCIOSO; VELAY-LIZANCOS, 2021)

Pae *et al.*, (2021) tiveram como perspectiva, compreender o comportamento quanto as isotermas de sorção, isolando a presença das partículas de H_2O entre camadas. Com relação à dessorção, os autores afirmaram que nenhuma quantidade de água presente entre as camadas evaporou-se a uma umidade relativa de aproximadamente 25%.

2.6 Aspectos gerais referentes ao grafeno puro

O carbono é um elemento químico importante e está presente em diversos compósitos sendo eles orgânicos ou inorgânicos. Sua versatilidade dar-se-á devido as 3 (três) diferentes hibridizações, onde a primeira é conhecida como *sp*

representada por ângulos de 90° entre os 4 (quatro) orbitais eletrônicos de carbono. A segunda é chamada de sp^2 , onde possui 3 (três) orbitais planares, onde o quarto elétron ocupa um orbital p_z perpendicular ao plano. Já na hibridização sp^3 os quatro orbitais se distanciam em, aproximadamente, 109° (QI *et al.*, 2021).

Segundo Lin e Du (2020), o grafeno é um nanomaterial caracterizado por uma folha bidimensional (2D) com espessura de um átomo e o grafite definido por folhas tridimensionalmente empilhadas. Vale ressaltar que, as ligações planares entre carbonos com hibridização sp^2 são mais fortes quando comparadas as do diamante. Além das propriedades físico-mecânicas e condutividade térmica, sabe-se que o grafeno possui boa capacidade eletrônica.

As nanopartículas de grafeno puro são semicondutoras com banda de energia proibida (*gap*) nula, das quais as bandas de valência e de condução tocam-se em pontos de simetria. De acordo com Lin e Du (2020), o tratamento térmico possibilita o caminho livre dos portadores de carga, o que permite a mobilidade elétrica alta com valores maiores do que 200000 cm²/V.s. Por esse motivo, as cargas podem se deslocar ao longo do material balisticamente auxiliando a não dissipação de energia através do efeito Joule.

2.6.1 Dispersão do grafeno multicamadas em compósitos cimentícios

A utilização de nanopartículas de grafeno nos compósitos cimentícios propicia uma melhoria significativa e suas propriedades físicas, químicas e mecânicas. Por outro lado, a atuação das forças de Van der Waals entre as camadas de grafeno puro e, sobretudo, sua natureza hidrofóbica, são questões preocupantes (DU; PANG, 2018).

A dispersão do grafeno na matriz cimentícia resulta em nos efeitos interatômicos potencializados pelas microfissuras, por exemplo. Além disso, esse comportamento limita o efeito do nanomaterial em melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios (LE; DU; PANG, 2014).

Jing *et al.*, (2017) realizaram experiências para compreender o comportamento do grafeno puro frente as reações de hidratação dos compósitos a base de cimento. Os autores, utilizaram a técnica de dispersão a seco, adicionando teores de 0,4% de nanopartículas de grafeno puro em função da massa do cimento Portland durante 72h. Os resultados indicaram que a adição de grafeno puro não influi diretamente no grau

de hidratação do aglomerante, mas condiciona a formação de géis de silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$).

Esse comportamento está relacionado pela ausência da dispersão uniforme do nanocompósito na matriz cimentícia. A aglomeração das nanopartículas não dificulta apenas a movimentação da água entre os poros presentes na matriz cimentícia, mas também o efeito da nucleação que ocorre entre as partículas de grafeno puro e o cimento Portland. A floculação das nanopartículas de grafeno possibilita uma maior área superficial promovendo o efeito da hidratação do cimento.

2.6.2 Propriedades dos compósitos cimentícios a base de grafeno

Para fundamentar o estudo, no (Quadro 3) estão apresentados os resultados quanto ao comportamento físico e reológico dos compósitos cimentícios frente aos estudos realizados anteriormente que trata-se da fluidez dos compósitos a base de cimento utilizando diferentes teores de nanopartículas de grafeno puro.

Quadro 3 – Delineamento dos compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno puro.

Teor de Grafeno (%)	Relação água/cimento (a/c)	Área superficial (m ² /g)	Fluidez (mm)	Matriz cimentícia	Referência bibliográfica
0,00	0,35	120-150	89	Pasta	Wang e Pan (2016)
0,05			68		
0,00	0,32	N/A	100	Pasta	Murugan <i>et al.</i> , (2016)
0,02			87		
0,00	0,50	80-120	230	Pasta	Jing <i>et al.</i> , (2017)
0,20			190		
0,40			140		
0,01	0,40	40	104	Pasta	Liu <i>et al.</i> , (2019)
0,03			102		
0,05			99		
0,00	0,60	N/A	70	Pasta	Chen <i>et al.</i> , (2019)
0,10			68		
0,20			64		
0,30			61		
0,40			57		
0,00	0,3	120-150	Visc. (Pa.s) = 1,28	Pasta	Shuang e Baomin (2019)
0,03			Visc. (Pa.s) = 1,52		
0,06			Visc. (Pa.s) = 1,64		
0,09			Visc. (Pa.s) = 1,80		

Teor de Grafeno (%)	Relação água/cimento (a/c)	Área superficial (m ² /g)	Fluidez (mm)	Matriz cimentícia	Referência bibliográfica
0,00	0,50	24	248	Pasta	Du e Pang (2018)
1,00			208		
1,00			221		
1,00			261		
0,00	0,48	23,7	90	Concreto	Du, Gao e Pang (2016)
1,00			90		
1,50			95		
2,00			100		
2,50			85		

Fonte: Autor, (2022).

Os resultados demonstram que a fluidez dos compósitos cimentícios diminui gradualmente ao aumentar os teores do nanocompósito na matriz cimentícia. Esse comportamento ocorre devido área específica do grafeno puro e, sobretudo da aglomeração das nanopartículas dificultando movimentação entre os vazios (MENG; KHAYAT, 2018).

Jing *et al.*, (2017) observaram que a fluidez da pasta de cimento reduziu em, aproximadamente, 17,4% e 39% ao incorporar 0,2% e 0,4% de grafeno puro relativos à massa do cimento. Shuang *et al.*, (2019) notaram que a viscosidade da pasta de cimento aumenta 18,75%, 28,1% e 40,6% com a utilização de teores de 0,03%, 0,06% e 0,09% de nanopartículas de grafeno puro, respectivamente.

Alguns dos estudos anteriores não observaram alterações na trabalhabilidade dos compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno puro presentes na matriz cimentícia. Para tanto, duas premissas são levadas em consideração: (a) o aumento da concentração de grafeno pode influenciar diretamente na fluidez dos compósitos a base de cimento no estado fresco, e (b) à superfície específica relativamente menor correspondente as nanopartículas de grafeno puro consome menos água, melhorando a fluidez (ZHENG *et al.*, 2017).

Estudos reportados por Jing *et al.*, (2017) também demonstraram que a adição de nanopartículas de grafeno pode as reações de hidratação do cimento na fase inicial, resultando no efeito de nucleação promovido pela área superficial do nanocompósito. Jing *et al.*, (2017) através das suas análises, evidenciaram o comportamento do processo de hidratação através da utilização de calorimetria isotérmica e análise termogravimétrica (TG/DTA).

Os resultados obtidos afirmam que os compósitos a base de cimento contendo diferentes teores de nanopartículas de grafeno, apresentam fluxo de calor semelhante quando comparados com as misturas de referência, determinando variações de 0,1% e 0,8% para o teor de água não evaporável/ adsorvida e hidróxido de cálcio.

De acordo com os estudos realizados por Wang e Shuang (2018) os resultados calorimétricos foram semelhantes aos obtidos por Jing *et al.*, (2017) uma vez que, investigaram o comportamento do processo de hidratação dos compósitos cimentícios utilizando teores de 0,03%, 0,06% e 0,09% de grafeno puro em função da massa do cimento Portland.

Os resultados indicaram que as misturas com teor de 0,06% de nanopartículas de grafeno apresentaram uma taxa exotérmica superior quando comparados com os compósitos contendo 0,09% de grafeno em sua composição matricial. Esse comportamento pode ser evidenciado pela floculação das nanopartículas devido ao aumento da dosagem (BAOMIN; SHUANG, 2019).

Wang *et al.*, (2020), realizaram a análise microestrutural para compreensão das fases cristalográficas através do ensaio de difração de raios-X (DRX) e perceberam que os constituintes minerais do cimento Portland incluindo silicato tricálcico (C_3S) e aluminato tricálcico (C_3A), foram decompostos mais rapidamente evidenciando a formação dos produtos de hidratação.

Meng e Khayal (2018), avaliaram o comportamento do processo de hidratação dos compósitos cimentícios com ultra alto desempenho (UAD), utilizando diferentes tipos de materiais a base de carbono: (I) grafeno puro-C que possui superfície específica de 300 (m^2/g) e grafeno puro-M com superfície específica de 150 (m^2/g). Deste modo, os resultados indicaram que a adição de 0,03% de grafeno-M produz um maior grau de hidratação diante dos efeitos de nucleação frente a elevação da taxa exotérmica.

A Técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MRV) foi utilizada para investigar o comportamento microestrutural em nível atômico dos compósitos a base de cimento com diferentes concentrações de grafeno puro. Wang e Shuang (2018) demonstraram que os compósitos cimentícios com a presença de nanopartículas de grafeno apresentam uma redução na quantidade de poros maiores (> 200 nm), aumentando a quantidade de poros mais finos (< 50 nm). Perceberam que a pasta de cimento Portland com teor de 0,05% de grafeno apresenta redução média dos poros

entre 16,5% e 18,7% aproximadamente, quando comparados com compósitos de referência.

Du *et al.*, (2016) relataram que os compósitos argamassados com teores de 1,5% de grafeno puro em sua composição matricial, apresentam diâmetros de poros menores. A redução varia entre 14% e 20% em comparação com as misturas de referência. Entretanto, a fraca dispersão das nanopartículas de grafeno puro conduz à aglomeração do nanomaterial, reduzindo o nanoporos nos compósitos a base de cimento.

Ao analisar o comportamento microestrutural através do (MEV), Wang *et al.*, (2020) perceberam que a formação de microfissuras pode ser mitigada pela presença micropartículas de grafeno puro, resultando no refinamento da matriz cimentícia. Além disso, os pesquisadores perceberam que a estrutura bidimensional (2D) do nanomaterial melhora as ligações interatômicas entre as suas camadas, acelerando a formação dos produtos de hidratação do cimento Portland e, sobretudo, as propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios.

No que diz respeito as propriedades físico-mecânicas dos compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno em sua composição, Wang *et al.*, (2020), que as nanopartículas de grafeno puro distribuídas uniformemente na matriz cimentícia, propicia a resistência mecânica frente a redução das tensões aplicadas. Embora estudos anteriores tenham demonstrado melhoria positiva das propriedades mecânicas, a dosagem excessiva de grafeno puro pode gerar um efeito negativo devido a aglomeração do nanomaterial. A maioria das pesquisas indicam a utilização “ótima” do nanocomposto entre 0,02% e 1%.

Qureshi e Panesar (2020), avaliaram as propriedades físico-mecânicas dos compósitos a base de cimento utilizando teores de 0,01% e 0,16% de grafeno puro em massa do cimento Portland. Os autores evidenciaram que a utilização do teor de 0,02% de nanopartículas de grafeno, possibilitou melhores desempenhos a resistência a compressão axial e a tração na flexão, porém essas propriedades são afetadas drasticamente quando o teor de grafeno na matriz cimentícia passa a ser 1%.

Ao analisar o efeito de diferentes percentuais de grafeno puro nas propriedades mecânicas dos compósitos argamassados, Wang *et al.*, (2020), Baomin e Shuang (2019), perceberam que o teor de 0,06% de grafeno em massa de cimento, propicia melhores desempenhos nas propriedades microfísicas das misturas. Entretanto,

afirmam que a utilização de 0,09% de nanopartículas de grafeno puro levará a aglomeração e dispersão, afetando diretamente a resistência a compressão e tração na flexão.

2.7 Técnicas de análise microestrutural aplicadas aos compósitos argamassados

Para analisar as características microestruturais, atômicas e físicas como o grau de hidratação do cimento dos compósitos cimentícios, faz-se necessário a utilização de algumas técnicas como o (MEV) – Microscopia eletrônica de varredura, (DRX) – difração de raios-X, (FRX) – espectroscopia de fluorescência de raios-X, (MEV) – microscopia eletrônica de varredura, (DSC) – calorimetria exploratória diferencial, (TG/DTG) – termogravimetria derivada (DTG) e (DTA) – análise térmica diferencial. Nesse sentido, muitas dessas técnicas são utilizadas com o intuito de promover a quantificação de solvente (água), correlatada com a formação dos componentes hidratados através da perda de massa para obtenção da medida indireta do grau de hidratação.

2.7.1 Difração de raios-X (DRX)

Segundo Callister e Rethwisch (2018), a difração de raios-X (DRX) é uma técnica de análise microestrutural utilizada para determinar os átomos que compõe um cristal, conforme o espaçamento uniforme que causam interferências das ondas, frente a formação de planos devido a ação do feixe incidente de Raio-X quando formações geométricas são satisfeitas conforme a equação de *Bragg*. Os procedimentos realizados especificam a estrutura atômica e molecular de um composto, bem como influi na formação de raios-X que podem difratar em diferentes direções devido ao ângulo de formação.

Segundo Napolitano *et al.*, (2007), com a utilização do ângulo de formação que incidem na intensidade dos feixes difratados, um cristalógrafo pode produzir imagens tridimensionais correspondente a densidade de elétrons no interior de um cristal. Essas características podem ser utilizadas para definir a posição média dos átomos, suas ligações químicas e outras propriedades decorrentes do material.

A fonte de raios-X consiste em um tubo de vácuo, do qual os elétrons são emitidos através de um filamento de tungstênio, onde é aquecido e liberado por meio de um potencial elétrico medido em kilovolts (kV). Alguns feixes de dispersão de raios-X possuem distribuição contínua, pois os comprimentos de ondas variam entre 0,5 Å e 5 Å, sendo estes chamados de “radiação branca” que são observados por detectores eletrônicos (VIEIRA *et al.*, 2018).

De acordo com Lima *et al.*, (2017) a dispersão de raios-X é determinada através da densidade de elétrons no interior de um cristal, pois é caracterizada pela correlação entre a energia dos raios-X e um elétron de valência.

Essa correlação está associada com a equação de Thomson, onde define as principais interações de um raio eletromagnético com um elétron livre. A (Equação 14) determina a polarização da radiação dispersa com massa (m) e carga (q) determinando, sobretudo, a intensidade efetiva dada por I_{ef} .

$$I_0 = I_e \left(\frac{q^4}{m^2 c^4} \right) * \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} = I_e 7,94 \times 10^{-26} * \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} = I_{ef} \quad (14)$$

2.7.1.1 Equação de Bragg

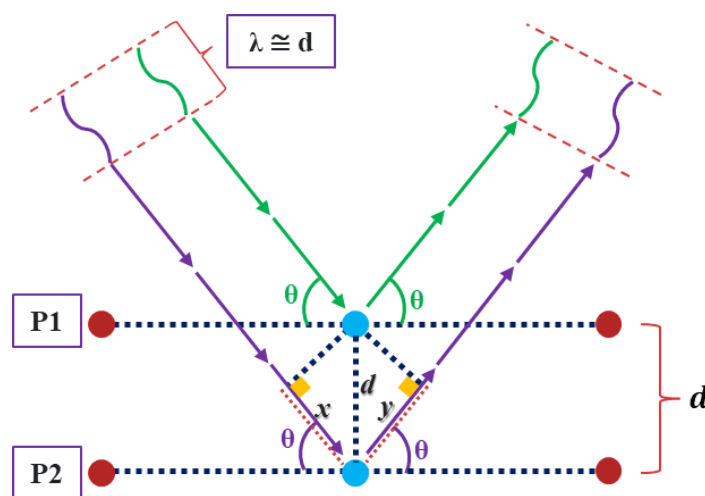
A explicação de Bragg para determinação dos efeitos de ‘reflexão’ dos átomos formados por uma série de planos equidistantes paralelos entre si, dar-se-á através de derivações analíticas. Nesse contexto, as unidades atômicas de um composto/material são definidas pelas intersecções formadas pela região matricial de um material tridimensionalmente, sendo estas denominadas como ponto de rede proeminentes da face de um cristal (BLEICHER; SASAKI, 2000).

Quando um feixe de raios-X atinge a face superficial de um cristal, o mesmo é refletido em determinada direção conforme a definição angular. Assim, paralelo a face, há uma série infinita de planos atômicos, onde os raios penetram em diferentes camadas antes de ser absorvido (CALLISTER; RETHWISCH, 2018).

Bragg demonstrou em seus estudos que essas reflexões em diferentes camadas podem ser rearranjadas, levando em consideração a distância (d) da camada mais externa incidente ao comprimento de onda conforme pode ser visto na (Equação 15) conhecida como Lei de Bragg e representado pela (Figura 10)

$$n\lambda = 2 * d \sin\theta \quad (15)$$

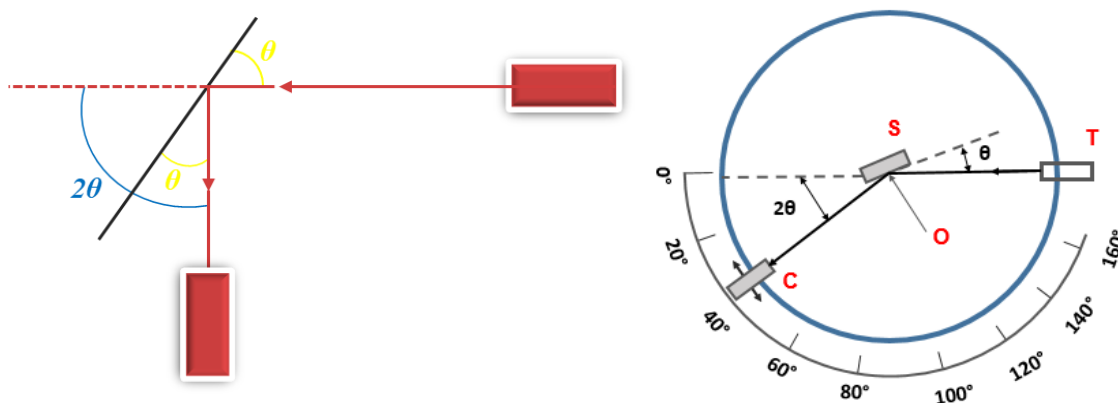
Figura 10 – Difração de raios-X por retículo cristalino segundo a Lei de Bragg.



Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch, (2018).

Definindo o espaçamento (d) e comprimento de onda (λ) de um cristal, pode-se compreender que as reflexões de intensidades difratadas ocorrem com valores precisos do ângulo (θ). As medições são realizadas através de um difratômetro (método de pó) e as câmaras de monocristais que são utilizadas em situações específicas decorrentes da subjetividade para a determinação de parâmetros cristalográficos específicos (CALLISTER; RETHWISCH, 2018). No difratômetro tradicional a captação do eixo difratado é realizado através de um detector, onde o arranjo geométrico é conhecido como Bragg-Brentano, onde utiliza-se a formação angular (2θ), representado pelo aparato experimental na (Figura 11), a seguir.

Figura 11 – Diagrama esquemático de um difratômetro de raios-X.



Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch, (2018).

Segundo Vieira *et al.*, (2018) o feixe difratado é expresso através de picos de intensidade, onde os mesmos são correlacionados em um espectro em diferentes angulações (2θ) constituído por um difratograma que expressa os perfis de reflexões ou picos difratados, onde características como altura, largura, área integrada e posição angular decaem devido ao distanciamento da posição de altura máxima do pico. A intensidade está correlacionada a Lei de Bragg conforme a estrutura $I_{(hkl)}$ e, além disso, sabe-se que o ângulo de incidência entre a fonte e a amostra analisada é $\frac{1}{2}$ frente ao ângulo detector (2θ), definido por dois parâmetros:

- 1) Com o tubo de raios-X fixado, a amostra gira em (θ/min) e o detector gira a ($2\theta/\text{min}$);
- 2) A varredura: o tubo é fixado e a amostra gira com a mesma taxa do detector (θ/min).

Segundo Lima *et al.*, (2017) sabe-se que a amostra comporta-se tangencialmente ao círculo de focagem determinado por 3 (três) pontos na amostra, fonte de raios-X e fenda receptora. Para identificar as características cristalinas do material, faz-se necessário comparar o padrão difratométrico obtido na análise com os existentes na base de dados disponibilizadas pelo ICDD – “*International Center for Diffraction Data*” e JCPDS – “*Joint Committee of Powder Diffraction Standards*”.

2.7.2 Espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX)

A fluorescência de raios-X ou simplesmente (FRX), é uma técnica não destrutiva que tem a finalidade de identificar elementos químicos presentes na amostra, por meio dos raios-X caracterizados por $K\alpha$, $K\beta$ ou $L\alpha$, $L\beta$. Para a realização da análise do material, o mesmo é submetido a um feixe de raios-X que interage com os átomos havendo, portanto, a ionização direta com as camadas mais externas. Os elétrons mais externos que preenchem as vacâncias incidem na formação dos raios-X correspondentes aos elementos que constituem a amostra (NASCIMENTO-DIAS; OLIVEIRA; ANJOS, 2017).

A técnica de (FRX) é baseada nas radiações eletromagnéticas com comprimento de onda que variam entre 0,003 nm a 3 nm. As características formadas pelo fenômeno fotoelétrico emitido pelos elementos químicos através de um feixe de elétrons, resultam em óxidos que constituem a amostra que, por sua vez,

ocorre absorção, emissão ou espalhamento da radiação eletromagnética (ASFORA, 2010).

No que diz respeito aos elétrons que possuem camadas mais interna, sabe-se que estes interagem com fótons o que pode acarretar na foto injeção dos elétrons e para promover o preenchimento dos interstícios, faz-se necessário estabilizar essas regiões com elétrons constituintes das camadas mais próximas. Esse processo resulta no aumento da energia e, sobretudo, na emissão de raios-X frente aos átomos presente na amostra (SKOOG; HOLLER; NIEMAN, 2009).

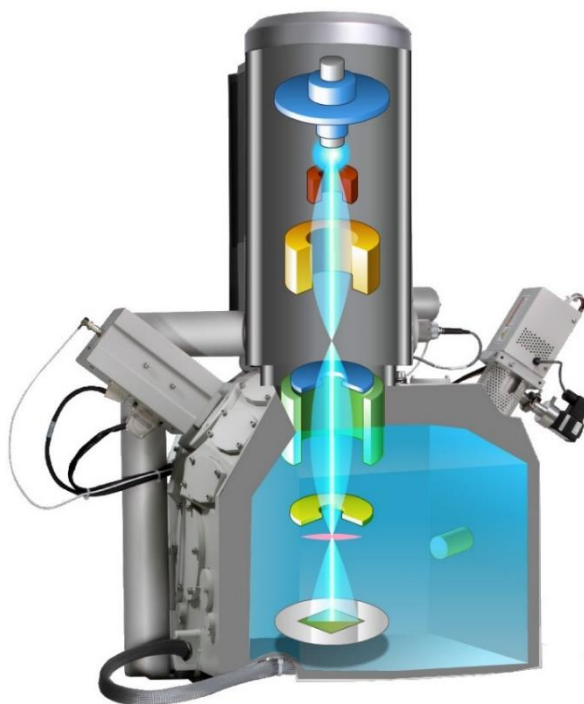
A aplicação da técnica não destrutiva de (FRX) tem sido utilizada principalmente em materiais formados por uma combinação de compostos químicos, com o objetivo de compreender suas estruturas atômicas e moleculares. Sabe-se, portanto, que a utilização dessa técnica permite uma abordagem característica quanto aos elementos químicos presentes na matriz de um composto (SANTOS *et al.*, 2013).

Dentre as aplicações, a utilização da técnica possibilita a análise qualitativa através da investigação do comprimento de onda dos raios-X, mas pode ser obtida pela medição da quantidade dos raios-X de cada elemento.

2.7.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Segundo Dedavid, Gomes e Machado (2007), o microscópio eletrônico de varredura é utilizado em diferentes áreas do conhecimento, principalmente quando se trata de mineralogia e análise microestrutural dos materiais. A utilização desta técnica vem tornando-se mais frequente por fornecer detalhes amostrais com aumento de 300.000 vezes, determinada pela incidência de um feixe de elétrons sob condições de vácuo, conforme ilustrado na (Figura 12).

Figura 12 – Representação esquemática da região de ionização com a superfície da gema.



Fonte: Dedavid, Gomes e Machado (2007).

A aplicação do MEV determina as características microestruturais de um composto através da emissão de elétrons secundários responsáveis pela formação superficial topográfica da imagem. Para a utilização dessa técnica, faz-se necessário incidir superficialmente um feixe de elétrons para que o mesmo possa transmitir os sinais detectados para uma tela catódica sincronizada com o feixe incidente transportado por toda a superfície amostral em forma de varredura, definido por uma malha retangular (KAVAZ *et al.*, 2020).

Os sinais são dados pela interação entre o feixe incidente e a superfície da amostra analisada, em que os mesmos são obtidos pelo detector de modo que as análises sejam observadas. Compreende-se que o feixe que interage com a amostra, desenvolve elétrons e fótons que podem ser coletados pelos coletores evidenciando um tipo de sinal resposta (LOTFI-OMRAN; SADRMOHTAZI; NIKBIN, 2019).

A incidência do feixe primário com a amostra faz com que parte dos elétrons se difundam constituindo interações cuja forma dar-se-á por meio das tensões aceleradas e do número atômico dos elementos ou compostos químicos. Para que esses elementos sejam detectados, é necessário que as partículas ou os raios eletromagnéticos oriundos da interação do feixe eletrônicos retornem a superfície atingindo o detector (ORELLANA *et al.*, 2021).

A profundidade máxima de detecção depende da energia total dessas partículas, onde a imagem obtida através do sinal de captação na varredura eletrônica, apresentam características diferentes resultando na interação entre o feixe eletrônico e o material amostral, frente aos diferentes sinais que podem ser produzidos. Dentre os sinais incididos, os mais comuns para ostensão das imagens são originados através dos elétrons secundários ou retroespalhados (LYU *et al.*, 2019).

Os elétrons secundários (SE) possuem interações direta frente ao feixe eletrônico e o material da amostra, bem como possuem baixa energia (< 50 eV) e formam imagens com boa resolução entre 3 nm e 5 nm tridimensionais. Numa perspectiva física, apenas os elétrons secundários produzidos na superfície, podem ser detectados e alguns oriundos das interações elétron-átomo possuem direção média de 2 nm a 20 nm. Estes podem ser reemitidos, pois são vulneráveis a absorção superficial topográfica da amostra (PENG *et al.*, 2020).

Os elétrons denominados retroespalhados (EDS) possuem energia que varia entre (50 eV) até o valor da energia do elétron primário e, sobretudo, sofrem espalhamento elástico que incidem na formação de maiores sinais consecutivos utilizados em amostras polidas. Os elétrons emitidos incidem no aumento do número atômico (Z) do material, bem como individualiza as fases através de contrastes em tons de cinza. Já os elétrons de alta energia são obtidos através da colisão elástica e estão presente nas camadas superficiais da amostra, mas se apenas esses elétrons forem obtidos, as informações de profundidade captadas pela imagem serão menores correlacionadas a profundidade do feixe (LI *et al.*, 2020).

Segundo Chu *et al.*, (2021) os detectores de raios-X acoplados ao MEV, possibilitam uma análise qualitativa e quantitativa dos elementos químicos presentes na amostra. Uma das técnicas utilizadas para analisar e identificar a composição química em um ponto específico da amostra, é o Detector de Energias Dispersivas (EDS).

Para Lotfi-omran, Sadrmomtazi e Nikbin (2020), a análise pontual da amostra é representada pela formação de produtos de hidratação do cimento conforme a composição matricial do material, onde pode ser analisada através de uma única fase ou da quantificação dos produtos como o hidróxido de cálcio hidratado (C – S – H), Etringita, ligações carbono/hidrogênio (CH), e monossulfoaluminato de cálcio (AF_m), por exemplo.

2.7.4 Espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR)

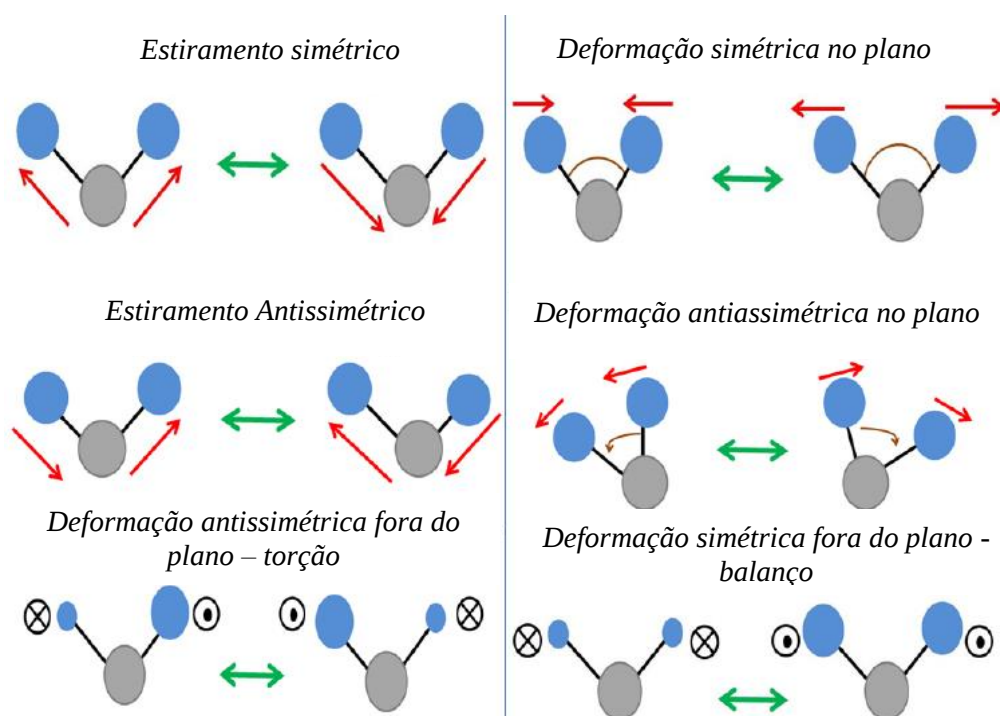
A espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), é uma técnica de caracterização vibracional simples, utilizada para caracterizar compostos orgânicos e inorgânicos, baseando-se nas interações vibracionais moleculares/ atômicas quanto a radiação eletromagnética, incidindo na formação de vibrações conforme a amplitude das ligações covalentes (VALAND *et al.*, 2019).

A frequência de radiação absorvida é resultante da interação vibracional molecular, uma vez que, levando em consideração a teoria corpuscular, sabe-se que essas vibrações são quantificadas conforme as características fotônicas de energia específica, ou seja, pacotes de energia (LIU; CHEN; YANG, 2021).

A radiação infravermelha não possui energia suficiente para a formação das transições eletrônicas, entretanto, a absorção é determinada através de cada grupo funcional, devido ao arranjo dos átomos e ligações presentes nas moléculas. As vibrações moleculares são caracterizadas como simétricas ou assimétricas e a deformação angular corresponde as variações de ligações em um átomo comum. Para tanto, as bandas de agrupamentos possibilitam a identificação da estrutura molecular que são definidas por vibrações acopladas (LI; SHI, 2019).

Algumas absorções dos grupos funcionais provêm das interações moleculares, onde as bandas correspondem a um único modo vibracional, mas algumas faixas vibracionais proveniente das deformações axiais formadas pelas ligações (C – H), (O – H) e (C = O), permanecem fixas independente das interações (JORDÁN *et al.*, 2018). No estudo sobre os espectros vibracionais, faz-se necessário realizar um exame preliminar determinado entre os espectros 900 a 650 cm^{-1} , onde a ausência de bandas fortes indica que a estrutura não possui anéis aromáticos, mas as regiões entre os espectros 4000 a 1300 cm^{-1} indicam a formação dos grupos funcionais como as ligações simples de oxigênio/hidrogênio (O – H), nitrogênio e hidrogênio (N – H) e ligações duplas como carbono/oxigênio (C = O) (JORDÁN *et al.*, 2018).

Segundo Brunello *et al.*, (2019) o espaço intermediário do espectro varia em torno de 1300 a 900 cm^{-1} e é conhecida como região de “impressão digital, pois os espectros nela contidos originam os modos de vibrações acoplados caracterizando diferentes configurações moleculares como pode ser visto na (Figura 13).

Figura 13 – Modo vibracional para molécula não linear.

Fonte: Adaptado de Shoog, Holler e Crouch (2008).

No que diz respeito a (Figura 13), é possível comentar que as setas vermelhas compreendem a direção do deslocamento atômico no movimento vibracional; os círculos nas cores azul e cinza simbolizam os átomos compostos pela molécula; as setas em formato curvo na cor laranja informam o sentido de variação dos ângulos deformáveis no plano; as setas duplas na cor verde, determinam a maneira em que ocorrem as vibrações conforme o tempo; a circunferência que apresenta um (x) em seu interior indica a movimentação do átomo orientado na forma interna do plano e, por fim, o círculo com um ponto em seu interior, representa os movimentos atômicos direcionados para fora do plano.

Segundo Skoog, Holler e Crouch (2008), os espectros FTIR estão relacionados com duas principais grandezas: a absorvância (A) e a transmitância (T). A transmitância indica a fração de intensidade incidente sobre uma respectiva amostra. Por outro lado, a absorvância corresponde a capacidade em que uma amostra, com espessura e concentração definida, possui em absorver os feixes de radiação infravermelha por de acordo com o número de moléculas. Entre as (Equações 16, 17 e 18), estão expressas as fórmulas utilizadas para calcular essas duas grandezas.

$$T = \frac{I_t}{I_i} = 10^{-abc} \quad (16)$$

$$\%T = 100T \quad (17)$$

$$A = -\log T = abc \quad (18)$$

Onde: T é caracterizado pela transmitância; I_t e I_i simbolizam as intensidades da radiação infravermelha transmitida pela amostra; $\%T$ representa o percentual de transmitância; A equivale a absorbância; a indica a absorvidade molar (constante relacionada as propriedades de cada substância conforme o comprimento de onda da radiação incidente, onde depende dos valores de b e c). b significa a espessura da amostra e c refere-se à concentração da substância absorvente do meio.

2.7.5 Análises térmicas (TG/ TGA/ DTA)

O calor transmitido ou retirado de um material orgânico ou inorgânico, bem como a variação de temperatura correspondente, influi diretamente na intensidade e nas vibrações moleculares numa escala interatômica modificando, por sua vez, as forças características as ligações químicas primárias e secundárias (IONASHIRO, 2014).

Essas condições podem causar mudanças significativas referente ao estado de agregação da matéria correspondente a fusão, solidificação e/ou sublimação, bem como, pode estar relacionada a conformação molecular presente na célula unitária ou, até mesmo, nas transições, transformações e degradações de fases constituintes do material (SOUZA *et al.*, 2017).

A análise termogravimétrica (TG) evidencia a obtenção de curvas de variação de temperatura, obtidas a partir da pesagem contínua de massa de uma amostra através de uma termobalança. A amostra é submetida a uma variação de temperatura, levando em consideração a taxa de aquecimento constante, onde as curvas são determinadas com o intuito de compreender a composição, a estabilidade térmica dos componentes intermediário e dos resíduos correspondentes ao material (RISCOB *et al.*, 2011). A termografia derivada (DTG), é obtida através da relação entre a massa e o tempo de análise, configurando os chamados “degraus” relacionados aos eventos

térmicos que, por sua vez, são visualizados como picos nas curvas DTG. Esse comportamento permite identificar cada evento de forma mais perceptível frente a variação de massa, além de estabelecer as áreas das curvas proporcionais ao ganho ou perda de massa (MENCZEL; PRIME, 2009).

Há alguns fatores que influenciam os eventos térmicos correspondentes a amostra, são eles: o aquecimento, pois em razões menores diminuem a temperatura aparente dos eventos correlacionados a decomposição; a atmosfera do forno, que pode interagir ou não com a amostra; o fluxo de gás, que interfere na velocidade das reações e a massa da amostra que, em maiores quantidades, pode aumentar a variação de massa inicialmente e, sobretudo, a decomposição térmica no final de cada evento (SOUZA *et al.*, 2017).

No que diz respeito a análise térmica diferencial (DTA), sabe-se que essa técnica se baseia na medição de temperatura amostral de um material inerte, determinado pelo cálculo de diferença de temperatura. Para tanto, esse método é classificado como diferencial, pois está relacionado a taxa de variação de temperatura em função do tempo ou da temperatura obtida pelo aquecimento constante (RISCOB *et al.*, 2011).

Segundo Romero, Francisca e Giomi, (2021) para os sistemas termoanalíticos, uma amostra é adicionada em um ambiente fechado, onde a sua temperatura é controlada por dispositivos e monitorada por detectores que produzem sinais analógicos frente a transformação de fase, no que diz respeito, a variação de massa, estabilidade térmica, água dispersa, água quimicamente combinada (AQC), ponto de fusão, ponto de ebulição, calor específico, calor de transição, diagrama de fases e cinética das reações.

De acordo com Romero, Francisca e Giomi, (2021) os eventos térmicos referentes a formação dos produtos de hidratação do cimento Portland, são determinados conforme a modificação estrutural numa escala atômica. Os eventos térmicos decorrentes do processo de hidratação ocorrem em três faixas: a primeira entre 30 °C e 400 °C caracterizada pela perda de água, formação da etringita e dos compósitos hidratados como o silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$), por exemplo; a segunda faixa entre as temperaturas de 400 °C e 450 °C representa a decomposição do hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$), a portlandita e, a terceira faixa, onde as temperaturas variam entre 450 °C e 730 °C correspondem a decomposição do carbonato de cálcio ($CaCO_3$), a calcita (GU; UNJOH, 2021).

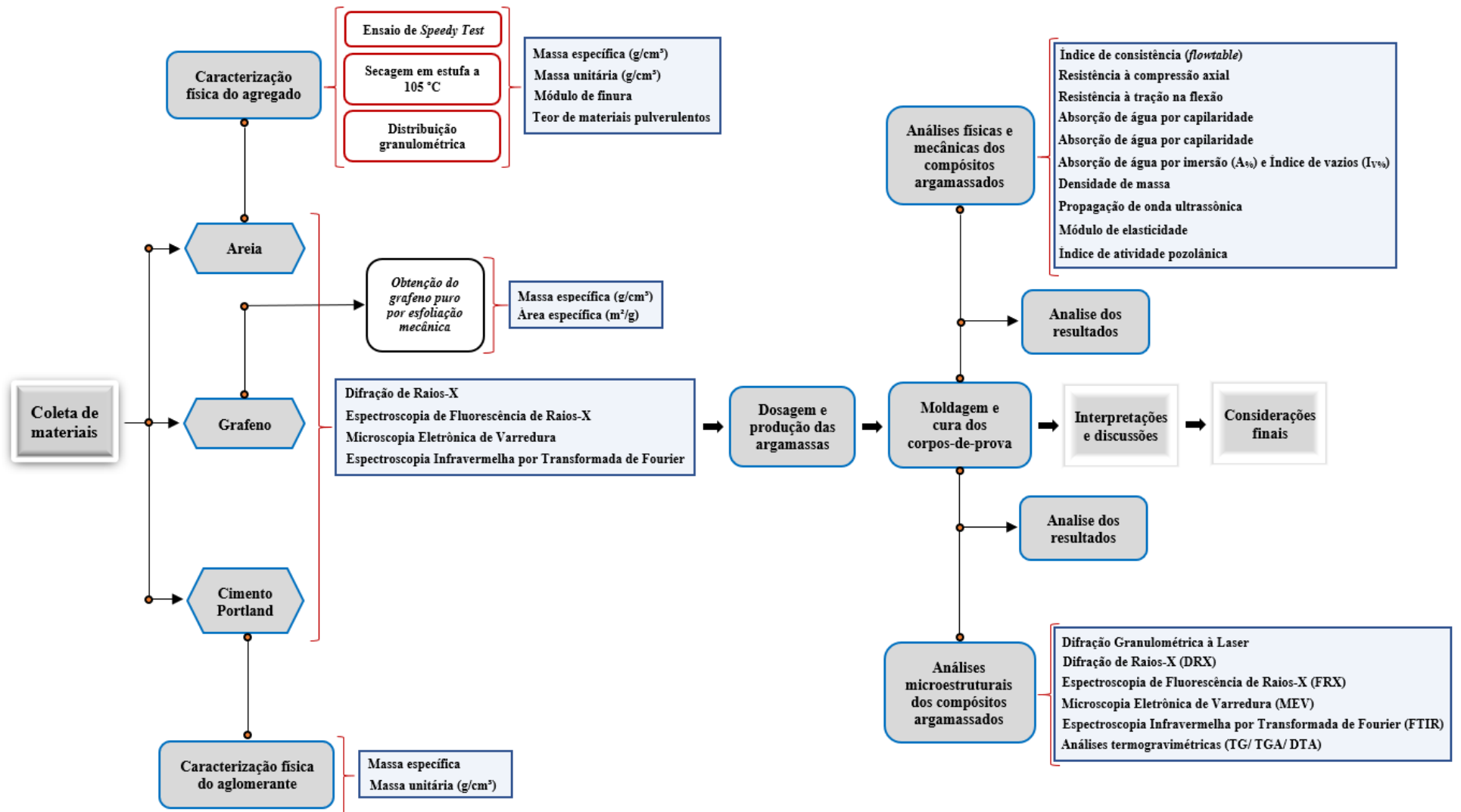
3 METODOLOGIA

Os materiais e os compósitos cimentícios (argamassa) estudados nesta pesquisa foram caracterizados conforme o fluxograma da metodologia utilizada na pesquisa (Figura 14), dividida em 5 etapas: coleta de materiais, preparação das amostras, caracterização física e microestrutural, análise dos resultados, interpretações e conclusões.

Algumas análises realizadas nos materiais precursores foram realizadas no Laboratório de Materiais de Estruturas e Construção Civil da Universidade Católica de Pernambuco. Os ensaios físicos e mecânicos foram realizados no Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade de Pernambuco.

Já os ensaios microestruturais foram realizados na Universidade Federal de Pernambuco, especificamente no Departamento de Química Fundamental (DQF), Departamento de Física (DF), Departamento de Geologia (CTG) e no Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM)

Figura 14 – Fluxograma das atividades desenvolvidas.



Fonte: Autor, (2022).

3.1 Materiais utilizados

- O cimento Portland utilizado no experimento foi o CII-Z-32;
- Grafeno multicamada puro (GRAF);
- Agregado miúdo utilizada de acordo com os parâmetros estabelecidos na NBR 7214 (ABNT, 2015);
- Água potável e água destilada deionizada;

3.2 Caracterização física dos materiais precursores

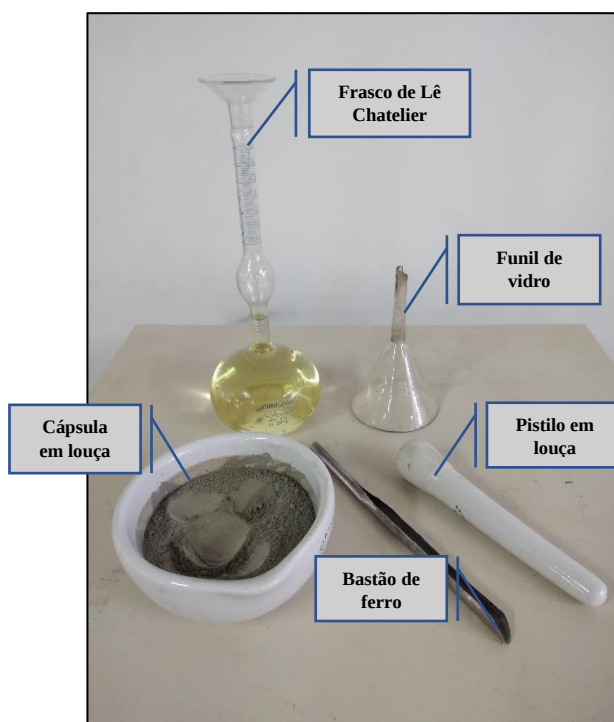
3.2.1 Cimento Portland

Para determinar algumas propriedades físicas do cimento, foi realizado o ensaio de massa específica do aglomerante através do frasco volumétrico de Lê Chatelier, que serviu como parâmetro, utilizado para calcular a composição matricial unitária que servirá como referência. Os procedimentos foram realizados em acordo aos parâmetros das normas NBR 6474 (ABNT, 2001) e NBR NM 23 (ABNT, 2001).

Para se obter a massa específica do cimento Portland, é preciso encher o frasco de Lê Chatelier com o querosene, utilizando para isto um funil. Este, evita que o líquido fixe nas paredes do aparelho. O volume de querosene deve ser preenchido entre as marcas correspondentes a 0 cm^3 e $1,0\text{ cm}^3$ e, após isso, o sistema foi deixado em repouso por 30 minutos para evitar interferências na leitura. Em seguida, o frasco foi imerso em água verticalmente, em que foi realizada a leitura, onde obteve-se um valor constante indicando que o conteúdo do frasco estava na mesma temperatura da água, do qual foi possível obter a primeira leitura (V_1).

Para realizar a segunda leitura, foi necessário pesar 60 g de cimento Portland com aproximação de 0,01 g e introduzi-lo no frasco de Lê Chatelier com o auxílio de um funil e uma haste apropriado para menores porções em massa. Desta forma, o frasco foi tampado e foram realizados alguns movimentos giratórios em posição inclinada e, por fim, foi registrado a leitura final denominada como (V_2). Para a realização do ensaio laboratorial foi-se necessário utilizar alguns utensílios como mostrado na (Figura 15). Por fim, o cálculo da densidade foi realizado através da (Equação 19).

Figura 15 – Materiais para realização do ensaio.



Fonte: Autor, (2022).

$$\rho = \frac{m}{(V_1 - V_2)} \quad (19)$$

Onde:

Massa do cimento utilizado (m);

Volume inicial (V_1);

Volume final (V_2);

Massa específica (ρ).

3.2.2 Grafeno multicamada

O material foi obtido pela empresa Amazonas Grafeno que fica localizada no estado de Tocantins/TO. O fabricante informa que o teor para a sua utilização varia entre 1/2% a 1%, sendo este resultado da dispersão expressa pela distribuição e dispersão na matriz dos compósitos cimentícios. Dentre as vantagens de sua utilização, outras características são levadas em consideração como a performance para melhoria das propriedades dos materiais.

Esse nanomaterial (grafeno puro), consiste na formação de microfolhas em sua microestrutura que é de aproximadamente 100.000.000 de átomos de carbono em forma hexagonal. As folhas, por sua vez, são extremamente fortes, flexíveis e resistentes. Além disso, outras propriedades podem ser discutidas conforme apresentadas no (Quadro 4) e sua morfologia pode ser vista na (Figura 16).

Quadro 4 – Propriedades características quanto a utilização do grafeno (GRAF).

Aditivo de grafeno	
Aditivo de Grafeno de (0,1 a 1%)	Melhoria (%)
Flexibilidade	0,65
Resistência à Compressão	0,40
Fratura estabilidade	0,40
Energia de impacto	1,50
Termal + elétrico condutividade	1,50
Hidrofobia	1,00

Fonte: Autor, (2022).

Figura 16 – Amostra de grafeno puro em pó.

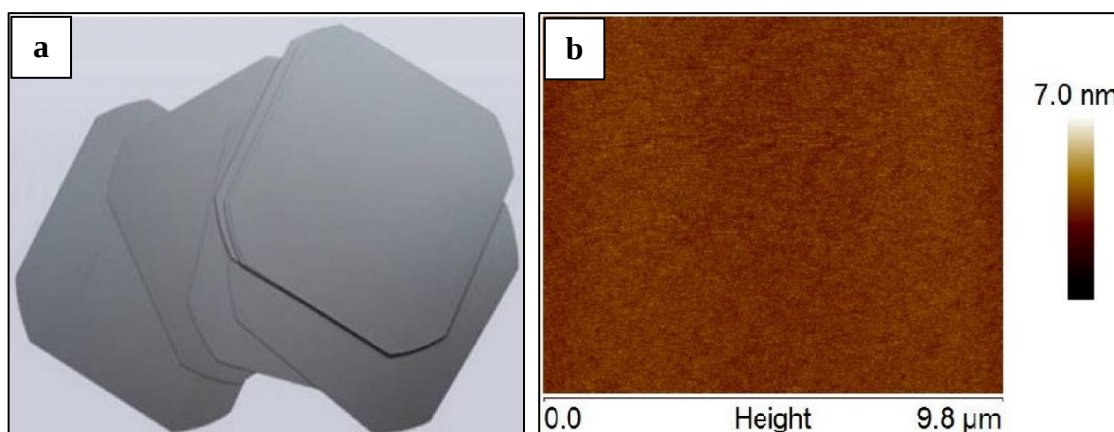


Fonte: Autor, (2022).

Para a obtenção do grafeno, um substrato de silício (Si) foi utilizado para o depósito do nanomaterial, em que o mesmo foi coberto por uma camada de óxido de silício (SiO₂) com 300 nm de espessura. A partir dessa técnica foi possível observar a

formação de grafenos e grafites com poucas camadas. Antes da deposição do material, o substrato passou por um processo de limpeza e, além disso, foi utilizado um *wafer* de Si/SiO₂ com dimensões de (70 cm x 70 cm) (Figura 17), onde estes foram levados a um forno tubular a uma temperatura de 1000 °C por 20 minutos em atmosfera ambiente. Para analisar a eficiência do substrato foi obtida uma imagem de Microscopia de Força Atômica, técnica esta não utilizada nesse estudo.

Figura 17 – Wafer de silício (a); microscopia de força atômica (AFM) evidenciando a limpeza (b).



Fonte: Cambraia, (2013).

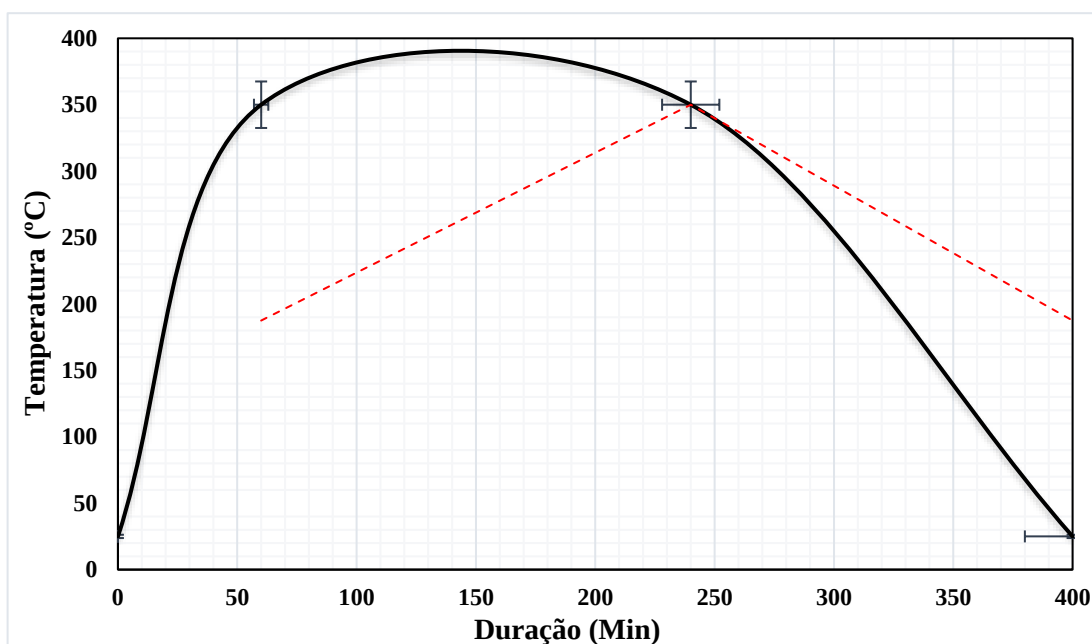
O método para a obtenção direta do grafeno foi realizado por esfoliação mecânica, do qual foi necessário utilizar grafite e fita adesiva do tipo *scotch tape*. Após esfoliar o material sobre a fita, o material foi transferido para um substrato de Si/SiO₂ limpo com o auxílio de um silicone. Com a retirada da fita percebeu-se a presença de alguns nanocompósitos como grafites e grafenos de poucas camadas.

A esfoliação foi realizada numa sala limpa para evitar contaminações das partículas e foi necessário o controle da limpeza, pois qualquer intervenção pode causar interferência no procedimento e prejudicar a análise das nanopartículas presentes no composto. Após a etapa de esfoliação, a amostra passou por mais um processo de limpeza com o objetivo de reduzir os resíduos de cola presente da fita *scotch tape*.

Para uma limpeza mais eficiente foi necessário utilizar um forno tubular acoplado a um sistema de gás, mas tentativas foram realizadas afim de se otimizar o processo frente a variação de temperatura e de fluxos de gases. A limpeza eficaz procedeu da temperatura ambiente a 25 °C e, logo após, um aquecimento contínuo foi aplicado durante 60 minutos com temperatura de 350 °C. A condição foi mantida

constante por 120 minutos e depois resfriada por 240 minutos para voltar a temperatura inicial, como ilustrado na (Figura 18). Esses procedimentos foram realizados com o fluxo controlado dos gases de 500 sccm de argônio (Ar) e 500 sccm de hidrogênio (H₂).

Figura 18 – Procedimento de limpeza do polímero (cola) presente no substrato.



Fonte: Adaptado de Cambraia, (2013).

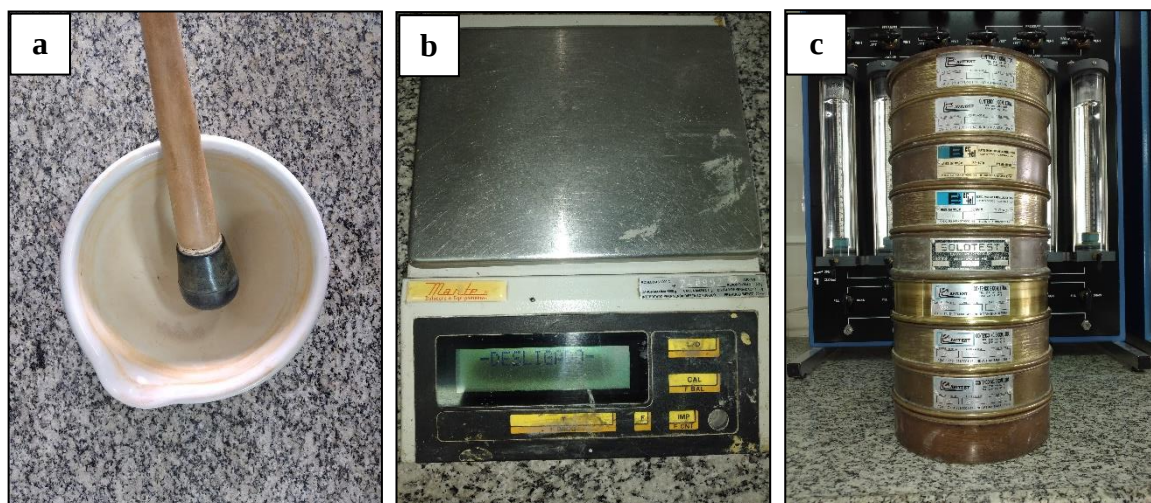
3.2.3 Agregado miúdo natural (areia)

Para a determinação dos parâmetros de utilização dos agregados naturais miúdos (areia), foi realizado o ensaio de caracterização granulométrica em acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2009). Esta norma trata dos métodos e procedimentos para classificação das propriedades físicas dos materiais matriciais da argamassa produzida. Foi utilizado agregado miúdo natural, de origem quartzosa da região Metropolitana do Recife/Pernambuco, onde a areia foi adquirida por uma empresa levando em consideração suas características físicas.

O material estava em estado úmido e foi necessário corrigir o teor de água do material por secagem natural em temperatura ambiente. Para garantir o teor de umidade, 500 g em massa foi posta na estufa por cerca de 24 h a uma temperatura de $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Isto para garantir uma boa distribuição das partículas de areia, em que foi utilizado um recipiente com pistilo (Figura 19). Após esse procedimento, 300 g

de areia seca foi utilizada para a realização do ensaio de caracterização granulométrica.

Figura 19 – Almofariz com pistilo (a); Balança com precisão de 0,01 g (b); Sequência das peneiras (c).

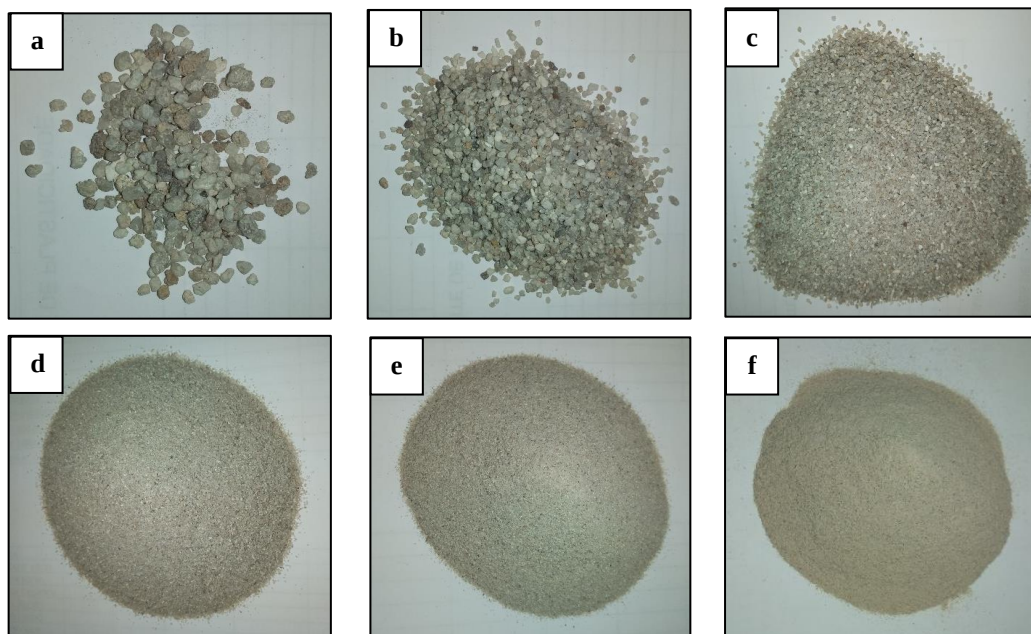


Fonte: Autor, (2022).

Foram utilizadas peneiras, estas com dimensões máximas de #4,78 mm levando em consideração o ensaio de granulometria do agregado miúdo em acordo com a norma NBR NM 248 (ABNT, 2003). A partir da distribuição dos agregados, obteve-se a curva granulométrica dos agregados miúdos naturais, sendo este classificado como agregado miúdo médio.

Geralmente, todo o material passante na peneira 4,78 mm é classificado como agregado miúdo e as frações retidas em cada peneira possuem tamanhos de grãos diferentes. Para o material analisado nesta dissertação, foram obtidas 6 frações conforme podem ser vistas na (Figura 20).

Figura 20 – Partículas de agregado miúdo passantes na peneira #2,4 mm (a); #1,2 mm (b); #0,6 mm (c); #0,3 mm (d); #0,15 mm (e); fundo (f).



Fonte: Autor, (2022).

O agregado miúdo apresentou um diâmetro máximo de 2,4 mm que foi definido pelas peneiras utilizada e o módulo de finura (MF) foi definido conforme a (Equação 20) levando em consideração os procedimentos conforme a NBR 248 (ABNT, 2003). Para efeitos de cálculos e adequação do traço unitário em massa, foi considerado nesta pesquisa MF de 2,4 sendo classificado como zona ótima, pois o valor está entre $2,20 \leq MF \leq 2,90$.

$$M.F = \sum \frac{\%Retida\ acumulada - Fundo\ e\ #intermediárias}{100} \quad (20)$$

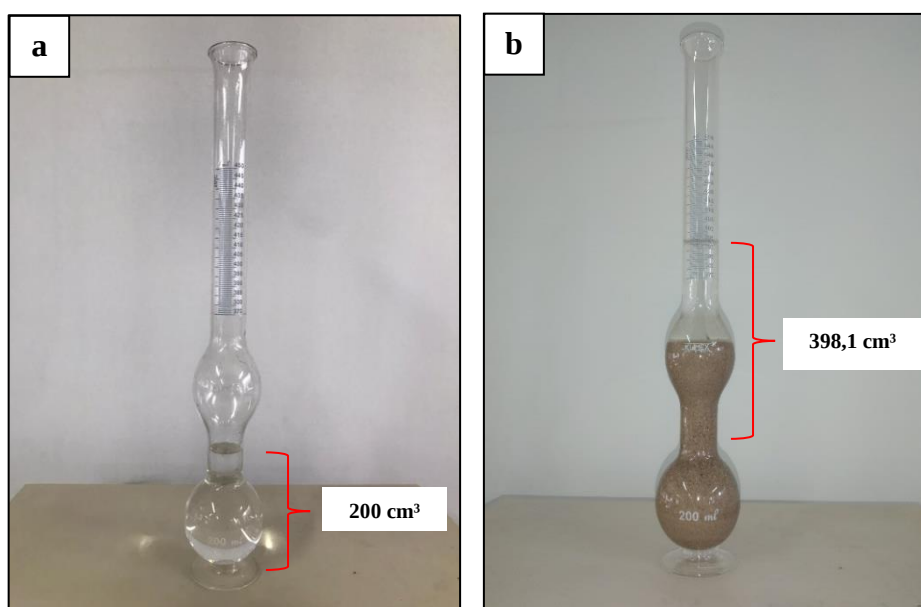
Posteriormente, a massa específica do agregado miúdo também foi medida, uma vez que este dado pode ser utilizado para determinar o volume de material utilizado na preparação dos tipos de argamassas analisadas de acordo com a NBR NM 53 (ABNT, 2009). Para garantir um melhor desempenho, obteve-se as massas específicas dos materiais como parâmetro e, para isso, utilizou-se o método do frasco de Chapman. É importante ressaltar que os procedimentos e técnicas utilizados são regidos pela NBR 9975 (ABNT, 2011).

O frasco de Chapman é constituído por um material em vidro composto por dois bulbos e um gargalo graduado. Na região mais estreita entre os dois bulbos deve haver uma demarcação correspondente a 200 cm³ e, acima dos bulbos, situa-se o tubo graduado de 350 cm³ a 450 cm³. O frasco foi inicialmente aferido para verificar os volumes correspondentes as graduações.

A massa específica é a relação entre a massa do agregado seco em estufa com temperatura de aproximadamente 105 °C ± 2°C, até a constância de massa e o volume igual do sólido, incluindo, então, os poros impermeáveis. Para a realização desse procedimento, 500 g de agregado miúdo foi pesado numa balança com precisão de 0,01 g. Foi colocada água no interior do recipiente até a marca de 200 cm³, deixando-o em repouso por 30 minutos. Isto foi necessário para que a água aderida as faces internas do frasco escoasse completamente.

Em seguida, com o auxílio de um funil e uma cápsula específica para essa tarefa, introduziu-se 500 g do agregado miúdo seco no frasco, o qual foi agitado para eliminação das bolhas. O método executado pode ser visto na (Figura 21). A leitura do nível atingido pela água no gargalo do frasco informa o volume em cm³ ocupado pelo conjunto água-agregado miúdo e, mesmo que as faces internas estejam sem material aderido, compostos orgânicos estavam presentes na amostra e formou uma camada espessa de aproximadamente 0,15 cm³.

Figura 21 – Frasco Chapman com água (a); recipiente preenchido com agregado miúdo (areia) (b).



Fonte: Autor, (2022).

A massa unitária compactada é a relação entre sua massa e seu volume compactado segundo um determinado processo, considerando-se também os vazios entre os grãos. Assim, pode ser feita com um único agregado ou com uma composição destes e, para efeito de cálculo, a massa específica é obtida através da (Equação 21).

$$\rho = \frac{m}{(L - L_a)} \quad (21)$$

Onde:

Massa do agregado miúdo seco (m);

Leitura do volume final (L);

Leitura do volume contendo água (L_a);

Massa específica (ρ).

Para análise comparativa dos resultados, o ensaio de massa específica pelo método do picnômetro foi realizado, onde traz como perspectiva a definição da densidade das partículas do agregado miúdo, sendo esta, uma característica intrínseca que depende apenas da fração sólida. Inicialmente, uma amostra de 10 g de agregado miúdo foi pesada numa balança analítica de acordo com o método de preparação estabelecido pela NBR 6457 (ABNT, 2016).

A amostra foi transferida cuidadosamente para o picnômetro através de um funil. Após isso, se é colocada água destilada no recipiente até cobrir, por completo a amostra e, em seguida, o recipiente é levado ao dessecador que estava acoplado a uma bomba de vácuo (Figura 22).

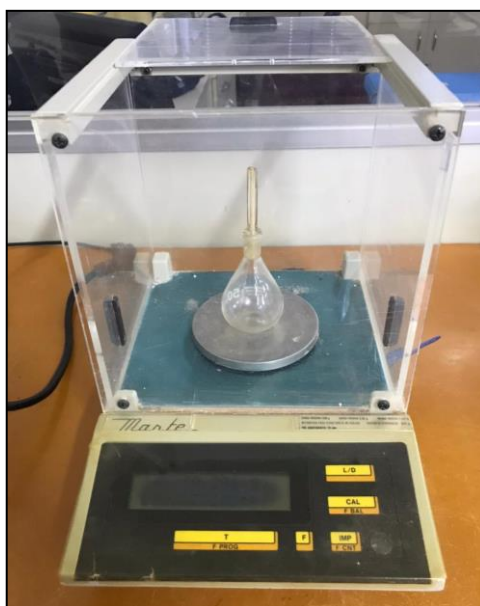
Figura 22 – Bomba de sucção a vácuo.



Fonte: Autor, (2022).

Após a retirada do ar verificada pela ausência das bolhas, desligou-se a bomba a vácuo e, para evitar a formação de novas bolhas, completou-se o picnômetro com água destilada pelas paredes do recipiente. Colocou-se a tampa de modo que o capilar fosse todo preenchido e, em seguida, pesou-se o (picnômetro + solo + água) conforme mostrado na (Figura 23). Após esse procedimento, mediu-se, então, a temperatura da água com termômetro e a amostra analisada foi descartada.

Figura 23 – Amostra saturada pesada na balança analítica.



Fonte: Autor, (2022).

Com o objetivo de obter um resultado preciso, o procedimento do ensaio foi repetido pela segunda vez. Para fins de cálculo, a massa específica dos grãos foi determinada através da (Equação 22) levando em consideração a massa específica média em função da temperatura e a densidade dos grãos.

$$\gamma_g = \frac{PS}{(PS + PC - PaS)} * \gamma_a - \frac{g}{cm^3} \quad (22)$$

Onde:

Massa específica (γ_g);

Peso do solo seco (PS);

Peso do picnômetro + água (PC);

Peso do picnômetro + água + solo (PaS).

Para compreender o comportamento do agregado miúdo, foi-se preciso determinar o teor de material pulverulento conforme os parâmetros estabelecidos pela NBR NM 46 (ABNT, 2003). Para tanto, foi utilizado uma peneira nº. 200 com abertura de malha de #0,075 mm e 500 g de areia após secá-la na estufa a 105 °C. O ensaio consistiu em cobrir a areia com água e agitou-se o material.

Ao realizar esse procedimento, algumas partículas ficaram em suspensão na água e, após isso, verteu-se o material na peneira nº. 200 até que o mesmo obtivesse uma coloração transparente.

Em seguida, o material foi levado até a estufa e seco por aproximadamente 24 horas em uma temperatura média de 105 °C. Retirou-se o material da estufa, onde foi levado até a balança analítica obtendo-se, então, o valor da massa seca. A (Equação 23) foi utilizada para fins de cálculo e análise dos resultados.

$$M.P. (\%) = \frac{M_{inicial} - M_{após\ estufa}}{M_{inicial}} * 100 \quad (23)$$

Quanto ao teor de umidade, utilizou-se três cápsulas com 50 g de agregado miúdo cada uma (Figura 24), onde foi levada a estufa por 24 horas a uma temperatura de 105 °C. Passado esse tempo, os materiais contidos em cada cápsula foram retirados da estufa e pesados, onde se obteve a massa seca e, para efeitos de cálculos, a (Equação 24) foi utilizada como referência.

Figura 24 – Cápsulas com a amostra de agregado miúdo (areia).



Fonte: Autor, (2022).

$$h_{umidade}(\%) = \frac{M_{úmida} - M_{seca}}{M_{seca}} * 100 \quad (24)$$

Para a devida correção da umidade do agregado miúdo, também foi utilizado o método *Speedy test*, que consiste nos padrões calculáveis dos teores de umidade sob pressão. Assim, foi pesado 10 g de agregado miúdo (areia), onde foi inserida em um cilindro, juntamente com uma ampola de carbureto de cálcio (CaC_2) e algumas esferas metálicas.

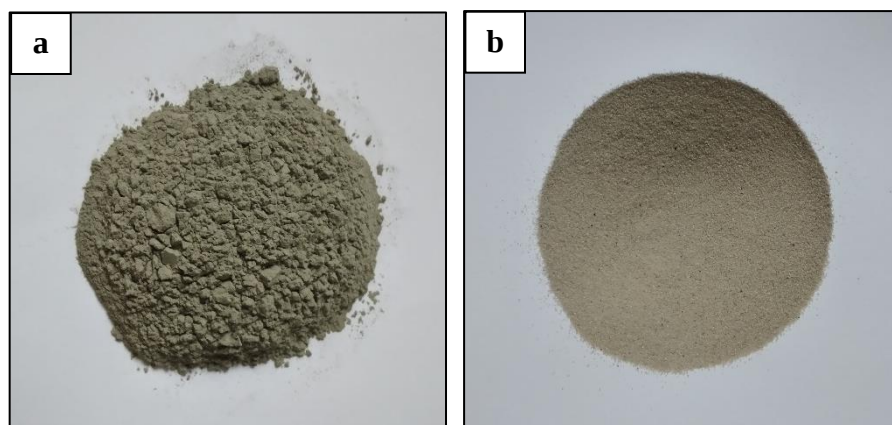
Após isso, o cilindro foi vedado e agitado, onde a pressão foi analisada através de um manômetro acoplado ao equipamento. Com base no valor observado da pressão, foi possível identificar o teor de umidade através de uma tabela fornecida pelo próprio fabricante, onde contém diversos dados que facilitam a correlação e as análises.

3.3 Caracterização química e mineralógica dos materiais

Os materiais precursores como o cimento Portland, o grafeno, o agregado miúdo (areia) e as pastas dos compósitos cimentícios foram avaliados quanto as suas características físicas, químicas e mineralógicas. Numa perspectiva química, também foram observadas as interações moleculares dos elementos presentes em cada amostra, bem como as correlações que verificam o comportamento matricial desses materiais. O grafeno foi utilizado em sua forma líquida e sólida nas pastas de cimento Portland e não foi preciso incidir ao material uma finura adequada, uma vez que o mesmo possui frações passantes menores do que 0,075 mm.

O cimento Portland e o agregado miúdo passaram por um processo de peneiramento por aproximadamente 20 minutos com velocidade de 70 RPM, para obter as frações passantes na peneira #200 com abertura de 0,075 mm. As amostras passantes na peneira #200, estão apresentadas na (Figura 25).

Figura 25 – Amostras passante na peneira #200: (a) cimento Portland; (b) agregado miúdo (areia).



Fonte: Autor, (2022).

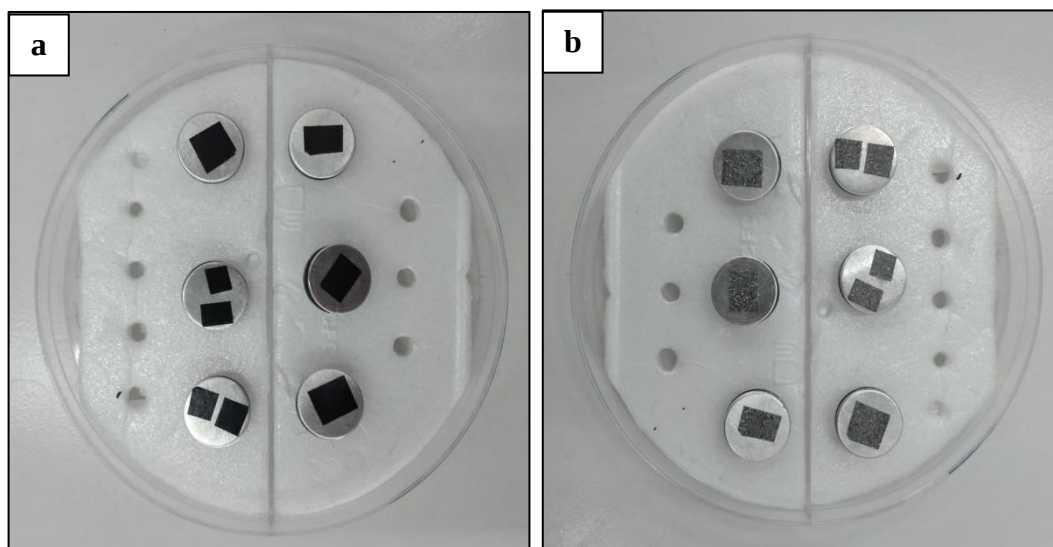
Após a análise inicial dos materiais precursores, foram realizados os estudos dos compósitos cimentícios, onde amostras de pastas de referência (REF) e com adição de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de grafeno, foram analisadas. Para a preparação das amostras, as mesmas foram trituradas utilizando um almofariz e pistilo em porcelana, onde esse material foi inserido numa peneira com abertura de 0,075 mm e a amostra passante foi retida para realizar os ensaios microestruturais.

3.3.1 Técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite analisar as alterações referentes aos tamanhos e a morfologia das partículas presentes na amostra, caracterizada pela identificação dos elementos químicos envolvidos no processo de obtenção desses materiais. O grafeno passou por um processo de secagem a 105 °C para constância de massa, onde foi investigado o processo característico das fases correspondente as reações de hidratação com o cimento Portland durante 28 dias.

Para a realização da análise, foi utilizado uma alíquota de cada amostra individualmente, onde foram depositadas em uma fita de carbono inserida no *Stub* conforme a (Figura 26). Posteriormente, foi feita a metalização das amostras com aproximadamente 15 nm de ouro, das quais foram adicionadas ao porta-amostra e colocadas no dessecador até o momento do ensaio. As análises foram realizadas nas amostras anidras e nos compósitos cimentícios (argamassas).

Figura 26 – Fita de carbono inseridas no Stub (a); Amostras depositadas sobre a fita de carbono (b).



Fonte: Autor, (2022).

As imagens morfológicas das amostras foram obtidas através de um microscópio eletrônico de varredura, em um equipamento da marca Tescan, modelo Mira 3, com voltagem de aceleração de 10 kV e detector (SE), utilizando metalização e magnitude (MAG) que variaram entre 1.0 kx e 625 x em nano espaço. Para analisar as fases dos componentes químicos presentes nas partículas de cada amostra, foi utilizado um Espectrômetro de Raios X com detector de energia dispersiva (EDS), da marca (Ultim® Max, Oxford Instruments, Reino Unido) em modo alto vácuo (4,8 e - 002 Pa) de pressão na câmara. Além disso, a voltagem de aceleração utilizada foi de 20 kV, a distância de trabalho (WD) foi de 15 mm e o Spot size foi estabelecida entre 10-50 nm. As medidas foram realizadas no (DQF) – Departamento de Química Fundamental da UFPE.

3.3.2 Técnica de difração de raios-X (DRX)

Para determinar as composições químicas dos materiais precursores como o grafeno (GRAF), cimento Portland (CP) e agregado miúdo (areia), foi necessário avaliar o comportamento do material quanto as fases cristalinas que, por sua vez, foram caracterizadas através da análise semiquantitativa através da técnica de fluorescência de raios-X (FRX) que corresponde a identificação e quantificação dos elementos químicos presentes na amostra, bem como auxilia na caracterização mineralógica quanto a reatividade pozolânica identificando, também, fases amorfas.

Para análise cristalográfica dos materiais precursores e dos compósitos cimentícios (pastas), recomenda-se que o material esteja seco e passante na peneira #200 (0,075 mm). Para a preparação das pastas, as amostras foram trituradas com almofariz e pistilo em porcelana, onde utilizou-se uma alíquota amostral de aproximadamente 1 grama, necessária para o ensaio.

Para identificar as fases cristalinas de um composto, é necessário a utilização da técnica de difração de raios-X – (DRX) caracterizada pela incidência de feixes monocromáticos com um determinado comprimento de onda (λ), do qual o feixe é difratado através de planos cristalográficos das camadas atômicas da amostra que são distribuídas por interferências de ondas difratadas que incidem em deflexões em algumas direções que compreendem a Lei de Bragg.

Para uma análise pontual, é necessário determinar o ângulo de difração (θ) e a distância interplanar que corresponde a dois planos cristalinos adjacentes. As análises de difração de raios-X (DRX) foram realizadas pelo método do pó no equipamento Bruker D2 PHASER, operando com voltagem de 30 kV e corrente de 10 mA ($P = 300 \text{ W}$), radiação $\text{Cu-K}\alpha = 1,54060 \text{ \AA}$ e usando detector Bruker-AXS-Lynxeye.

A faixa de varredura (STEP) foi de 4° a 80° (2θ) e 5° a 95° (2θ) Bragg-Brentano, com passo do goniômetro de $0,02019^\circ/\text{segundos}$ e rotação constante da amostra de 10 rpm com fenda divergente de 1° grau. A abertura da fenda primária foi de 0,4 mm, a fenda utilizada foi de 3 mm e o tempo de contagem por passo de 0,5 segundos. As amostras foram indexadas utilizando o programa computacional DIFFRAC plus-EVA com o banco de dados Crystallography Open Database – (COD) “REV212673 2018.12.20”.

Para a identificação das fases cristalinas, foi realizado o refinamento Rietveld, bem como as quantificações correspondentes para cada composto ou elemento químico observado. As amostras foram quantificadas através do método de refinamento Rietveld, utilizando o software TOPAS e os arquivos PDF (Powder Diffraction). As amostras utilizadas neste procedimento, pode ser vista na (Figura 2

Figura 27 – Amostras dos compósitos argamassados de referência e com teores de grafeno.



Fonte: Autor, (2022).

3.3.3 Técnica de fluorescência de raios-X (FRX)

No que diz respeito a composição dos materiais estudados nesta dissertação, os compostos e elementos químicos contidos nas amostras de grafeno (GRAF), cimento Portland (CP) e agregado miúdo (areia) foram analisados através da técnica de fluorescência de raios-X – (FRX). A análise dos elementos traços foram realizados por meio de (FRX), utilizando um equipamento da marca Rigaku, modelo ZSX Primus II (Figura 28), do laboratório NEG-LABISE (UFPE), equipado com tubo de Rh e 7 cristais analisadores, pelo método de curvas de calibração, que foram construídas com materiais de referências internacionais.

Figura 28 – Equipamento de marca Rigaku, modelo ZSX Primus II.



Fonte: Autor, (2022).

Inicialmente as amostras foram preparadas através de pastilhas utilizando uma matriz cilíndrica de alumínio com 35 mm de diâmetro, as quais foram submetidas a uma carga de 30 tf durante 1 (um) minuto. Após o primeiro momento, as pastilhas foram inseridas para secagem em estufa com temperatura de $\pm 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ por, aproximadamente, 2 horas.

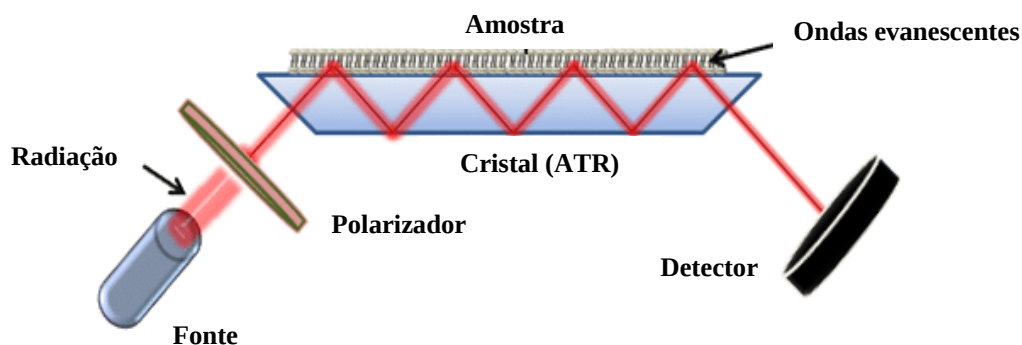
Para tanto, quando a amostra se aglomera, é necessário realizar um procedimento que consiste na adição de ácido bórico (H_3BO_3) ou ácido acetilsalicílico ($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$) que, para esse estudo, não foi necessário esse procedimento. Os elementos traços analisados foram (NaO_2 , MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , P_2O_5 , SO_3 , K_2O , CaO , TiO_2 , Fe_2O_3 , ZrO_2), onde todos tendem a se ajustar à estrutura cristalina dos minerais ou substituir os elementos maiores com raios semelhantes.

3.3.4 Técnica de espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR)

A técnica FTIR foi utilizada para determinar as bandas vibracionais correspondentes aos materiais precursores e compósitos cimentícios, com o objetivo de compreender quais ligações e interações moleculares ocorrem na região do visível. Para aquisição dos espectros vibracionais de absorção foi utilizado o espectrômetro por transformada de Fourier (FTIR), modelo Bruker Vertex70, pela técnica de refletância total atenuada (ATR), com o acessório Pike Miracle provido de um cristal de seleneto de zinco (ZnSe). Os espectros foram obtidos entre 4000 e 600 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 32 varreduras.

As regiões do espectro infravermelho, incidem a onda evanescente a um comportamento acentuado ou alterado, da qual a energia acentuada de cada onda, retorna ao feixe de infravermelho refletindo na extremidade oposta do cristal atingindo o detector de espectrômetro, formando o espectro infravermelho. O esquema metodológico utilizado na pesquisa, pode ser vista na (Figura 29).

Figura 29 – Esquema metodológico FTIR (ATR).



Fonte: Adaptado de Ausili, Gómez-Fernández e Sánchez, (2015).

3.3.5 Técnica para análises termogravimétrica e térmica diferencial (TG/DTG)

A termogravimetria, é uma técnica que visa a medição de temperatura quanto a variação da massa de amostras utilizadas em uma faixa de aquecimento. O equipamento é caracterizado por um micro balança acoplada a um forno resistivo tipo mufla, onde os resultados são expressos através de curvas termogravimétricas relacionada a perda de massa ao longo de um determinado tempo (t). Para a realização das análises, recomenda-se que o material possua granulometria mínima de passante na peneira #200 com diâmetro de 0,075 mm.

As curvas ATD-TG foram obtidas simultaneamente utilizando o equipamento Shimadzu DTH 60, localizado no Laboratório de Tecnologia Mineral – (LTM/ UFPE). Para uma análise mais expressiva, foi utilizada uma taxa de aquecimento de 15 °C/min. A temperatura máxima estabelecida foi de 950 °C, num total de 1000 °C. A atmosfera para a realização das análises foi de nitrogênio (N₂), com fluxo constante de 50 ml/min.

Empregou-se como amostra de referência a alumina calcinada em torno de 20 mg ± 0,5. O porta-amostra utilizado foi um cadinho de alumina cilíndrico, com diâmetro de 5,0 mm e altura de 2,5 mm. As medidas foram realizadas com aproximadamente 50 mg de cada alíquota.

Os compósitos cimentícios foram submetidas as análises termogravimétricas aos 28 dias de hidratação e todos os componentes que possuíam grafeno em sua matriz, foram analisados individualmente. Para tanto, as pastas de referência (REF) e com a dição de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de grafeno (GRAF) foram analisadas através das fazes relacionadas as matrizes cimentícias.

Com o objetivo de avaliar a influência das adições nanomateriais no processo de hidratação do cimento Portland, foi utilizada a técnica de análise termogravimétrica que permite identificar o teor de água quimicamente combinada dos hidratos, bem como o consumo da portlandita (CaOH_2) por meio das reações pozolânicas.

Levando em consideração as análises realizadas através dessa técnica, foi possível determinar o teor de água quimicamente combinada (AQC) frente a formação de hidróxido de cálcio hidratado ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$) e do aluminato de cálcio hidratado, teor de carbonato de cálcio (CaCO_3), hidróxido de cálcio (CaOH_2) e a razão (R) determinada pela relação entre os resultados de perda de massa total e AQC. Todos os dados são obtidos de acordo com as (Equações 25, 26, 27, 28 e 29).

$$W_{\text{hidratos}} = \frac{(m_{150} - m_{400})}{mf} \times 100\% \quad (25)$$

$$W_{\text{CH}} = \frac{(m_{430} - m_{520})}{mf} \times 100\% \quad (26)$$

$$W_{\text{CO}} = \frac{(m_{700} - m_{800})}{mf} \times 100\% \quad (27)$$

$$W_{\text{AQC}} = W_{\text{hidratos}} + W_{\text{CH}} \quad (28)$$

$$R = \frac{W_{\text{total}}}{W_{\text{AQC}}} \quad (29)$$

3.3.6 Técnica de análise granulometria a laser

A análise granulométrica é utilizada para promover uma análise eficaz das partículas e seus respectivos diâmetros, das quais influenciam diretamente na matriz cimentícia sob uma ótica de transição entre os agregados e o aglomerante. Algumas partículas possuem formatos com camadas sobrepostas com superfície pulverulenta rugosa definindo, então, o diâmetro das partículas analisadas através do MEV – (SE).

Para a determinar o tamanho de partícula foi utilizado um granulômetro a laser Malvern, modelo Mastersizer 2000, cujo limite inferior de detecção é 10 nm e o superior é 2000 μm . A análise foi realizada via úmido, utilizando o acessório Hydro 2000MU. O resultado corresponde à média de três leituras.

A área superficial específica do material foi expressa em m^2/g , onde é fundamental para a avaliação da reatividade. A técnica utilizada provém da medida referentes as alterações de uma mistura de nitrogênio (N_2) e hélio (He), onde a amostra é submetida a variação de pressão do nitrogênio líquido. Com o intuito de compreender a distribuição dispersiva das partículas, a amostra de grafeno (GRAF) obteve resíduo ponderado de 1,025%, obscurecimento de 17,50%, média ponderada superficial $D_{(3,2)} = 22,66 \mu\text{m}$ e média ponderada volumétrica de 48,03 μm . Vale ressaltar que a alíquota da amostra não necessitaram de tratamento prévio, sendo dispensado a utilização do material passante na peneira #200 com abertura de 0,075.

3.4 Procedimentos experimentais da preparação dos materiais compósitos

Para o desenvolvimento experimental utilizado nesta dissertação, e a partir do traço de referência (REF), foram produzidos outros 5 (cinco) traços, realizando a adição parcial de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de grafeno puro (GRAF) em função da massa do aglomerante (cimento). Vale ressaltar que os corpos-de-prova (CP's) com as adições do nanomaterial tiveram relação água/cimento (a/c) fixa em 0,48.

Levando em consideração essas informações e, além disso, o traço unitário dado pela representação ($c : a : a/c$), sabe-se que, para 1 m^3 , tem-se 498,73 kg relativo ao (C_{cimento}). Para a produção dos corpos-de-prova de argamassa utilizou-se: 2820,16 g de cimento, 1496,19 g de areia e 1353 mililitros e água, para 24 corpos-de-prova referente a uma mistura. Além desses dados, o teor de água/materiais secos (A%) foi de 9,5% e teor de argamassa (α) foi de aproximadamente 0,5. Foi necessário também, determinar algumas variáveis que influenciaram diretamente no comportamento dos materiais para a produção das argamassas quanto ao seu desempenho físico-mecânico.

Para melhor contextualizar esse ponto, duas variáveis foram fundamentais para o processo de cálculo tais quais: densidade dos materiais precursores e o consumo de solvente (água) inicial. No (Quadro 5 e 6), essas informações foram detalhadas em

função do consumo de cimento e, na (Figura 30), determinou-se o teor ótimo aproximado de cimento em função de sua resistência média.

Quadro 5 – Composição matricial dos materiais cimentícios em função do consumo de aglomerante.

Resistência/ Cálculo (MPa) – F _{cj}	Resistência/ execução (MPa) - F _{ck}	Consumo de água aproximado (kg/m ³)	Consumo de cimento (kg/m ³)	Consumo de agregado miúdo (kg/m ³)
35 MPa	31 MPa	1039,02	498,73	1496,19

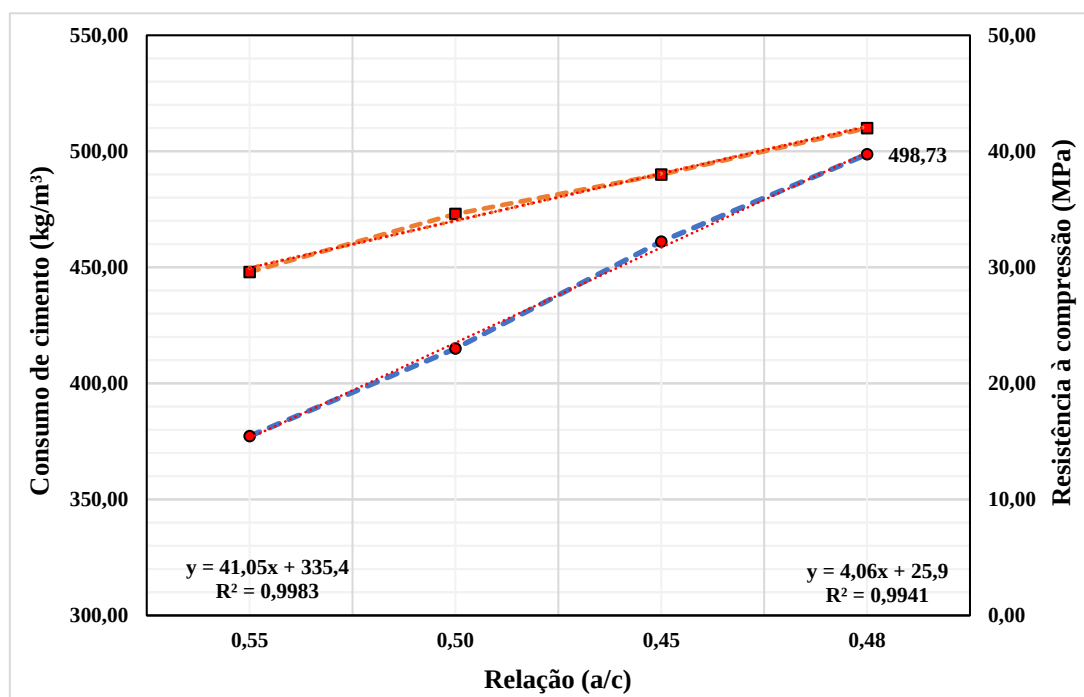
Fonte: Autor, (2020).

Quadro 6 – Determinação do traço referência.

Traço unitário (c : a : a/c)	Qualidade do traço	Normatização (Classe III)	Definição
1 : 3 : 0,48	Alto	NBR 6118 (ABNT, 2014)	Propriedades mecânicas

Fonte: Autor, (2020).

Figura 30 – Determinação do traço “ótimo” (adaptado para argamassas).



Fonte: Autor, (2020).

Os ensaios precursoros realizados nos materiais que compõem a matriz cimentícia do composto cimentício, foram de suma importância para definir o traço referência que serviram como parâmetros nesta pesquisa. No (Quadro 7), estão

apresentadas as dosagens utilizadas em cada mistura, conforme os percentuais de grafeno utilizados.

Quadro 7 – Quantidade de material utilizado para as misturas dos compósitos cimentícios.

	Mistura/ Famílias	Aglomerante (kg/m ³)	Grafeno (kg/m ³)	Agregado miúdo - areia (kg/m ³)	Água (l)	Relação (a/c)
Traço/ Mistura	REF	498,73	0,00	1496,20	239,40	0,48
	0,03		0,15			
	0,06		0,30			
	0,09		0,45			
	0,12		0,60			
	0,15		0,75			

Fonte: Autor, (2020).

No item posterior, estão apresentados os métodos utilizados para a produção dos corpos-de-prova e, além disso, os procedimentos experimentais realizados nos compósitos cimentícios em estado fluido (fresco) e hidratado (endurecido), uma vez que todos os dados observados serviram para análises e discussões realizadas no estudo.

3.4.1 Produção e moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos

A produção dos corpos-de-prova das argamassas foi desenvolvida de acordo com os procedimentos e parâmetros estabelecidos pela NBR 5738 (ABNT, 2015). Os moldes cilíndricos utilizados, possuíam dimensões de (5 cm x 10 cm) de $D_{\text{diâmetro}}$ e H_{altura} respectivamente. Todos os (CP's) produzidos no Laboratório de Materiais de Construção Civil – (LMCC) na (POLI/UPE), serviram para realizar as análises através dos ensaios complementares que, por sua vez, foram de suma importância para compreender o comportamento físico-mecânico e microestrutural do material estudado.

Antes de iniciar a separação dos materiais precursores para a produção dos diferentes tipos de argamassas, foi-se necessário utilizar um tipo de desmoldante líquido em todas as fôrmas, onde ficou em repouso por 15 minutos, para facilitar a retirada do material hidratado. Após isso, foi preciso realizar a correção de umidade do agregado miúdo (areia), pois influencia diretamente na qualidade e na fluidez do

material em estudo. Essa correção implica na redução da quantidade de água utilizada no processo de produção dos corpos-de-prova.

Os corpos-de-prova foram desenvolvidos no Laboratório de Materiais de Construção Civil – (LMCC) da POLI/UPE conforme as recomendações prescritas na norma regulamentadora NBR 7215 (ABNT, 2019). Para tanto, os materiais matriciais como: cimento, grafeno puro e agregado miúdo (areia) foram devidamente pesados e, após isso, a água foi posta no misturador mecânico.

Primeiramente, o grafeno foi diluído em água potável para analisar a solubilidade, onde o mesmo foi adicionado diretamente ao misturador que já continha a água da mistura. Com o misturador funcionando, adicionou-se o cimento por 30 segundos, onde o mesmo foi homogeneizado em velocidade baixa e, após isso, o agregado miúdo (areia), foi adicionado gradualmente permanecendo na mesma velocidade por, aproximadamente, 30 segundos.

Em seguida, aumentou-se a velocidade do misturador por mais 30 segundos e, com o intuito de promover o ciclo de mistura, foi necessário permanecer as argamassas por 1 minuto e 30 segundos para repouso da massa e retirada do material aderido na espátula do misturador. Após esse tempo, o equipamento foi ligado na velocidade alta por 1 minuto, finalizando, portanto, a preparação dos compósitos cimentícios.

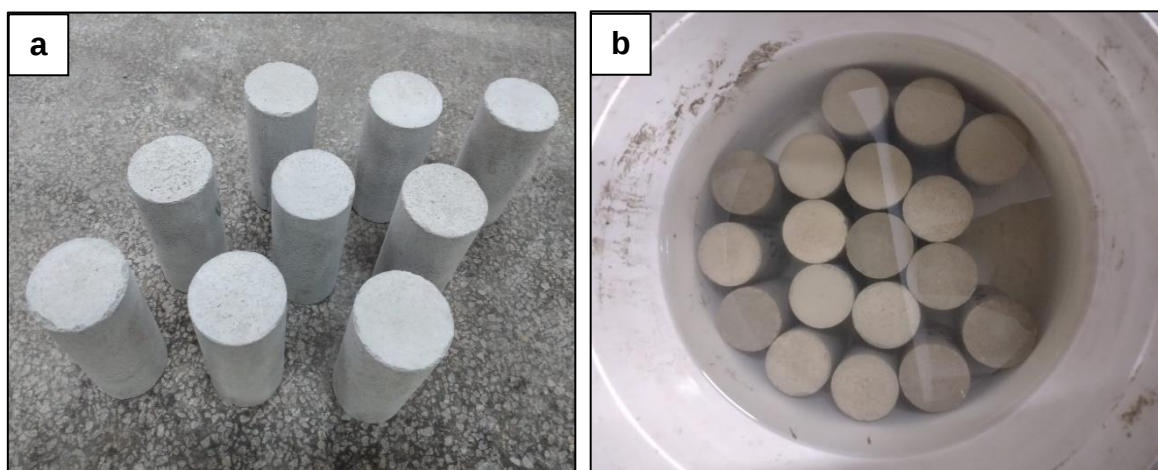
Após esses procedimentos, os corpos-de-prova foram moldados conforme os parâmetros estabelecidos pela NBR 5738 (ABNT, 2015). Primeiramente, as argamassas foram introduzidas em quatro camadas nos moldes, sendo cada uma delas adensadas a partir da aplicação de 30 golpes distribuídos uniformemente com um soquete, sem afetar a base. Além disso, a face externa dos moldes foi levemente batida com o intuito de minimizar os vazios ocasionados pelo adensamento.

Por fim, a última camada foi moldada com uma determinada quantidade de material afim de exceder o volume do molde, para que facilite o rasamento com uma régua metálica, sem adicionar material após o adensamento. Depois de moldados os corpos-de-prova, os mesmos foram cobertos por uma placa de vidro em sua face superior.

Após concluída a moldagem dos compósitos cimentícios, os corpos-de-prova foram levados a uma sala com temperatura ambiente de $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, dos quais permaneceram durante 24 horas para que o processo de hidratação fosse concluído com êxito e, após esse período, foram desmoldados, identificados e submetidos à

cura úmida em um recipiente com a presença de água em estado estático com umidade relativa do ar superior a 95% até o momento dos ensaios, como ilustrado na (Figura 31).

Figura 31 – Corpos-de-prova desmoldados e devidamente retificados (a); (CP's) inseridos em cura úmida (b).



Fonte: Autor, (2020).

3.4.2 Produção/ moldagem dos corpos-de-prova prismáticos

A produção dos corpos-de-prova prismáticos foi desenvolvida de acordo com os procedimentos e parâmetros estabelecidos pela NBR 5738 (ABNT, 2015). Os moldes utilizados, possuíam dimensões de (4 cm x 4 cm x 16 cm) de $L_{largura}$, $C_{comprimento}$ e A_{altura} , respectivamente. Todos os (CP's) produzidos no Laboratório de Materiais de Construção Civil – (LMCC) na (POLI/UPE), serviram para realizar as análises e compreender o comportamento físico-mecânico do material estudado.

Após a pesagem de todos os materiais precursores, os mesmos foram levados ao misturador mecânico para a devida homogeneização, conforme os procedimentos já descritos na seção 3.4.1 – Produção e moldagem dos corpos-de-prova cilíndricos. Após os procedimentos, os corpos-de-prova foram moldados conforme os parâmetros estabelecidos pela NBR 5738 (ABNT, 2015).

Os materiais argamassados foram introduzidos nos moldes e o adensamento foi realizado em duas camadas, utilizando a mesa (*flow table*) por, aproximadamente, 30 segundos para uma melhor compactação. Os corpos-de-prova foram rasados com uma régua metálica, cobertos por uma placa de vidro na região superior e levados a cura ambiente numa sala com temperatura ambiente de $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Os corpos-de-prova permanecerem durante 48 horas para que o processo de hidratação fosse concluído com êxito e, após esse período, foram desmoldados, identificados e submetidos à cura úmida em um recipiente com a presença de água em estado estático com umidade relativa do ar superior a 95% até o momento dos ensaios.

3.5 Ensaios nos compósitos argamassados no estado fluido

As propriedades de um composto cimentício estão interligadas com as características físicas, químicas e reológicas da matriz do material. Todos os materiais adicionais que são utilizados, influenciam diretamente no comportamento do composto que, por sua vez, possibilita as análises e a devida aplicabilidade. As argamassas foram produzidas no Laboratório de Materiais de Construção Civil – (LMCC) da (POLI/UPE) e os ensaios estão apresentados no (Quadro 8), a seguir.

Quadro 8 – Ensaios de caracterização físico-mecânico das argamassas no estado fresco.

Ensaio	Norma Regulamentadora
Consistência	NBR 13276 (ABNT, 2016)
Teor de ar incorporado	NBR 13276 (ABNT, 2016)
Densidade	NBR 13276 (ABNT, 2016)

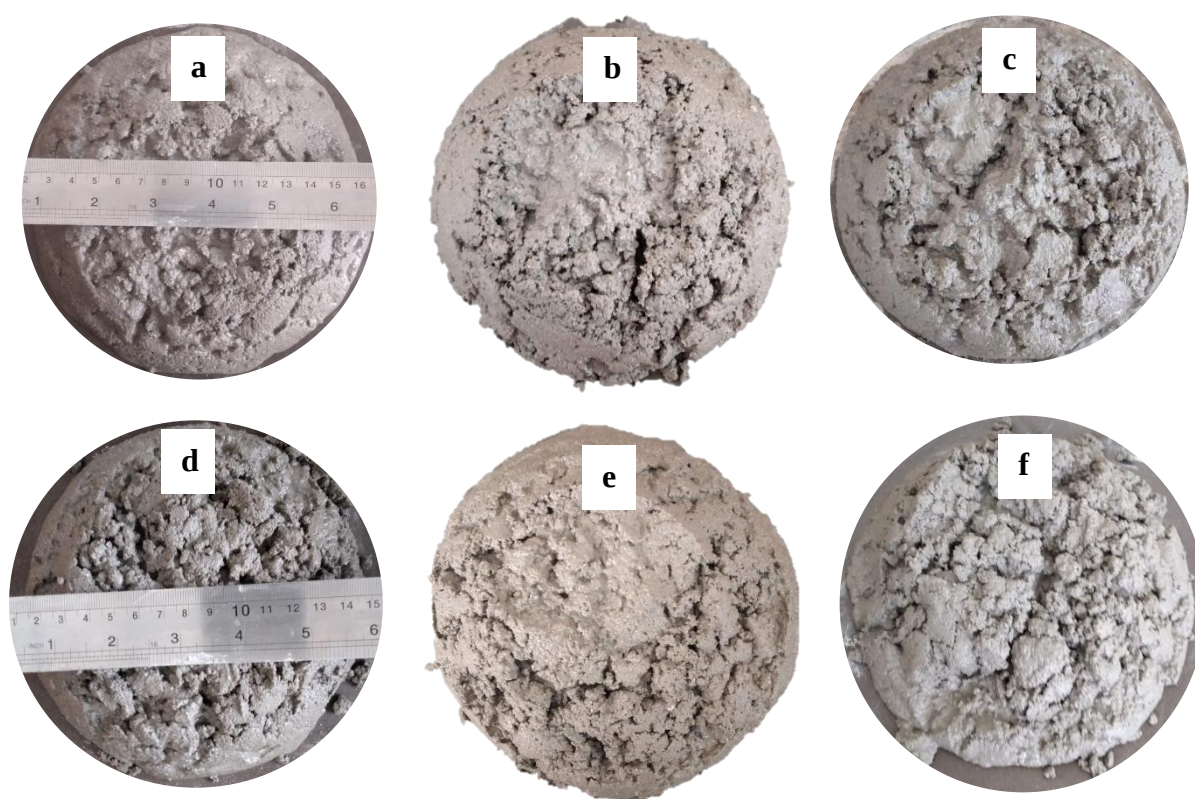
Fonte: Autor, (2020).

3.5.1 Ensaio de consistência (*flow table*)

A trabalhabilidade de um composto cimentício está diretamente relacionada com a consistência do material, onde a mesma é determinada através do ensaio de (*flow table*) no qual é avaliado o espalhamento da argamassa. Primeiramente, se é necessário limpar a mesa e, posteriormente, o troco de cone se é alocado no centro. O composto cimentício deve ser direcionado ao recipiente em 3 camadas, com alturas aproximadas, do qual são aplicados 15, 10 e 5 golpes com o soquete, respectivamente.

Após a realização dos golpes, a região superior é arrasada com régua e a fôrma é removida verticalmente. Esse procedimento também implica na movimentação circular da manivela por 30 vezes e 30 segundos uniformemente, do qual a mesa eleva-se e retorna a posição de repouso promovendo o espalhamento do material, ilustrado na (Figura 32). Deste modo, portanto, se é aferido o valor médio do diâmetro do espalhamento que caracteriza o índice de consistência.

Figura 32 – Argamassas espalhadas: Referência (a); com adição de 0,03% (b), 0,06% (c), 0,09% (d), 0,12% (e), 0,15% (f) de grafeno.



Fonte: Autor, (2022).

3.5.2 Teor de ar incorporado e densidade de massa

A determinação da densidade de massa foi realizada através dos procedimentos estabelecidos pela NBR 13278 (ABNT, 2005), e o método utilizado para tal pode ser analisado através da (Equação 30). No que diz respeito ao teor de ar incorporado, foi necessário registrar as massas do recipiente metálico sem preenchimento com a presença da placa de vidro, do recipiente com a presença de água destilada com a placa de vidro e, por fim, o recipiente com a presença do

composto cimentício. Os cálculos foram realizados conforme a (Equação 31), apresentada.

$$D = \frac{M_c - M_v}{M_r} * 1000 \quad (30)$$

Onde:

D = a densidade de massa (g/cm³);

Mc = Massa do recipiente contendo a argamassa fresca (g);

Mv = Massa do recipiente vazio (g);

Vr = Volume do recipiente (cm³).

$$A_i = 100 * \left(1 - \frac{d}{d_t}\right) \quad (31)$$

Onde:

d = é o valor da densidade de massa da argamassa, em g/cm³;

d_t = é o valor da densidade de massa teórica da argamassa, em em g/cm³. Assim, para um material preparado em laboratório, a densidade de massa teórica deve ser calculada através da (Equação 32).

$$D_t = \frac{\sum m_i}{\sum \frac{m_i}{\gamma_i}} \quad (32)$$

Onde:

m_i = massa seca de cada componente que compõe a argamassa, além da massa da água;

γ_i = é a massa específica de cada componente de argamassa.

O preenchimento do material argamassado foi realizado em três camadas com alturas iguais, aproximadamente, onde cada uma delas recebe 20 golpes ao longo do comprimento do corpo-de-prova com a utilização de uma espátula a 90 graus. Por fim,

o recipiente foi solto de uma altura de 3 cm por 3 vezes consecutivas e, após isso, foi realizado o arrasamento com uma espátula numa posição a 45 graus.

3.6 Ensaios nos compósitos argamassados no estado endurecido (hidratado)

A caracterização das argamassas no estado endurecido foi realizada a partir ensaios apresentados no (Quadro 9), bem como os ensaios condicionados aos compósitos cimentícios em estudo, no estado hidratado (endurecido). Para as idades de 7, 14, 21 e 28 dias foram ensaiados 6 corpos-de-prova para cada mistura/ traço. No (Quadro 9), estão apresentadas as informações decorrentes dos ensaios que serão realizados, bem como a quantidade para os respectivos percentuais.

Quadro 9 – Quantificação dos corpos-de-prova por traço e por ensaio.

	Traços/ Misturas	Quantidade de (CP's) por traço de argamassa	Ensaio	Total de (CP's)	Tipos de (CP's)	Normas regulamentadoras
Delineamento da pesquisa	Referência 0,03% 0,06% 0,09% 0,12% 0,15%	12	Resistência à compressão axial	(48 x 6)	Cilíndricos	NBR 5739 (ABNT, 2018)
		12	Resistência à tração na flexão		Prismáticos	NBR 13279 (ABNT, 2005)
		6	Absorção de água por imersão		Cilíndricos	NBR 9778 (ABNT, 2009)
		6	Absorção de água por capilaridade		Cilíndricos	NBR 9779 (ABNT, 2012)
		6	Propagação de onda ultrassônica		Cilíndricos	NBR 8802 (ABNT, 2019)
			Módulo de elasticidade		Cilíndricos	NBR 15630 (ABNT, 2008)
		6	Densidade de massa aparente		Cilíndricos	NBR 13280 (ABNT, 2005)
			Total:	288		

Fonte: Autor, (2022).

3.6.1 Resistência à compressão axial

O ensaio de resistência a compressão axial foi realizado de acordo com os parâmetros estabelecidos prescritos pela NBR 5739 (ABNT, 2018) o qual compreende a determinação do comportamento mecânico do material. Após a moldagem dos corpos-de-prova e transcorridos 7, 14, 21 e 28 dias de cura úmida, os materiais foram submetidos as análises.

Todos os corpos-de-prova foram retificados e levados a uma prensa hidráulica da marca SOLOTEST modelo DL 200 com velocidade de aplicação da carga de $0,50 \pm 0,15$ MPa/segundo, carga máxima de 1000 kN, sendo esta, relacionada a 30% aplicada ao fim da carga (Figura 33). O equipamento utilizado foi a prensa hidráulica de capacidade de 200 toneladas, o que fornece os resultados da resistência à compressão axial (f_c) em MegaPascal (MPa) e suas respectivas curvas de ruptura.

Figura 33 – Realização do ensaio de resistência à compressão axial.



Fonte: Autor, (2022).

3.6.2 Resistência à tração na flexão

O ensaio de resistência a tração na flexão foi realizado conforme as diretrizes estabelecidas pela NBR 13279 (ABNT, 2005). Primeiramente, o corpo-de-prova foi analisado na horizontal, onde a carga foi estabelecida em seu eixo maior. Após essa fase, são gerados dois exemplares para a realização do ensaio de compressão axial, mantendo a posição das faces regulares em contato com a célula de carga. A prensa utilizada foi da EMIC com a capacidade máxima de 300 kN.

3.6.3 Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade é um procedimento instituído pela NBR 9779 (ABNT, 2012) e teve como objetivo, aferir a ascensão da água através dos poros/ vazios dos materiais cimentícios. Esse método de análise buscou analisar o comportamento das argamassas quanto a permeabilidade, pois quanto maior o índice de vazios, mais poroso o material. Nesse contexto, há também a ação das forças de atração que atuam na estrutura interna da matriz cimentícia, bem como interação com os fluidos presentes na superfície.

Após 28 dias de cura úmida, os corpos-de-prova de argamassa foram condicionados a uma estufa com temperatura de aproximadamente 105 ± 2 °C e com ventilação interior para constância de massa e integridade dos produtos de hidratação e, após isso, estes permaneceram por aproximadamente 72 horas, até a realização do ensaio.

Depois dessa etapa os corpos-de-prova foram retirados da estufa e resfriado a temperatura ambiente de aproximadamente 23 ± 2 °C, onde foi aferida as respectivas massas em gramas (g). Em um recipiente com volume de aproximadamente de 5 (cinco) litros, os corpos-de-prova foram posicionados sobre alguns suportes feitos em PVC (Policloreto de Vinila) e, após isso, realizou-se o preenchimento do recipiente com água em um nível constante/ estático de 5 ± 1 mm acima de sua face inferior, como pode ser visto na (Figura 34).

Figura 34 – Realização do ensaio de absorção de água por capilaridade.



Fonte: Autor, (2022).

O ensaio foi monitorado e as massas dos corpos-de-prova saturados parcialmente foram determinadas em tempos de 3h, 6h, 24h, 48h e 72h a partir da colocação destes, em contato com a água. Após a pesagem final os (CP's) foram rompidos por compressão diametral de acordo com a NBR 7222 (ABNT, 2011), de forma a visualizar a ascensão da água no interior do material. O ensaio foi realizado em cinco corpos-de-prova cilíndricos de argamassa tradicionais com dimensões de (5 cm x 10 cm), para cada mistura. Assim, a absorção da água por capilaridade foi calculada de acordo com a (Equação 33).

$$C = \frac{M_{sat} - M_s}{S} \quad (33)$$

Onde:

C = é a absorção da água por capilaridade expressa em gramas por centímetro quadrado (g/cm²);

M_{sat} = é a massa saturada do corpo de prova que permanece com uma das faces em contato com a água durante o período de tempo especificado, expressa em gramas (g);

M_s = é a massa do corpo de prova seco, assim que este atingir a temperatura de 23 ± 2 °C, expressa em gramas (g);

S = é a área transversal, expressa em centímetros quadrados (cm²).

3.6.4 Absorção de água por imersão ($A\%$)

A absorção de água por imersão é uma propriedade que está interligada com as discussões voltadas a permeabilidade dos materiais em função de seu comportamento o físico mecânico e durabilidade, tendo em vista que os agentes agressivos expressos na atmosfera, podem ingressar no interior dos compósitos cimentícios e, serem transportados, através dos poros, para o interior dos materiais.

Os ensaios de absorção de água por imersão foram realizados de acordo com os parâmetros estabelecidos pela NBR 9778 (ABNT, 2009). Desta forma, o principal objetivo desse ensaio é classificar o fenômeno pelo qual a água é transportada ocupando os poros permeáveis de um material sólido. Assim como no ensaio de

absorção por capilaridade, cinco corpos-de-prova com dimensões de (10 cm x 20 cm) de cada traço foram submetidos a este ensaio após 28 dias de cura.

Os (CP's) foram levados a uma estufa com temperatura de 105 ± 5 °C, para a devida constância de massa por aproximadamente 72 horas e, após retirados, foram resfriados a temperatura ambiente de 23 ± 2 °C. Após isso, através de uma balança analítica com precisão de 0,1 g, foi obtido a massa das amostras secas.

Após esse procedimento, os corpos-de-prova foram submergidos em água com temperatura média de 23 ± 2 °C por 72 horas, dentro de um recipiente apropriado e com volume adequado, sendo posteriormente pesados, determinando-se a massa da amostra saturada imersa em água através de uma balança hidrostática. Por fim, realizou-se a última pesagem após os corpos-de-prova serem superficialmente secados, obtendo-se a massa da amostra saturada. A absorção de água por imersão foi calculada de acordo com a (Equação 34).

$$A\% = \frac{M_{sat} - M_s}{M_s} * 100 \quad (34)$$

Onde:

M_{sat} = é a massa da amostra saturada após imersão;

M_s = é a massa da amostra seca em estufa.

3.6.5 Determinação dos Índices de vazios ($I_{v\%}$)

Através do ensaio de absorção de água, foi possível determinar, de acordo com a NBR 9778 (ABNT, 2012) o índice de vazios (I_v) correspondente a correlação entre o volume total dos poros e o teor de umidade presente no interior das amostras. Nesse sentido, cinco corpos-de-prova com dimensões de (10 cm x 20 cm) foram utilizados para cada traço e os valores médios dos resultados foram determinados através da (Equação 35).

$$I_{v(\%)} = \frac{M_{sat} - M_s}{M_{sat} - M_i} * 100 \quad (35)$$

Onde:

M_i = é a massa da amostra saturada imersa em água;

M_{sat} = é a massa da amostra saturada após imersão;

M_s = é a massa da amostra seca em estufa.

3.6.6 Determinação da massa específica

A massa específica é uma propriedade analisada através da correlação entre a massa e o volume de um determinado material. Todas as análises foram realizadas conforme as especificações determinadas pela NBR 9778 (ABNT, 2009), onde foi possível determinar a massa específica das amostras em estado seco (Equação 36), massa específica das amostras saturadas (Equação 37) e massa específica real (Equação 38).

$$\rho_s = \frac{M_s}{M_{sat} - M_i} \quad (36)$$

$$\rho_{sat} = \frac{M_{sat}}{M_{sat} - M_i} \quad (37)$$

$$\rho_r = \frac{M_s}{M_s - M_i} \quad (38)$$

Onde:

ρ_s = massa específica seca da amostra, expressa em (g/cm³);

ρ_{sat} = massa específica saturada da amostra, expressa em (g/cm³);

ρ_r = massa específica real da amostra, expressa em (g/cm³).

3.6.7 Propagação de onda ultrassônica e módulo de elasticidade

O ensaio da velocidade de propagação da onda ultrassônica é utilizado para analisar as discontinuidades e distribuição dos vazios no interior de um composto cimentício sólido. Além disso, a velocidade de transporte é dada pelas características elásticas do meio e da densidade. O teste foi realizado conforme os parâmetros

estabelecidos pela NBR 8802 (ABNT, 2019) em 20 (vinte) corpos-de-prova para cada traço, dos quais foram realizadas três medições em cada um deles.

Para tanto, há três formas para emitir as ondas ultrassônicas caracterizada pelo método direto, semidireto e indireto. Foi escolhido para o estudo o método direto, do qual foi utilizado um transdutor de emissão e recepção nas extremidades no corpo-de-prova com frequência de 54 kHz cada um deles.

Cada extremidade foi retificada, plana e limpa e, antes de iniciar o ensaio, foi preciso calibrar o equipamento através de uma “barra referência” com 25,4 μ s utilizando, para fixação, uma fina camada de gel denominado vaselina. A realização do ensaio de propagação das ondas ultrassônicas ocorreu por meio do equipamento PUNDIT (Portable Ultrasonic Non-Destructive Digital Indicating Tester) da C.N.S Electronics, Ltd.

Para cada leitura foi registrado o tempo de percurso das ondas em (μ s) e mediu-se o comprimento do corpo-de-prova. Os resultados foram determinados através da (Equação 39) e correlacionados com o (Quadro 10) que determina a velocidade de propagação da onda ultrassônica frente as condições internas do material.

$$V = \frac{L}{t} \quad (39)$$

Onde:

V = velocidade, expressa em m/s;

L = espaço/ comprimento do corpo-de-prova, expressa em (mm);

t = tempo, expresso em microssegundos (μ s – 10^{-3}).

Quadro 10 – Parâmetros que definem a qualidade dos compósitos cimentícios.

Velocidade de propagação linear (m/s)	
> 4500	Excelente
3600 – 4500	Boa
3000 – 3600	Aceitável
2100 – 3000	Pobre
< 2100	Muito pobre

Fonte: NBR 8802 (ABNT, 2019).

Levando em consideração os resultados da densidade de massa aparente e a velocidade de propagação da onda, foi possível determinar o módulo de elasticidade (E_d) com a aplicação dos valores na (Equação 40), conforme os parâmetros apresentados na NBR 15630 (ABNT, 2009).

$$E_d = V^2 * \rho * \frac{(1 + \mu) * (1 - 2\mu)}{(1 - \mu)} \quad (40)$$

Onde:

E_d = Módulo de elasticidade dinâmico (MPa);

V = Velocidade de propagação da onda ultrassônica (mm/ μ s);

ρ = Densidade de massa aparente do corpo de prova (kg/m³);

μ = Coeficiente de Poisson: valor adotado = 0,2 conforme NBR 15630 (ABNT, 2008).

3.6.8 Índice de atividade pozolânica – (IAP)

O índice de atividade pozolânica é um método indireto que determina a pozolanidade dos materiais cimentícios e suas características são definidas conforme os parâmetros estabelecidos na NBR 5752 (ABNT, 2014). Segundo a norma, para um material ser considerado pozolânico, a atividade pozolânica frente ao cimento deve ser de, no mínimo, 90%.

Para tanto, faz-se necessário definir dois tipos de argamassas: A primeira (i), onde o cimento Portland faz parte da composição matricial e a segunda (ii) contendo 0,06% e 0,15% dos materiais ou nanomateriais utilizados como adições em função do aglomerante (cimento). Portanto, o (IAP) pode ser determinado conforme mostrado na (Equação 41), onde f_{CB} é definido pela resistência mecânica da argamassa (i) e f_{CA} é determinada pela resistência mecânica da argamassa (ii), estas analisadas aos 28 dias de hidratação.

$$I_{cimento} (\%) = \frac{f_{CB}}{f_{CA}} * 100 \quad (41)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção, estão apresentados os resultados obtidos no estudo, bem como as principais discussões voltadas as propriedades dos compósitos cimentícios, características dos materiais precursores e suas estruturas morfológicas. Além disso, foram apresentadas as análises quanto ao comportamento microestrutural e macroestrutural dos materiais e, sobretudo seu delineamento quanto a composição físico-química.

4.1 Resultados dos materiais precursores

4.1.1 Cimento Portland (aglomerante)

O tipo de cimento Portland utilizado pode ser aplicado em diversos tipos de análises micro e macroestrutural. Suas propriedades atendem desde estruturas em concreto armado, até argamassas de assentamento e revestimento, bem como compósitos cimentícios especiais para aplicação em pavimentos.

Com adição de material pozzolânico variando de 6% a 14% em massa, o CP II–Z–32 garante ao cimento menor permeabilidade. A escolha deste tipo de cimento se deu ao fato do mesmo ser o mais comum nos estabelecimentos comerciais da Região Metropolitana do Recife (RMR). No (Quadro 11), pode-se observar o resultado referente a massa específica utilizado para cálculo do traço inicial através do frasco de Lê Chatelier, onde encontra-se entre os valores $2,80 \leq \gamma_r \leq 3,20 \text{ g/cm}^3$ a 20 °C, permitido pela NBR 16605 (ABNT, 2017). Nos (Quadros 12 e 13), estão apresentados os resultados das características químicas, físicas e mecânicas do cimento Portland.

Quadro 11 – Resultados da análise do método do frasco de Lê Chatelier.

Dados	Resultados	Unidades
Massa do cimento (m)	60	g
Volume inicial (V1)	0,4	cm ³
Volume final (V2)	20,5	cm ³
Massa específica (ρ)	2,985	g/cm ³

Fonte: Autor, (2022).

Quadro 12 – Análise química do aglomerante.

Óxido de cálcio (CaO)	Dióxido de silício (SiO ₂)	Óxido de alumínio (Al ₂ O ₃)	Óxido de ferro (Fe ₂ O ₃)	Trióxido de enxofre (SO ₃)	Óxido de magnésio (MgO)	Anidrido carbônico (CO ₂)	Perda ao fogo	Resíduo insolúvel
				≤ 4,5	≤ 6,5	≤ 5,0	≤ 8,5	≤ 18,5
NM 14 (ABNT, 2012)	NM 14 (ABNT, 2012)	NM 14 (ABNT, 2012)	NM 14 (ABNT, 2012)	NM 15 (ABNT, 2012)	NM 20 (ABNT, 2012)	NM 20 (ABNT, 2012)	NM 18 (ABNT, 2012)	NM 15 (ABNT, 2012)
64,6%	18,81%	5,21%	3,05%	2,78%	2,52%	4,12%	8,29%	9,46%

Fonte: Autor, (2022).

Quadro 13 – Análise físico-mecânica do aglomerante.

Módulo de finura (%)		Área Específica "Blaine" (cm ² /g)	Solubilidade em água (L)	Água de consistência (%)	Tempo de pega		Expansibilidade a quente (mm)	Resistência à compressão (MPa)			
#200	#325				Início (min)	Fim (min)		1 dia	3 dias	7 dias	28 dias
NBR 7211 (ABNT, 2005)		NM 76 (ABNT, 1998)	NBR 5736 (ABNT, 2018)	NM 43 (ABNT, 2003)	NBR 16607 (ABNT, 2017)		NBR 11582 (ABNT, 1991)	NBR 7215 (ABNT, 2019)			
≤ 12,0	N/A	≥ 3000	N/A	N/A	≥ 60	≤ 600	≤ 5,0	N/A	≥ 10,0	≥ 20,0	≥ 32,0
1,10	6,60	4320	1,5g/l a 20°C	28,80	230	320	0,00		25,50	31,70	36,40

Fonte: Autor, (2022).

4.1.2 Agregado miúdo natural (areia)

A partir da análise granulométrica dos agregados, verificou-se que o agregado natural miúdo (material passante na peneira 4,8 mm) apresentou um módulo de finura de 2,50, estando entre $2,12 < MF < 2,71$, classificado como uma zona ótima e dimensão máxima característica de 2,4 mm, sendo denominado como um agregado de granulometria contínua bem graduada. Dentre as propriedades do material, sabe-se que a massa específica do mesmo foi definida através do ensaio de Chapman, onde o resultado está expresso de acordo com os parâmetros estabelecidos no (Quadro 14).

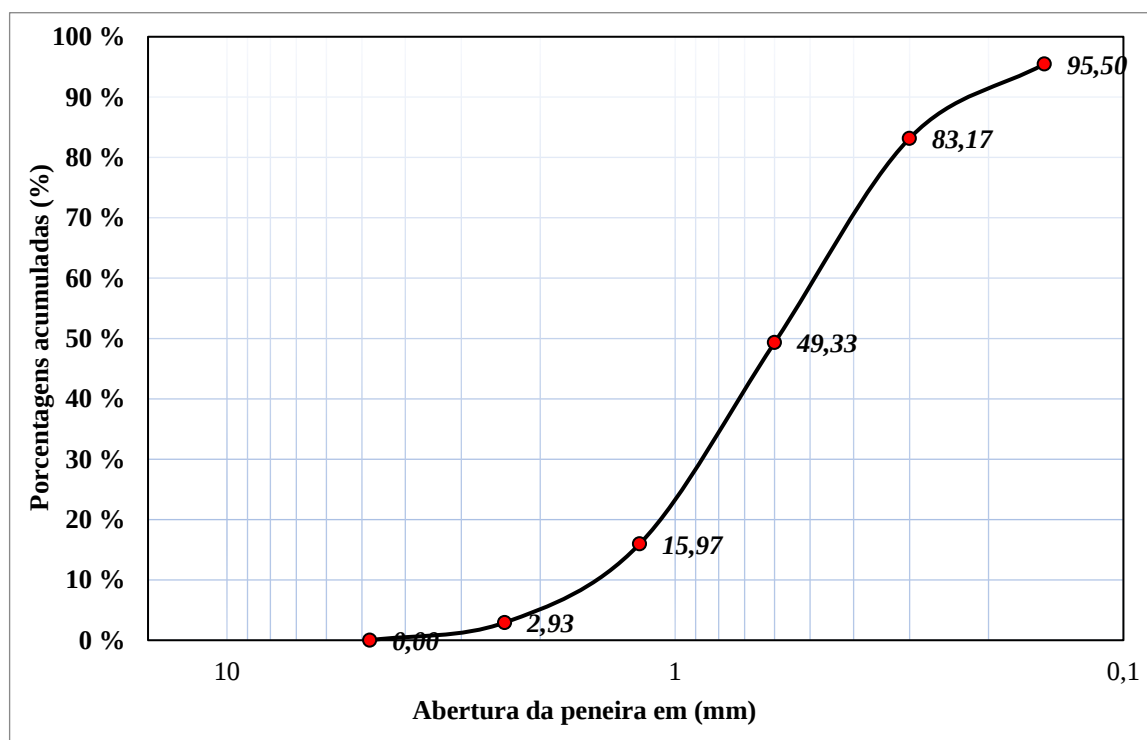
Quadro 14 – Resultados da análise do método do frasco de Chapman.

Dados	Resultados	Unidades
Massa do agregado miúdo (m)	500	g
Leitura do volume final (L)	398,1	cm ³
Leitura do volume/ água (La)	200	cm ³
Massa específica (ρ)	2,561	g/cm ³

Fonte: Autor, (2022).

Cada peneira utilizada apresentou uma fração retida de agregados que foi pesada na balança analítica de alta precisão, necessário para projetar a curva granulométrica. A massa em gramas utilizada para a projeção do gráfico, refere-se ao componente acumulado em cada peneira como pode ser visto na (Figura 35).

Figura 35 – Curva granulométrica do agregado miúdo natural – (areia).



Fonte: Autor, (2022).

De acordo com o método prescrito referente a estabilidade de umidade do material, 300 g de agregado miúdo natural (areia) foram utilizados para o ensaio. Estes foram retidos nas peneiras com suas respectivas massas em gramas: #2,4 mm, 2,93 g; #1,2 mm, 13,03 g; #0,60 mm, 33,37 g; #0,30 mm, 33,83 g; #0,15 mm, 12,33 g e fundo, 4,50 g. Os resultados referentes as características do material, podem ser vistos de acordo com o (Quadro 15).

Quadro 15 – Características físicas do agregado miúdo (areia).

Características	Método do ensaio	Areia média
Massa específica (g/cm ³)	NM 53 (ABNT, 2009)	2,56
Massa unitária (g/cm ³)	NBR 7251 (ABNT, 2008)	1,45
Dimensão máxima característica (mm)	NM 248 (ABNT, 2003)	2,40
Módulo de finura	NM 248 (ABNT, 2003)	2,50

Características		Método do ensaio	Areia média	
Teor de material pulverulento		NM 46 (ABNT, 2003)	12,8%	
Abertura da peneira (mm)		NM 248 (ABNT, 2003) [32]	Porcentagem retida (%)	Porcentagem acumulada (%)
Distribuição granulométrica	2,4		2,93	2,93
	1,2		13,03	15,97
	0,6		33,37	49,33
	0,3		33,83	83,17
	0,15		12,33	95,50
	Fundo		4,50	100,00

Fonte: Autor, (2022).

Para análise do teor de filler contido no agregado miúdo natural, foi realizado o ensaio de teor de material pulverulento, onde apresentou 12,5% da massa total analisada. Sabe-se, portanto, que o filler possui a mesma dimensão das partículas de cimento que estão em torno de 0,075 mm e, materiais com essa dimensão, facilitam a coesão agindo diretamente no processo de hidratação dos compósitos cimentícios.

Os materiais pulverulentos têm a finalidade de preencherem os vazios, garantindo a ausência de retração causada pelas microfissuras e, sobretudo, impedem que agentes agressivos externos sejam transportados pela movimentação da água no interior de um composto cimentício (AL-MANSOORI *et al.*, 2020; HAMANA *et al.*, 2021; KAISH *et al.*, 2021).

Por outro lado, é necessário calcular e determinar o percentual ótimo de teor de materiais finos, pois quando comparado em conjunto, estes podem segregar-se devido à falta de solvente (água) formando macroporos preenchidos por ar, facilitando as movimentações da água no interior de um composto, o processo de retração, bem como a ingressão de agentes agressivos externos (ALQAHTANI; ABOTALEB; HARB, 2021; DOND *et al.*, 2021; WONG *et al.*, 2021).

Para tanto, no decorrer do ensaio percebeu-se que o agregado miúdo apresentou uma maior superfície específica sendo responsável por um aumento no consumo de água. Entretanto, apesar de apresentar um teor de finos consideravelmente alto, este resultado manteve-se dentro dos limites estabelecidos pela NBR 15116 (ABNT, 2004), não excedendo 20%. De acordo com Gopalan, Giri e Panda (2020), a utilização intermediária de filler preenche os vazios dos compósitos cimentícios e oferecem melhor estabilidade físico-mecânica.

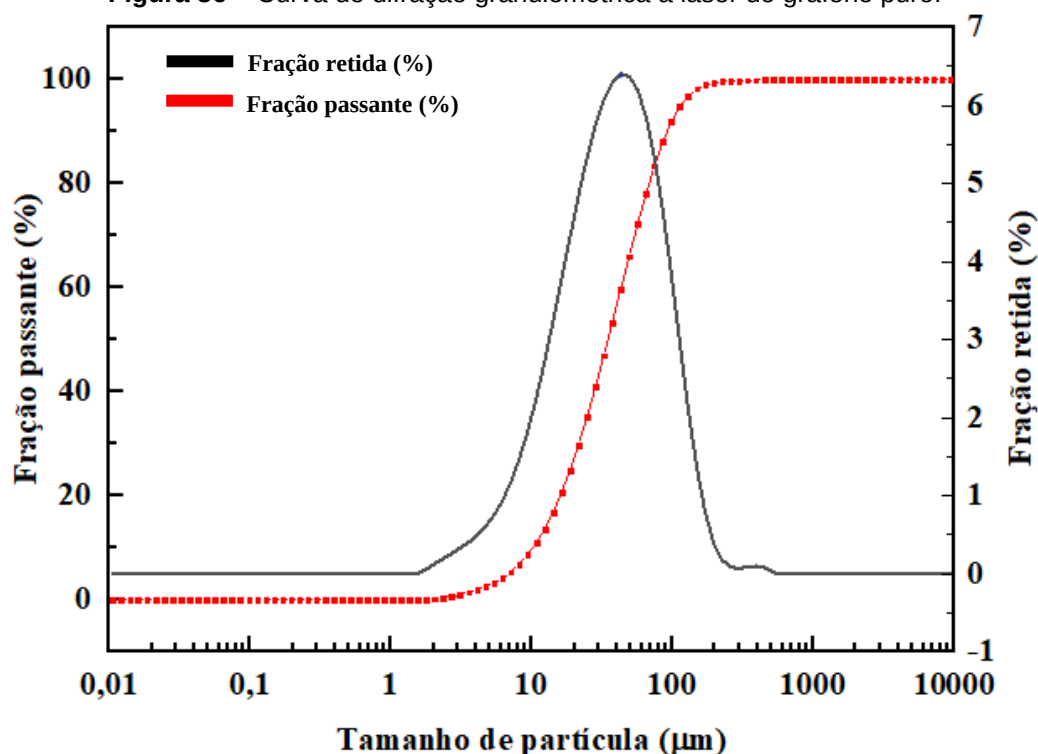
A razão quanto a estabilidade é devido a superfície rugosa criando um melhor intertravamento entre os agregados na mistura. Os autores afirmaram ainda que o controle do percentual utilizado é importante, pois pode facilitar uma maior capacidade de absorção quanto a porosidade.

Kruger *et al.*, (2020), observaram que o teor de finos influencia no empacotamento de partículas do agregado em função do valor da massa unitária. Os autores utilizaram 30% de material pulverulento conferindo uma redução na massa unitária e perceberam que a incorporação de finos funcionou como agregados primários preenchendo o espaço ocupado por esses agregados. Estudos realizados por Nwankwo *et al.*, (2020) identificaram que um percentual menor de materiais finos em compósitos cimentícios, mantém a constância na duração da hidratação/cura.

4.1.3 Grafeno multicamadas

A partir da análise granulométrica através da técnica de difração a laser (Figura 36), observa-se que o nanomaterial possui partículas com dimensões $D_{(0,1)}$ de 10,92 μm , $D_{(0,5)}$ de 37,11 μm , $D_{(0,9)}$ de 97,62 μm . Além dessas características, a área específica foi de, aproximadamente, 0,265 m^2/g , o tamanho médio das partículas com dimensões $D_{(3,2)}$ foi de 22,65 μm e o volume médio com dimensão $D_{(4,3)}$ foi de 48,03 μm . Dentre essas características, a análise da distribuição granulométrica variou entre a faixa de 0,02 e 2000 μm , além de possuir um volume médio residual de 1,025%, uniformidade de 0,752 e concentração de 0,05%.

Figura 36 – Curva de difração granulométrica a laser do grafeno puro.



Fonte: Autor, (2022).

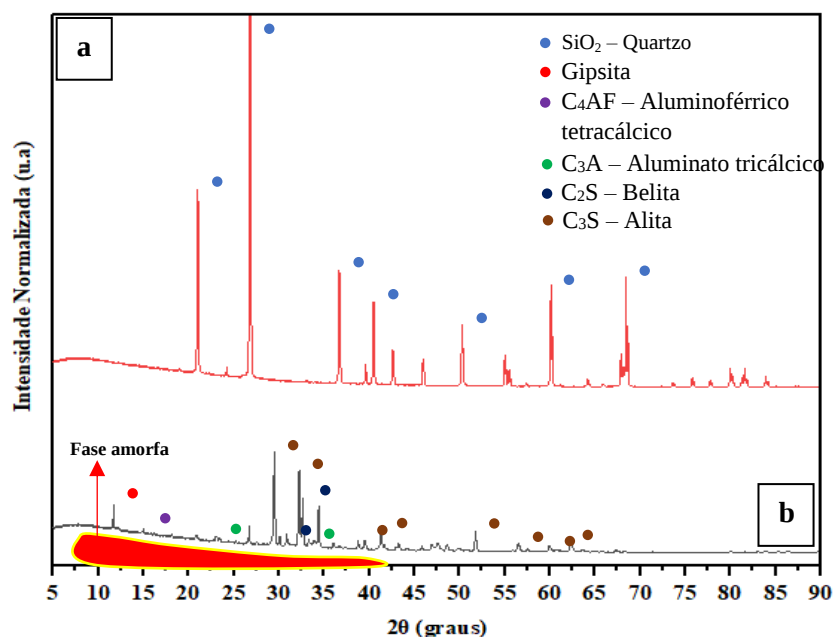
4.2 Análises estruturais e microestruturais dos materiais

Os compósitos cimentícios possuem propriedades microscópicas que precisam ser analisadas de forma pontual e objetiva, levando em consideração a distribuição das partículas na matriz e a correlação macroscópica dos componentes. Para esse estudo, foram realizadas algumas análises microestruturais dos materiais precursores e dos compósitos cimentícios contendo diferentes teores de grafeno, utilizando o DRX, FRX, MEV, FTIR e TG/DTA.

4.2.1 Difração de raios-X (DRX)

Para compreender o comportamento microestrutural das argamassas, utilizando diferentes percentuais de grafeno, foi necessário realizar análises difratométricas. Todas as alíquotas foram analisadas após 28 dias através do ensaio de difração de raios-X, com o intuito de identificar as fases cristalinas presentes no material em processo de hidratação, bem como compreender as reações da portlandita com as nanopartículas de grafeno. Os padrões DRX podem ser vistos na (Figura 37).

Figura 37 – Padrões DRX: agregado miúdo (areia) (a) e cimento Portland (b).



Fonte: Autor, (2022).

No que diz respeito ao comportamento dos materiais precursores, percebe-se que o agregado miúdo e o cimento Portland possuem estrutura cristalina com picos de intensidade bem definidos, como pode ser visto na (Figura 37 (b)). A detecção dos picos do agregado miúdo está indicada nas posições 2θ : 21,2°, 26,8°, 36,7°, 40,4°, 50,3, 60,0 e 68,6°, onde referem-se as fases cristalinas do quartzo (Figura 37 (a)).

Quanto a alíquota do cimento Portland, pode-se perceber a formação dos picos de espectros de difração, onde foram identificadas algumas fases. Nas posições $2\theta = 29,5^\circ$ e $32,2^\circ$ é formada pela decomposição da alita ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$) e na posição $2\theta = 62,3^\circ$ há a presença de silicato tricálcico – (C_3S). Além disso, nas posições $2\theta = 27,6^\circ$ e $32,8^\circ$ nota-se a fase cristalina composta pela belita ($2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$) e nas regiões $2\theta = 30,2^\circ$ e $31,1^\circ$ percebe-se a formação de silicato dicálcico – (C_2S).

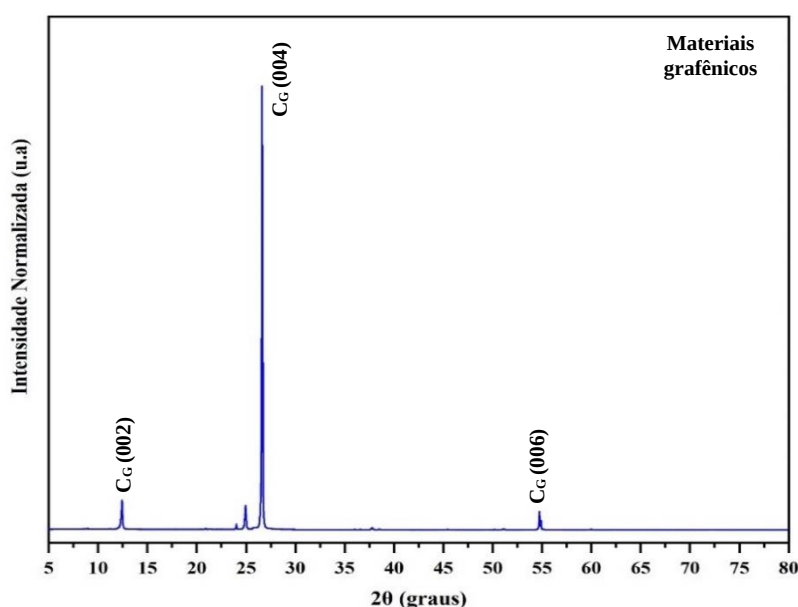
A formação do aluminato tricálcico – (C_3A) definido pela correlação química ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), pode ser visto nas posições $2\theta = 23,2^\circ$ e $33,4^\circ$. Nota-se que o aluminatoférrico tetracálcico definido pela correlação química ($4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) abreviada por (C_4AF), pode ser visto na posição $2\theta = 14,7^\circ$ e a gipsita, por sua vez, pode ser notada na posição $2\theta = 11,8^\circ$.

Nesse contexto, é perceptível que o conteúdo de (C_3S), (C_2S), (C_3A), (C_4AF) e gipsita nas alíquotas de cimento Portland é bem definido. Todas as fases cristalinas identificadas no material, bem como a composição química presente na fase de

hidratação do aglomerante, estão correlacionadas com os estudos realizados por Thiyaagu, Manjubala, Narendrakumar (2021), Kuzielová *et al.*, (2021) e Ho *et al.*, (2020).

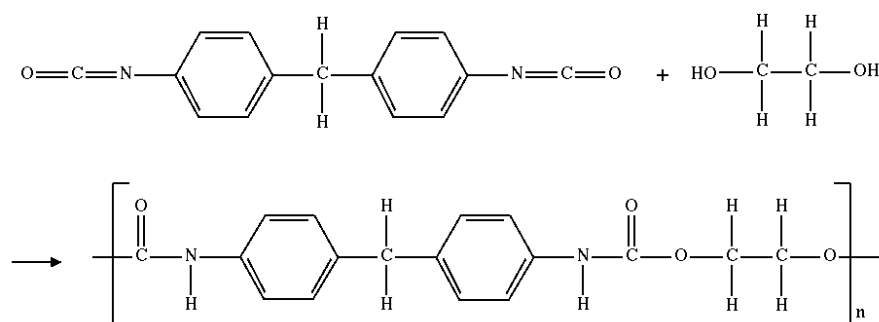
A caracterização das fases cristalográficas das nanopartículas de grafeno puro, pode ser vista na (Figura 38) que define a morfologia, o tamanho das partículas e a cristalinidade. O nanocomposto possui estrutura em formato irregular e a dimensão média das partículas varia em torno de 55 μm e teor de 87,9% de carbono. O pico mais intenso da fase cristalina localiza-se na posição $2\theta = 26,67^\circ$.

Figura 38 – Padrões DRX: nanomateriais a base de carbono.



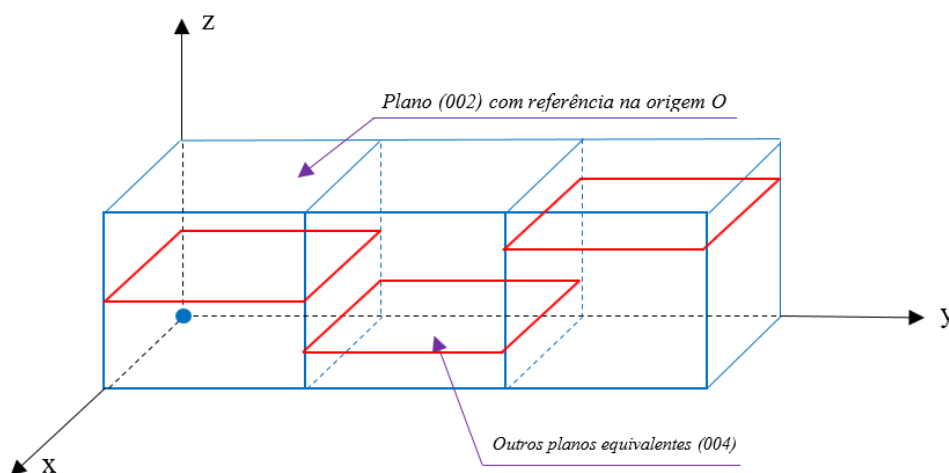
Fonte: Autor, (2022).

A determinação cristalográfica foi determinada conforme os parâmetros estruturais definido pelas reflexões: (002), (004) e (006), estabelecida pela identificação das fases cadastradas no (PDF 00-056-0159). Levando em consideração essas premissas, as intensidades definidas pelos planos de diflexão refletidas pelo plano (002) são formadas por camadas de poliuretano, onde a estrutura molecular pode ser vista na (Figura 39). As camadas superiores são definidas pelos reflexos (004) e (005).

Figura 39 – Reações químicas para a formação do poliuretano.

Fonte: Adaptado de Pradella, (2021).

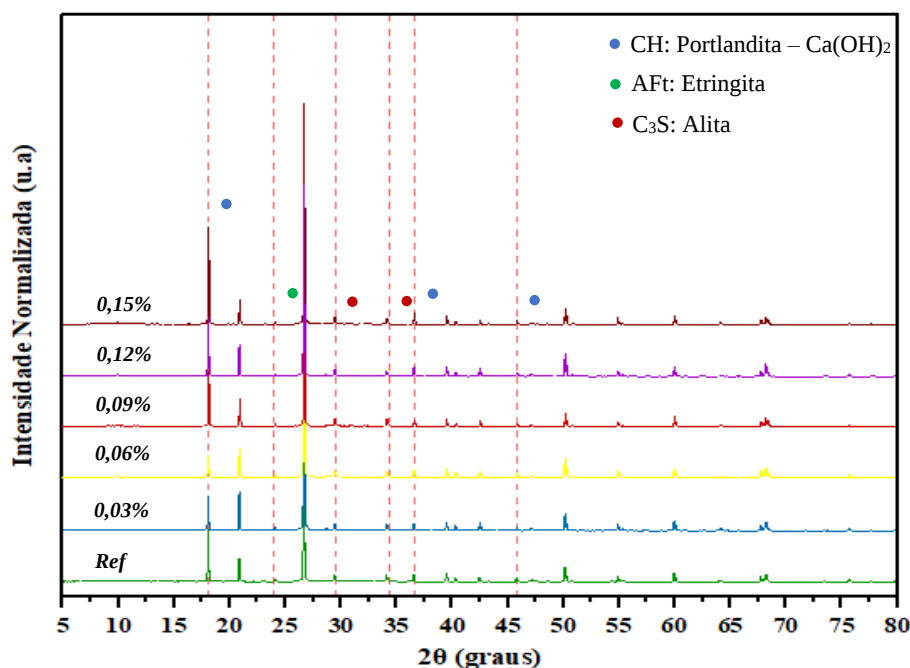
De acordo com Popova (2017), os reflexos de difração ocorrem de forma assimétrica indicando a presença de algumas fases de carbono em diferentes graus e características estruturais. Esse comportamento dar-se-á devido a assimetria e alargamento dos reflexos, bem como do espaçamento interplanar da estrutura. De acordo com Popova *et al.*, (2017), a estrutura cristalina possui uma distância média interplanar de, aproximadamente, 3,340 Å (Figura 40), átomos das camadas centrais em formato hexagonal e volume celular de 69,959 Å³ referenciada pelo CIF: 9000046.

Figura 40 – Planos cristalográficos das partículas do nanomaterial a base de carbono.

Fonte: Autor, (2022).

A análise DRX foi utilizada para analisar o comportamento microestrutural das misturas e foi identificado que a portlandita Ca(OH)₂, (C – H) e o silicato de cálcio hidratado (C – S – H) contribuem para o processo de hidratação e, sobretudo, nas propriedades mecânicas dos compósitos cimentícios. Os padrões característicos das fases cristalinas das argamassas de (REF) e com diferentes teores de grafeno, podem ser vistos na (Figura 41).

Figura 41 – Padrões DRX: compósitos cimentícios de referência e com teores de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF).



Fonte: Autor, (2022).

Ao analisar os padrões de difração de raios-X, percebe-se que há um comportamento semelhante dos produtos formados para todas os compósitos. Segundo Wang, Pan (2016) e Cuesta *et al.*, (2021), os géis de (C – S – H) permanecem nas fases amorfas e a identificação desses componentes são essenciais para compreender as reações químicas presentes na fase inicial do processo de hidratação.

Para tanto, o teor de gel composto pelo silicato de cálcio de hidratado, pode ser definida diante da quantidade de fases cristalinas de (C – H) e na quantidade de cimento não hidratado que possui a presença de alita ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$). Pode-se observar que os espectros de intensidade relativos ao agregado miúdo (areia), foram padronizados para todas as amostras, sendo estes localizado numa faixa $2\theta = 26,6^\circ$ com maior pico.

Diante dos resultados de difração apresentados na (Figura 41), nota-se os picos detectados nos ângulos de dispersão $2\theta = 18,1^\circ$, $34,2^\circ$ e $45,7^\circ$ correspondente a fase cristalina de (C – H). Observa-se, portanto, que os picos de portlandita Ca(OH)_2 detectados na posição $2\theta = 18,1^\circ$ são maiores para os compósitos de (REF) e com 0,03%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF). Já para as misturas com 0,06% de (GRAF),

esse comportamento não foi visível, mas na posição $2\theta = 45,7^\circ$ o teor de (C – H) teve um ligeiro aumento quando comparado com as outras misturas.

Os maiores picos formados na fase da alita (C_3S) não hidratada, ocorrem nos ângulos de dispersão $2\theta = 29,5^\circ$ e $34,2^\circ$, onde os picos de intensidade nas misturas de referência são menores comparados aos compósitos com diferentes teores de grafeno. De acordo com os estudos realizados por Yang *et al.*, (2017) e Mu *et al.*, (2021) esse comportamento dar-se-á devido ao aumento do teor de grafeno que, por sua vez, pode acelerar o processo de hidratação das misturas a base de cimento e, conseqüentemente, incidir na formação do gel de (C – S – H).

Compreende-se que, quanto maior o teor de nanopartículas de grafeno, maior o grau de hidratação das misturas, bem como maior a temperatura de entalpia devido ao aumento da superfície específica. Segundo Ying, Jiang e Xiao (2022), esse comportamento pode causar retrações por expansão que incide no surgimento de microfissuras.

4.2.2 Fluorescência de raios-X (FRX)

Para compreender o comportamento químico dos materiais precursores, foi preciso realizar o ensaio para quantificação dos óxidos, através da técnica de fluorescência de raios-x. Diante dos resultados apresentados no (Quadro 16), percebe-se que o dióxido de silício (SiO_2), pertencente ao grupo funcional dos silicatos, apresenta-se em maiores percentuais no cimento Portland, grafeno puro (pó e pasta) e agregado miúdo (areia), sendo 18,81%, 51,65%, 51,11% e 98,76%, respectivamente. Nota-se também maiores percentuais de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 71,94%, óxido de cálcio (CaO) correspondente a 64,82%, óxido de ferro comendo 27,65%, pentóxido de fósforo (P_2O_5) com 0,93% e trióxido de enxofre (SO_3) correspondente a 4,42%.

Quadro 16 – Composição química dos materiais precursores obtida por fluorescência de raios-X (FRX).

Elementos químicos	Cimento Portland (%)	Grafeno puro em pó (%)	Grafeno puro em pasta (%)	Agregado miúdo (areia) (%)
Na_2O	0,09	N.D	0,04	*
MgO	1,26	0,08	0,10	0,01
Al_2O_3	5,21	33,92	32,81	0,54
SiO_2	18,81	51,65	51,11	98,76

Elementos químicos	Cimento Portland (%)	Grafeno puro em pó (%)	Grafeno puro em pasta (%)	Agregado miúdo (areia) (%)
P ₂ O ₅	0,56	0,18	0,19	0,02
SO ₃	4,30	0,06	0,06	0,03
Cl	0,03	N.D	0,02	*
K ₂ O	1,44	0,35	0,38	0,02
CaO	64,60	0,10	0,12	0,15
TiO ₂	0,37	1,62	1,77	0,24
V ₂ O ₅	0,03	N.D	0,13	*
Cr ₂ O ₃	0,02	0,08	0,10	0,02
MnO	N.D	0,04	0,05	*
Fe ₂ O _{3T}	3,05	11,71	12,89	0,11
NiO	0,01	0,02	0,02	*
CuO	0,02	0,03	0,04	*
ZnO	0,03	0,01	0,01	*
Ga ₂ O ₃	N.D	0,01	0,01	*
Rb ₂ O	0,01	< 0,01	< 0,01	*
SrO	0,07	0,04	0,05	*
Y ₂ O ₃	< 0,01	0,01	0,01	*
ZrO ₂	0,02	0,02	0,02	0,10
BaO	0,07	0,08	0,07	*
PbO	N.D	N.D	N.D	*
Bi ₂ O ₃	N.D	N.D	N.D	*
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

Fonte: Autor, (2022).

N.D = Nada a declarar.

No que diz respeito aos compósitos cimentícios de referência e com diferentes percentuais de grafeno puro, os resultados quantitativos dos elementos e compostos químicos estão apresentados no (Quadro 17). É possível observar que elementos químicos como o (SiO₂), (CaO), (Al₂O₃) e (Fe₂O_{3T}) são mais frequentes, totalizando mais de 92% em massa, o que já era esperado.

Quadro 17 – Composição química dos compósitos argamassados obtida por fluorescência de raios-X (FRX).

Elementos químicos	REF (%)	0,03% de (GRAF) (%)	0,06% de (GRAF) (%)	0,09% de (GRAF) (%)	0,12% de (GRAF) (%)	0,15% de (GRAF) (%)
Na ₂ O	0,10	0,06	0,05	0,10	N.D	0,08
MgO	1,02	1,05	1,00	1,06	1,02	0,97
Al ₂ O ₃	4,31	3,95	4,04	4,20	4,19	3,99
SiO ₂	42,24	44,81	45,27	42,96	42,85	43,53
P ₂ O ₅	0,57	0,55	0,55	0,57	0,58	0,56
SO ₃	2,99	2,83	2,87	2,98	2,95	2,86
Cl	0,06	0,07	0,07	0,07	0,05	0,07

Elementos químicos	REF (%)	0,03% de (GRAF) (%)	0,06% de (GRAF) (%)	0,09% de (GRAF) (%)	0,12% de (GRAF) (%)	0,15% de (GRAF) (%)
K ₂ O	0,58	0,55	0,55	0,60	0,59	0,61
CaO	45,54	43,70	43,12	44,91	45,18	44,82
TiO ₂	0,41	0,39	0,42	0,41	0,42	0,41
V ₂ O ₅	N.D	N.D	N.D	0,03	N.D	N.D
Cr ₂ O ₃	0,02	0,03	0,02	N.D	0,03	0,03
MnO	N.D	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
Fe ₂ O _{3T}	1,92	1,79	1,81	1,89	1,89	1,80
NiO	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
CuO	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
ZnO	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Rb ₂ O	< 0,01	N.D	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
SrO	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
Y ₂ O ₃	N.D	< 0,01	N.D	< 0,01	< 0,01	< 0,01
ZrO ₂	0,15	0,15	0,13	0,12	0,15	0,15
Nb ₂ O ₅	N.D	N.D	N.D	< 0,01	N.D	< 0,01
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

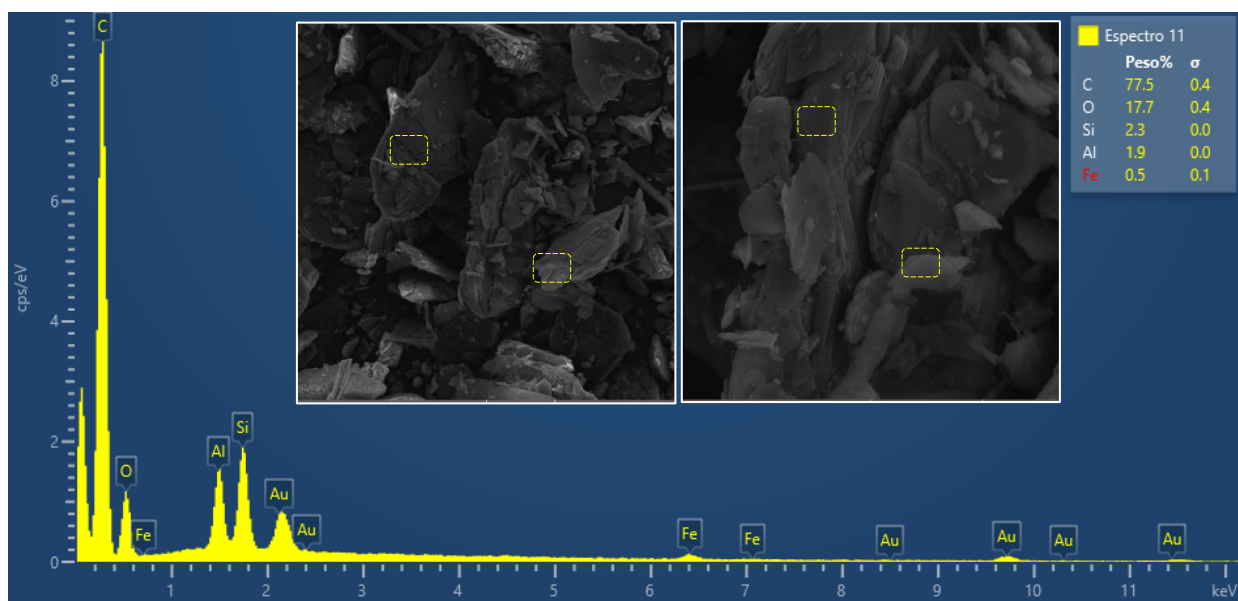
Fonte: Autor, (2022).

N.D = Nada a declarar.

4.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

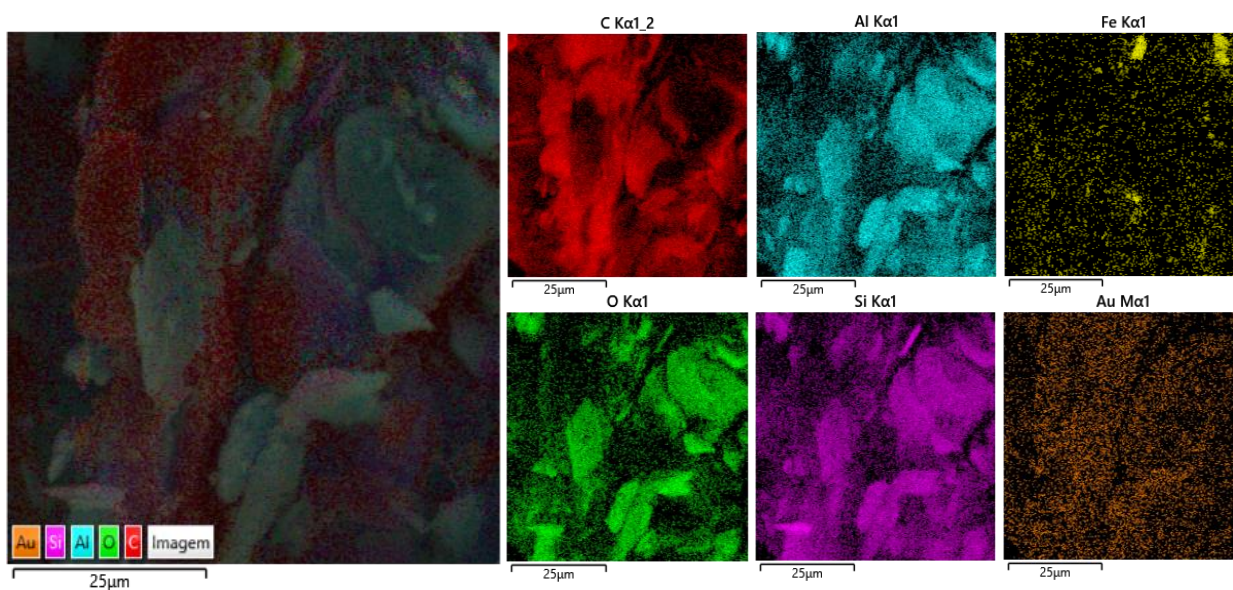
A aplicação da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite investigar mudanças significativas quanto ao tamanho e morfologia das partículas presentes nos compósitos, bem como analisar as fases correspondentes as reações de hidratação e o comportamento microestrutural dos materiais a base de cimento. As amostras de grafeno puro, cimento Portland e agregado miúdo (areia) foram analisadas utilizando o detector elétrons secundário (SE) e de energia dispersiva (EDS). Os resultados podem ser vistos entre as (Figuras 42 e 47).

Figura 42 – MEV (SE) e (EDS) aplicados ao nanocompósito (grafeno puro).



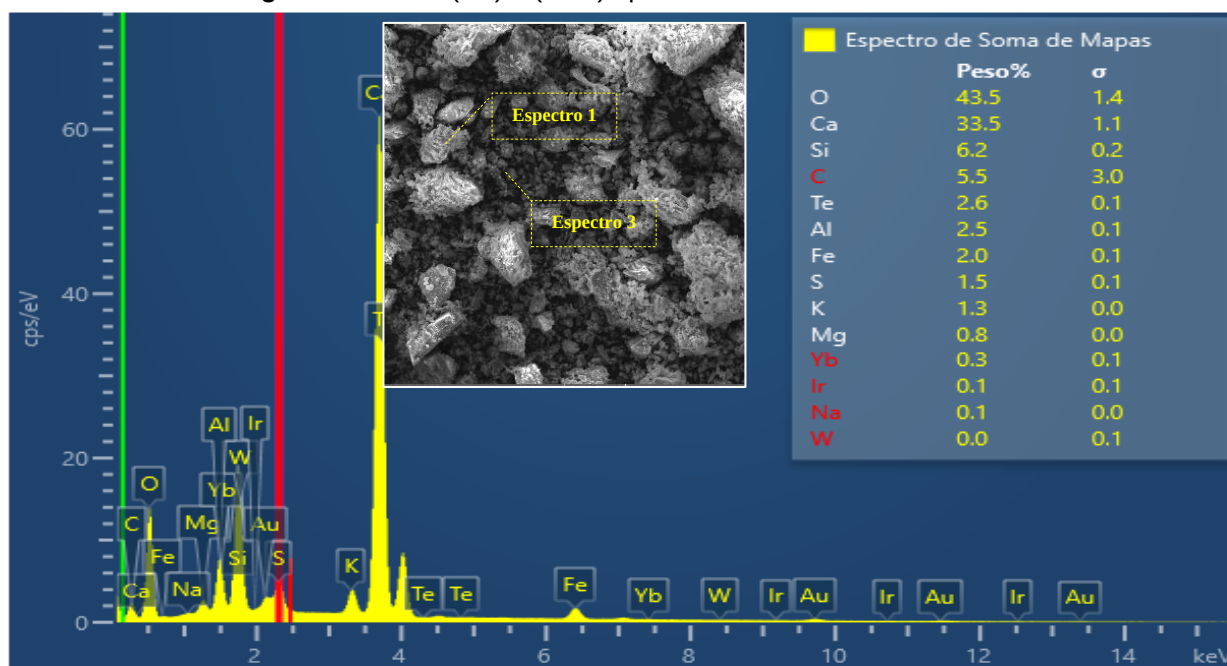
Fonte: Autor, (2022).

Figura 43 – Mapeamento dos elementos químicos presentes na amostra de grafeno.



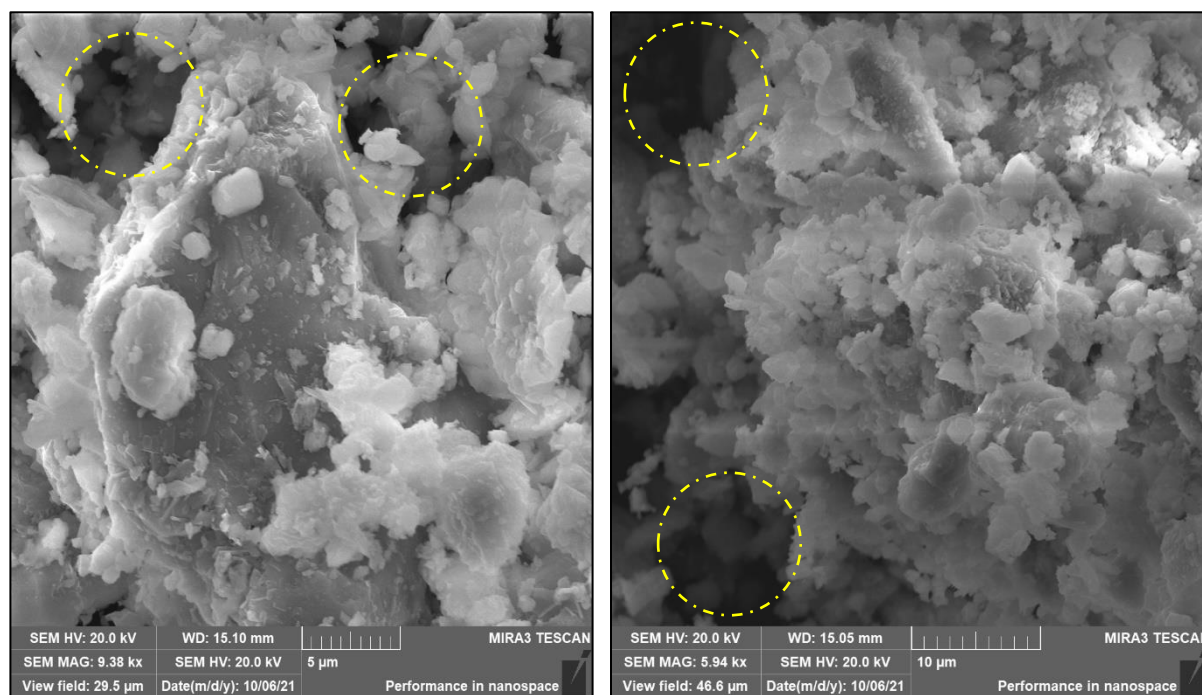
Fonte: Autor, (2022).

Figura 44 – MEV (SE) e (EDS) aplicados ao cimento Portland.



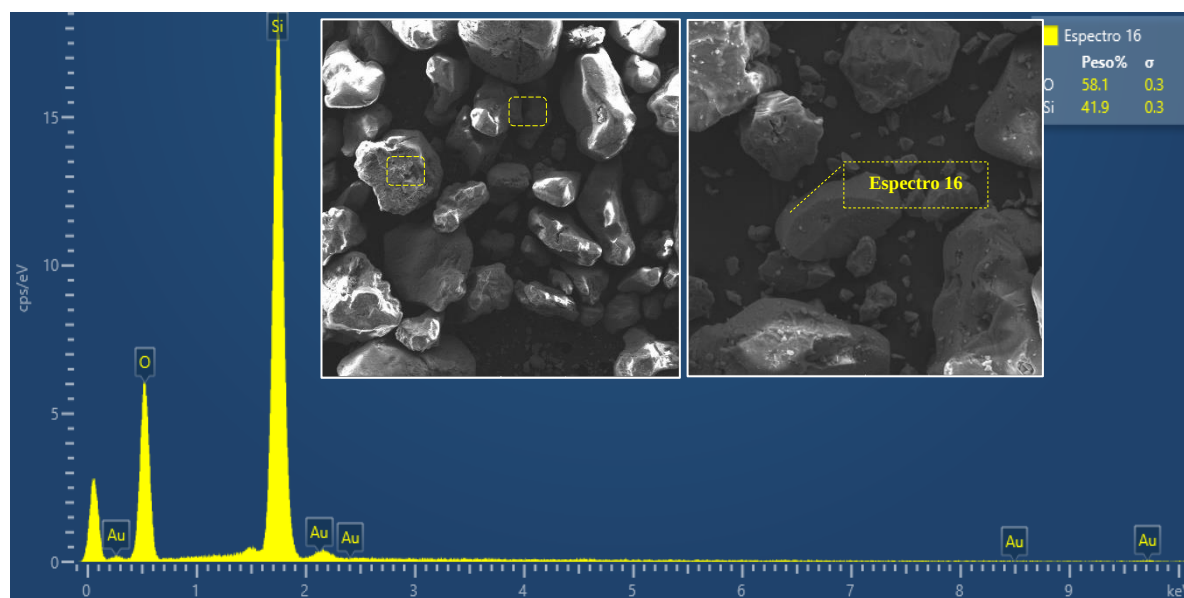
Fonte: Autor, (2022).

Figura 45 – MEV (SE) aplicado ao cimento Portland: 9,38 kx (a) e 5,94 kx (b).



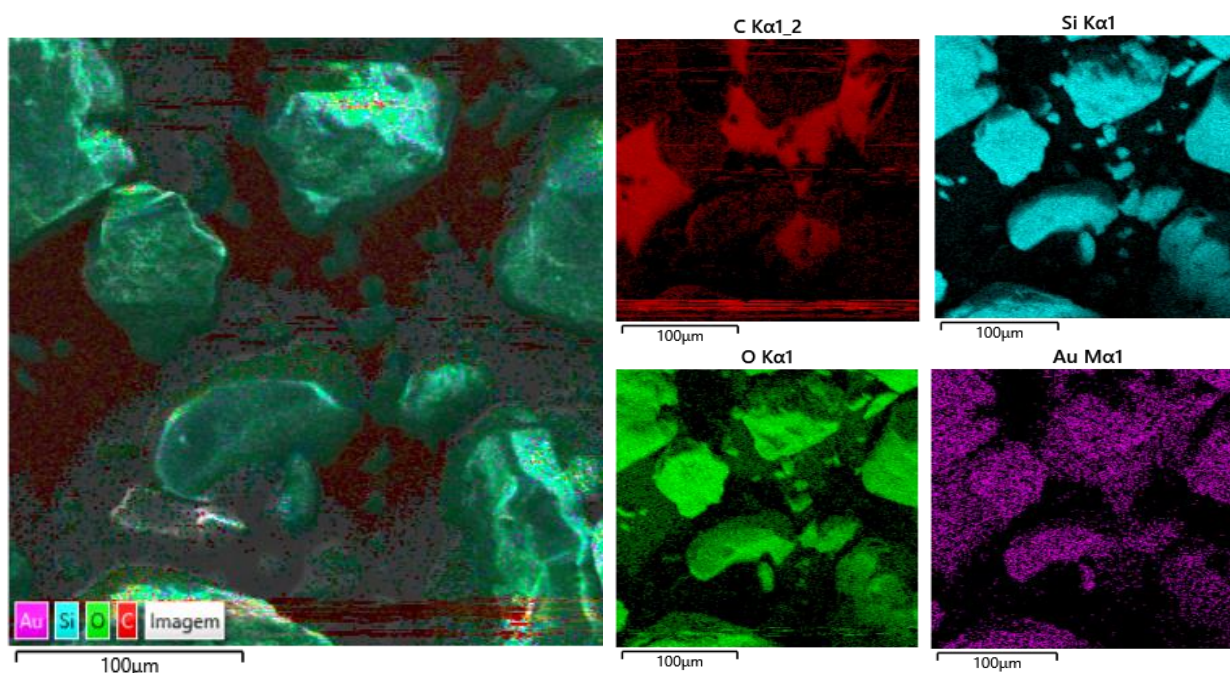
Fonte: Autor, (2022).

Figura 46 – MEV (SE) e (EDS) aplicados ao agregado miúdo (areia).



Fonte: Autor, (2022).

Figura 47 – Mapeamento dos elementos químicos presentes na amostra do agregado miúdo (areia).



Fonte: Autor, (2022).

Foi possível observar a partir das imagens do MEV (SE), que a estrutura física do grafeno puro é composta por multicamadas que interagem em diversas direções, além de possuir partículas irregulares e alguns bastões lamelares, vistas com aproximação de 1,00 kx e magnitude nanoespacial de 276 μm . Em algumas regiões

nota-se alguns cristais hexagonais bem definidos devido a estrutura cristalina do nanomaterial.

Foi realizada uma análise microestrutural por meio do MEV (EDS), possibilitando investigar os elementos químicos presentes na amostra. Para tanto, no espectro 11, notou-se a presença de carbono (C), oxigênio (O), silício (Si) e alumínio (Al), apresentando 77,5%, 17,7%, 2,3% e 1,9%, respectivamente. Quanto ao mapeamento espectral, é visível a presença desses elementos frente as partículas alfas (C $\text{K}\alpha_{1,2}$ e O $\text{K}\alpha_1$) com dimensões de 25 μm .

Quanto ao cimento Portland (Figura 44), percebe-se que as partículas possuem cristais mais densos devido a área específica do material, os tornando menos dispersos. Em algumas regiões há partículas com geometria bem definida. No espectro 1 e 3, nota-se que os elementos químicos mais abundantes são o oxigênio (O), cálcio (Ca) e silício (Si), com 43,5%, 33,5% e 6,2%, respectivamente. Além disso, na (Figura 45), observa-se a formação de alguns vazios numa magnitude nanoespacial de 9,38 kx, 5,94 kx e partículas com dimensões de 5 μm e 10 μm .

No que diz respeito ao agregado miúdo (areia), observa-se que as partículas possuem morfologia lamelar pontiagudas bem definidas (Figura 46). No espectro 16, há a presença de oxigênio (O) e silício (Si) em maiores proporções, sendo estas, 58,1% e 41,9%, respectivamente.

Os elementos foram definidos numa magnitude nanoespacial de 996 x, onde algumas partículas tinham dimensões de 50 μm . Na (Figura 47), observa-se o mapeamento espectral dos elementos químicos difundido na amostra caracterizadas pelas partículas alfas (Si $\text{K}\alpha_1$ e O $\text{K}\alpha_1$) com dimensões de 100 μm .

Os resultados supracitados, por sua vez, influenciam diretamente no comportamento do composto cimentício hidratado. Por serem materiais muito finos com área específica elevada, algumas partículas são frequentemente aglomeradas, as quais influenciam diretamente no comportamento físico-mecânico do material em estudo (argamassa).

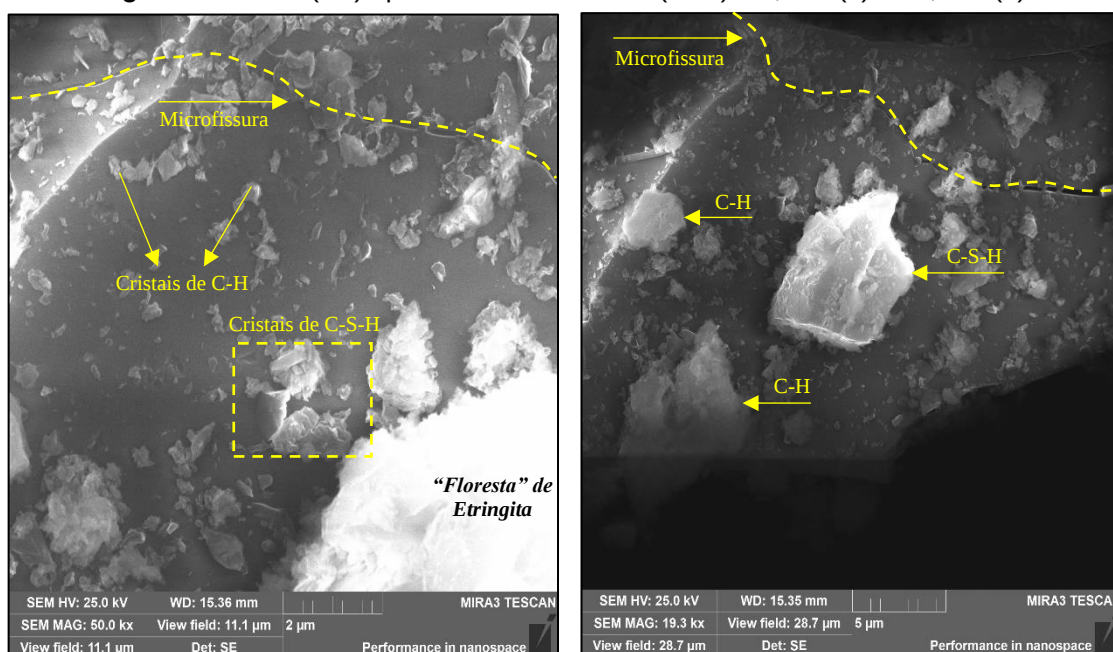
As características microestruturais dos compósitos cimentícios de (REF) e com 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF) foram avaliadas aos 28 dias de hidratação através da análise MEV (SE) com o intuito de compreender a topografia superficial e o (EDS) que possibilita realizar uma análise quali-quantitativa dos elementos químicos presentes na amostra.

Os padrões apresentados entre as (Figuras 48 e 53) referem-se as análises através do MEV (SE), realizadas em ampliações que variaram entre 19,0 kx e 150 kx, com profundidade de campo entre 14,0 mm e 16,0 mm, e magnitude nanoespacial que variou entre 5,54 μm e 28,7 μm , analisadas para os compósitos cimentícios.

Os compósitos argamassados de referência (Figura 48), apresentaram microfissuras nos grãos com maiores dimensões, que podem causar uma certa redução nas propriedades mecânicas do material, devido à falta de interligação química, fricção interfacial nas camadas atômicas desses compósitos e baixa relação (a/c). Além disso, sabe-se que essas microfissuras podem ocasionar menor compactação da microestrutura.

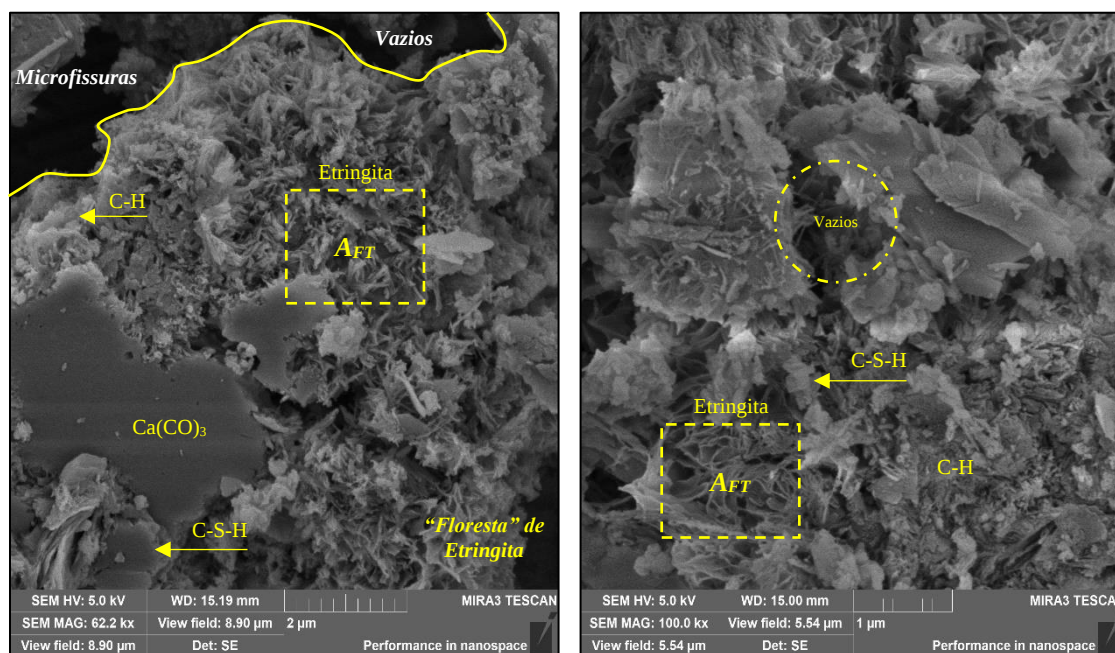
Nota-se também a formação de vazios em algumas regiões e, sobretudo, a presença de portlandita $\text{Ca}(\text{OH})_2$, hidróxido de cálcio (C – H), etringita (A_{ft}) e silicato de cálcio hidratado (C – S – H) caracterizada por cristais hexagonais bem definidos e pela ligação de Van der Waals através da presença de óxido de cálcio (CaO), silício (SiO_2) e água (H_2O). Os cristais de Etringita apresentam-se como monossulfato devido a sua decomposição.

Figura 48 – MEV (SE) aplicado as misturas de (REF): 50,0 kx (a) e 19,3 kx (b).



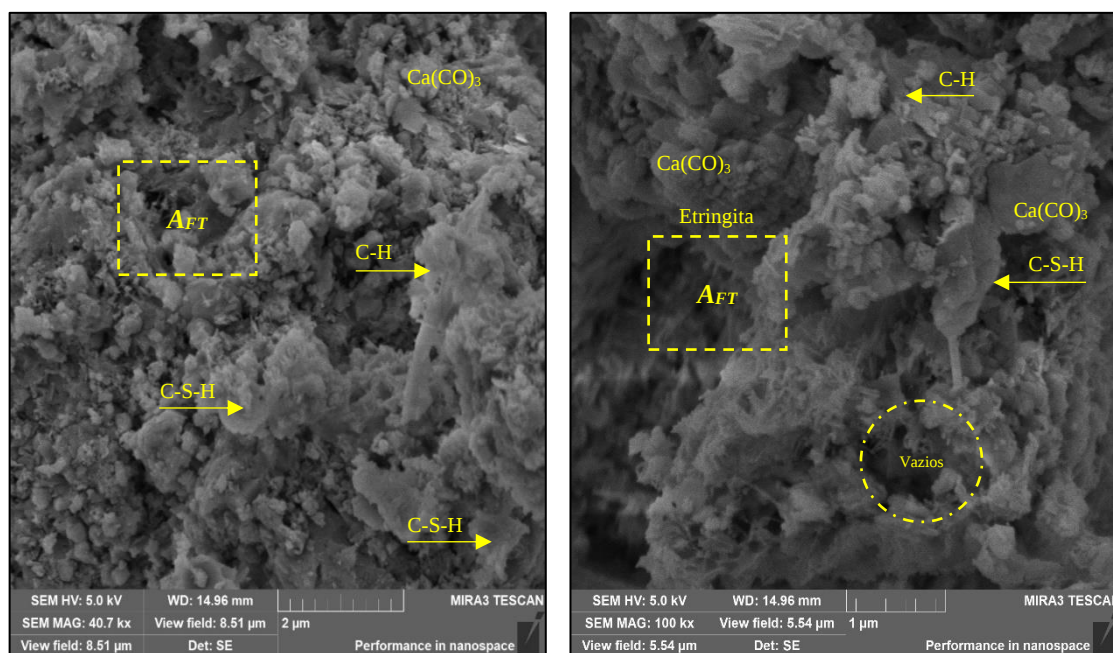
Fonte: Autor, (2022).

Figura 49 – MEV (SE) aplicado as misturas com 0,03% de (GRAF): 62,2 kx (a) e 100,0 kx (b).



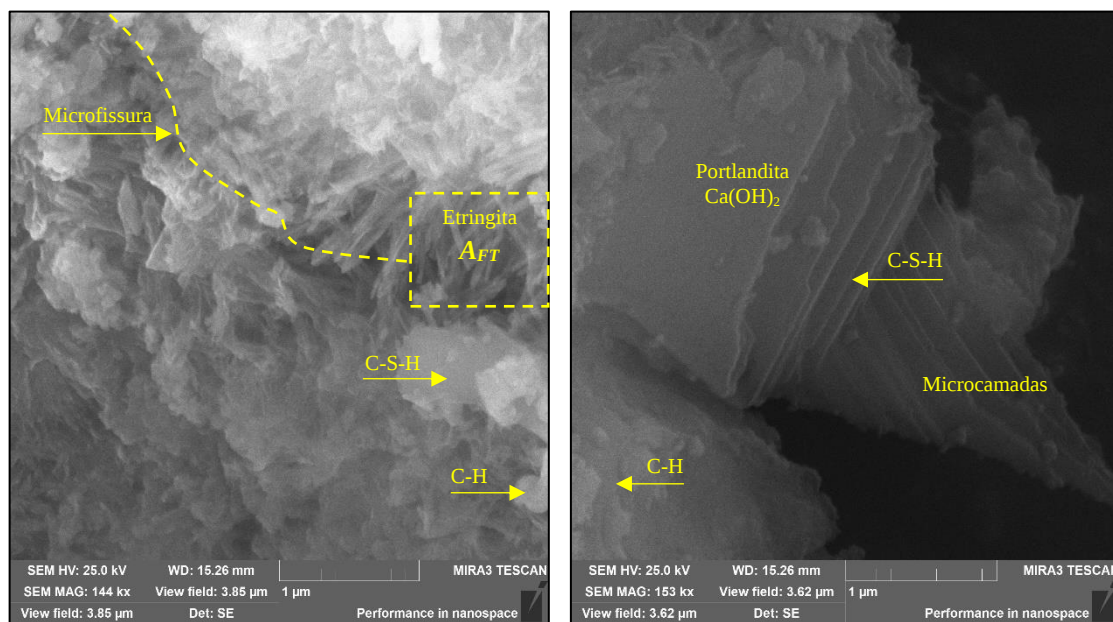
Fonte: Autor, (2022).

Figura 50 – MEV (SE) aplicado as misturas com 0,06% de (GRAF): 40,7 kx (a) e 100,0 kx (b).



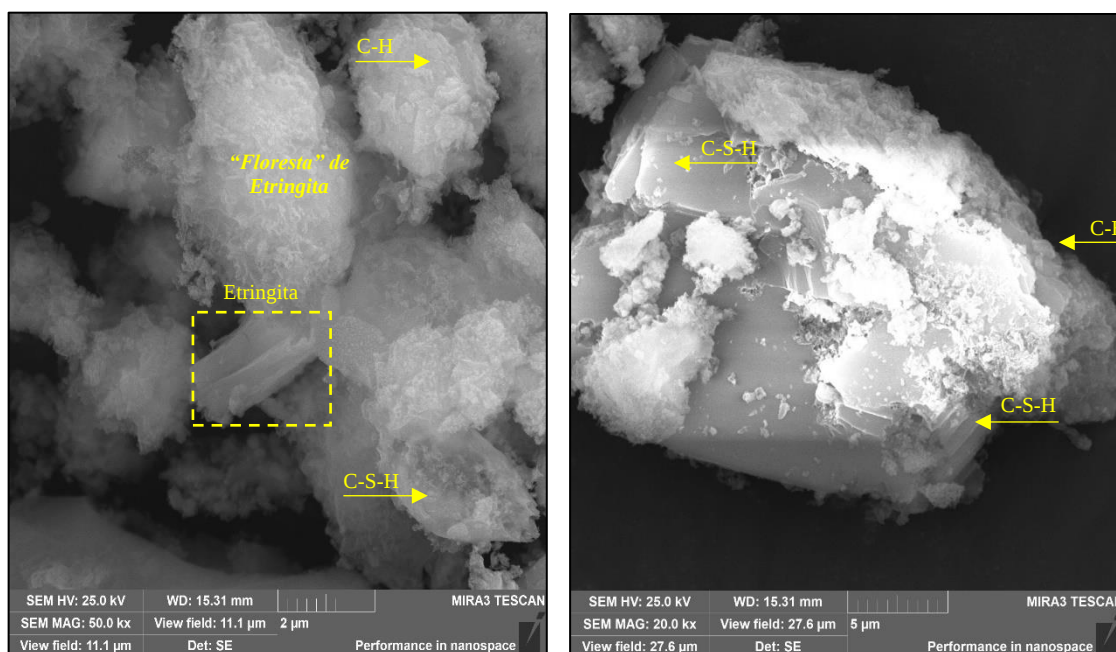
Fonte: Autor, (2022).

Figura 51 – MEV (SE) aplicado as misturas com 0,09% de (GRAF): 144,0 kx (a) e 153,0 kx (b).



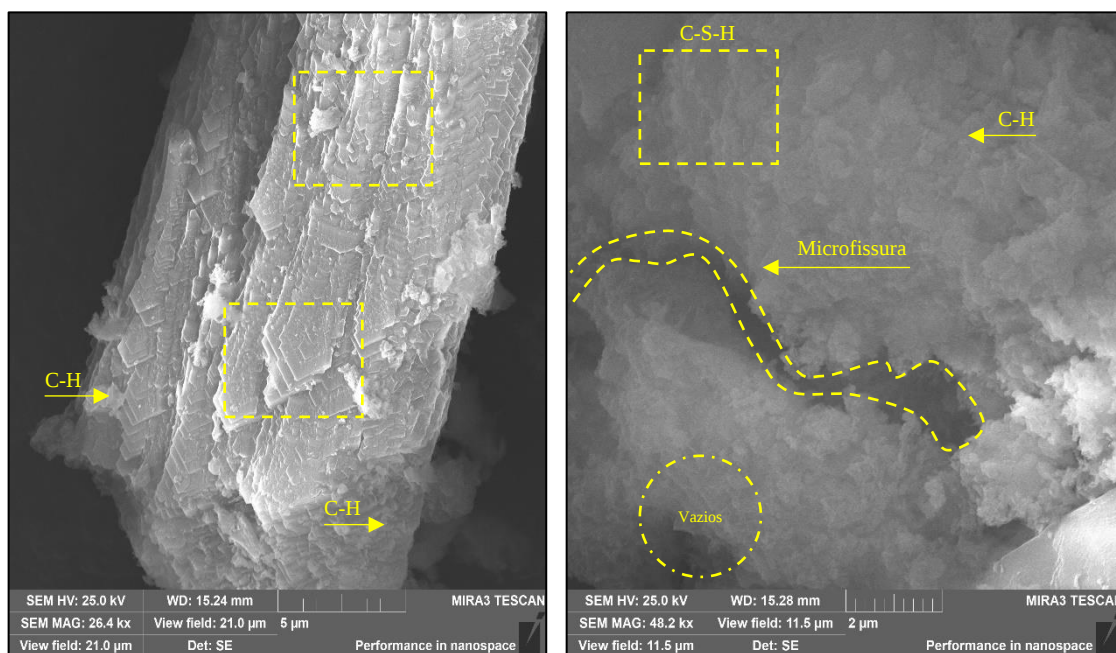
Fonte: Autor, (2022).

Figura 52 – MEV (SE) aplicado as misturas com 0,12% de (GRAF): 50,0 kx (a) e 20,0 kx (b).



Fonte: Autor, (2022).

Figura 53 – MEV (SE) aplicado as misturas com 0,15% de (GRAF): 26,4 kx (a) e 20,0 kx (b).



Fonte: Autor, (2022).

Segundo Cho, Chung, Nam (2020) e Li *et al.*, (2020), o silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$) corresponde cerca de 60% do volume de sólidos presentes em um composto a base de cimento na fase de hidratação que, por sua vez, influi diretamente nas propriedades do material. Para tanto, o ($C - S - H$) é constituído por camadas definidas com por ligações de (SiO_4) quando analisados atômicamente, onde são caracterizados através de cristais com estrutura prismática hexagonal.

Conforme os estudos realizados por Wang, Boyuan e Stephan (2019), a formação desses cristais é determinada pela distribuição de espaço presente na matriz do composto, bem como está associada a temperatura de hidratação do aglomerante/cimento. A portlandita, por sua vez, não contribui significativamente nas propriedades mecânicas da argamassa devido à baixa área superficial.

Para as misturas de referência (Figura 48), há a formação de cristais de ($C - H$) e ($C - S - H$), mas há um número significativo de microfissuras. Esse comportamento interfere no comportamento mecânico do material, quando comparado aos compósitos com teores de 0,03% e 0,06% de grafeno (Figuras 49 e 50), do qual possuem tamanhos menores de poros e maior densidade dos cristais que facilitam a coesão, preenchendo os vazios.

A alteração microestrutural característica das misturas com teores de 0,06% de grafeno (Figura 50), possui topografia superficial mais densa. Esse comportamento não limita-se apenas ao grau de hidratação do aglomerante, mas também aos resultados mecânicos característicos da força de atrito entre as nanopartículas de grafeno e a formação dos géis de $(C - S - H)$, resultante das ligações químicas presentes na composição dos materiais a base de cimento (LI; ZHANG; MONTEIRO, 2020).

No que diz respeito aos compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno, percebe-se que as argamassas possuem melhor eficiência quanto a propagação das microfissuras e distribuição de tensões, quando comparadas com as misturas de referência. É possível observar que as misturas possuem formação de gel $(C - S - H)$ em formas tetraédricas e poliédricas, além da formação de hastes de agulha caracterizadas pela hidratação da etringita como observado por Deng e He (2021).

Segundo Liu *et al.*, (2022) a microestrutura dos materiais a base de cimento em fase de hidratação, comporta-se como um sólido amorfo, apresentando microfissuras, porosidade e, sobretudo, distribuição no tamanho dos poros. Observa-se, portanto, que as misturas com 0,09% (Figura 51) e 0,12% (Figura 52) apresentam um grande percentual de etringita caracterizado pela formação de cristais do tipo agulha que, por sua vez, se decompõe em meio alcalino liberando (CO_2) , acelerando a taxa de dissolução e hidratação do cimento.

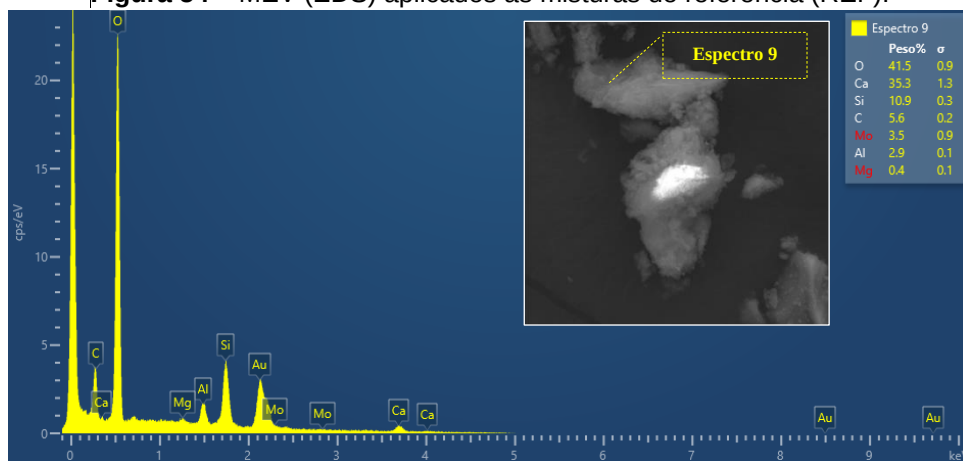
A fase de hidratação do carbonato de cálcio $(CaCO_3)$ inicia-se devido a carbonatação dos hidratos presentes no aglomerante. Segundo Maddalena *et al.*, (2019) e Cosentino *et al.*, (2020) a utilização de nanopartículas de grafeno puro produz maiores quantidades de cristais de $(CaCO_3)$ que intensifica a coesão, melhorando o comportamento mecânico dos materiais cimentícios.

Para as argamassas com 0,15% de grafeno puro (Figura 53), percebe-se o crescimento substancial da fase relativa à calcita. De acordo com Teixeira *et al.*, (2020) esse comportamento dar-se-á de forma semelhante a agulhas pouco definidas, podendo ser observadas pela distribuição dos cristais de $(CaCO_3)$ no composto cimentício hidratado.

Em linhas gerais, a utilização de teores de grafeno em, aproximadamente, 2% na matriz de um composto a base de cimento, pode causar dispersão das partículas devido ao efeito das forças de Van der Waals. Esse comportamento não melhora o processo de hidratação do aglomerante, dificultando a interação química constituintes

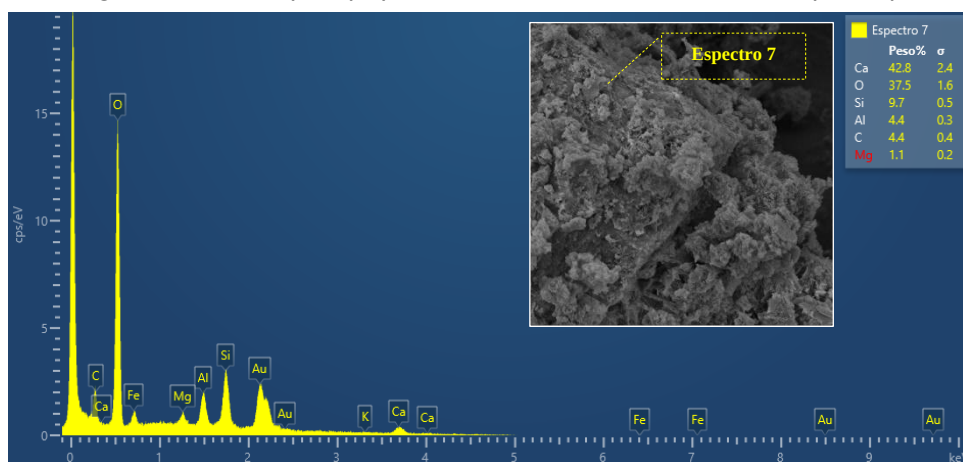
dos cristais formados pelos géis do cimento. O teor de grafeno puro é difundido exponencialmente conforme o percentual de carbono presente em cada amostra, conforme demonstrado entre as (Figuras 54 e 59) através da análise MEV (EDS).

Figura 54 – MEV (EDS) aplicados as misturas de referência (REF).



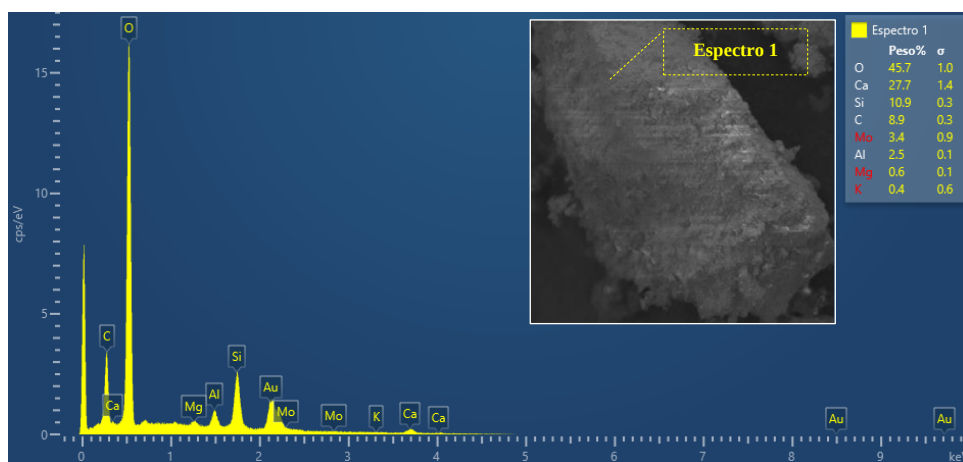
Fonte: Autor, (2022).

Figura 55 – MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,03% de (GRAF).



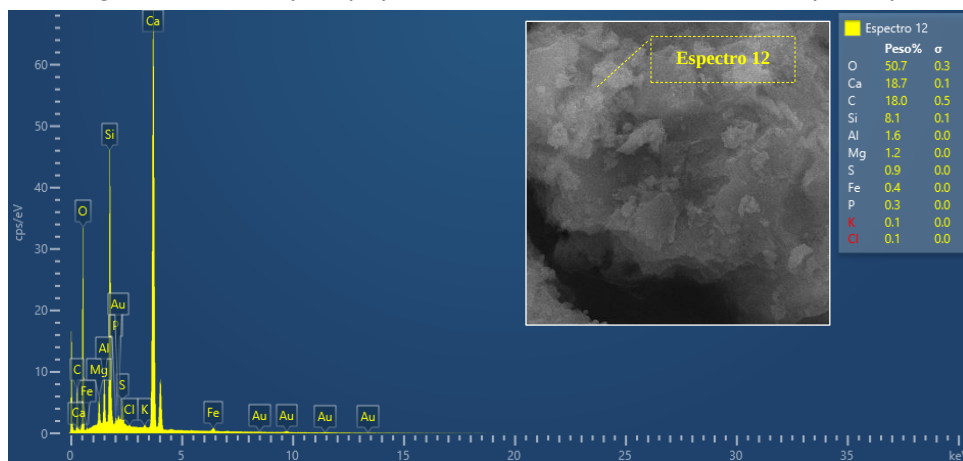
Fonte: Autor, (2022).

Figura 56 – MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,06% de (GRAF).



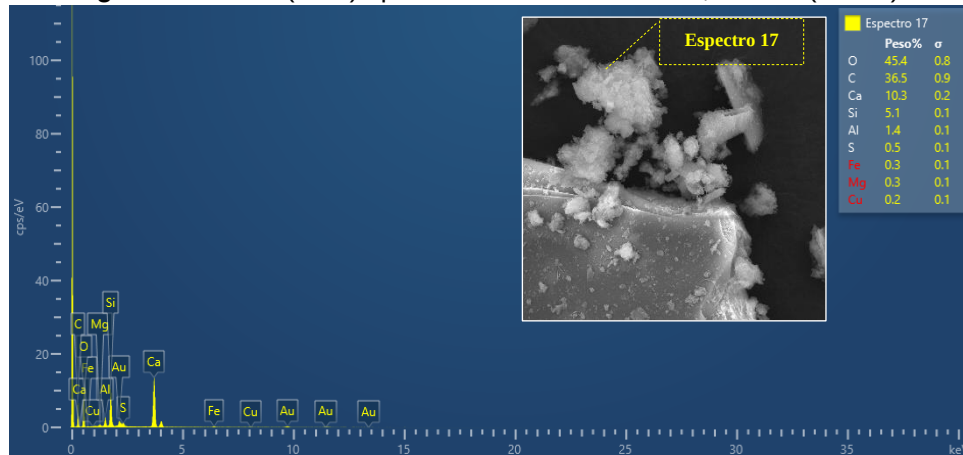
Fonte: Autor, (2022).

Figura 57 – MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,09% de (GRAF).



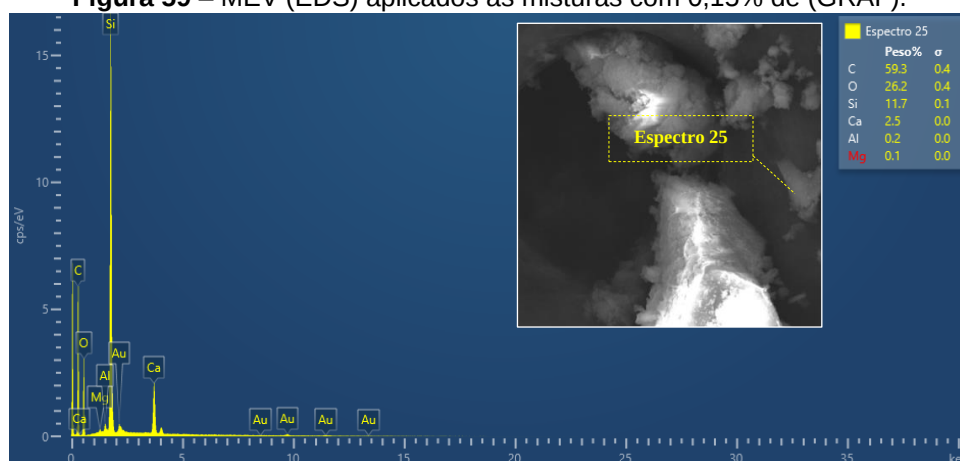
Fonte: Autor, (2022).

Figura 58 – MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,12% de (GRAF).



Fonte: Autor, (2022).

Figura 59 – MEV (EDS) aplicados as misturas com 0,15% de (GRAF).



Fonte: Autor, (2022).

A técnica de microanálise através do MEV (EDS) possibilita realizar o cálculo das relações químicas Ca/Si , Al/Ca , $\text{Ca}/(\text{Si} + \text{Al})$, $(\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca}$ e S/Ca , sendo estas necessárias para a identificação das fases anidra, $(\text{C} - \text{H})$, $(\text{C} - \text{S} - \text{H})$, A_{ft} e etc. Desta forma, uma das relações utilizadas para identificar a fase formada pela hidratação dos géis de $(\text{C} - \text{S} - \text{H})$ é caracterizada por Ca/Si . Diante das análises realizadas foi possível identificar e quantificar os principais elementos químicos presentes em cada amostra.

Ao analisar as amostras de referência (REF) e as misturas com teores de 0,03% e 0,06% de (GRAF), observa-se que os percentuais de cálcio (Ca), oxigênio (O) e silício (Si) possuem comportamentos semelhantes representando, em média, 35%, 41% e 10%, respectivamente. Já para as amostras com teores de 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF), o percentual de carbono (C) foi mais expressivo, sendo este variando 18%, 36,5% e 59,3%, respectivamente.

Nos compósitos argamassados contendo 0,06% de (GRAF), o teor de carbono foi 62% maior quando comparados com as misturas de referência (REF). Além disso, os elementos químicos pertencentes a fase o $(\text{C} - \text{S} - \text{H})$, possuem uma relação Ca/Si igual a 2,541, sendo este eficaz para o processo de hidratação do cimento Portland.

A utilização de maiores percentuais de grafeno puro incide na dispersão do nanomaterial e na aglomeração do mesmo. Por ser um nanocomposto, os cristais do aglomerante formados pelos hidratos, o revestem deixando-o com uma estrutura superficial mais enrugada. Esse comportamento pode minimizar o processo de microfissuração chamado de interbloqueio, pois a incorporação de materiais formados

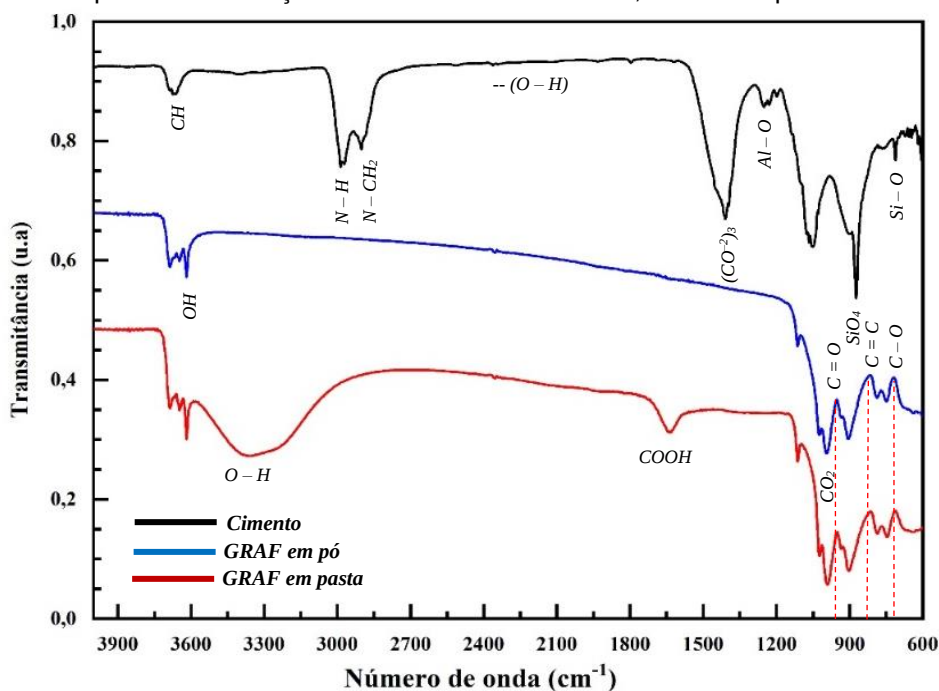
por uma rede com ligação forte $C = C$, possui um efeito positivo frente as condições micromecânicas do composto cimentício.

A análise MEV (EDS) possibilitou compreender a formação dos cristais de carbonato de cálcio ($CaCO_3$), onde nota-se sua distribuição em algumas regiões espectrais. A morfologia das partículas de grafeno puro, cimento Portland e agregado miúdo, influenciaram diretamente nas variações da fase hidratada formada pelo ($CaCO_3$), resultando em variações dos grupos funcionais de oxigênio e carbono constituídos na superfície do composto cimentício onde, eventualmente, se decompõem para formar (CO_2) em meio alcalino reagindo com o cimento nas fases de hidratação contendo: cálcio (Ca), (C – H), (C – S – H) e etringita.

4.2.4 Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR)

Para compreender o comportamento vibracional nas amostras estudadas, foi realizada a análise microestrutural de FTIR. Na (Figura 60), pode ser visto os espectros de absorção do infravermelho relativos à alíquota do agregado miúdo (areia natural), (GRAF) em pó, em líquido e o cimento Portland CP–II–Z 32.

Figura 60 – Espectro de absorção FTIR do cimento Portland, GRAF em pó e GRAF em pasta.



Fonte: Autor, (2022).

As principais bandas de absorção para o agregado miúdo (areia natural), são assimétricas, tendo como flexão vibracional, a formação de (Si – O – Si) no comprimento de onda equivalente a 670 cm^{-1} . A cerca de 710 cm^{-1} foi atribuído o composto (Si – O – Al), formado pela flexão assimétrica vibracional.

Para a variação simétrica de flexão observada em 750 cm^{-1} , percebeu-se a formação de (Si – O) apresentado, em sua forma cristalina, através da presença de quartzo, composto este, comum nos agregados miúdos (areia). Na faixa entre 770 cm^{-1} e 800 cm^{-1} ocorreu um estiramento simétrico composto por (Si – O), onde o mesmo comportamento foi obtido assimetricamente no comprimento de onda variando entre 860 cm^{-1} e 900 cm^{-1} . Todos os resultados corroboraram com os obtidos por Ho *et al.*, (2020).

No que diz respeito ao cimento Portland, observou-se que entre as faixas de 600 cm^{-1} e 700 cm^{-1} correspondem aos estiramentos de (Si – O). Já no comprimento de onda 870 cm^{-1} , é evidenciado uma banda vibracional com alta intensidade referente ao grupo (SiO₄) – silicatos. Segundo Chen *et al.*, (2019) e Gruszczyński e Lenart (2020), os grupos funcionais relacionados aos silicatos podem ser atribuídos aos grupos constituintes como o ($3\text{CaO}7\%.\text{SiO}_215\%$) denominado como (C₃S) – silicato tricálcico e ($2\text{CaO}40\%.\text{SiO}_270\%$) definido como (C₂S) – silicato dicálcico determinados no clínquer.

Dentre os compostos químicos observados, pode-se notar a flexão vibracional do estiramento (Al – O) no comprimento de onda aproximado a 1250 cm^{-1} pertencente as famílias do oxidoperoxi(oxo)alumano, o tetraedro (AlO₄) que incide na composição do cimento Portland através da presença do ($3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$) conhecido como (C₃A) – aluminato tricálcico.

Os modos vibracionais de flexão entre 600 cm^{-1} até 1300 cm^{-1} correspondem as ligações (S – O), sendo estes, pertencentes aos grupos tetraédricos (SO₄) que constituem a composição química do gesso presente no cimento Portland. O alongamento do espectro com o pico mais expressivo, entre o comprimento de onda 1330 cm^{-1} e 1540 cm^{-1} , corresponde a formação da calcita (CO²⁻)₃.

Diante da distribuição espectral apresentada, percebeu-se a formação da ligação de (N – CH₂) dado pelo comprimento de onda 2900 cm^{-1} , além da presença de (N – H) definido em 2980 cm^{-1} . Além disso, notou-se a presença de portlandita determinada pela ausência de água (O – H⁻) e, entre 1575 cm^{-1} e 2830 cm^{-1} , há a banda vibracional, caracterizada como água livre ou dispersa. Já no espectro

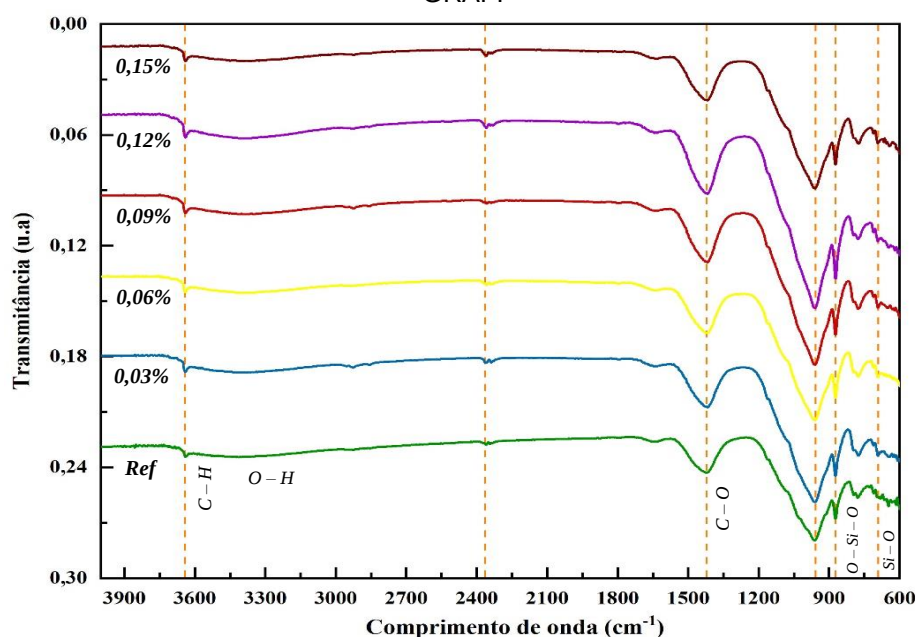
vibracional correspondente ao comprimento de onda 3620 cm^{-1} , há a formação do grupo funcional (C – H), fundamentado pelos produtos de hidratação.

Para esse estudo foi preciso analisar o comportamento vibracional do nanocomposto utilizado nas misturas das argamassas, o grafeno em pasta e em pó. Conforme a sequência vibracional característica, notou-se a formação das bandas de absorção por alongamento entre 600 cm^{-1} e 860 cm^{-1} representando os grupos alcóxi (C – O).

Foi observado vibrações de alongamento nas bandas de absorção a cerca 900 cm^{-1} , o que representa o aparecimento de grupos aromáticos de duplo carbono (C = C). O comprimento de onda a cerca de 950 cm^{-1} refere-se aos grupos carboxilo (C = O). De acordo com Rehman *et al.*, (2020), além desses grupos funcionais, há a presença de hidroxila (O – H) e, sobretudo, a formação dos grupos de ácido carboxílico (COOH^-) nos nanocompósitos de (GRAF) puro.

As alterações estruturais frente a utilização de diferentes teores de (GRAF), decorrentes do processo de hidratação dos compósitos cimentícios (argamassa), dar-se-á pela interação química que ocorre matricialmente, bem como na zona de transição entre o aglomerante e os elementos constituintes do material. Na (Figura 61), foi analisado os espectros vibracionais FTIR das misturas de (REF) e com teores de (GRAF) variando entre 0,03% a 0,15%, aos 28 dias de cura.

Figura 61 – Espectros de absorção FTIR dos compósitos cimentícios contendo diferentes teores de GRAF.



Fonte: Autor, (2022).

As bandas espectrais correspondentes ao comprimento de onda 600 cm^{-1} e 650 cm^{-1} representam as vibrações de alongamento assimétrico de alita ($\text{Si} - \text{O}$). De acordo com Ho *et al.*, (2020) a formação do gel que contribui para a polimerização do silicato de cálcio hidratado ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$) foi atribuído ao enfraquecimento gradual da banda de absorção ($\text{O} - \text{Si} - \text{O}$) entre 680 cm^{-1} a 800 cm^{-1} dado pela formação de partículas não hidratadas formadas por belita.

As formações moleculares relacionadas ao comprimento de onda 950 cm^{-1} , relativas as vibrações de alongamento assimétrico por flexão, especificam a formação dos silicatos (SiO_4^{2-}) devido a presença de gipsita e etringita. Assim, não foram observados picos residuais de grafeno, ou seja, o mesmo pode ter sido decomposto para formar (CO_2), (CO) e (H_2O).

A estreita vibração de flexão formada pela presença de hidroxila ($\text{O} - \text{H}$), está localizada no comprimento de onda 1650 cm^{-1} , caracterizada pelos géis de ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$) contidos em todas as misturas. No espectro vibracional correspondente ao comprimento de onda 1450 cm^{-1} , observa-se a formação das ligações ($\text{C} - \text{O}$) pertencente ao grupo carbonático (CO_3^{2-}). É notório que, entre os comprimentos de onda 2300 cm^{-1} e 3600 cm^{-1} , há a formação vibracional de bandas fracas correspondentes as ligações das moléculas de água ($\text{O} - \text{H}$) que dificultam a formação da portlandita ($\text{C} - \text{H}$), pertencente ao grupo de silicatos na fase de hidratação do cimento.

É evidente que as intensidades espectrais relativas à formação do gel ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$), determinadas pelos grupos funcionais ($\text{Si} - \text{O}$, $\text{H} - \text{O} - \text{H}$), CH ($\text{O} - \text{H}$) e (CaCO_3) determinado pelo grupo da calcita (CO_3^{2-}) são mais fortes nas misturas com teores de grafeno 0,03%, 0,06%, 0,12% e 0,15%, quando relacionados as misturas de (REF). De acordo com os estudos realizados por Li e Zhang (2019), esse comportamento está relacionado com o grau de hidratação em compósitos cimentícios com adição de nanopartículas de grafeno, resultando na melhoria das propriedades mecânicas do material.

Nesta parte da dissertação, notou-se que as bandas vibracionais mais fortes para os compósitos cimentícios com teores de 0,12% e 0,15% de (GRAF), aumentaram o teor de carbonato monocálcico bloqueando os poros do material no processo de hidratação, resultando na perda da resistência a compressão axial e a tração na flexão.

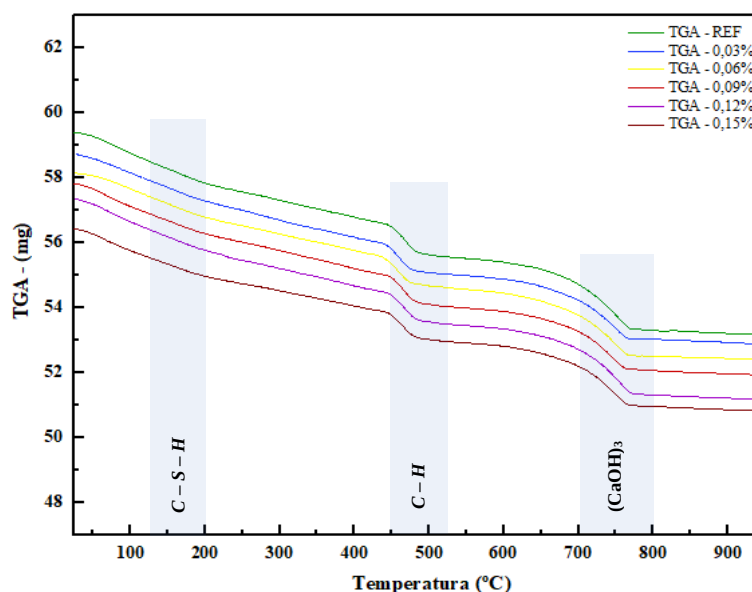
4.2.5 Análises termogravimétricas (TG/ TGA/ DTA)

De acordo com os estudos desenvolvidos por Lothenbach e Zajac (2019), utilizando análises termogravimétricas, foi possível determinar o teor de água quimicamente combinada em compósitos hidratados a base de cimento no intervalo térmico de 50 °C até o final da decomposição do $(\text{CaOH})_2$ – portlandita.

Conforme as pesquisas realizadas por Li *et al.*, (2020), as análises TGA determina o grau de hidratação dos compósitos cimentícios, bem como define o percentual de portlandita e a quantidade de água não evaporável. Para tanto Silva *et al.*, (2020), analisaram as reações químicas iniciais que ocorrem no cimento Portland, bem como a decomposição dos produtos de hidratação resultando em diferentes fases.

Nesse contexto, foram realizadas análises termogravimétricas nas argamassas de referência e com diferentes teores 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de nanopartículas de grafeno, conforme ilustrado na (Figura 62). Todas as alíquotas foram analisadas após 28 dias de cura, das quais foram identificados os eventos térmicos característicos das fases hidratadas formada durante a variação de temperatura, além de compreender o consumo da portlandita por meio das reações químicas presentes no nanocompósito (adição).

Figura 62 – Análise termogravimétrica (TGA) dos compósitos (REF), 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF) aos 28 dias de hidratação.



Fonte: Autor, (2022).

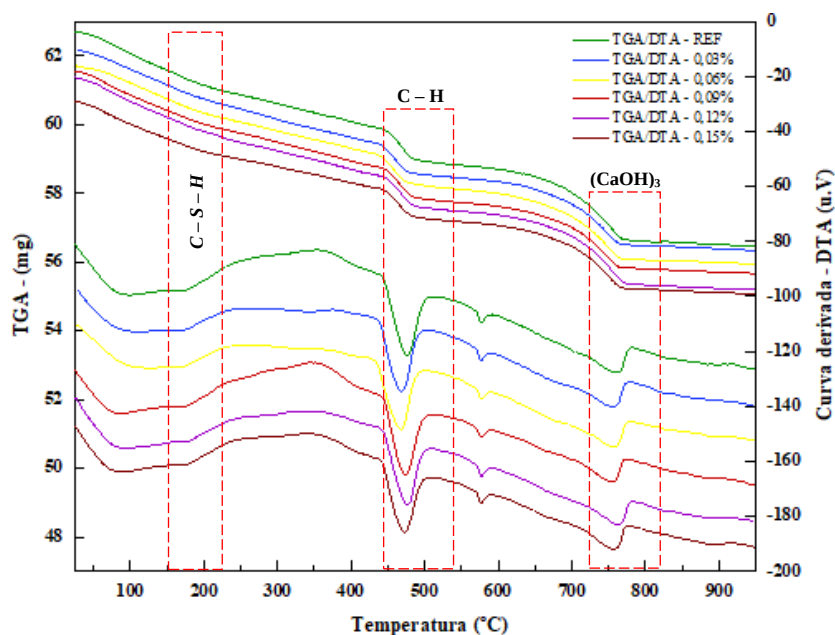
Levando em consideração o comportamento térmico dos compósitos cimentícios (argamassas), percebe-se que os resultados de TGA são semelhantes as curvas descritas na literatura, vistas por Ho *et al.*, (2020). Observa-se, portanto, que há 3 (três) regiões distintas com perdas de massa significativa, bem como fases bem definidas.

A perda de massa que ocorre na região, ocorre numa temperatura até 200 °C, onde associa-se a evaporação da água livre, da água adsorvida na superfície do sólido, na decomposição do silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$) e, sobretudo, da etringita ($Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12}$). Já na segunda região, correspondente ao intervalo entre 425 °C até 520 °C, ocorre a decomposição do hidróxido de cálcio $Ca(OH)_2$. Além desses eventos térmicos que definem a formação das fases, observa-se que no intervalo de 700 °C e 800 °C, ocorre a decomposição do carbonato de cálcio ($CaCO_3$).

Diante dos resultados obtidos é perceptível que, em 520 °C, ocorre a perda completa de água quimicamente combinada (AQC) relacionada aos hidratos, mas sabe-se que alguns teores de compósitos hidratados, podem ser resistido a decomposição em temperaturas mais elevadas.

Pode-se perceber na (Figura 63), que o conteúdo de água não-evaporável e o teor de $Ca(OH)_2$ possui um comportamento crescente aos 28 dias de hidratação em todas as amostras, ou seja, o teor de grafeno não interfere diretamente no comportamento dos compósitos cimentícios. De acordo com Li e Zang (2019), o aumento da temperatura de desidratação do cimento incide no teor de água requerida da consistência normal, reduzindo o tempo de pega das misturas de cimento reidratado.

Figura 63 – Análise termogravimétrica (TGA/derivada-DTA) das pastas aos 28 dias de hidratação.



Fonte: Autor, (2022).

Nota-se, portanto, que as misturas com teores de 0,09%, 0,12% e 0,15% apresentam um percentual maior de portlandita e de água não-evaporável. De acordo com as análises realizadas por Baomin e Shuang (2019), as propriedades mecânicas relativas ao cimento Portland aos 28 dias, são melhoradas quando há resíduos de pasta de cimento desidratado. Sabe-se, portanto, que as amostras contendo 0,06% possuem comportamento semelhante, quando comparadas com os compósitos de referência.

De acordo com Li *et al.*, (2021), a decomposição térmica do silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$), pode ser dividida em duas principais etapas: perda de água constituinte entre as camadas a 400 °C e, perda de (AQC) no intervalo de 500 °C e 1000 °C causando a quebra das cadeias formadas por silicatos e, conseqüentemente cristalização do ($C - S - H$) em silicato dicálcico (C_2S).

Conforme os estudos realizados por Du e Pang (2015), observou-se que os compósitos cimentícios pré-aquecidos em temperaturas acima de 500 °C, mantêm os teores residuais de (AQC) nas camadas superficiais formadas por hidratos onde, com o passar do tempo, torna-se mais espessa impedindo que as moléculas de água atinjam as camadas/ regiões não hidratadas.

Dentre os aspectos relacionados a decomposição térmica do ($C - S - H$) correspondentes aos silicatos de cálcio, composto por belita (C_2S) ou alita (C_3S), sabe-se que o mesmo ocorre em 750 °C. Para tanto, Niu *et al.*, (2020),

evidenciaram que a etringita e o monossulfato desidratam-se entre 91 °C e 160 °C, bem como a decomposição das cadeias de silicatos que ocorre entre 615 °C e 630 °C.

A presença de partículas finas na região microestrutural dos compósitos cimentícios propicia a nucleação heterogênea do aglomerante, ou seja, a precipitação dos componentes hidratados frente as nanopartículas de grafeno, aumenta o grau de hidratação (SCRIVENER *et al.*, 2019). Diante das transformações estruturais endotérmicas $\Delta H > 0$ e exotérmicas $\Delta H < 0$ foi possível realizar uma análise qualitativa conforme os estudos realizados por Meng *et al.*, (2020) e Menezes *et al.*, (2020).

Desta forma, foram realizados cálculos estequiométricos para quantificar os teores dos compostos durante o processo de hidratação, definindo o teor de portlandita $(\text{CaOH})_2$ e o carbonato de cálcio $(\text{CaOH})_3$. No (Quadro 18), estão apresentados os resultados.

Quadro 18 – Análise estequiométrica dos compósitos cimentícios.

Misturas	Tempo de cura	Whidratos (%)	W _{CH} (%)	W _{CO} (%)	W _{AQC} (%)
REF	28 dias	29,68	20,21	23,44	9,47
0,03% (GRAF)		26,23	20,03	23,33	6,20
0,06% (GRAF)		30,50	22,03	27,12	8,47
0,09% (GRAF)		32,20	18,64	22,03	13,56
0,12% (GRAF)		31,15	24,59	27,86	6,56
0,15% (GRAF)		32,14	18,64	22,01	13,50

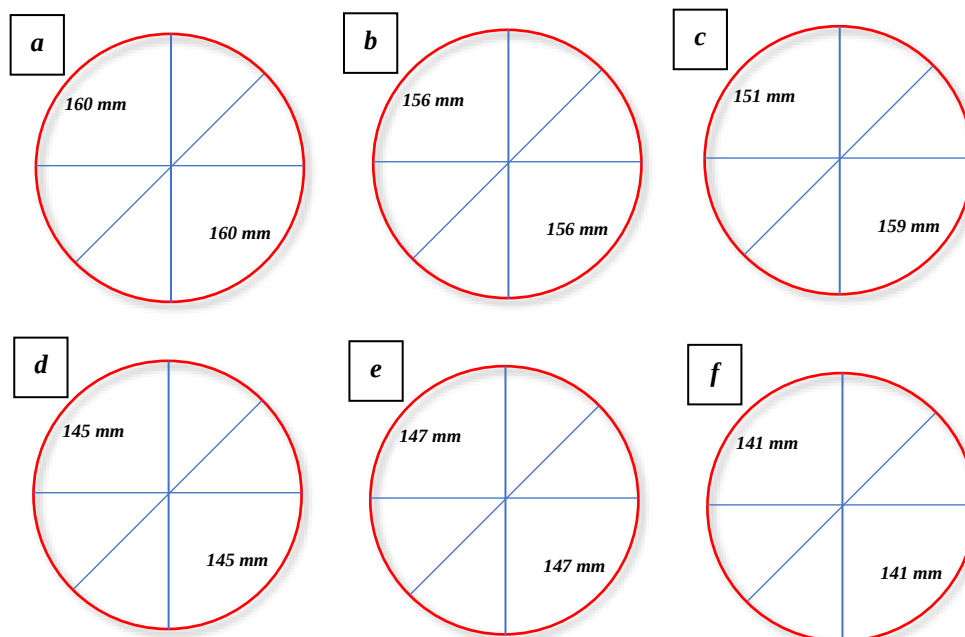
Fonte: Autor, (2022).

4.3 Resultados dos compósitos argamassados no estado fresco e hidratado

4.3.1 Índice de consistência (flowtable)

A determinação da consistência dos compósitos argamassados foi regida pela NBR 13276 (ABNT, 2016). Os resultados referentes ao espalhamento do material, pode ser visto no diagrama representado na (Figura 64).

Figura 64 – Espalhamento dos compósitos argamassados: Referência (a); com adição de 0,03% (b), 0,06% (c), 0,09% (d), 0,12% (e), 0,15% (f) de grafeno.



Fonte: Autor, (2022).

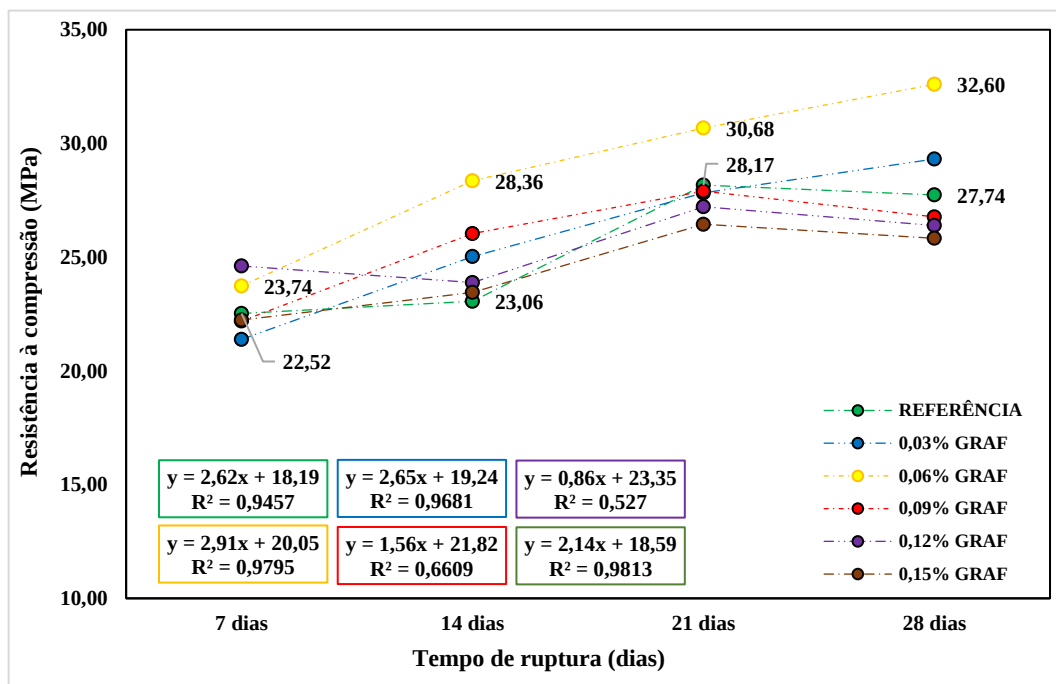
A partir dos resultados apresentados, observa-se que o espalhamento dos materiais com teores de grafeno possui comportamentos semelhantes quando comparados com os compósitos de referências. É necessário compreender que esse comportamento seco, dar-se-á devido a relação água cimento (a/c) desses materiais que foi de 0,48, para um consumo 2820 g de cimento e 1496 g de agregado miúdo, caracterizando uma área superficial maior e, portanto, maior consumo de água. Observou-se que o índice de consistência dos compósitos argamassados com teores de 0,15% de (GRAF) foi diminuído em, aproximadamente, 12% quando comparados com as misturas de (REF). Isso ocorre devido a quantidade de micropartículas presentes na matriz cimentícia do composto o que pode promover uma estrutura mais densa e coesa, segundo os estudos realizados por Baomin e Shuang (2019).

4.3.2 Resistência à compressão axial

A utilização de nanocompósitos na estrutura matricial dos materiais cimentícios (argamassa) confere um melhor comportamento físico-mecânico que, por sua vez, preenchem os vazios/ interstícios devido a área específica superficial das nanopartículas que variaram em torno de $0,265 \text{ m}^2/\text{g}$ conforme os resultados obtidos

através da classificação granulométrica a laser realizada ao nanocompósito (GRAF). Todas as análises foram realizadas com 7, 14, 21 e 28 dias e os resultados foram expressos no gráfico representado na (Figura 65).

Figura 65 – Resistência à compressão axial dos compósitos cimentícios.



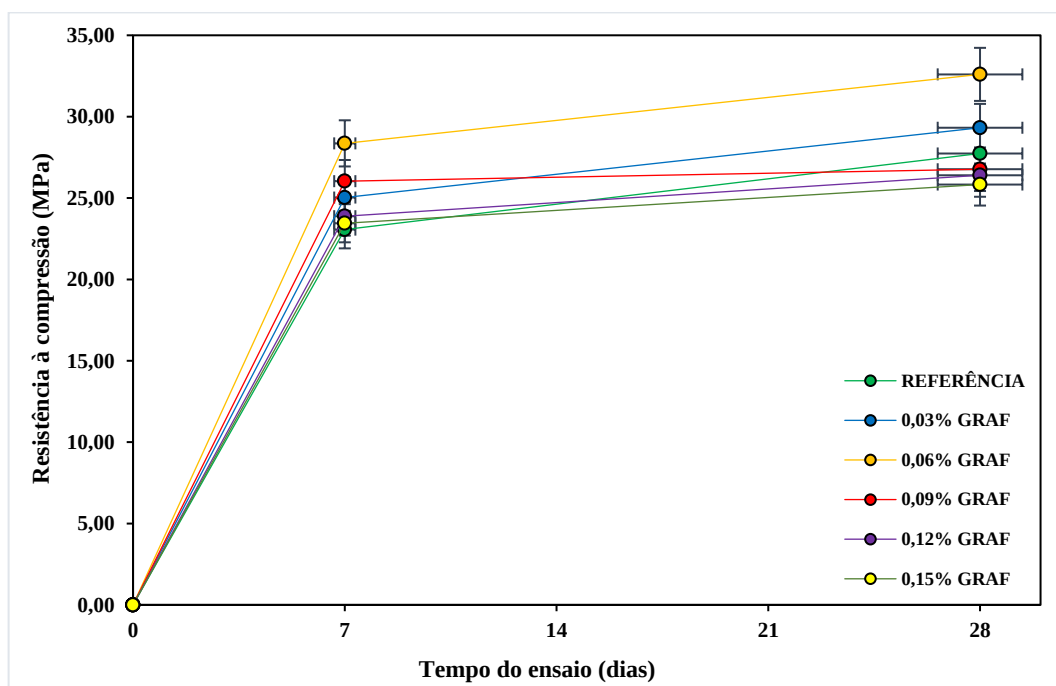
Fonte: Autor, (2022).

As misturas utilizando as nanopartículas de (GRAF), proporcionaram ao material uma maior eficiência mecânica quando comparados aos (CPs) de referência, dos quais, foram maiores que 20 MPa aos 7 dias. Entretanto, os resultados das misturas de (REF) e com 0,03% de (GRAF) possuem comportamentos semelhantes aos 28 dias de análise, onde os valores obtidos foram de 27,74 MPa e 29,32 MPa, respectivamente. É possível notar, portanto, que as misturas com 0,12% de (GRAF) e 0,09% de (GRAF) possuem correlação amostral não significativa, ou seja, o (R^2) varia entre 0,527 e 0,661.

Considerando as análises realizadas, observou-se que as misturas contendo 0,06% de nanopartículas de (GRAF) proporcionaram um aumento a resistência à compressão aos 28 dias de, aproximadamente, 15% quando comparados as misturas de (REF), sendo este considerado um valor “ótimo”. Esses compósitos conferiram valores mais significativos, entretanto, aos 7 dias, resultaram um comportamento ligeiramente baixo quando comparados as misturas com 0,12% de (GRAF).

No gráfico mostrado na (Figura 66) observou-se que os resultados do ensaio de resistência à compressão com concentrações acima de 0,06% aos 28 dias, possuem comportamento mecânico inferior, enquanto, a tendência é invertida para as misturas com teores contendo partículas de (GRAF) de até 0,03%.

Figura 66 – Resistência média à compressão axial aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autor, (2022).

Os resultados corroboraram com os estudos realizados por Zhao *et al.*, (2020) que avaliaram o comportamento dos compósitos cimentícios utilizando diferentes concentrações de (GRAF), onde perceberam que o teor mais adequado, para uma relação água/cimento (a/c) menor do que 0,50, era de 0,06%. Os autores ainda afirmaram que o aumento do percentual de grafeno na matriz cimentícia proporciona a diminuição da resistência à compressão que, por sua vez, pode estar correlacionada com a dispersão do nanomaterial nas zonas de transição entre a pasta do cimento/aglomerante e o agregado miúdo.

Apesar de verificar um ganho de resistência para as misturas com 0,03% e 0,06% de (GRAF), os resultados ficaram abaixo da média encontrada pelos autores Ho *et al.*, (2020) que obtiveram resultados acima de 40 MPa aos 28 dias de análise. Contudo, sabe-se que a relação (a/c) utilizada pelos autores foi de 0,48 ou 256 kg/m³

e a concentração ótima do nanocomposto foi de 0,07%, valores estes semelhantes aos adotados para esse estudo.

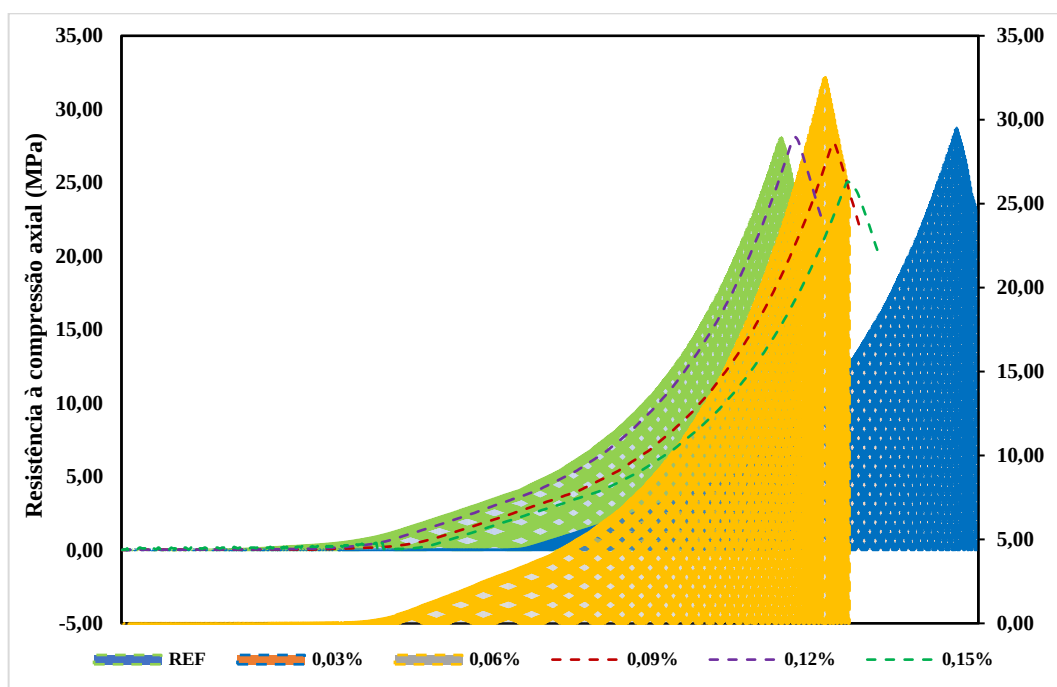
Estudos realizados por Dalal e Dalal (2021), avaliaram o comportamento dos compósitos cimentícios em percentuais variando de 0,5% a 1,0% em tempos de cura de 7 e 28 dias. Os autores desenvolveram misturas com relação (a/c) de 0,50 e observaram que os resultados da resistência a compressão aos 7 dias foram maiores do que 20 MPa. Já para as misturas analisadas aos 28 dias, percebeu-se um incremento de, aproximadamente, 14%.

Para os compósitos cimentícios com adição de 0,15% de nanopartículas de (GRAF), os mesmos tiveram desempenho inferior comparados as outras misturas onde, aos 28 dias, foi observado um valor médio de 25,87 MPa. Esse resultado não corroborou com os estudos realizados por Qureshi e Panesar (2020), onde relataram que a utilização de 0,16% de concentração de (GRAF) e relação (a/c) de 0,45 aumentava em 45% a resistência do composto, aos 28 dias de análise.

É observado que as misturas com elevadas concentrações de nanopartículas de (GRAF), possibilitam uma maior dispersão na matriz cimentícia por aglomeração que, por sua vez, incide no empilhamento das microcamadas do material por consequente efeito das forças de Van der Waals. Essas camadas, no entanto, são mais espessas que resultam na falta de atrito interfacial e da interligação dos componentes químicos formados na fase de hidratação dos materiais a base de cimento, caracterizando a perda da resistência à compressão.

A correlação entre a resistência a compressão axial das misturas, bem como as concentrações do nanocompósitos aos 28 dias podem ser vistas na (Figura 67). As curvas e as áreas integrais mostram que, para os compósitos cimentícios com 0,06% de (GRAF), a resistência à compressão aumenta em aproximadamente 20% comparados com as outras misturas e, então, começa a diminuir quando o conteúdo de (GRAF) ultrapassa o percentual de 0,09%.

Segundo Sajjad, Sheikh, Hadi e (2021), as curvas de tensão x deformação estimam o módulo de elasticidade dos materiais, cuja a tensão varia em cerca de 40% da resistência a compressão máxima. O incremento da resistência à compressão dos materiais cimentícios a base de cimento, utilizando nanopartículas de grafeno foi observado por.

Figura 67 – Curvas de tensão x deformação características aos 28 dias de ensaio.

Fonte: Autor, (2022).

Para melhor representar os dados obtidos e, a partir dos valores da resistência à compressão axial aos 7, 14, 21 e 28 dias, foi realizada uma análise estatística através de histograma e ANOVA (método do fator único). Percebe-se, portanto, que as misturas analisadas possuem resultados estatisticamente diferentes conforme o valor-P representativo inferior a 5%, o $F > F_{\text{crítico}}$ e pela dispersão dos dados circulados em vermelho (Figura 68). Quando há este comportamento, verifica-se que os dados são significativos a um nível de confiança de 95%, como pode ser visto no (Quadro 19).

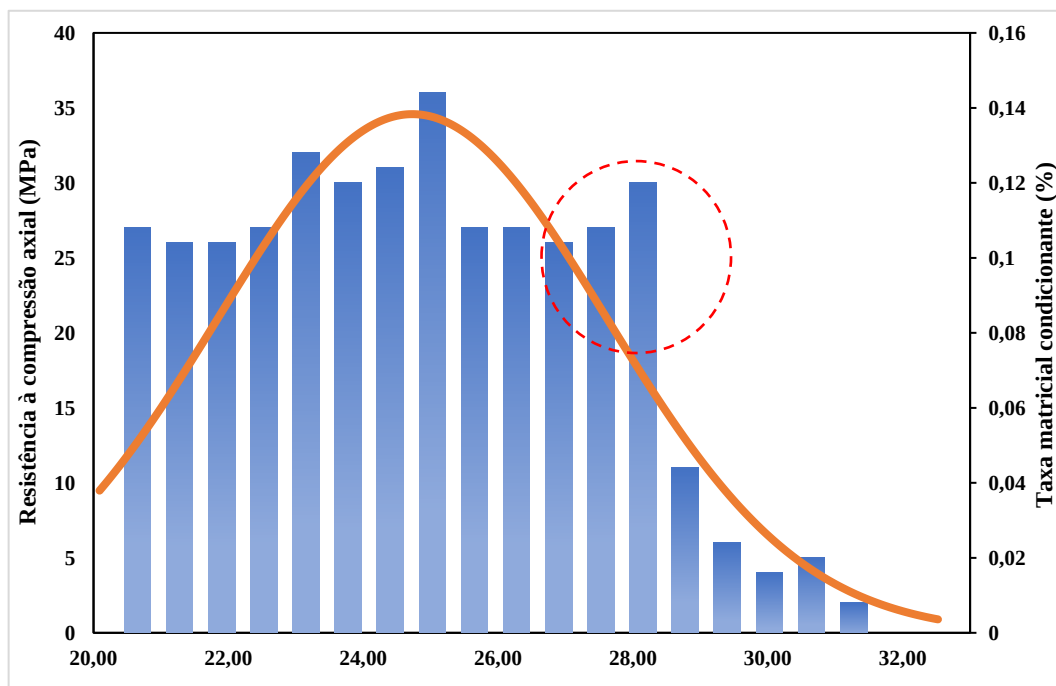
Quadro 19 – Análise de variância da resistência à compressão axial dos compósitos cimentícios aos 7, 14, 21 e 28 dias de cura.

Tempo de análise	Fonte de variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F-crítico
7 dias	Entre grupos	82,079557	5	16,41591	2,6582498	3,00E-02	2,353808958
14 dias		340,7330211		68,14660	7,1096072	2,26E-05	2,589189854
21 dias		159,0295567		31,80591	5,7705620	1,77E-04	2,848108839
28 dias		380,5367882		76,10736	39,3874620	1,54E-18	3,132919723

Fonte: Autor, (2022).

*SQ: Soma dos quadrados;
gl: Grau de liberdade;
MQ: Média dos quadrados;
F: Teste F, valor calculado;
P: Nível de significância associado ao valor calculado F.*

Figura 68 – Análise da distribuição normal dos dados.



Fonte: Autor, (2022).

Nesta parte do trabalho foram realizadas algumas análises correspondentes aos dados obtidos no resultado de resistência à compressão simples que, por sua vez, possibilitou compreender o comportamento de cada mistura. As amostras avaliadas passaram por um processo estatístico quantitativo (Quadro 20), onde percebeu-se que os compósitos de (REF) tiveram um desvio padrão médio de 1,699 e coeficiente de variação de 6,125 comparados as outras misturas. As misturas com teor de 0,06% de (GRAF) apresentaram um desvio padrão de 0,768 e coeficiente de variação de 2,354, ou seja, 55% e 62% menor comparados aos compósitos de (REF), respectivamente.

Quadro 20 – Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura.

ANÁLISES	REF	0,03% GRAF	0,06% GRAF	0,09% GRAF	0,12% GRAF	0,15% GRAF
Nº de amostras	12	12	12	12	12	12
Média	27,74	29,32	32,60	26,77	26,39	25,83
Desvio-padrão (médio)	1,699	0,804	0,768	0,795	1,150	0,778
Desvio-padrão (amostral)	2,270	1,073	1,019	0,963	1,550	0,962
Desvio-padrão (populacional)	2,173	1,027	0,975	0,922	1,484	0,921
Coeficiente de variação (%)	6,125	2,744	2,354	2,970	4,359	3,012
Erro padrão	0,490	0,232	0,222	0,229	0,332	0,225
Intervalo de confiança de 95%	28,97	29,90	33,15	27,29	27,23	26,35
	26,51	28,74	32,05	26,25	25,55	25,31

Fonte: Autor, (2022).

O crescimento da resistência à compressão ocorre linearmente, pois o aumento do teor de micropartículas de grafeno dispersas na matriz cimentícia das argamassas, não coincide com o bom comportamento mecânico do material. Além disso, sabe-se o aumento do índice de vazios pode provocar pressões no interior do composto hidratado, formando microfissuras que, ao se aplicar uma força, contraem-se nas regiões próximas a zona de transição do agregado/ aglomerante.

Essa movimentação potencializa as fissuras que podem ser vistas macroscopicamente na superfície do material. Nesse contexto, observou-se que alguns compósitos tiveram melhorias significativas devido a estrutura bidimensional única do nanocompósito (GRAF) que é homogênea, mostrando que a melhoria das propriedades mecânicas desempenha um papel importante na reação de fissuração e hidratação, resultando numa microestrutura mais compacta.

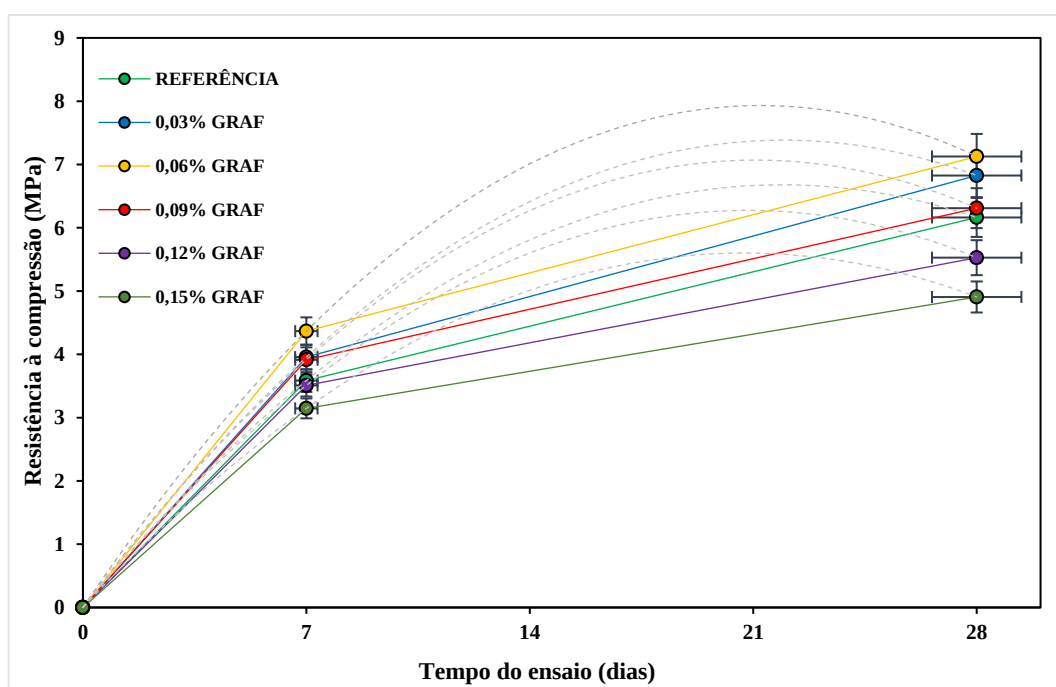
Segundo Sajjad, Sheikh e Hadi (2021), a utilização do teor “ótimo” de nanopartículas de grafeno nas argamassas possibilita o preenchimento dos vazios tornando os compósitos mais coesos, compactos e resistentes. Conforme os estudos realizados por Sajjad, Sheikh e Hadi (2021), a utilização de 0,15% a 1% de grafeno pode causar dispersão uniforme das nanopartículas da matriz cimentícia, porém a presença de materiais inertes como agregados naturais (areia) reduz significativamente a atividade pozolânica do nanocomposto e consequente diminuição da resistência à compressão.

De acordo com os estudos realizados por Huo, Peng e Yang (2020), a presença de grupos funcionais como carbono e oxigênio, melhoram o processo de hidratação formando hidróxido de cálcio hidratado ($C - S - H$), portlandita $Ca(OH)_2$ e sulfoaluminatos de cálcio hidratado – (etringita). Algumas partículas de grafeno puro, são articuladas quimicamente para formar $Ca(OH)_2$ saturado que, por sua vez, funcionam como fibras que melhoram a tenacidade matricial dos compósitos compatíveis com os produtos de hidratação quanto aplicado teores que variam entre 0,3% e 0,9% da massa do aglomerante.

4.3.3 Resistência à tração na flexão

Os compósitos cimentícios contendo teores de nanopartículas de grafeno puro vem sendo alvo de estudo nos últimos anos, que objetiva as análises micro e macro estruturais quanto a melhoria notável das propriedades físicas e mecânicas dos mesmos. Para análise da resistência à tração na flexão, as misturas foram avaliadas aos 7 e 28 dias, onde as variações dos resultados podem ser vistas na (Figura 69).

Figura 69 – Resistência média à tração na flexão aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autor, (2022).

Ao analisar os compósitos cimentícios com diferentes teores de grafeno, percebeu-se que as misturas com 0,03%, 0,06% e 0,09% de (GRAF) tiveram melhorias significativas na resistência à tração na flexão quando comparadas aos compósitos de (REF) que apresentaram 3,59 MPa aos 7 dias e 6,16 MPa aos 28 dias. As argamassas com 0,03% de nanopartículas de (GRAF) apresentaram 6,82 MPa, ou seja, 9,7% de melhoria na resistência a tração na flexão quando comparadas com as misturas de (REF) em 1 (um) mês.

As misturas contendo 0,03% de (GRAF) comportaram-se semelhantemente aos compósitos cimentícios com teores de 0,06% de (GRAF), onde apresentaram resistência a tração na flexão aos 28 dias de 6,82 MPa, obtendo-se uma ligeira perda na resistência de, aproximadamente, 9%.

De acordo com Dalal e Dalal (2021), esse comportamento dar-se-á devido ao teor de nanopartículas utilizadas que, por sua vez, possui uma menor dispersão da matriz quando adicionados aos compósitos a base de cimento. Os compósitos a base de cimento contendo 0,09% de (GRAF) tiveram comportamento semelhante em relação aos compósitos com de (REF), pois aos 28 dias de análise, os resultados obtidos foram 6,31 MPa, ou seja, relativamente estáveis. Além disso, notou-se que os compósitos com teores de 0,09% de (GRAF) apresentaram um aumento da resistência de, aproximadamente, 3%.

Dentre das curvas polinomiais formadas, nota-se que a incorporação de diferentes teores de grafeno potencializa a resistência à tração na flexão. Contudo, as argamassas com 0,12% e 0,15% de (GRAF) não tiveram um bom comportamento, resultando em 5,53 MPa e 4,91 MPa, respectivamente, aos 28 dias de estudo. Esse comportamento dar-se-á devido a dispersão das nanopartículas de grafeno, que se aglomeram, nas zonas de transição dos agregados reduzindo as propriedades mecânicas das argamassas a base de cimento.

No que diz respeito as argamassas com teores de 0,06% de (GRAF), observou-se um bom comportamento aos 7 e 28 dias de análise, onde apresentaram resistência a tração na flexão de 4,37 MPa e 7,13 MPa, respectivamente. A resistência à tração na flexão teve um aumento significativo de 18% e 28% quando comparada aos compósitos de (REF) e com 0,15% de (GRAF), resultado do retardo da hidratação causada por grupos funcionais, das dimensões relativas as partículas do nanomaterial e da ausência da dispersão/ aglomeração do material, no processo de homogeneização.

Segundo Wu *et al.*, (2020) misturas que possuem teores acima de 0,06%, resultam numa maior dispersão das partículas e, sobretudo, no reempilhamento das camadas/ folhas do nanomaterial, os tornando mais espessos. Essa configuração potencializa o atrito interfacial, diminui as ligações moleculares através da fricção e, além disso, diminui a resistência à tração na flexão.

Para melhor representar os dados obtidos e, a partir dos valores da resistência à tração na flexão aos 7 e 28 dias, foi realizada uma análise estatística através do ANOVA/SOLVER (método do fator único). Percebe-se, portanto, que as misturas analisadas possuem resultados estatisticamente diferentes conforme o valor-P representativo inferior a 5%, o $F > F_{\text{crítico}}$. Quando há este comportamento, verifica-se que os dados são significativos a um nível de confiança de 95%, como demonstrado no (Quadro 21).

Quadro 21 – Análise de variância da resistência à compressão axial aos 7 e 28 dias de cura.

<i>Tempo de análise</i>	<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
7 dias	Entre grupos	10,79169624	5	2,158339248	29,32234465	1,51135E ⁻¹⁵	2,353809
28 dias		40,43436361		8,086872722	52,08348638	1,33797E ⁻²¹	2,353809

Fonte: Autor, (2022).

SQ: Soma dos quadrados;

gl: Grau de liberdade;

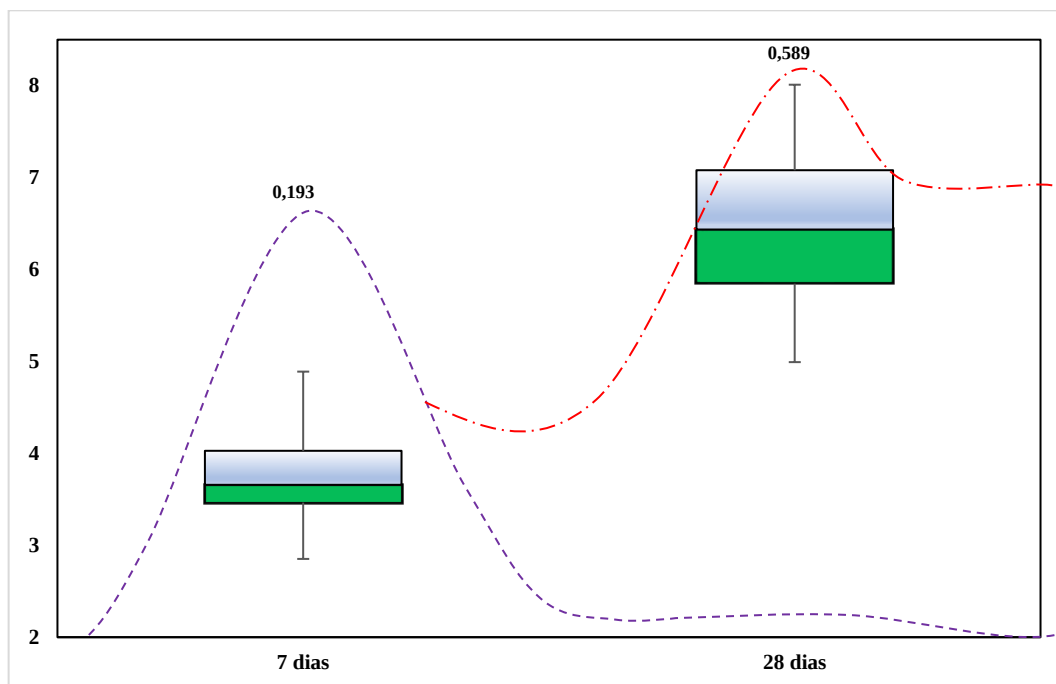
MQ: Média dos quadrados;

F: Teste F, valor calculado;

P: Nível de significância associado ao valor calculado F.

Para compreender o comportamento dos resultados de resistência a tração na flexão em função da variabilidade dos dados, foi realizada uma análise quantitativa através do método *boxplot*, com o objetivo de compreender os dados máximos, médios e mínimos que influenciam diretamente no comportamento das amostras. Os resultados passaram por um processo estatístico quantitativo (Figura 70), onde aos 7 e 28 dias, os valores médios da série foram de 0,193 e 0,589, respectivamente, estes variando entre 0 e 1 (parâmetros utilizados para definição matricial).

Figura 70 – Resultado da variação dos dados obtidos através do método de variância *boxplot*.



Fonte: Autor, (2022).

É possível notar pela curva de Gauss, que as amostras analisadas aos 7 dias possuem maiores dispersões frente aos dados das amostras aos 28 dias. Esse comportamento deve ser levado em consideração, uma vez que, o processo de hidratação ocorre mais intensamente com o passar do tempo, sendo este identificado através das análises micro e macro estruturais.

Aos analisar os dados referente a cada mistura, percebeu-se que os compósitos de (REF) tiveram um desvio padrão médio de 0,294 e coeficiente de variação de 4,762 comparados as outras misturas. As misturas com teor de 0,06% de (GRAF) apresentaram um desvio padrão de 0,258 e coeficiente de variação de 3,167, ou seja, 12% e 33% menor comparados aos compósitos de (REF), respectivamente. Os resultados da análise estatística estão delineados no (Quadro 22).

Quadro 22 – Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura.

ANÁLISES	REF	0,03% GRAF	0,06% GRAF	0,09% GRAF	0,12% GRAF	0,15% GRAF
Nº de amostras	12	12	12	12	12	12
Média	6,16	6,83	7,13	6,31	5,53	4,91
Desvio-padrão (médio)	0,294	0,469	0,258	0,253	0,243	0,205
Desvio-padrão (amostral)	0,324	0,704	0,329	0,307	0,276	0,230
Desvio-padrão (populacional)	0,310	0,674	0,315	0,294	0,264	0,220
Coeficiente de variação (%)	4,762	6,873	3,617	4,015	4,387	4,178
Erro padrão	0,085	0,135	0,074	0,073	0,070	0,059
Intervalo de confiança de 95%	6,34	7,21	7,31	6,48	5,68	5,03
	5,99	6,44	6,95	6,14	5,38	4,78

Fonte: Autor, (2022).

De acordo com Du e Pang (2015), o efeito da orientação dos flocos de grafeno sobre a resistência à tração na flexão pode ser de, no máximo, 2,5% de grafeno em argamassa de cimento, resultados esses que não corroboraram com os obtidos neste estudo. Esse comportamento pode ser atribuído a orientação das partículas de grafeno na mesma direção que, por sua vez, formam pontes entre as interfaces das microfissuras causadas pela dispersão do nanocompósito possibilitando o aumento na resistência à tração na flexão.

Conforme os estudos realizados por Kumar *et al.*, (2017) e Tian *et al.*, (2021) a utilização adequada do grafeno deve ser distribuída uniformemente na matriz cimentícia, pois as partículas podem preencher os vazios da pasta de cimento possibilitando uma pasta mais densa. Além disso, a estrutura física do nanomaterial, promove a nucleação dos produtos de hidratação como o aumento da densidade do (C – S – H), condicionadas por uma maior superfície específica da qual possibilita a perda de água durante o processo de retração do material hidratado.

Em geral, a melhoria das propriedades físicas e mecânicas oriundas da contribuição dos materiais a base de carbono, no processo de hidratação do aglomerante/ cimento, tornam as nanopartículas compatíveis para um melhor desempenho do material em escala manométrica. Por outro lado, os diferentes mecanismos dos nanocompósitos de grafeno influenciaram diretamente nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cimentícios (KRYSTEK *et al.*, 2019).

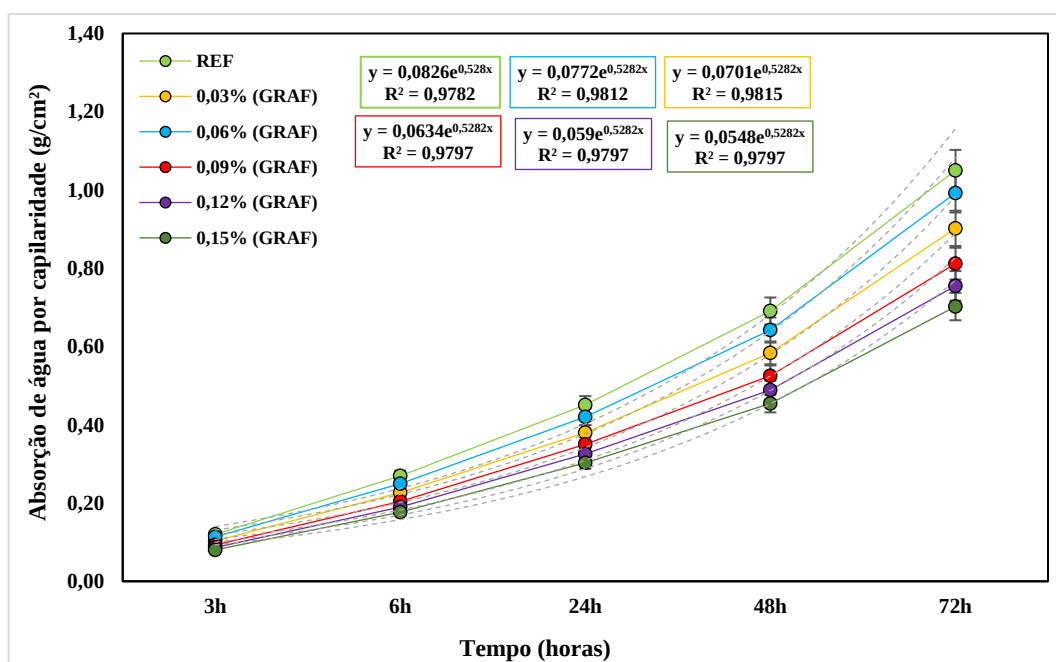
Para tanto, a aproximação das partículas de cimento e as nanopartículas de grafeno causadas pela força de Van der Waals, resultam no processo de formação dos géis de cimento, influenciando diretamente na resistência do material. A utilização de um teor “ótimo” de grafeno puro, possibilita a interligação dos cristais entre alguns grupos funcionais como o ácido carboxílico COOH, do qual diminui o aumento da fricção entre as camadas do grafeno puro e os géis de silicatos. Esse comportamento, pode melhorar a distribuição das tensões, impedindo a propagação das microfissuras oriundas da matriz cimentícia (KRYSTEK *et al.*, 2019).

4.3.4 Absorção de água por capilaridade

A sucção capilar é um importante mecanismo utilizado para quantificar a quantidade de solvente em compósitos cimentícios que, por sua vez, são determinados através da ascensão de água por capilaridade através dos vazios. Esse mecanismo é considerado uma das maiores causas de contaminação dos materiais frente aos ataques de íons cloreto e dióxido de carbono.

Os dados da absorção de água por capilaridade foram obtidos por meio da divisão entre a massa de água absorvida pela área circular da seção transversal de cada corpo-de-prova. Os resultados podem ser vistos na (Figura 71), onde consta a quantidade de água absorvida nos compósitos argamassados de (REF) e com teores de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de (GRAF).

Através dos resultados, pode-se observar que todas as misturas, ao longo do ensaio, tiveram um aumento na quantidade de água absorvida o que, segundo Du e Pang (2018) é normal devido a composição matricial do material constituído por uma rede de poros.

Figura 71 – Absorção de água por capilaridade em função do tempo.

Fonte: Autor, (2022).

Verifica-se que os compósitos argamassados contendo 0,15% de (GRAF) conferiram uma absorção de água menor quando comparados aos demais tipos. Este, em relação as argamassas de (REF), ao final do teste de 72 h, teve uma absorção de água de 0,70 g/cm², ou seja, 33% menor. Outra observação analisada foi o coeficiente de correlação que, por terem um crescimento exponencial, apresentaram (R^2) de 0,988, ou seja, os dados obtidos são estatisticamente diferentes e a variável tempo é imprescindível para a análise como observado por Talero *et al.*, (2017).

Estes resultados corroboraram com os estudos realizados por Dalal e Dalal (2021), onde utilizaram diferentes teores de grafeno nos compósitos a base de cimento. Os pesquisadores perceberam que a utilização de 0,2% do nanomaterial, confere uma sucção capilar inferior de, aproximadamente, 27% quando comparados com as misturas de referência.

Segundo Wi *et al.*, (2017), a absorção de água por capilaridade em compósitos cimentícios, contendo teores de materiais a base de carbono, é diminuída devido a quantidade de finos que podem preencher os vazios presentes na região matricial numa escala nanométrica. Esses materiais são denominados como pulverulentos, os chamados *filler*. Entretanto, um percentual maior de materiais finos pode dificultar a coesão dos materiais ocasionando a segregação dos mesmos.

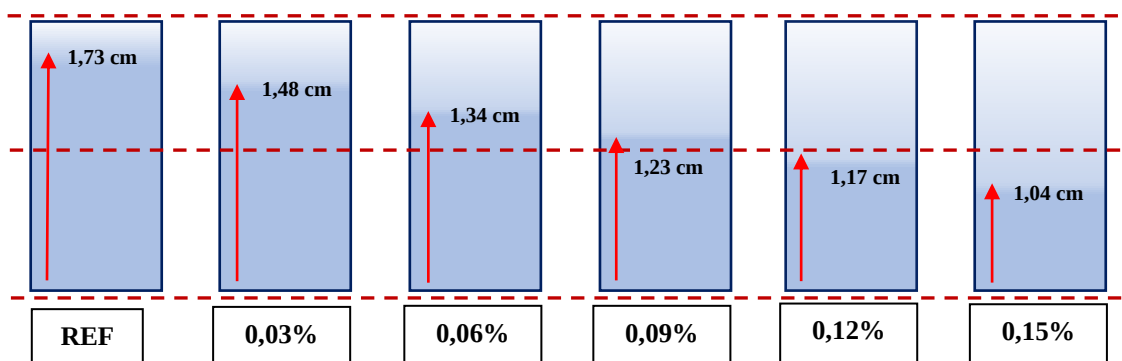
Percebe-se que as características dos materiais argamassados, quando alisadas em relação à permeabilidade, são influenciadas pelo aumento dos teores de grafeno utilizados. Este fator pode ser notado através do aumento da taxa de absorção de água, que diminui com a incorporação do grafeno puro. Dentre as misturas observadas, os compósitos cimentícios contendo teores de 0,12% de (GRAF) tiveram comportamentos semelhantes quando comparadas com as misturas com 0,15% de (GRAF), apresentando 0,70 g/cm² de absorção capilar, ou seja, apenas 6,5% a mais.

As misturas de (REF) apresentaram uma absorção de água por capilaridade maior quando comparados com as outras misturas contendo teores de grafeno puro. Os resultados mostraram que em 72 h, aproximadamente 1,05 g/cm² de água foi absorvida, ou seja, 33% maior quando comparadas com as misturas com 0,15% de (GRAF).

De acordo com Liu *et al.*, (2018), normalmente, a matriz cimentícia contém poros com menores dimensões dão origem a menores velocidades iniciais de absorção de água. Entretanto, uma maior quantidade de água é absorvida frente a uma maior superfície específica.

Por outro lado, a conectividade da rede porosa, assim como, a própria porosidade aberta, são propriedades que condicionam a absorção de água por capilaridade. Isso explica exatamente os resultados das misturas de (REF), 0,03% e 0,06% de (GRAF). A ascensão capilar da água nos compósitos cimentícios pode ser vista na (Figura 72) representada através do diagrama a seguir.

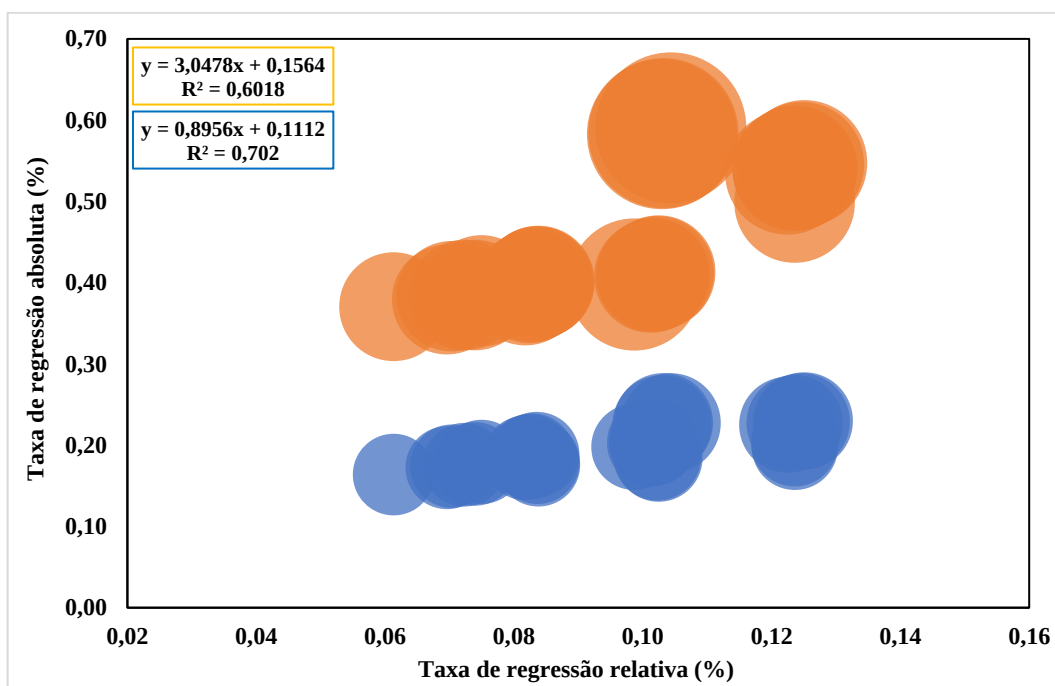
Figura 72 – Representação da absorção por capilaridade através de diagramas em 72 horas.



Fonte: Autor, (2022).

Para compreender veracidade dos resultados, foi realizada uma análise referente a técnica de regressão linear (Figura 73), onde trata-se da correlação entre a dispersão dos dados entre a absortividade e a sucção capilar de todas as misturas.

Figura 73 – Análise de regressão linear definida pelo conjunto de dados de absorção por capilaridade.



Fonte: Autor, (2022).

Os dados foram subdivididos em 2 conjuntos distintos, onde o primeiro contendo valores entre 0,40 e 0,70 foram mais significativos devido ao coeficiente de determinação ($R^2 = 0,702$) o que determina a qualidade dos dados. Os dados referentes ao segundo conjunto não foram tão expressivos, sendo representados pelo $R^2 = 0,6018$.

4.3.5 Absorção de água por imersão ($A\%$) e Índice de vazios ($I_{V\%}$)

O ensaio de absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica são critérios para analisar o comportamento superficial e microestrutural dos compósitos cimentícios. Os valores médios correspondentes a essas variáveis podem ser vistos no (Quadro 23). De acordo com Li, Gao e Tianyang (2018), a absorção de água em compósitos argamassados variam entre 7% e 12%, ou seja,

estão coerentes com os resultados obtidos nesse estudo. Ainda sobre os autores, esses percentuais decorrem do teor de vazios preenchidos por ar na matriz cimentícia que, por sua vez, pode ser caracterizada no momento da homogeneização do material a base de cimento.

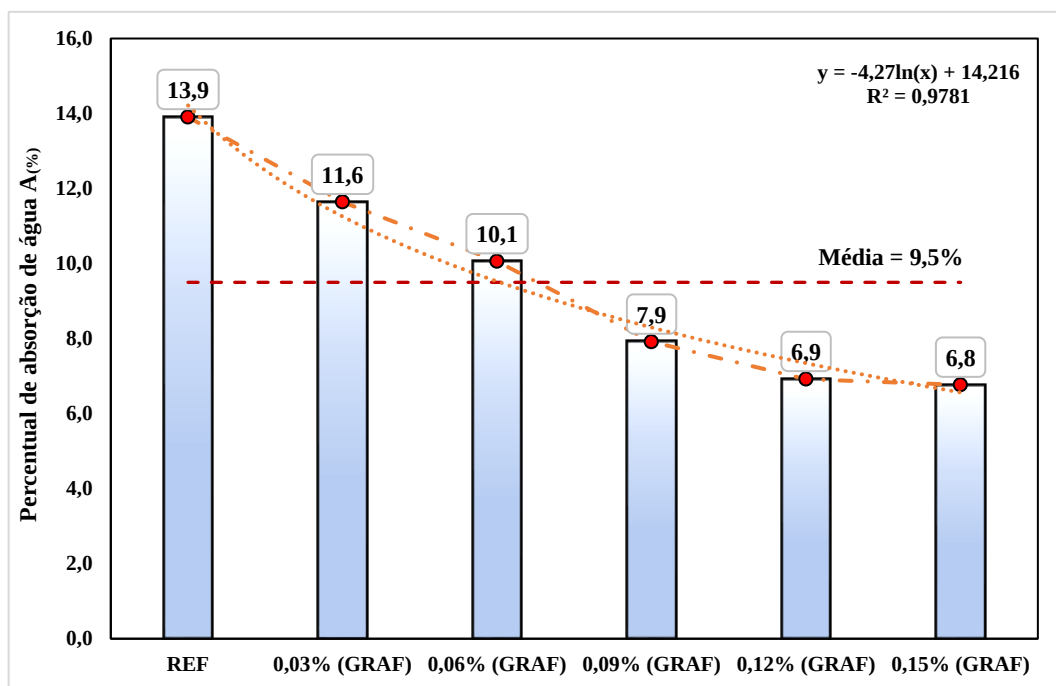
Quadro 23 – Valores de absorção de água, índice de vazios e massas específicas dos compósitos argamassados.

ANÁLISES	REF	0,03% GRAF	0,06% GRAF	0,09% GRAF	0,12% GRAF	0,15% GRAF
Nº de amostras	6	6	6	6	6	6
Absorção por imersão (%)	13,90 ± 1,76	11,64 ± 4,76	10,06 ± 2,98	7,92 ± 2,00	6,92 ± 1,87	6,77 ± 1,84
Índice de vazios (%)	0,271 ± 0,02	0,230 ± 0,08	0,209 ± 0,03	0,171 ± 0,05	0,154 ± 0,03	0,150 ± 0,03
Massa específica seca (kg/m ³)	1,955 ± 0,06	2,044 ± 0,18	2,093 ± 0,07	2,302 ± 0,04	2,240 ± 0,06	2,246 ± 0,08
Massa específica saturada (kg/m ³)	2,225 ± 0,04	2,274 ± 0,11	2,302 ± 0,04	2,374 ± 0,08	2,394 ± 0,03	2,397 ± 0,06
Massa específica real (kg/m ³)	2,681 ± 0,03	2,659 ± 0,07	2,648 ± 0,03	2,657 ± 0,04	2,649 ± 0,04	2,645 ± 0,07

Fonte: Autor, (2022).

Diante dos resultados, percebe-se que as características dos compósitos cimentícios quando analisadas em relação à permeabilidade, são influenciadas com a utilização de diferentes percentuais de nanopartículas de grafeno puro em sua composição matricial. Este fator pode ser notado através da diminuição da taxa de absorção de água por imersão, como pode ser visto na (Figura 74).

Figura 74 – Taxa de absorção de água por imersão presentes nos compósitos argamassados.



Fonte: Autor, (2022).

Para melhor contextualizar esse ponto, os compósitos argamassados contendo teores de 0,15% de (GRAF) tiveram taxa de absorção de água 51% inferior quando comparados com as misturas de (REF). Segundo Meng e Khayat (2018), a absorção de água por imersão em compósitos cimentícios contendo nanomateriais a base de carbono, é diminuída devido a quantidade de finos que podem migrar para a região superficial das paredes do corpo-de-prova formando uma película mais espessa de materiais pulverulentos, os chamados *filler*.

Essa película é caracterizada pelas vibrações mecânicas através do adensamento, denominada como “efeito parede”. Segundo Baomin e Shuang (2019), o percentual de materiais pulverulentos contidos nas frações das micropartículas de grafeno puro e do cimento Portland, pode melhorar a estrutura interna quanto aos poros, pois podem preencher os interstícios e proporcionar uma melhor coesão entre a zona de interação pasta/agregado.

O processo de execução dos materiais argamassados, bem como o adensamento podem diminuir o índice de vazios, tanto que para os compósitos de (REF), a variação foi de 2% comparados com as misturas contendo 0,15% de (GRAF). Segundo Wang e Pang (2019), a absorção de água elevada resulta em um material hidratado com matriz mais porosa preenchida de ar e de água, resultando no processo

de retração que podem causar microfissuras e a diminuição das propriedades mecânicas no material.

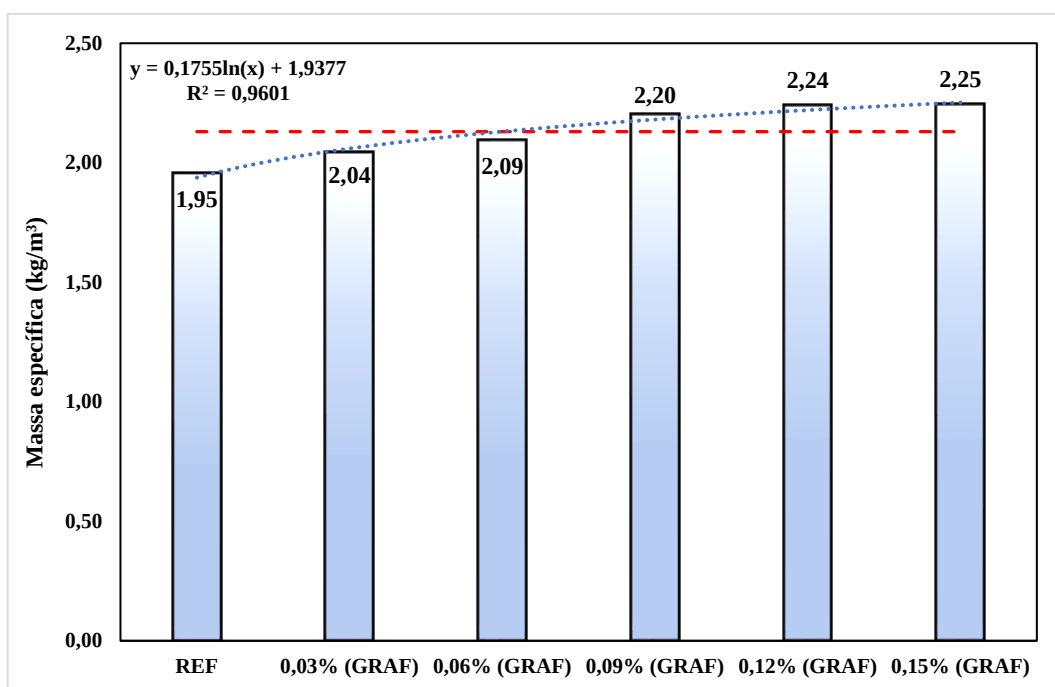
É importante observar que a diminuição da absorção capilar ocorreu em função do aumento dos teores de nanopartículas de grafeno puro. Ao observar a (Figura 74), nota-se que o coeficiente de determinação foi de ($R^2 = 0,978$), ou seja, os dados são estatisticamente diferentes e são coerentes aos fatores determinantes que configuram a distribuição normal dos dados em análise. De acordo com Cui *et al.*, (2017) compósitos a base de cimento que apresentam absorção de água menor que 10%, possuem boa qualidade para serem aplicados locais internos, onde o contato com a água ou qualquer outro solvente não seja constante.

De acordo com Tong *et al.*, (2016) a natureza hidrofílica dos compósitos cimentícios leva à formação de ligações de hidrogênio entre as moléculas de água composta pela ligação (O – H). Com a utilização de teores de grafeno puro, o percentual de grupos funcionais formados pela correlação interatômica entre o oxigênio e o hidrogênio são reduzidos, e o preenchimento dos vazios superficiais propicia uma absorção de água inferior.

Segundo Sinclair, Suter e Coveney, (2018) o teor de 0,2% de nanopartículas de grafeno puro incide na diminuição de 1,5% de água absorvida. Os autores afirmam que, quanto maior forem os teores de grafeno, maior será a absorção de água. De acordo com Matalkah e Soroushian, (2020), as forças interplanares podem ser reduzidas devido à presença de grupos funcionais, e o grafeno por ter um carácter hidrofílico, pode ser dispersado da matriz cimentícia.

4.3.6 Densidade de massa

Levando em consideração os parâmetros estabelecidos pela NBR 9778 (ABNT, 2009), foi possível determinar uma das variáveis mais importantes, no que diz respeito ao comportamento físico de um composto cimentício. A massa específica foi utilizada como parâmetro comparativo frente as amostras com adição de 0,15% de (GRAF) e as misturas de (REF). Os resultados estão expressos na (Figura 75).

Figura 75 – Massa específica da amostra seca em (kg/m³).

Fonte: Autor, (2022).

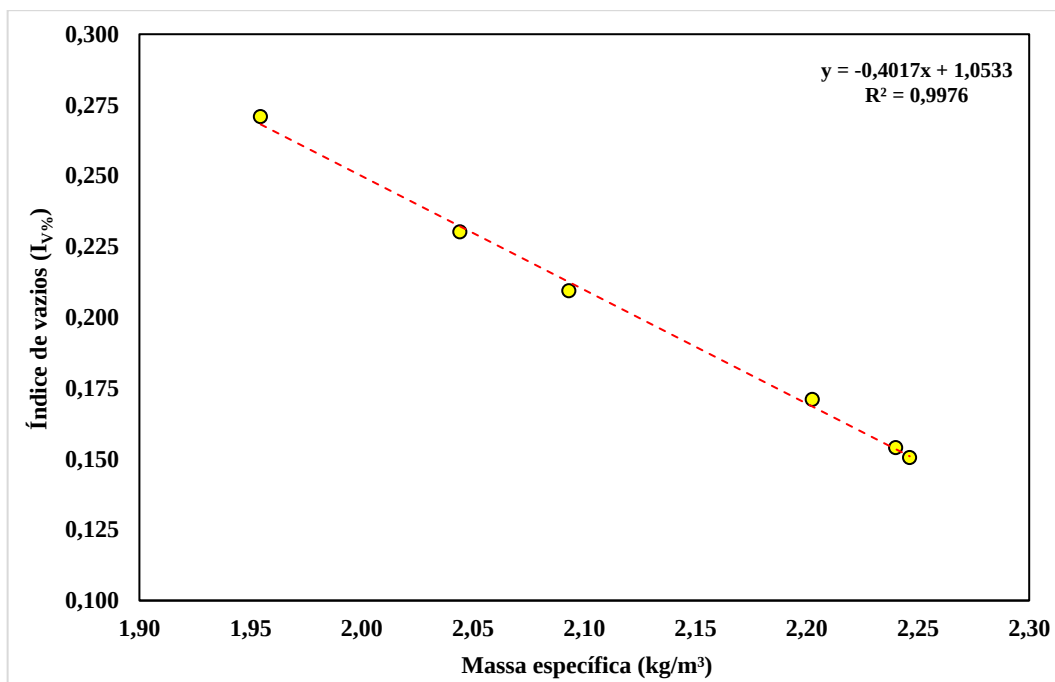
Diante dos resultados, é notório que as amostras de (REF) tiveram um valor médio de massa específica de 1,95 kg/m³, ou seja, 13% menor quando comparadas com as misturas contendo 0,15% de (GRAF). Esses resultados corroboraram com os estudos realizados por Ho *et al.*, (2020), onde observaram que os compósitos a base de cimento sem adições químicas, apresentam massa específica de, aproximadamente, 1,87 kg/m³.

No que diz respeito aos compósitos cimentícios com teores de 0,15% de (GRAF), nota-se que os mesmos obtiveram resultados médios satisfatórios de 2,25 kg/m³, bem próximo aos resultados dos compósitos com 0,12% de (GRAF). Esses resultados são evidenciados através das pesquisas realizadas por Zhao *et al.*, (2020), onde evidenciaram que percentuais “ótimos” de grafeno puro, na composição matricial de compósitos cimentícios, melhoram significativamente as propriedades físicas do material, bem como a massa específica.

As massas específicas apresentaram variações devido as propriedades e das características físicas dos compósitos cimentícios. Segundo Kaleta e Grzeszczyk (2015), esse comportamento pode ser caracterizado pela perda de água decorrente do processo de hidratação do aglomerante mediante ao tempo de cura e ao processo de enrijecimento.

Os resultados obtidos frente ao ensaio de índice de vazios ($I_v\%$) evidencia que materiais a base de cimento com massas específicas menores, apresentam índice de vazios maiores e, conseqüentemente, o aumento da absorção de água por imersão, sendo os resultados evidenciados através dos estudos de regressão linear de primeira ordem (Figura 76).

Figura 76 – Índice de vazios x Massa específica das amostras seca.



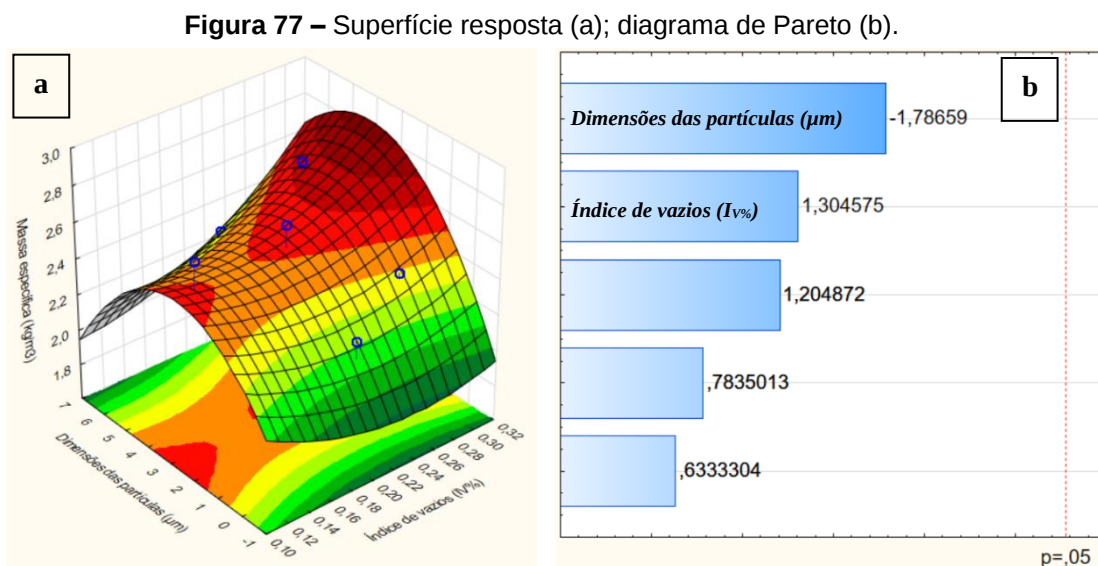
Fonte: Autor, (2022).

Ao avaliar a correlação entre o percentual do índice de vazios e a massa específica seca, nota-se que os dados possuem pouca variabilidade e são diretamente proporcionais, tendo um coeficiente de determinação ($R^2 = 0,998$). Nesse cenário, é sabido que o aumento do índice de vazios em compósitos cimentícios, bem como menores massas específicas, acarretam na perda de resistência mecânica do material que, para esse estudo, não foi tão evidente, uma vez que, a adição de 0,06% de (GRAF) resultaram em maiores resistências à compressão axial e de tração na flexão por ser um teor “ótimo”.

Levando em consideração a correlação entre a absorção por imersão, índice de vazios e massa específica seca, sabe-se que a permeabilidade é um dos fatores cruciais no que tange a durabilidade em compósitos cimentícios, frente as ações

deletérias dos agentes agressivos como dióxido de carbono (CO_2) e íons cloreto, variáveis estas não avaliadas nesse estudo.

Para melhor compreender a veracidade dos dados obtidos, os resultados da massa específica foram analisados frente a correlação das variáveis independentes, significativas a 5%, ou seja, o tamanho dos grãos e o índice de vazios influenciaram diretamente nos resultados. Para desenvolver a análise estatística através do gráfico de superfície e pelo diagrama de Pareto, faz-se necessário determinar o planejamento experimental através da projeção fatorial $2^n + 1$ constituído por uma matriz $2/1/10$, caracterizado por 2 fatores, 1 bloco, 10 experimentos e valores residuais de 0,023. A codificação é definida pelos limites inferiores, superiores e pontos axiais, como pode ser visto na (Figura 77).



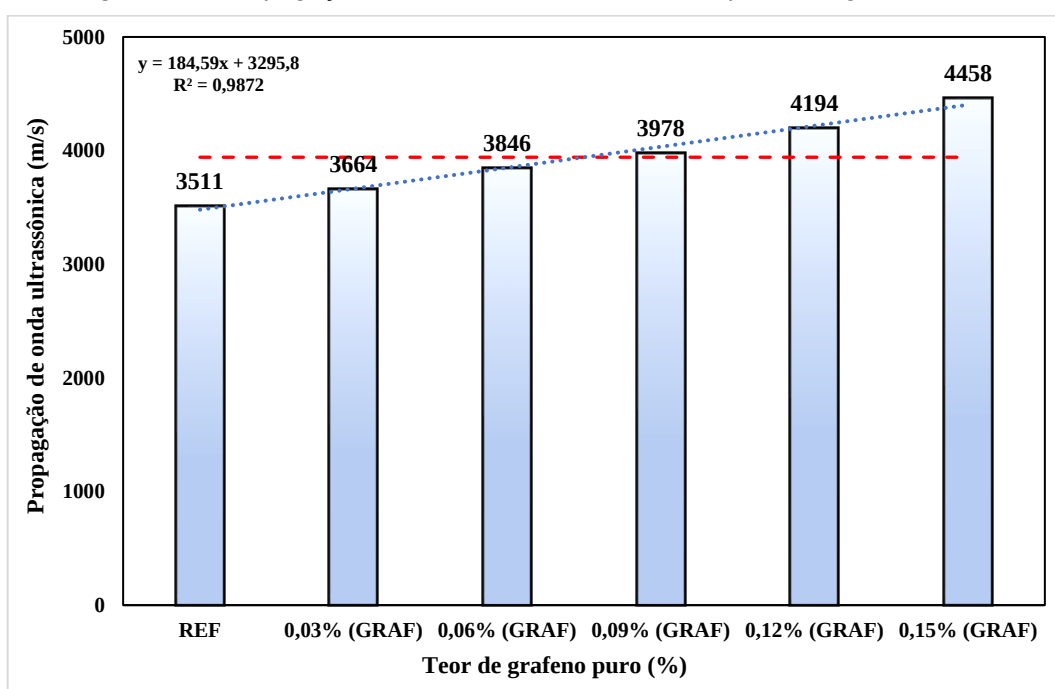
Fonte: Autor, (2022).

Diante dos resultados apresentados na (Figura 77 (a)), observa-se que a variável dependente determinada pela massa específica seca, é influenciada diretamente pelas dimensões das partículas e pelo índice de vazios, denominados como variáveis independentes. Partículas com $3\mu\text{m}$, conferem valores de massa específica maiores evidenciando que os vazios presentes na matriz do composto cimentício (argamassa) são preenchidos, possibilitando um melhor comportamento físico-mecânico. Entretanto, levando em consideração o diagrama de Pareto (Figura 77 (b)), os valores obtidos não são significativos a uma margem de 5%.

4.3.7 Propagação de onda ultrassônica e Módulo de elasticidade

Com a finalidade de compreender o comportamento físico dos compósitos argamassados de (REF) e com teores de 0,03%, 0,06%, 0,09%, 0,12% e 0,15% de nanopartículas de grafeno puro, foi realizada algumas análises através do ensaio de propagação de onda ultrassônica, dos quais os resultados estão expressos na (Figura 78).

Figura 78 – Propagação de onda ultrassônica nos compósitos argamassados.



Fonte: Autor, (2022).

De acordo com Imperiale e Demaldent (2019), a ultrassonografia tem o objetivo de compreender e qualificar os compósitos cimentícios quanto a variabilidade dos vazios e/ou interstícios frente ao teor de ar presente na matriz cimentícia. Sabe-se, portanto, que quanto menor o tempo (μ s), maior será a velocidade para induzir a formação das ondas (m/s), indicando a qualidade interna do material. Além disso, os materiais com densidade aparente variando menor do que $1,40 \text{ g/cm}^3$ é constituído, principalmente, de vermiculita, perlita e argila expandida.

Diante dos resultados, é notório que os dados referentes aos compósitos cimentícios de (REF) possuem comportamentos inferiores quando comparados com as misturas contendo diferentes teores de grafeno puro, apresentando propagação de

onda ultrassônica média de, aproximadamente, 3511 m/s, ou seja, o comportamento matricial do material é classificado como “ótimo” conforme os parâmetros estabelecidos pela NBR 8802 (ABNT, 2019)

Ao analisar os compósitos cimentícios com teor de 0,15% de (GRAF), percebeu-se que as misturas tiveram melhorias significativas quando comparadas aos compósitos de (REF), apresentando 4458 m/s aos 28 dias de análise, ou seja, 21% maior. Os compósitos argamassados com 0,12% de nanopartículas de (GRAF) apresentaram aproximadamente, 4194 m/s, ou seja, 16% melhor velocidade de propagação de onda ultrassônica quando comparados com as misturas de (REF).

É importante observar que a ampliação da velocidade de onda ultrassônica ocorreu em função do aumento dos teores de nanopartículas de grafeno puro. Ao analisar a (Figura 78), observa-se que o coeficiente de determinação foi de ($R^2 = 0,987$), ou seja, os dados são estatisticamente diferentes mesmo apresentando um crescimento linear.

De acordo com Du e Pang (2018), a utilização de percentuais maiores do que 1% de (GRAF), pode ocasionar dispersão das partículas mais finas, dificultando o preenchimento dos vazios e, sobretudo, a ponte de aderência entre o aglomerante e o nanomaterial a base de grafeno na zona de transição matricial. Numa perspectiva micromecânica, a ausência de coesão impossibilita maiores velocidades de propagação de onda ultrassônica.

Segundo Miró *et al.*, (2021) o tempo de propagação da onda ultrassônica é diretamente proporcional às relações água/cimento, pois quanto maior a superfície específica do material, maior será o consumo de água. Nesse contexto, o aumento da compacidade formado pelo aglomerante e os agregados propicia um maior empacotamento das partículas que, por sua vez, aumenta a densidade de massa, devido, ao aumento do teor de material pulverulento e diminuição do teor de água.

Para fundamentar os dados obtidos na pesquisa, foram realizadas algumas análises correspondentes resultadas de propagação de onda ultrassônica. As amostras avaliadas passaram por um processo estatístico quantitativo (Quadro 24), onde percebeu-se que os compósitos de (REF) tiveram um desvio padrão médio de 139,60 e coeficiente de variação de 3,977 comparados as outras misturas.

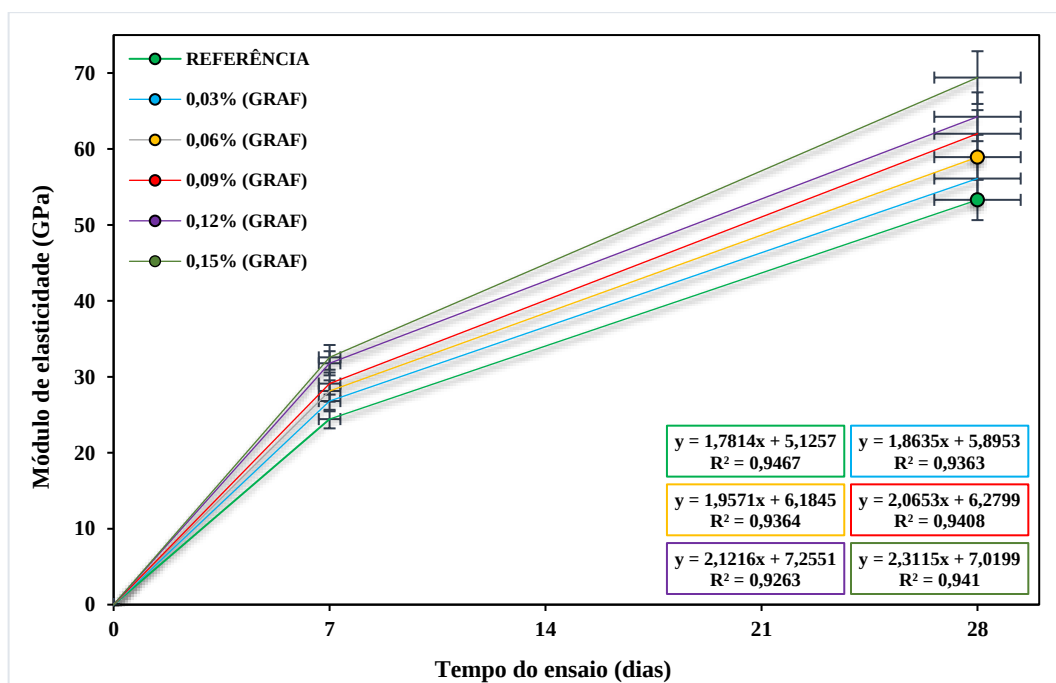
As misturas com teor de 0,15% de (GRAF) apresentaram um desvio padrão de 128,42 e coeficiente de variação de 2,880, ou seja, 8% e 28% menor comparados aos compósitos de (REF), respectivamente.

Quadro 24 – Análise estatística dos dados da resistência à compressão axial aos 28 dias de cura.

Dados	REF	0,03% GRAF	0,06% GRAF	0,09% GRAF	0,12% GRAF	0,15% GRAF
Nº de amostras	6	6	6	6	6	6
Média	3510,63	3663,98	3846,03	3977,88	4193,99	4458,37
Desvio-padrão (médio)	139,60	172,67	158,10	157,37	187,37	128,42
Desvio-padrão (amostral)	182,38	235,70	199,56	214,10	259,44	158,43
Desvio-padrão (populacional)	166,49	215,17	182,17	195,44	236,83	144,62
Coefficiente de variação (%)	3,977	4,713	4,111	3,956	4,468	2,880
Erro padrão	56,993	70,493	64,542	64,246	76,492	52,428
Intervalo de confiança de 95%	3510,63	3663,98	3846,03	3977,88	4193,99	4458,37
	3510,63	3663,98	3846,03	3977,88	4193,99	4458,37

Fonte: Autor, (2022).

Segundo Lin e Du (2020), o módulo de elasticidade ou módulo de Young é uma das propriedades mecânicas que permite analisar as deformações de um determinado material que, por sua vez, são determinadas através das tensões. Na (Figura 79 estão apresentados os resultados das misturas de referência e com diferentes teores de grafeno analisadas aos 7 e 28 dias. Nota-se que, à medida que o percentual de grafeno puro aumenta, o módulo de elasticidade também aumenta.

Figura 79 – Módulo de elasticidade nos compósitos argamassados.

Fonte: Autor, (2022).

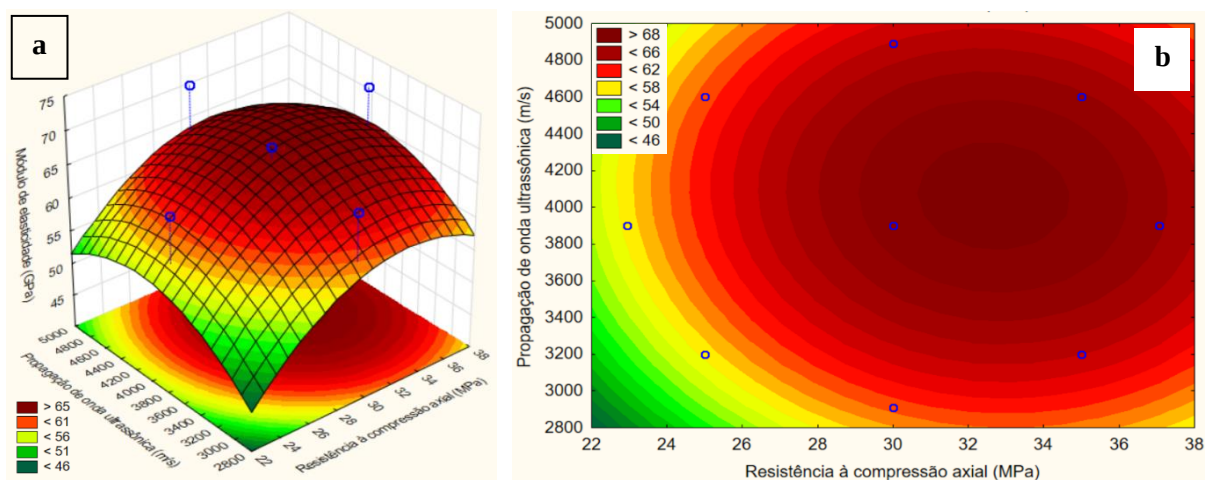
Ao analisar as misturas de referência, percebe-se que as mesmas apresentaram módulo de elasticidade (E_d) 25% e 23% menores comparadas com os compósitos contendo 0,15% de (GRAF) aos 7 dias e 28 dias, respectivamente. Os resultados corroboraram com os obtidos por Zhao *et al.*, (2020), onde analisaram a deformação dos materiais a base de cimento contendo 0,09% de grafeno puro em sua composição, correspondendo a um módulo de elasticidade de, aproximadamente, 41,12 GPa.

Levando em consideração as misturas contendo 0,06% de (GRAF) em função da massa do aglomerante (cimento), percebe-se que as mesmas possuem módulo elástico “ótimo”, no que diz respeito ao cisalhamento. Esta variação é atribuída ao grafeno puro, apresentando módulo elástico bastante elevado.

De acordo com os estudos realizados por Li *et al.*, (2021), quando o grafeno é uniformemente incorporado na argamassa a base de cimento, o módulo de elasticidade desempenha um efeito inibidor durante a deformação do material. Esse comportamento, dar-se-á pela a incorporação de grafeno puro, contribuindo para o preenchimento parcial dos microporos presentes na matriz do cimento hidratado e, por sua vez, a redução da deformação.

Segundo Ho *et al.*, (2020) em geral, a incorporação de materiais a base de carbono aumenta a rigidez, mas reduz a tenacidade dos compósitos cimentícios como pode ser visto no gráfico de superfície dinâmica na (Figura 80). É notório que, quanto maior o módulo de elasticidade, mais rígido torna-se o material, pois o mesmo é caracterizado pelas forças das ligações interatômicas.

Figura 80 – Superfície resposta tridimensional (a); bidimensional (b).



Fonte: Autor, (2022).

Por este motivo, nota-se que o aumento do módulo de elasticidade é evidenciado através dos elevados teores de grafeno puro, mas o efeito de empacotamento das micropartículas que forma uma microestrutura regular, faz com que a variação de tensão-deformação seja retardada devido ao aumento da temperatura exotérmica que aceleram o processo de hidratação do cimento.

Conforme os estudos realizados por Dalal e Dalal (2021), o grafeno passa por um processo de nucleação, ou seja, as partículas do cimento interagem com as micropartículas de grafeno puro, formando núcleos de reação de hidratação, possibilitando o aumento do módulo elástico.

Para melhor representar os dados obtidos a partir dos resultados do módulo de elasticidade dinâmico durante 30 dias, foi realizada uma análise estatística através do ANOVA (método do fator único). Percebe-se, portanto, que as misturas analisadas aos 7 dias, os resultados foram estatisticamente iguais conforme o valor- $P > 5\%$ (0,05).

Por outro lado, as amostras avaliadas aos 28 dias, possuem resultados estatisticamente diferentes conforme o valor- P representativo $< 5\%$ (0,05) e o $F > F_{\text{crítico}}$ como pode ser visto no (Quadro 25). Quando há este comportamento, verifica-se que os dados são significativos a um nível de confiança de 95%.

Quadro 25 – Análise de variância do módulo de elasticidade dinâmico aos 7 e 28 dias de cura.

Tempo de análise	Fonte de variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
7 dias	Entre grupos	38,9666	5	7,793378333	1,199477168	0,333214644	2,533554
28 dias		1183,283		236, 6476114	55,92073136	5,71892x10 ⁻¹⁶	2,477168

Fonte: Autor, (2022).

SQ: Soma dos quadrados;

gl: Grau de liberdade;

MQ: Média dos quadrados;

F: Teste F, valor calculado;

P: Nível de significância associado ao valor calculado F.

4.3.8 Índice de atividade pozolânica (IAP%) aos 28 dias de cura

Todas as amostras foram avaliadas conforme as diretrizes estabelecidas pela NBR 5752 (ABNT, 2014), com o objetivo de avaliar o índice de desempenho dos compósitos cimentícios quanto ao cimento Portland. No (Quadro 26), estão delineados os resultados correspondentes a resistência à compressão axial dos compósitos

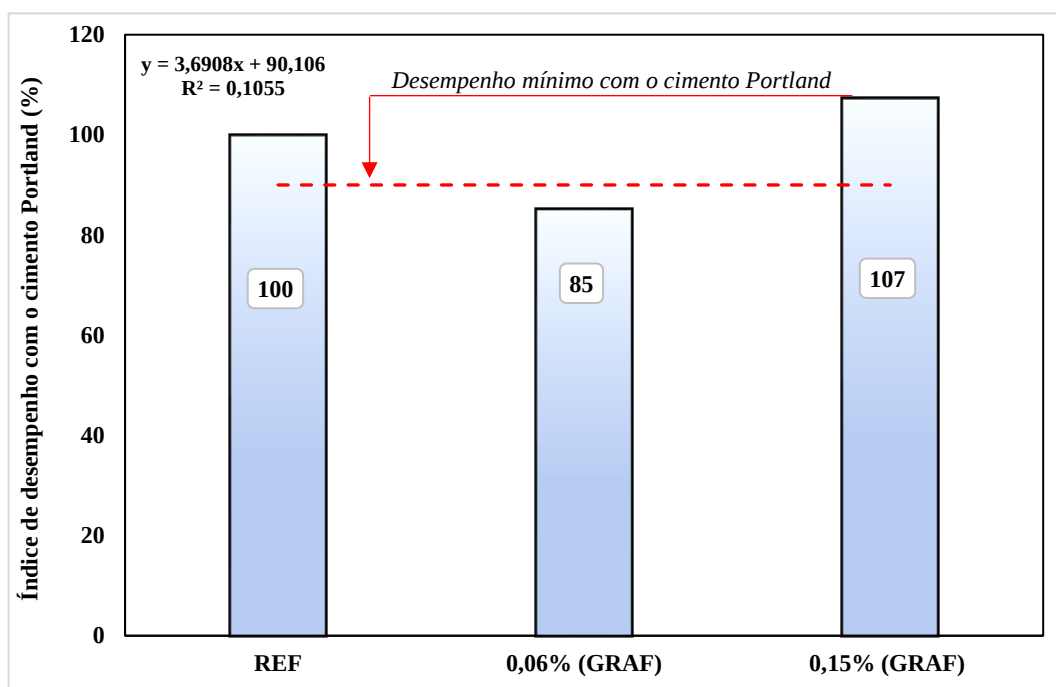
argamassados de referência e com diferentes teores de grafeno puro. As amostras de (REF) e com teores de 0,06% e 0,15% de nanopartículas de (GRAF), apresentaram compressão axial de 27,74 MPa, 32,60 MPa e 25,83 MPa, respectivamente.

Quadro 26 – Análise de variância do índice de atividade pozolânica.

Dados	REF	0,06% GRAF	0,15% GRAF
Nº de amostras	12	12	12
Média	27,74	32,60	25,83
Desvio-padrão (médio)	1,699	0,768	0,78
Desvio-padrão (amostral)	2,270	1,019	0,96
Desvio-padrão (populacional)	2,173	0,975	0,92
Coeficiente de variação (%)	6,125	2,354	3,01
Erro padrão	0,490	0,222	0,22
Intervalo de confiança de 95%	28,97	33,15	26,35
	26,51	32,05	25,31

Fonte: Autor, (2022).

A partir dos resultados, é possível observar na (Figura 81) que os compósitos cimentícios contendo 0,06% de (GRAF), apresentam 85% do índice de desempenho, sendo este considerado um resultado abaixo da referência mínima de 90% conforme estabelecida pela norma. Para as misturas contendo 0,15% de (GRAF) em sua composição matricial, os resultados foram mais satisfatórios indicando que esses compósitos argamassados possuem um melhor desempenho quanto ao índice de atividade pozolânica que foi superior a 100%. Todos os resultados corroboraram com os obtidos por Zhao *et al.*, (2020).

Figura 81 – Índice de desempenho dos compósitos argamassados relacionados ao cimento Portland.

Fonte: Autor, (2022).

4.4 Efeito da sustentabilidade, saúde e segurança frente aos compósitos cimentícios a base de grafeno

A utilização de nanomateriais a base de carbono como o grafeno, pode melhorar as propriedades físicas, mecânicas e mineralógicas dos compósitos cimentícios, bem como promover a funcionalidade inteligente dos materiais. Estudos referentes a sustentabilidade, saúde e segurança frente a utilização dos materiais a base de grafeno ainda são limitados. Uma avaliação do ciclo de vida frente ao impacto ambiental dos compósitos cimentícios com diferentes percentuais de grafeno puro, foi realizada recentemente por Papanikolaou, Arena e Al-Tabbaa (2019).

Os pesquisadores relataram que a produção de 1 kg de grafeno corresponde a produção de 0,17 kg dióxido de carbono (CO₂). Esse resultado foi inferior quando comparado com a fabricação do aglomerante, pois a produção de 1 kg de cimento Portland corresponde a 0,86 kg (CO₂). Os resultados indicaram que a utilização do grafeno puro não causa tanto impacto ambiental e, além disso, pode ser utilizado como um aditivo químico nano-reforçado para minimizar a emissão de gases na atmosfera durante a produção do cimento Portland.

Papanikolaou, Al-Tabbaa e Goisis (2019), revelaram que os nanomateriais podem ter um efeito negativo quanto a saúde humana forem inalados ou ingeridos, pois o mesmo possui um grande percentual de materiais pulverulentos. No processo de construção e demolição de algum empreendimento, utilizando materiais cimentícios a base de grafeno, a presença de nanopartículas pode ser mais efetiva quanto ao contato com o ser humano. As nanopartículas de grafeno possuem um processo difícil para a remoção do corpo humano e podem ter efeitos negativos nos pulmões e no sistema cardiovascular.

Pesquisas futuras quanto a toxicologia dos nanomateriais, principalmente a base de carbono, são necessárias para investigar os efeitos das partículas de grafeno na saúde humana, levando em consideração abordagens e procedimentos cautelosos para controlar os potenciais riscos.

A seguir, pode-se observar um resumo contemplando os resultados gerais das análises físico-mecânicas dos compósitos argamassados, onde os mesmos estão apresentados no (Quadro 27). Os resultados contendo setas verde indicam valores que demonstram os impactos positivos sobre as argamassas produzidas e as setas vermelhas apresentam impactos negativos, devido a utilização de diferentes teores de grafeno multicamadas na matriz cimentícia.

Quadro 27 – Tendência comparativa dos resultados físicos e mecânicos.

Ensaio realizado	0,03%*	0,06%*	0,09%*	0,12%*	0,15%*
Índice de consistência (flowtable)	↑	↑	↑	↑	↑
Resistência à compressão axial (MPa)	↑	↑	↓	↓	↓
Resistência à tração na flexão (MPa)	↑	↑	↓	↓	↓
Absorção de água por capilaridade (g/cm ²)	↑	↑	↓	↓	↓
Absorção de água por imersão (A%)	↑	↑	↓	↓	↓
Índice de vazios (Iv%)	↑	↑	↓	↓	↓
Densidade de massa (g/cm ³)	↓	↓	↑	↑	↑
Propagação de onda ultrassônica (m/s)	↓	↓	↑	↑	↑
Módulo de elasticidade (GPa)	↓	↓	↑	↑	↑
Índice de atividade pozolânica (IAP%)	↓	↓	↓	↑	↑

* Variação percentual dos teores de grafeno puro em relação a massa do aglomerante.

Fonte: Autor, (2022).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nanomateriais são compostos que possuem propriedades específicas que podem melhorar o desempenho dos materiais a base de cimento aplicados a indústria da construção civil. Nesta dissertação, diferentes teores de grafeno foi incorporado na matriz cimentícia dos compósitos argamassados, com a finalidade de compreender os comportamentos físicos, químicos e mecânicos quanto a durabilidade do material. As principais conclusões obtidas diante deste estudo foram:

- Materiais com menores granulometrias podem auxiliar no processo de preenchimento dos vazios presentes na matriz cimentícia de um composto. Entretanto, teores altos de materiais pulverulentos podem acelerar o processo de hidratação e, conseqüentemente, propiciar microfissuras;
- As microfissuras podem se propagar devido as vibrações mecânicas decorrente de uma força atuante;
- Os compósitos argamassados foram analisados a partir do (DRX) para identificar as fases cristalográficas, onde percebeu-se que a formação da portlandita (CaOH_2), etringita (A_F) e silicato tricálcico (C_3S) são componentes que incidem no processo de hidratação do cimento Portland. Essas fases espectrais são evidenciadas em $2\theta = 29,5^\circ$;
- A adição de nanopartículas de grafeno incide no aumento da formação de géis de silicato de cálcio hidratado ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$);
- Maiores superfícies específicas detêm de um maior consumo de água que, por sua vez, aumenta a temperatura exotérmica que não são benéficas para os compósitos cimentícios, pois acelera o processo de retração do material;
- Elementos químicos como óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de cálcio (CaO) e óxido de ferro (Fe_2O_3) apresentam 71,94%, 64,82% e 27,65% em massa presentes nos materiais base de cimento;
- A partir do (MEV) foi possível detectar que as misturas de referência possuem cristais de ($\text{C}-\text{S}-\text{H}$) bem definidos, além de conter “florestas” de etringita; observou-se também a formação de microfissuras devido ao processo de hidratação e temperatura exotérmica;
- A utilização de 0,06% de grafeno na matriz do composto cimentício possibilitou uma estrutura interna mais densa e com vazios menos visíveis a uma distância

de trabalho de 15,96 mm, além de apresentar a formação de carbonato de cálcio (CaCO_3). Esse comportamento pode melhorar a estrutura interna do material promovendo melhores resultados mecânicos;

- Para as misturas contendo 0,09% de grafeno, observou-se que o processo de hidratação ocorreu de forma mais rápida, pois é visível a formação de etringita, flocos de ligações carbono-hidrogênio ($\text{C} - \text{H}$) e portlandita $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bem definida;
- Diante do ensaio do (MEV) com análise de energia dispersiva foi possível detectar que em todas as misturas, a presença de carbono era diretamente proporcional ao aumento do teor de nanopartículas de grafeno;
- A utilização de maiores teores de grafeno na matriz cimentícia incide na aglomeração ou dispersão do nanomaterial, mas a presença dos hidratos contidos no cimento Portland, reage com as micropartículas tornando-as mais enrugadas, o que minimiza o processo de microfissuração por um evento chamado interbloqueio, formado por ligações fortes ($\text{C} = \text{C}$);
- Quanto ao ensaio de (FTIR) percebeu-se que todos os compósitos cimentícios tiveram comportamentos semelhantes quanto a banda de absorção vibracional, pois apresentaram a formação de grupos funcionais como ($\text{Si} - \text{O}$). O grafeno puro não foi detectado, devido ao processo de decomposição para formar dióxido de carbono (CO_2) e ligações carbono oxigênio ($\text{C} - \text{O}$);
- Notou-se que as ligações de hidrogênio dificultam a formação da portlandita pertencente ao grupo funcional dos silicatos. Esse comportamento dar-se-á através da formação de géis de ($\text{C}-\text{S}-\text{H}$) coordenados pelos grupos funcionais de ($\text{Si} - \text{O}$) e calcita (CO_3)⁻²;
- Maiores teores de nanopartículas de grafeno podem aumentar o teor de monocálcico, dos quais bloqueiam os poros do material em processo de hidratação, o que resulta na perda de resistência a compressão axial e a tração na flexão;
- A decomposição dos hidratos formados pelos grupos: ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$), ($\text{C} - \text{H}$) e $\text{Ca}(\text{OH})_3$, são decompostos em 3 (três) faixas de temperaturas: a primeira (150 °C a 200 °C), pela evaporação da água adsorvida, ($\text{C} - \text{S} - \text{H}$) e etringita; a segunda (430 °C a 520 °C), decorre da decomposição da portlandita; a terceira (700 °C e 800 °C), pela decomposição do carbonato de cálcio;

- A decomposição térmica do silicato de cálcio hidratado ($C - S - H$), pode ser dividida em duas principais etapas: perda de água constituinte entre as camadas a 400 °C e, perda de (AQC) no intervalo de 500 °C e 1000 °C causando a quebra das cadeias formadas por silicatos e, conseqüentemente cristalização do ($C - S - H$) em silicato dicálcico (C_2S);
- Todos os compósitos cimentícios tiveram espalhamento semelhante variando entre 141 mm e 160 mm, devido a relação (a/c) utilizada de 0,48;
- Dentre as análises realizadas, observou-se que as misturas contendo 0,06% de nanopartículas de grafeno proporcionaram um aumento a resistência à compressão aos 28 dias de, aproximadamente, 15% quando comparados as misturas de (REF), sendo este considerado um valor “ótimo”;
- No que diz respeito as argamassas com teores de 0,06% de grafeno, observou-se um bom comportamento aos 7 e 28 dias de análise, onde apresentaram resistência a tração na flexão de 4,37 MPa e 7,51 MPa, respectivamente, sendo estas, 18% e 28% maior quando comparada aos compósitos de referência;
- Misturas que possuem teores acima de 0,06%, resultam numa maior dispersão das partículas e, sobretudo, no reempilhamento das camadas/ folhas do nanomaterial, os tornando mais espessos. Essa configuração potencializa o atrito interfacial, diminui as ligações moleculares através da fricção e, além disso, diminui a resistência à tração na flexão;
- As misturas de referência apresentaram uma absorção de água por capilaridade maior quando comparados com as outras misturas contendo teores de grafeno puro. Os resultados mostraram que em 72 h, aproximadamente 1,05 g/cm² de água foi absorvida, ou seja, 33% maior quando comparadas com as misturas com 0,15% de grafeno;
- Os compósitos cimentícios contendo 0,15% de grafeno apresentaram 6,8% de absorção de água por imersão, ou seja, 51% inferior quando comparados com as misturas de referência. Esse comportamento dar-se-á devido o “efeito parede” causado pelas micropartículas que se dispersam em direção a região externa do corpo-de-prova, formando uma película superficial mais espessa e mais firme a migração de fluidos ou agentes agressivos;
- Foi possível observar que, quanto maior o índice de vazios, menor a densidade de massa. Para tanto, os compósitos cimentícios com teores de 0,15% de

(GRAF), obtiveram resultados médios satisfatórios de $2,25 \text{ kg/m}^3$, bem próximo aos resultados dos compósitos com 0,12% de grafeno. Estes foram melhores frente aos resultados de referência;

Os resultados deste estudo visam uma capacidade promissora na utilização do grafeno puro fabricado industrialmente através do método de esfoliação mecânica, bem como utilizá-lo como uma adição química em compósitos cimentícios. Desta forma, as características físicas, químicas e mecânicas do nanomaterial pode melhorar as propriedades dos materiais da indústria da construção civil, levando em consideração a durabilidade e funcionalidade.

5.1 Sugestões para pesquisas futuras

- Analisar o comportamento do grafeno puro com diferentes tamanhos de partículas para compreender o processo de dispersão;
- Utilizar nanopartículas de grafeno em materiais cimentícios como o concreto armado no aspecto da durabilidade;
- Avaliar o comportamento físico-mecânico dos compósitos contendo teores de grafeno em idades mais avançadas de hidratação;
- Realizar uma análise comparativa comportamental dos compósitos cimentícios com diferentes relações água/cimento (a/c) e com maiores teores de grafeno;
- Avaliar e determinar a capacidade pozolânica do material utilizando o método Chapelle modificado;
- Estudar o comportamento das matrizes cimentícias contendo diferentes teores de grafeno, frente aos ataques de agentes agressivos como íons cloreto, dióxido de carbono e reações álcalis-agregado (RAA);
- Realizar um estudo comparativo utilizando nanopartículas de grafeno e outras adições químicas como metacaulim e sílica ativa;
- Analisar o comportamento dos compósitos cimentícios utilizando técnicas microestruturais como Espectroscopia no UV-Vis-NIR, Espectroscopia Raman e Espectroscopia de força atômica;
- Analisar o comportamento do material quanto ao ensaio de tomografia ultrassônica;

- Avaliar o comportamento do nanomaterial dopado com outras soluções ou composições químicas, aprofundando no aspecto de saúde humana e sustentabilidade;
- Avaliar e quantificar os efeitos físicos e químicos, levando em consideração sua representatividade ao ser aplicado;
- Realizar um estudo aprofundado quanto a análise de custo e viabilidade econômica da utilização do nanomaterial em larga escala comparado com os materiais amplamente utilizados na construção civil.

REFERÊNCIAS

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 14**: Cimento Portland – Análise química – Método de arbitragem para determinação de dióxido de silício, óxido férrico, óxido de alumínio, óxido de cálcio e óxido de magnésio. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR NM 15**: Cimento Portland – análise química – determinação de resíduo insolúvel/ trióxido de enxofre. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR NM 18**: Cimento Portland – análise química – determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR NM 20**: Cimento Portland – análise química – determinação de anídrico de carbono por gasometria. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR NM 23**: Cimento Portland – Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 1998.

_____. **NBR NM 43**: Cimento Portland – Determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2003.

_____. **NBR NM 46**: Agregados: Determinação do material fino que passa através da peneira 75 micrometros, por lavagem. Rio de Janeiro, 2003.

_____. **NBR NM 53**: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação de massa específica. Rio de Janeiro, 2003.

_____. **NBR NM 76**: Cimento Portland – Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Blaine). Rio de Janeiro, 1998.

_____. **NBR NM 248**: Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

_____. **NBR 5736:** Cimento Portland pozolânico. Rio de Janeiro, 2018.

_____. **NBR 5738:** Concreto –Procedimento para moldagem e cura dos corpos-de-prova. Rio de Janeiro, 2015.

_____. **NBR 5739:** Concreto – Ensaio de compressão em corpos de prova cilíndrico. Rio de Janeiro, 2018.

_____. **NBR 5752:** Materiais pozolânicos – Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, 2014.

_____. **NBR 6118:** Estruturas De Concreto Armado – Procedimento. Rio de Janeiro, 2014.

_____. **NBR 6457:** Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 6474:** Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2001.

_____. **NBR 7211:** Agregado para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 2009.

_____. **NBR 7215:** Cimento – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 2019.

_____. **NBR 7222:** Concreto e argamassa – Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndrico. Rio de Janeiro, 2011.

_____. **NBR 7251:** Agregado em estado solto – Determinação da massa unitária. Rio de Janeiro, 2008.

_____. **NBR 8802:** Concreto endurecido – Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2019.

_____. **NBR 9975**: Fresa de topo com haste cilíndrica. Rio de Janeiro, 2011.

_____. **NBR 9778**: Argamassa e concretos endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

_____. **NBR 9779**: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR 11582**: Cimento Portland – Determinação da expansibilidade Le Chatelier. Rio de Janeiro, 2018.

_____. **NBR 13275**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 13279**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.

_____. **NBR 15630**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2008.

_____. **NBR 16605**: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2017.

_____. **NBR 16607**: Cimento Portland – Determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro, 2017.

ABOUSNINA, R.; MANALO, A.; FERDOUS, W.; LOKUGE, W.; BENABED, B.; AL-JABRI, K. S. Characteristics, strength development and microstructure of cement mortar containing oil-contaminated sand. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 252, p. 119155, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119155>.

ABOLHASANI, A.; NAZARPOUR, H.; DEHESTANI, M. Effects of silicate impurities on fracture behavior and microstructure of calcium aluminate cement concrete. **Engineering Fracture Mechanics**, [S.L.], v. 242, p. 107446, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2020.107446>.

AGOSTINHO, L. B.; ALEXANDRE, C.P.; SILVA, E. F.; TOLEDO FILHO, R. D. Rheological study of Portland cement pastes modified with superabsorbent polymer and nanosilica. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 34, p. 102024, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.102024>.

ALBIAJAWI, M. I.; EMBONG, R.; MUTHUSAMY, K. An overview of the utilization and method for improving pozzolanic performance of agricultural and industrial wastes in concrete. **Materials Today: Proceedings**, [S.L.], v. 48, p. 778-783, 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2021.02.260>.

ALQAHTANI, F. K.; ABOTALEB, I. S.; HARB, S. L. Study of Green Lightweight Aggregates in Construction. **Sustainability**, [S.L.], v. 13, n. 3, p. 1395, 29 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/su13031395>.

AL-MANSOORI, T.; DULAIMI, A.; SHANBARA, H. K.; MUSA, S. S. Marshall Parameters of Hot Mix Asphalt with Variable Filler Types and Aggregate Gradations. **Iop Conference Series: Materials Science and Engineering**, [S.L.], v. 1090, n. 1, p. 012038, 1 mar. 2021. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899x/1090/1/012038>.

AN, S.; JOSHI, B; YARIN, A. L.; SWIHART, M. T.; YOON, S. S. Supersonic Cold Spraying for Energy and Environmental Applications: one :step scalable coating technology for advanced micro : and nanotextured materials. **Advanced Materials**, [S.L.], v. 32, n. 2, p. 1905028, 20 nov. 2019. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201905028>.

ANDRADE-NETO, J. S.; LATORRE, A. G.; KIRCHHEIM, A. P. Effects of sulfates on the hydration of Portland cement – A review. **Construction and Building Materials**,

[S.L.], v. 279, p. 122428, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122428>.

AMIN, M.; TAYEH, B. A.; AGWA, I. S. Investigating the mechanical and microstructure properties of fibre-reinforced lightweight concrete under elevated temperatures. **Case Studies in Construction Materials**, [S.L.], v. 13, n. 1, p. 00459, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00459>.

ASADI, I.; SHAFIGH, P.; HASHEMI, M.; AKHIANI, A. R.; MAGHFOURI, M.; SAJADI, B.; MAHYUDDIN, N.; ESFANDIARI, M.; TALEBI, H. R.; METSELAAR, H. S. C. Thermophysical properties of sustainable cement mortar containing oil palm boiler clinker (OPBC) as a fine aggregate. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 268, p. 121091, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121091>.

AZEVEDO, A.; MATOS, P.; MARVILA, M.; SAKATA, R.; SILVESTRO, L.; GLEIZE, P.; BRITO, J. Rheology, Hydration, and Microstructure of Portland Cement Pastes Produced with Ground Açaí Fibers. **Applied Sciences**, [S.L.], v. 11, n. 7, p. 3036, 29 mar. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/app11073036>.

ASFORA, V. K. **Fluorescência de Raios-X por dispersão de energia aplicada à caracterização de tijolos de sítios históricos de Pernambuco**. 105 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Ciências Nucleares, Departamento de Energia Nuclear, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2010.

AUSILI, A.; SÁNCHEZ, M.; GÓMEZ-FERNÁNDEZ, J. C. Attenuated total reflectance infrared spectroscopy: a powerful method for the simultaneous study of structure and spatial orientation of lipids and membrane proteins. **Biomedical Spectroscopy and Imaging**, [S.L.], v. 4, n. 2, p. 159-170, 2015. IOS Press. <http://dx.doi.org/10.3233/bsi-150104>.

BADEA, C.; BEDE, A.; ARDELEAN, I. The effect of silica fume on early hydration of white Portland cement via fast field cycling-NMR relaxometry. **Aip Conference Proceedings**, [S.L.], p. 1, 2017. Author(s). <http://dx.doi.org/10.1063/1.5018283>.

BAOMIN, W.; SHUANG, D. Effect and mechanism of graphene nanoplatelets on hydration reaction, mechanical properties and microstructure of cement composites. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 228, p. 116720, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116720>.

BARBOZA-CHAVEZ, A. C.; GÓMEZ-ZAMORANO, L. Y.; ACEVEDO-DÁVILA, Jorge L. Synthesis and Characterization of a Hybrid Cement Based on Fly Ash, Metakaolin and Portland Cement Clinker. **Materials**, [S.L.], v. 13, n. 5, p. 1084, 29 fev. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma13051084>.

BATUECAS, E.; LIENDO, F.; TOMMASI, T.; BENSAID, S.; DEORSOLA, F.A.; FINO, D. Recycling CO₂ from flue gas for CaCO₃ nanoparticles production as cement filler: a life cycle assessment. **Journal of CO₂ Utilization**, [S.L.], v. 45, p. 101446, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcou.2021.101446>.

BENHELAL, E.; SHAMSAEI, E.; RASHID, M. I. Challenges against CO₂ abatement strategies in cement industry: a review. **Journal of Environmental Sciences**, [S.L.], v. 104, p. 84-101, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jes.2020.11.020>.

BENTZ, D. P.; SNYDER, K. A. Protected paste volume in concrete. Extension to internal curing using saturated lightweight fine aggregate. **Cement and Concrete Research** v(29), pag. 1863-1867, 1999.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. **Introdução à Difração de Raios-X em Cristais**. Universidade Federal do Ceará, pág. 1-20, setembro, 2000.

BORGES, A. L.; SOARES, S. M.; FREITAS, T. O. G.; OLIVEIRA JÚNIOR, A.; FERREIRA, E. B.; FERREIRA, F. G. F. Evaluation of the Pozzolanic Activity of Glass Powder in Three Maximum Grain Sizes. **Materials Research**, [S.L.], v. 24, n. 4, p. 1, 2021. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2020-0496>.

BRIKI, Y.; ZAJAC, M.; HABA, M. B.; SCRIVENER, K. Impact of limestone fineness on cement hydration at early age. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 147, p. 106515, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106515>.

BRIXI, N. K.; SAIL, L.; BEZZAR, A. Application of ascorbic acid as green corrosion inhibitor of reinforced steel in concrete pore solutions contaminated with chlorides. **Journal of Adhesion Science and Technology**, [S.L.], p. 1-24, 13 ago. 2021. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/01694243.2021.1962090>.

BRUNELLO, V.; CORTI, C.; SANSONETTI, A.; TEDESCHI, C.; RAMPAZZI, L. Non-invasive FTIR study of mortar model samples: comparison among innovative and traditional techniques. **The European Physical Journal Plus**, [S.L.], v. 134, n. 6, p. 1, jun. 2019. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1140/epjp/i2019-12667-1>.

CAI, R.; TIAN, Z.; YE, H.; HE, Z.; TANG, S. The role of metakaolin in pore structure evolution of Portland cement pastes revealed by an impedance approach. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 119, p. 103999, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103999>.

CAMBRAIA, L. V. **Cortes Cristalográficos em Grafeno Catalisado por Nanopartículas Termicamente Ativadas**. 80 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Física, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. Materials science and engineering: **an Introduction**, 7ª edição. New York: John Wiley & Sons, 2018.

CASCUDO, O. O controle da corrosão de armaduras em concreto: **inspeção e técnicas eletroquímicas**. 1ª ed. Goiânia: Editora UFG, 1997. 237p.

CENTURIONEL, S. L. **Influência das características das matérias-primas no processo de sinterização do clínquer Portland**. Dissertação de Mestrado – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, 1993.

CHEN, B.; KUZNIK, F.; HORGNIES, M.; JOHANNES, K.; MORIN, V.; GENGEMBRE, E. Physicochemical properties of ettringite/meta-ettringite for thermal energy storage: review. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, [S.L.], v. 193, p. 320-334, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.solmat.2018.12.013>.

CHEN, B.; HORGNIES, M.; HUET, B.; MORIN, V.; JOHANNES, K.; KUZNIK, F. Comparative kinetics study on carbonation of ettringite and meta-ettringite based materials. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 137, p. 106209, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106209>.

CHEN, G.; YANG, M.; XU, L.; ZHANG, Y.; WANG, Y. Graphene Nanoplatelets Impact on Concrete in Improving Freeze-Thaw Resistance. **Applied Sciences**, [S.L.], v. 9, n. 17, p. 3582, 1 set. 2019. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/app9173582>.

CHEN, Z. X.; CHU, S. H.; LEE, Y. S.; LEE, H. S. Coupling effect of γ -dicalcium silicate and slag on carbonation resistance of low carbon materials. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 262, p. 121385, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121385>.

CHEN, Y.; HAN, X.; HU, X.; LI, Q. Design of concrete fracture property by average aggregate size. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 122, p. 104105, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104105>.

CHEN, Z.; LEE, Y.; CHO, H.; LEE, H.; LIM, S. Improvement in Carbonation Resistance of Portland Cement Mortar Incorporating γ -Dicalcium Silicate. **Advances in Materials Science and Engineering**, [S.L.], v. 2019, p. 1-10, 5 ago. 2019. Hindawi Limited. <http://dx.doi.org/10.1155/2019/9856734>.

CHENG, S.; GE, K.; SUN, T.; SHUI, Z.; CHEN, X.; LU, J-X. Pozzolanic activity of mechanochemically and thermally activated coal-series kaolin in cement-based materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 299, p. 123972, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123972>.

CHENG, S.; SHUI, Z.; GAO, X.; YU, R.; SUN, T.; GUO, C.; HUANG, Y. Degradation mechanisms of Portland cement mortar under seawater attack and drying-wetting cycles. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 230, p. 116934, jan. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116934>.

CHO, B. H.; CHUNG, W.; NAM, B. H. Molecular Dynamics Simulation of Calcium-Silicate-Hydrate for Nano-Engineered Cement Composites – A Review. **Nanomaterials**, [S.L.], v. 10, n. 11, p. 2158, 29 out. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano10112158>.

CHU, D. C.; KLEIB, J.; AMAR, M.; BENZERZOUR, M.; ABRIAK, N-E. Determination of the degree of hydration of Portland cement using three different approaches: scanning electron microscopy (sem-bse) and thermogravimetric analysis (TGA). **Case Studies in Construction Materials**, [S.L.], v. 15, p. 00754, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00754>.

CLAVERIE, J.; WANG, Q.; KAMALI-BERNARD, S.; BERNARD, F. Assessment of the reactivity and hydration of Portland cement clinker phases from atomistic simulation: a critical review. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 154, p. 106711, abr. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106711>.

COSENTINO, I.; LIENDO, F.; ARDUINO, M.; RESTUCCIA, L.; BENSaid, S.; DEORSOLA, F.; FERRO, G. A. Nano CaCO_3 particles in cement mortars towards developing a circular economy in the cement industry. **Procedia Structural Integrity**, [S.L.], v. 26, p. 155-165, 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.prostr.2020.06.019>.

CRAIPEAU, T.; PERROT, A.; TOUSSAINT, F.; HUET, B.; LECOMPTE, T. Mortar pore pressure prediction during the first hours of cement hydration. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 119, p. 103998, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103998>.

GRUSZCZYŃSKI, M.; LENART, M. Durability of mortars modified with the addition of amorphous aluminum silicate and silica fume. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, [S.L.], v. 107, p. 102526, jun. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102526>.

CUESTA, A.; SANTACRUZ, I.; LATORRE, A. G.; DAPIAGGI, M.; ZEA-GARCIA, J. D.; ARANDA, M. A. G. Local structure and Ca/Si ratio in (C – S – H) gels from hydration

of blends of tricalcium silicate and silica fume. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 143, p. 106405, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106405>.

CUI, X.; SUN, S.; HAN, B.; YU, X.; OUYANG, J.; ZENG, S.; OU, J. Mechanical, thermal and electromagnetic properties of nanographite platelets modified cementitious composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S.L.], v. 93, p. 49-58, fev. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.11.017>.

DALAL, S. P.; DALAL, P. Experimental Investigation on Strength and Durability of Graphene Nanoengineered Concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 276, p. 122236, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122236>.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura Microscopia Eletrônica de Varredura**: aplicações e preparação de amostras. Porto Alegre: Editpucrs, 2007. 60 p.

DENER, M.; KARATAS, M.; MOHABBI, M. Sulfate resistance of alkali-activated slag/Portland cement mortar produced with lightweight pumice aggregate. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 304, p. 124671, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124671>.

DENG, H.; HE, Z. Interactions of sodium chloride solution and calcium silicate hydrate with different calcium to silicon ratios: a molecular dynamics study. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 268, p. 121067, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121067>.

DJERBI, A. Effect of recycled coarse aggregate on the new interfacial transition zone concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 190, p. 1023-1033, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.180>.

DONDI, G.; MAZZOTTA, F.; LANTIERI, C.; CUPPI, F.; VIGNALI, V.; SANGIOVANNI, C. Use of Steel Slag as an Alternative to Aggregate and Filler in Road

Pavements. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 2, p. 345, 12 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14020345>.

DONG, P.; ALLAHVERDI, A.; ANDREI, C. M.; BASSIM, N. D. Liquid cell transmission electron microscopy reveals ($C - S - H$) growth mechanism during Portland cement hydration. **Materials**, [S.L.], v. 22, p. 101387, maio 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mtl.2022.101387>.

DOND, G.; MAZZOTTA, F.; LANTIERI, C.; CUPPI, F.; VIGNALI, V.; SANGIOVANNI, C. Use of Steel Slag as an Alternative to Aggregate and Filler in Road Pavements. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 2, p. 345, 12 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14020345>.

DORN, T.; BLASK, O.; STEPHAN. Acceleration of cement hydration – A review of the working mechanisms, effects on setting time, and compressive strength development of accelerating admixtures. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 323, p. 126554, mar. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126554>.

DU, H.; PANG, S. D. Dispersion and stability of graphene nanoplatelet in water and its influence on cement composites. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 167, p. 403-413, abr. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.046>.

DU, H.; GAO, H. J.; PANG, S. D. Improvement in concrete resistance against water and chloride ingress by adding graphene nanoplatelet. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 83, p. 114-123, maio 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.02.005>.

DU, H.; PANG, S. D. Enhancement of barrier properties of cement mortar with graphene nanoplatelet. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 76, p. 10-19, out. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.007>.

DUNG, N.T.; HAY, R.; LESIMPLE, A.; CELIK, K.; UNLUER, C. Influence of CO₂ concentration on the performance of MgO cement mixes. **Cement and Concrete**

Composites, [S.L.], v. 115, p. 103826, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103826>.

FADA, R.; SHAHGHOLI, M.; KARIMIAN, M. Improving the mechanical properties of strontium nitrate doped dicalcium phosphate cement nanoparticles for bone repair application. **Ceramics International**, [S.L.], v. 47, n. 10, p. 14151-14159, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.002>.

FANG, G.; WANG, Q.; ZHANG, M. Micromechanical analysis of interfacial transition zone in alkali-activated fly ash-slag concrete. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 119, p. 103990, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103990>.

FENG, W.; DONG, Z.; JIN, Y.; CUI, H. Comparison on micromechanical properties of interfacial transition zone in concrete with iron ore tailings or crushed gravel as aggregate. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 319, p. 128737, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.128737>.

GAMAL, H. A.; EL-FEKY, M. S.; ALHARBI, Y. R.; ABADEL, A. A.; KOHAIL, M. Enhancement of the Concrete Durability with Hybrid Nano Materials. **Sustainability**, [S.L.], v. 13, n. 3, p. 1373, 28 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/su13031373>.

GAO, Y.; GU, Y.; MU, S.; JIANG, J.; LIU, J. The Multifractal Property of Heterogeneous Microstructure in Cement Paste. **Fractals**, [S.L.], v. 29, n. 02, p. 2140006, 16 fev. 2021. World Scientific Pub Co Pte Lt. <http://dx.doi.org/10.1142/s0218348x21400065>.

GARCIA-LODEIRO, I.; GORACCI, G.; DOLADO, J. S.; BLANCO-VARELA, M. T. Mineralogical and microstructural alterations in a portland cement paste after an accelerated decalcification process. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 140, p. 106312, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106312>.

GASTALDI, D.; BERTOLA, F.; IRICO, S.; PAUL, G.; CANONICO, F. Hydration behavior of cements with reduced clinker factor in mixture with sulfoaluminate binder. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 139, p. 106261, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106261>.

GENCEL, O.; KARADAG, O.; OREN, O. H.; BILIR, T. Steel slag and its applications in cement and concrete technology: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 283, p. 122783, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122783>.

GHAZIZADEH, S.; HANEIN, T.; PROVIS, J. L.; MATSCHEI, T. Estimation of standard molar entropy of cement hydrates and clinker minerals. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 136, p. 106188, out. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106188>.

GOPALAM, J.; GIRI, J. P.; PANDA, M. Effect of filler on bituminous base layer containing recycled concrete aggregates. **International Journal of Transportation Science and Technology**, [S.L.], v. 9, n. 3, p. 239-248, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijtst.2020.04.002>.

GU, Y.; MARTIN, R-P.; METALSSI, O. O.; FEN-CHONG, T.; DANGLA, P. Pore size analyses of cement paste exposed to external sulfate attack and delayed ettringite formation. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 123, p. 105766, set. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.05.011>.

GU, J.; UNJOH, S. Image processing methodology for detecting delaminations using infrared thermography in CFRP-jacketed concrete members by infrared thermography. **Composite Structures**, [S.L.], v. 270, p. 114040, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.114040>.

GUO, B.; XIONG, Y.; CHEN, W.; SASLOW, S. A.; KOZAI, N.; OHNUKI, T.; DABO, I.; SASAKI, K. Spectroscopic and first-principles investigations of iodine species incorporation into ettringite: implications for iodine migration in cement waste

forms. **Journal of Hazardous Materials**, [S.L.], v. 389, p. 121880, maio 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121880>.

GUO, Y.; ZHANG, T.; DU, J.; WANG, C.; WEI, J.; YU, Q. Evaluating the chloride diffusion coefficient of cement mortars based on the tortuosity of pore structurally-designed cement pastes. **Microporous and Mesoporous Materials**, [S.L.], v. 317, p. 111018, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.111018>.

HAMADA, H. M.; ALATTAR, A. A.; YAHAYA, F. M.; MUTHUSAMY, K.; TAYEH, B. A. Mechanical properties of semi-lightweight concrete containing nano-palm oil clinker powder. **Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C**, [S.L.], v. 121, p. 102977, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pce.2021.102977>.

HORSAKULTHAI, V. Effect of recycled concrete powder on strength, electrical resistivity, and water absorption of self-compacting mortars. **Case Studies in Construction Materials**, [S.L.], v. 15, p. 00725, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00725>.

HUO, J-H; PENG, Z-H; YANG, S-S. Novel cement slurry containing micro-encapsulated phase change materials: characterization, application and mechanism analysis. **International Journal of Energy Research**, [S.L.], v. 44, n. 6, p. 4235-4248, maio 2020. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/er.5095>.

HAY, R.; CELIK, K. Hydration, carbonation, strength development and corrosion resistance of reactive MgO cement-based composites. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 128, p. 105941, fev. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105941>.

HE, W.; LIAO, G. Effects of nano-C-S-H seed crystal on early-age hydration process of Portland cement. **Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures**, [S.L.], p. 1-8, 18 jun. 2021. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/1536383x.2021.1940969>.

HERNANDEZ, N.; LIZARAZO-MARRIAGA, J.; RIVAS, M. A. Petrographic characterization of Portlandite crystal sizes in cement pastes affected by different hydration environments. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 182, p. 541-549, set. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.142>.

HIRSCH, T.; LU, Z.; STEPHAN, D. Effect of different sulphate carriers on Portland cement hydration in the presence of triethanolamine. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 294, p. 123528, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123528>.

HO, V. D.; NG, C-T.; COGHLAN, C. J.; GOODWIN, A.; GUCKIN, C. M. C.; OZBAKKALOGLU, T.; LOSIC, D. Electrochemically produced graphene with ultra large particles enhances mechanical properties of Portland cement mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 234, p. 117403, fev. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117403>.

HOMORO, O.; MICHEL, M.; BARANGER, T.N. Pull-out response of glass yarn from ettringite matrix: effect of pre-impregnation and embedded length. **Composites Science and Technology**, [S.L.], v. 170, p. 174-182, jan. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2018.11.045>.

HOU, P.; MUZENDA, T. R.; LI, Q.; CHEN, H.; KAWASHIMA, S.; SUI, T.; YONG, H.; XIE, N.; CHENG, X. Mechanisms dominating thixotropy in limestone calcined clay cement (LC3). **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 140, p. 106316, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106316>.

HU, J.; LIU, P.; HUANG, Q.; QIAN, Z.; LUO, S. Research on interfacial zone failure of asphalt mixture mixed with recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 319, p. 126113, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126113>.

HU, X.; SHI, C.; LI, J.; WU, Z. Chloride migration in cement mortars with ultra-low water to binder ratio. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103974, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103974>.

IMPERIALE, A.; DEMALDENT, E. A macro-element strategy based upon spectral finite elements and mortar elements for transient wave propagation modeling. Application to ultrasonic testing of laminate composite materials. **International Journal for Numerical Methods in Engineering**, [S.L.], v. 119, n. 10, p. 964-990, 14 maio 2019. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/nme.6080>.

IONASHIRO, M. G. **Princípios básicos da termogravimetria e análise térmica diferencial/ calorimetria exploratória diferencial**. Giz Editorial, São Paulo, 2014.

JAFARI-SADEGHI, V.; GARCIA-PEREZ, A.; CANDELO, E.; COUTURIER, J. Exploring the impact of digital transformation on technology entrepreneurship and technological market expansion: the role of technology readiness, exploration and exploitation. **Journal of Business Research**, [S.L.], v. 124, p. 100-111, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jbusres.2020.11.020>.

JEBLI, M.; JAMIN, F.; PELISSOU, C.; LHOPITAL, E.; YOUSSEFI, M. S. Characterization of the expansion due to the delayed ettringite formation at the cement paste-aggregate interface. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 289, p. 122979, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122979>.

JIA, J-Y.; GU, X-L. Effects of coarse aggregate surface morphology on aggregate-mortar interface strength and mechanical properties of concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 294, p. 123515, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123515>.

JIAN, S.; GAO, W.; LV, Y.; TAN, H.; LI, X.; LI, B.; HUANG, W. Potential utilization of copper tailings in the preparation of low heat cement clinker. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 252, p. 119130, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119130>.

JIN, S.; ZHOU, J.; ZHAO, X.; SUN, L. Quantitative relationship between pore size distribution and compressive strength of cementitious materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 273, p. 121727, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121727>.

JING, G.; YE, Z.; LU, X.; HOU, P. Effect of graphene nanoplatelets on hydration behaviour of Portland cement by thermal analysis. **Advances in Cement Research**, [S.L.], v. 29, n. 2, p. 63-70, fev. 2017. Thomas Telford Ltd. <http://dx.doi.org/10.1680/jadcr.16.00087>.

JOHN, E.; MATSCHEI, T.; STEPHAN, D. Nucleation seeding with calcium silicate hydrate – A review. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 113, p. 74-85, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.07.003>.

JORDÁN, M.; JORDÁ, J.; PARDO, F.; MONTERO, M. Mineralogical Analysis of Historical Mortars by FTIR. **Materials**, [S.L.], v. 12, n. 1, p. 55, 24 dez. 2018. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma12010055>.

JUEYENDAH, S.; LEZGY-NAZARGAH, M.; ESKANDARI-NADDAF, H.; EMAMIAN, S. A. Predicting the mechanical properties of cement mortar using the support vector machine approach. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 291, p. 123396, jul. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123396>.

KAISH, A. B. M. A.; ODIMEGWU, T. C.; ZAKARIA, I.; ABOOD, M. M. Effects of different industrial waste materials as partial replacement of fine aggregate on strength and microstructure properties of concrete. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 35, p. 102092, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.102092>.

KALETA, A.; GRZESZCZYK, S. The Influence of Chosen Factors on the Rheological Properties of Cement Paste. **Procedia Engineering**, [S.L.], v. 108, p. 568-574, 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2015.06.179>.

KANG, X.; ZHU, X.; LIU, J.; SHU, X.; HUANG, Y.; QIAN, J. Dissolution and precipitation behaviours of graphene oxide / tricalcium silicate composites. **Composites Part B: Engineering**, [S.L.], v. 186, p. 107800, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.107800>.

KARA, I. B. Doğal ve kalsine pilekinin karakterizasyonu, puzolanik aktivitesi ve çimento harçlarının mekanik özelliklerine etkisi. [S.L.], p. 1, 26 jul. 2021. **Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University**. <http://dx.doi.org/10.17341/gazimmfd.903255>.

KAVAZ, E.; ARMOOSH, S.R.; PERİŞANOĞLU, U.; AHMADI, N.; OLTULU, M. Gamma ray shielding effectiveness of the Portland cement pastes doped with brass-copper: an experimental study. **Radiation Physics and Chemistry**, [S.L.], v. 166, p. 108526, jan. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.radphyschem.2019.108526>.

KE, G.; ZHANG, J.; LIU, Y.; XIE, S. Pore characteristics of calcium sulfoaluminate cement paste with impact of supplementary cementitious materials and water to binder ratio. **Powder Technology**, [S.L.], v. 387, p. 146-155, jul. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2021.04.027>.

KEWALRAMANI, M.; KHARTABIL, A. Porosity Evaluation of Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials for Durability Assessment through Volume of Permeable Voids and Water Immersion Conditions. **Buildings**, [S.L.], v. 11, n. 9, p. 378, 25 ago. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/buildings11090378>.

KHANDELWAL, S.; RHEE, K. Y. Evaluation of pozzolanic activity, heterogeneous nucleation, and microstructure of cement composites with modified bentonite clays. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 323, p. 126617, mar. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126617>.

KIPKEMBOI, B.; ZHAO, T.; MIYAZAWA, S.; SAKAI, E.; NITO, N.; HIRAO, H. Effect of C₃S content of clinker on properties of fly ash cement concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 240, p. 117840, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117840>.

KOGUT, K.; GÓRECKI, J.; BURMISTRZ, P. Opportunities for reducing mercury emissions in the cement industry. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 293, p. 126053, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126053>.

KRISHNAN, M.; MANIKANDAN, R.; THENMUHIL, D. Effect of heat treatment and zircon addition on the properties of low-cement castables based on recycled alumina grog. **Ceramics International**, [S.L.], v. 47, n. 3, p. 3430-3443, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.09.188>.

KRISHNYA, S.; YODA, Y.; ELAKNESWARAN, Y. A two-stage model for the prediction of mechanical properties of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 115, p. 103853, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103853>.

KROUR, H.; TRAUCHESSEC, R.; LECOMTE, A.; DILIBERTO, C.; BARNES-DAVIN, L.; BOLZE, B.; DELHAY, A. Incorporation rate of recycled aggregates in cement raw meals. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 248, p. 118217, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118217>.

KRUGER, P.; KOSSUTE, A. F.; CHINELATTO, A. S. A.; PEREIRA, E. Influência do teor de material pulverulento. **Cerâmica**, [S.L.], v. 66, n. 380, p. 507-515, dez. 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132020663802976>.

KRYSTEK, M.; PAKULSKI, D.; PATRONIAK, V.; GÓRSKI, M.; SZOJDA, L.; CIESIELSKI, A.; SAMORÌ, P. High-Performance Graphene-Based Cementitious Composites. **Advanced Science**, [S.L.], v. 6, n. 9, p. 1801195, 7 mar. 2019. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/advs.201801195>.

KUMAR, A.; WALDER, B. J.; MOHAMED, A. K.; HOFSTETTER, A.; SRINIVASAN, B.; ROSSINI, A. J.; SCRIVENER, K.; EMSLEY, L.; BOWEN, P. The Atomic-Level Structure of Cementitious Calcium Silicate Hydrate. **The Journal of Physical Chemistry C**, [S.L.], v. 121, n. 32, p. 17188-17196, 7 jul. 2017. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b02439>.

KUZIELOVÁ, E.; SLANÝ, M.; ŠEMLIČKA, M.; MÁŠILKO, J.; PALOU, M. Tchingnabé. Phase Composition of Silica Fume – Portland Cement Systems Formed under Hydrothermal Curing Evaluated by FTIR, XRD, and TGA. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 11, p. 2786, 24 maio 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14112786>.

LE, J.-L.; DU, H.; PANG, S. D. Use of 2D Graphene Nanoplatelets (GNP) in cement composites for structural health evaluation. **Composites Part B: Engineering**, [S.L.], v. 67, p. 555-563, dez. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.08.005>.

LEE, C.; WEI, X.; KYSAR, J. W.; HONE, J. Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. **Science**, [S.L.], v. 321, n. 5887, p. 385-388, 18 jul. 2008. American Association for the Advancement of Science (AAAS). <http://dx.doi.org/10.1126/science.1157996>.

LEI, J.; LAW, W. W.; YANG, E.-H. Effect of calcium hydroxide on the alkali-silica reaction of alkali-activated slag mortars activated by sodium hydroxide. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 272, p. 121868, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121868>.

LI, H.; DING, S.; ZHANG, L.; OUYANG, J.; HAN, B. Rheological behaviors of cement pastes with multi-layer graphene. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 269, p. 121327, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121327>.

LI, Y.; DONG, S.; AHMED, R.; ZHANG, L.; HAN, B. Improving the mechanical characteristics of well cement using botryoid hybrid nano-carbon materials with proper dispersion. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 270, p. 121464, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121464>.

LI, F.; LIU, L.; LIU, K.; ZHENG, A.; LIU, J. Investigation on waterproof mechanism and micro-structure of cement mortar incorporated with silicane. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 239, p. 117865, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117865>.

LI, L.; LIU, W.; YOU, Q.; CHEN, M.; ZENG, Q.; ZHOU, C.; ZHANG, M. Relationships between microstructure and transport properties in mortar containing recycled ceramic powder. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 263, p. 121384, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121384>.

LI, J.; ZHANG, W.; XU, K.; MONTEIRO, P. J. M. Fibrillar calcium silicate hydrate seeds from hydrated tricalcium silicate lower cement demand. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 137, p. 106195, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106195>.

LI, H.; WANG, Z.; SUN, R.; HUANG, F.; YI, Z.; YUAN, Z.; WEN, J.; LU, L.; YANG, Z. Effect of different lithological stone powders on properties of cementitious materials. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 289, p. 125820, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.125820>.

LI, K.; XU, L.; STROEVEN, P.; SHI, C. Water permeability of unsaturated cementitious materials: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 302, p. 124168, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124168>.

LI, M.; SHI, J. Review on micropore grade inorganic porous medium based form stable composite phase change materials: preparation, performance improvement and effects on the properties of cement mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 194, p. 287-310, jan. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.222>.

LI, P.; LI, W.; SUN, Z.; SHEN, L.; SHENG, D. Development of sustainable concrete incorporating seawater: a critical review on cement hydration, microstructure and mechanical strength. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 121, p. 104100, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104100>.

LI, P.; LI, W.; YU, T.; QU, F.; TAM, V. W. Y. Investigation on early-age hydration, mechanical properties and microstructure of seawater sea sand cement mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 249, p. 118776, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118776>.

LI, W.; QIN, J.; YI, Y. Carbonating MgO for treatment of manganese- and cadmium-contaminated soils. **Chemosphere**, [S.L.], v. 263, p. 128311, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.128311>.

LI, X.; PEDANO, M. S.; LI, S.; SUN, Z.; JEANNEAU, C.; ABOUT, I.; HAUBEN, E.; CHEN, Z.; VAN LANDUYT, K.; VAN MEERBEEK, B. Preclinical effectiveness of an experimental tricalcium silicate cement on pulpal repair. **Materials Science and Engineering: C**, [S.L.], v. 116, p. 111167, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2020.111167>.

LI, Z.; JIN, Z.; WANG, P.; ZHAO, T. Corrosion mechanism of reinforced bars inside concrete and relevant monitoring or detection apparatus: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 279, p. 122432, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122432>.

LI, J.; ZHANG, W.; MONTEIRO, P. J. M. Structure and Intrinsic Mechanical Properties of Nanocrystalline Calcium Silicate Hydrate. **Acs Sustainable Chemistry & Engineering**, [S.L.], v. 8, n. 33, p. 12453-12461, 28 jul. 2020. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c03230>.

LI, G.; ZHANG, L. W. Microstructure and phase transformation of graphene-cement composites under high temperature. **Composites Part B: Engineering**, [S.L.], v. 166, p. 86-94, jun. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.11.127>.

LI, J.; GAO, T.; LUO, J. Superlubricity of Graphite Induced by Multiple Transferred Graphene Nanoflakes. **Advanced Science**, [S.L.], v. 5, n. 3, p. 1700616, 3 jan. 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/advs.201700616>.

LIMA, A. M.; FARIA, G. S.; FLORES, J. O. H.; CRUZ, L. R. O.; PINHEIRO, W. A. **Avaliação do Tamanho de Cristalito em Óxido de Grafeno por Diferentes Técnicas**. In: 72º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 17º ENEMET – Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, São Paulo. **Anais... ABMWEEK**, 2017. p. 553-558.

LIMA, C. P. F.; CORDEIRO, G. C. Evaluation of corn straw ash as supplementary cementitious material: effect of acid leaching on its pozzolanic activity. **Cement**, [S.L.], v. 4, p. 100007, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cement.2021.100007>.

LIN, Y.; DU, H. Graphene reinforced cement composites: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 265, p. 120312, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120312>.

LINDEROTH, O.; WADSÖ, L.; JANSEN, D. Long-term cement hydration studies with isothermal calorimetry. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 141, p. 106344, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106344>.

LIU, X.; FENG, P.; CAI, Y.; YU, X.; YU, C.; RAN, Q. Carbonation behavior of calcium silicate hydrate (C-S-H): its potential for CO₂ capture. **Chemical Engineering Journal**, [S.L.], v. 431, p. 134243, mar. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2021.134243>.

LIU, B.; QIN, J.; SHI, J.; JIANG, J.; WU, X.; HE, Z. New perspectives on utilization of: math xmlns. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 272, p. 121660, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121660>.

LIU, H.; YU, Y.; LIU, H.; JIN, J.; LIU, S. Hybrid effects of nano-silica and graphene oxide on mechanical properties and hydration products of oil well cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 191, p. 311-319, dez. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.029>.

LIU, C.; HUANG, X.; WU, Y-Y.; DENG, X.; ZHENG, Z. The effect of graphene oxide on the mechanical properties, impermeability and corrosion resistance of cement mortar containing mineral admixtures. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 288, p. 123059, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123059>.

LIU, C.; ZHANG, M. Multiscale modelling of ionic diffusivity in unsaturated concrete accounting for its hierarchical microstructure. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 156, p. 106766, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106766>.

LIU, H.; LIN, H.; LIU, X.; WANG, J.; PANG, X.; CUI, S.; KONG, X. Mechanism of accelerated self-healing behavior of cement mortars incorporating triethanolamine: carbonation of portlandite. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 308, p. 125050, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125050>.

LIU, J.; FU, J.; YANG, Y.; GU, C. Study on dispersion, mechanical and microstructure properties of cement paste incorporating graphene sheets. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 199, p. 1-11, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.006>.

LIU, J.; LIU, J.; FAN, X.; JIN, H.; ZHU, J.; HUANG, Z.; XING, F.; SUI, T. Experimental analysis on water penetration resistance and micro properties of concrete: effect of supplementary cementitious materials, seawater, sea-sand and water-binder ratio. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 50, p. 104153, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.104153>.

LIU, Q.; CHEN, Z.; YANG, Y. Model of the charged mosaic surface of the cement particle based on the adsorption behavior of surfactants using ATR-FTIR spectroscopy. **Composites Part B: Engineering**, [S.L.], v. 215, p. 108802, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.108802>.

LIU, X.; MA, B.; TAN, H.; GU, B.; ZHANG, T.; CHEN, P.; LI, H.; MEI, J. Effect of aluminum sulfate on the hydration of Portland cement, tricalcium silicate and tricalcium aluminate. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 232, p. 117179, jan. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117179>.

LIU, X.; FENG, P.; LI, W.; GENG, G.; HUANG, J.; GAO, Y.; MU, S.; HONG, J. Effects of pH on the nano/micro structure of calcium silicate hydrate (C-S-H) under sulfate attack. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 140, p. 106306, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106306>.

LIU, Z.; NI, W.; LI, Y.; BA, H.; LI, N.; JU, Y.; ZHAO, B.; JIA, G.; HU, W. The mechanism of hydration reaction of granulated blast furnace slag-steel slag-refining slag-desulfurization gypsum-based clinker-free cementitious materials. **Journal of**

Building Engineering, [S.L.], v. 44, p. 103289, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.103289>.

LISBOA, P. S. A.; MACHADO, M. S.; BRANDES, R.; HENTGES, T. I.; VANIN, D. V. F. The influence of microcrystalline cellulose on cement pastes early hydration modulus of rupture. **Materials Chemistry and Physics**, [S.L.], v. 270, p. 124769, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124769>.

LOTFI-OMRAN, O.; SADRMOHTAZI, A.; NIKBIN, I. M. The influences of maximum aggregate size and cement content on the mechanical and radiation shielding characteristics of heavyweight concrete. **Progress in Nuclear Energy**, [S.L.], v. 121, p. 103222, mar. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pnucene.2019.103222>.

LOTFI-OMRAN, O.; SADRMOHTAZI, A.; NIKBIN, I. M. A comprehensive study on the effect of water to cement ratio on the mechanical and radiation shielding properties of heavyweight concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 229, p. 116905, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116905>.

LOTHENBACH, B.; ZAJAC, M. Application of thermodynamic modelling to hydrated cements. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 123, p. 105779, set. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105779>.

LV, X.; LIN, Y.; CHEN, X.; SHI, Y.; LIANG, R.; WANG, R.; PENG, Z. Environmental impact, durability performance, and interfacial transition zone of iron ore tailings utilized as dam concrete aggregates. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 292, p. 126068, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126068>.

LYU, K.; SHE, W.; MIAO, C.; CHANG, H.; GU, Y. Quantitative characterization of pore morphology in hardened cement paste via SEM-BSE image analysis. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 202, p. 589-602, mar. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.055>.

MA, C.; WANG, F.; ZHOU, H.; JIANG, Z.; REN, W.; DU, Y. Effect of early-hydration behavior on rheological properties of borax-admixed magnesium phosphate

cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 283, p. 122701, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122701>.

MA, Z.; YAO, Y.; LIU, Z.; WU, B.; WEN, Z. Effect of calcination and cooling conditions on mineral compositions and properties of high-magnesia and low-heat Portland cement clinker. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 260, p. 119907, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119907>.

MA, S.; AKCA, A. H.; ESPOSITO, D.; KAWASHIMA, S. Influence of aqueous carbonate species on hydration and carbonation of reactive MgO cement. **Journal of CO₂ Utilization**, [S.L.], v. 41, p. 101260, out. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcou.2020.101260>.

MADDALENA, R.; TAHA, H.; GARDNER, D. Self-healing potential of supplementary cementitious materials in cement mortars: sorptivity and pore structure. **Developments in the Built Environment**, [S.L.], v. 6, p. 100044, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.dibe.2021.100044>.

MAŁEK, M.; ŁASICA, W.; KADELA, M.; KLUCZYŃSKI, J.; DUDEK, D. Physical and Mechanical Properties of Polypropylene Fibre-Reinforced Cement–Glass Composite. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 3, p. 637, 30 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14030637>.

MAO, Y.; YU, S.; LI, P.; LIU, G.; OUYANG, S.; ZHU, Z.; ZHANG, P. A novel magnesium-rich tricalcium aluminate for simultaneous removal of ammonium and phosphorus: response surface methodology and mechanism investigation. **Environmental Research**, [S.L.], v. 195, p. 110719, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.envres.2021.110719>.

MARTÍN, C. M.; SCARPONI, N. B.; VILLAGRÁN, Y. A.; MANZANAL, D. G.; PIQUÉ, T. M. Pozzolan activity quantification of hollow glass microspheres. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103981, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103981>.

MATALKAH, F.; SOROUSHIAN, P. Graphene nanoplatelet for enhancement the mechanical properties and durability characteristics of alkali activated binder. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 249, p. 118773, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118773>.

MEDEIROS, M. G.; NADALETI, W. C.; ROCHA, J. C.; CHERIAF, M.; GLEISE, P. J. P.; CASTILHOS, A. B. A cleaner material production by the incorporation of the rockwool waste into Portland cement matrices. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 293, p. 126059, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126059>.

MEI, K.; CHENG, X.; GU, T.; ZHENG, Y.; GONG, P.; LI, B.; ZHANG, C.; ZHANG, L.; DAI, B. Effects of Fe and Al ions during hydrogen sulphide (H₂S)-induced corrosion of tetracalcium aluminoferrite (C₄AF) and tricalcium aluminate (C₃A). **Journal of Hazardous Materials**, [S.L.], v. 403, p. 123928, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123928>.

MEI, K.; CHENG, X.; PU, Y.; MA, Y.; GAO, X.; YU, Y.; ZHANG, C.; ZHUANG, J.; GUO, X. Evolution of silicate structure during corrosion of tricalcium silicate (C₃S) and dicalcium silicate (C₂S) with hydrogen sulphide (H₂S). **Corrosion Science**, [S.L.], v. 163, p. 108301, fev. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108301>.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: IBRACON, 2008. 674 p

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 2^a. ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

MENCZEL, J. D.; PRIME, R. B. **Thermal analisys of polymers: fundamentals and applications**. New Jersey, John Wiley and Sons, 2009.

MENEZES, R. M. R. O.; COSTA, L. M.; TAVARES, L. R. C.; BEZERRA, A. C. S.; AGUILAR, M. T. P. Efeito do teor de água e tamanho de partícula na decomposição térmica de pastas de cimento moídas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 25, n. 1, p.

1, 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0888>.

MENG, M.; FRASH, L. P.; CAREY, J. W.; LI, W.; WELCH, N. J.; ZHANG, W. Cement stress and microstructure evolution during curing in semi-rigid high-pressure environments. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 149, p. 106555, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106555>.

MENG, W.; KHAYAT, K. H. Effect of graphite nanoplatelets and carbon nanofibers on rheology, hydration, shrinkage, mechanical properties, and microstructure of UHPC. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 105, p. 64-71, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.01.001>.

MENG, T.; YING, K.; HONG, Y.; XU, Q. Effect of different particle sizes of nano-SiO₂ on the properties and microstructure of cement paste. **Nanotechnology Reviews**, [S.L.], v. 9, n. 1, p. 833-842, 1 jan. 2020. Walter de Gruyter GmbH. <http://dx.doi.org/10.1515/ntrev-2020-0066>.

MIRÓ, M.; EIRAS, J.N.; POVEDA, P.; CLIMENT, M.á.; RAMIS, J. Detecting cracks due to steel corrosion in reinforced cement mortar using intermodulation generation of ultrasonic waves. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 286, p. 122915, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122915>.

MORO, C.; FRANCIOSO, V.; VELAY-LIZANCOS, M. Modification of CO₂ capture and pore structure of hardened cement paste made with nano-TiO₂ addition: influence of water-to-cement ratio and CO₂ exposure age. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 275, p. 122131, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122131>.

MU, S.; YUE, J.; WANG, Y.; FENG, C. Electrical, Piezoresistive and Electromagnetic Properties of Graphene Reinforced Cement Composites: a review. **Nanomaterials**, [S.L.], v. 11, n. 12, p. 3220, 27 nov. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano11123220>.

MURUGAN, M.; SANTHANAM, M.; GUPTA, S. S.; PRADEEP, T.; SHAH, S. P. Influence of 2D rGO nanosheets on the properties of OPC paste. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 70, p. 48-59, jul. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.03.005>.

NAPOLITANO, H. B.; CAMARGO, A. J.; MASCARENHAS, Y. P.; VENCATO, Y.; LARIUCCI, C. Análise da difração dos Raios-X. **Revista Processos Químicos**, [S.L.], v. 1, n. 1, p. 35-45, 2 jan. 2007. *Revistas Processos Químicos*. <http://dx.doi.org/10.19142/rpq.v01i01.p35-45.2007>.

NASCIMENTO, C. F. G.; DEMÉTRIO FILHO, A. A.; SILVA, T. M.; MONTEIRO, E. C. B. Influence of the void ratio of cellular concrete on the corrosion of steel reinforcement. **Revista Alconpat**, [S.L.], v. 12, n. 1, p. 76-97, 1 jan. 2022. *Alconpat Internacional*. <http://dx.doi.org/10.21041/ra.v12i1.507>.

NASCIMENTO-DIAS, B. L.; OLIVEIRA, D. F.; ANJOS, M. J. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, [S.L.], v. 39, n. 4, p. 1, maio 2017. *FapUNIFESP (SciELO)*. <http://dx.doi.org/10.1590/1806-9126-rbef-2017-0089>.

NI, C.; WU, Q.; YU, Z.; SHEN, X. Hydration of Portland cement paste mixed with densified silica fume: from the point of view of fineness. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 272, p. 121906, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121906>.

NI, T.; MA, W.; YANG, Y.; YU, J.; LIU, J.; JIANG, C.; GU, C. Interface reinforcement and a new characterization method for pore structure of pervious concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 267, p. 121052, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121052>.

NIU, D.; ZHANG, S.; WANG, Y.; HONG, M.; LI, Z. Effect of temperature on the strength, hydration products and microstructure of shotcrete blended with supplementary cementitious materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.],

v. 264, p. 120234, dez. 2020. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120234>.

NWANKWO, C. O.; BAMIGBOYE, G. O.; DAVIES, I. E.; MICHAELS, T. A. High volume Portland cement replacement: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 260, p. 120445, nov. 2020. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120445>.

OLIVEIRA, V. M.; SOUZA, F.; CRUZ, R.; PY, L. G.; KIRCHHEIM, A. P.; BRAGANÇA, S. R. Valorization of non-beneficiated clays as supplementary cementitious materials in the production of cement-based mortar. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 42, p. 102474, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.102474>.

ORELLANA, J.; PASTOR, Y. Y.; CALLE, F.; PASTOR, J. Y. Influence of HRGO Nanoplatelets on Behaviour and Processing of PMMA Bone Cement for Surgery. **Polymers**, [S.L.], v. 13, n. 12, p. 2027, 21 jun. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/polym13122027>.

OZEN, M. Y.; DERUN, E. M. A comparative study: effects of different nanoparticles on the properties of gold mine tailings containing cement mortars. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 202, p. 396-405, mar. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.042>.

PADILLA-ENCINAS, P.; PALOMO, A.; BLANCO-VARELA, M. T.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Monitoring early hydration of calcium sulfoaluminate clinker. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 295, p. 123578, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123578>.

PAE, J.; ZHANG, Y.; POH, L. H.; MOON, J. Three-dimensional transport properties of mortar with a high water-to-cement ratio using X-ray computed tomography. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 281, p. 122608, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122608>.

PANG, L.; LIU, Z.; WANG, D.; AN, M. Review on the Application of Supplementary Cementitious Materials in Self-Compacting Concrete. **Crystals**, [S.L.], v. 12, n. 2, p. 180, 26 jan. 2022. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/cryst12020180>.

PAPANIKOLAOU, I.; AL-TABBAA, A.; GOISIS, M. An Industry Survey on the use of Graphene-Reinforced Concrete for Self-Sensing Applications. **International Conference on Smart Infrastructure and Construction 2019 (ICSIC)**, [S.L.], p. 1, jan. 2019. ICE Publishing. <http://dx.doi.org/10.1680/icsic.64669.613>.

PAPANIKOLAOU, I.; ARENA, N.; AL-TABBAA, A. Graphene nanoplatelet reinforced concrete for self-sensing structures – A lifecycle assessment perspective. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 240, p. 118202, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118202>.

PAPATZANI, S.; PAINE, K. Dispersed Inorganic or Organomodified Montmorillonite Clay Nanoparticles for Blended Portland Cement Pastes: effects on microstructure and strength. **Nanotechnology in Construction**, [S.L.], p. 131-139, 2015. Springer International Publishing. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-17088-6_16.

PARVAN, M-G.; VOICU, G.; BADANOIU, A-I; NICOARA, A-I; VASILE, E. CO₂ Sequestration in the Production of Portland Cement Mortars with Calcium Carbonate Additions. **Nanomaterials**, [S.L.], v. 11, n. 4, p. 875, 30 mar. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano11040875>.

PARK, S.; JEONG, Y.; MOON, J.; LEE, N. Hydration characteristics of calcium sulfoaluminate (CSA) cement/portland cement blended pastes. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 34, p. 101880, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101880>.

PEI, J.; SHARMA, R.; JANG, J. G. Use of carbonated Portland cement clinkers as a reactive or non-reactive aggregate for the production of cement mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 319, p. 126070, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126070>.

PEKGÖZ, M.; TEKIN, Í. Microstructural investigation and strength properties of structural lightweight concrete produced with Zeolitic tuff aggregate. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 43, p. 102863, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.102863>.

PENG, Y.; ZHAO, G.; QI, Y.; ZENG, Q. In-situ assessment of the water-penetration resistance of polymer modified cement mortars by μ -XCT, SEM and EDS. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 114, p. 103821, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103821>.

PITARCH, A. M.; REIG, L.; TOMÁS, A. E.; FORCADA, G.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; PAYÁ, J.; MONZÓ, J. M. Pozzolanic activity of tiles, bricks and ceramic sanitary-ware in eco-friendly Portland blended cements. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 279, p. 123713, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123713>.

POLITO, G. **Corrosão em estruturas de concreto armado: causas, mecanismos, prevenção e recuperação**. Monografia (Aperfeiçoamento/Especialização), Especialização em Construção Civil – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

POPOVA, A. N. Crystallographic analysis of graphite by X-Ray diffraction. **Coke and Chemistry**, [S.L.], v. 60, n. 9, p. 361-365, set. 2017. Allerton Press. <http://dx.doi.org/10.3103/s1068364x17090058>.

POWDYAL, L.; ADHIKARI, K.; WON, M. Mechanical and Durability Properties of Portland Limestone Cement (PLC) Incorporated with Nano Calcium Carbonate (CaCO_3). **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 4, p. 905, 14 fev. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14040905>.

PRADELLA, C. **Avaliação do Desempenho Anticorrosivo de um Adesivo a Base de Poliuretano Nanoestruturado com Montmorilonita para Aplicação em Aço Carbono**. 2021. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Processos e

Tecnologias, Ciências Exatas e da Tecnologia, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2021.

QI, X.; ZHANG, S.; WANG, T.; GUO, S.; REN, R. Effect of High-Dispersible Graphene on the Strength and Durability of Cement Mortars. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 4, p. 915, 15 fev. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14040915>.

QIAN, R.; SHI, J.; LIU, C.; LIU, G.; LIU, Z.; SHE, W.; ZHANG, Y.; ZHANG, Y.; LIANG, Y. Investigations on pore-structure in cementitious materials using gas intrusion porosimetry. **Measurement**, [S.L.], v. 171, p. 108816, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2020.108816>.

QURESHI, T. S.; PANESAR, D. K. Nano reinforced cement paste composite with functionalized graphene and pristine graphene nanoplatelets. **Composites Part B: Engineering**, [S.L.], v. 197, p. 108063, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108063>.

RAHMAN, F.; ADIL, W.; RAHEEL, M.; SABERIAN, M.; LI, J.; MAQSOOD, T. Experimental investigation of high replacement of cement by pumice in cement mortar: a mechanical, durability and microstructural study. **Journal of Building Engineering**, [S.L.], v. 49, p. 104037, maio 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.104037>.

RAMANA, M. V.; THYLA, P. R.; MAHENDRAKUMAR, N.; PRAVEENA, K. Selection of resin and aggregates for particulate polymer concrete machine tool structures-A review. **Materials Today: Proceedings**, [S.L.], p. 5, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2021.03.595>.

RAMANIRAKA, M.; RAKOTONARIVO, S.; PAYAN, C.; GARNIER, V. Effect of Interfacial Transition Zone on diffuse ultrasound in thermally damaged concrete. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 152, p. 106680, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106680>.

RASHIDI, Y.; ROUDI, M. R. R.; KORAYEM, A. H.; SHAMSAEI, E. Investigation of ultrasonication energy effect on workability, mechanical properties and pore structure of halloysite nanotube reinforced cement mortars. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 304, p. 124610, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124610>.

RASTOGI, M.; MÜLLER, A.; HAHA, M. B.; SCRIVENER, K. L. The role of cavitation in drying cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 154, p. 106710, abr. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106710>.

REGO, A. C. A.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Ternary system Portland cement-calcium aluminate cement-calcium sulfate applied to self-leveling mortar: a literature review. **Cerâmica**, [S.L.], v. 67, n. 381, p. 65-82, mar. 2021. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132021673812929>.

REHMAN, S. K. U.; KUMAROVA, S.; MEMON, S. A.; JAVED, M. D.; JAMEEL, M. A Review of Microscale, Rheological, Mechanical, Thermoelectrical and Piezoresistive Properties of Graphene Based Cement Composite. **Nanomaterials**, [S.L.], v. 10, n. 10, p. 2076, 21 out. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano10102076>.

RISCOB, B.; SHAKIR, M.; SUNDAR, J. K.; NATARAJAN, S.; WAHAB, M. A; BHAGAVANNARAYANA, G. Synthesis, growth Crystal structure and characterization of a new organic material: glycine glutaric acid, *Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy*, 78, 543-548, 2011.

ROBALO, K.; CARMO, R.; COSTA, H.; JÖLIO, E. Experimental study on the interface between low cement recycled aggregates concrete and ultra-high durability concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 304, p. 124603, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124603>.

ROCHA, J. H. A.; VILLANUEVA, R. I. Identification and analysis of pathological defect appearance in superstructures of reinforced-concrete bridges in Chapare region, Bolivia. **Dyna**, [S.L.], v. 88, n. 216, p. 15-21, 22 fev. 2021. Universidad Nacional de Colombia. <http://dx.doi.org/10.15446/dyna.v88n216.88247>.

RODRIGUEZ, C.; TOBON, J. I. Influence of calcined clay/limestone, sulfate and clinker proportions on cement performance. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 251, p. 119050, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119050>.

RODRIGUES, R.; GABOREAU, S.; GANCE, J.; IGNATIADIS, I.; BETELU, S. Reinforced concrete structures: a review of corrosion mechanisms and advances in electrical methods for corrosion monitoring. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 269, p. 121240, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121240>.

ROMERO, A. B. C.; FRANCISCA, F. M.; GIOMI, I. Hygrothermal properties of soil-cement construction materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 313, p. 125518, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125518>.

SAJJAD, U.; SHEIKH, M. N.; HADI, M. N. S. Experimental study of the effect of graphene on properties of ambient-cured slag and fly ash-based geopolymer paste and mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 313, p. 125403, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125403>.

SANTANA-CARRILLO, J. L.; ORTEGA-ZAVALA, D. E.; BURCIAGA-DÍAZ, O.; ESCALANTE-GARCIA, J. I. Modified blended limestone-Portland cement binders: evaluation of 4 different sodium silicates. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103935, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103935>.

SANTOS, A. A. M.; CORDEIRO, G. C. Investigation of particle characteristics and enhancing the pozzolanic activity of diatomite by grinding. **Materials Chemistry and Physics**, [S.L.], v. 270, p. 124799, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124799>.

SANTOS, E. S.; GAMA, E. M.; FRANÇA, R. S.; SOUZA, A. S.; MATOS, R. P. Espectrometria de Fluorescência de Raios-X na Determinação de Espécies

Químicas. **Enciclopédia Biosfera**: Centro Científico Conhecer, Minas Gerais, v. 9, n. 17, p. 1-20, dez. 2013.

SCRIVENER, K.; OUZIA, A.; JUILLAND, P.; MOHAMED, A. K. Advances in understanding cement hydration mechanisms. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 124, p. 105823, out. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105823>.

SEO, J.; KIM, S.; PARK, S.; YOON, H. N.; LEE, H. K. Carbonation of calcium sulfoaluminate cement blended with blast furnace slag. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103918, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103918>.

SCHERB, S.; MAIER, M.; BEUNTNER, N.; THIENEL, K-C.; NEUBAUER, J. Reaction kinetics during early hydration of calcined phyllosilicates in clinker-free model systems. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 143, p. 106382, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106382>.

SHARMA, A.; SIROTIK, T.; WANG, X.; TAYLOR, P.; ANGADI, P.; PAYNE, S. Portland limestone cement for reduced shrinkage and enhanced durability of concrete. **Magazine of Concrete Research**, [S.L.], v. 73, n. 3, p. 147-162, fev. 2021. Thomas Telford Ltd. <http://dx.doi.org/10.1680/jmacr.19.00165>.

SHIRANI, S.; CUESTA, A.; MORALES-CANTERO, A.; LATORRE, A. G.; OLBINADO, M. P.; ARANDA, M. A. G. Influence of curing temperature on belite cement hydration: a comparative study with Portland cement. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 147, p. 106499, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106499>.

SHUANG, D.; BAOMIN, W. Study on dispersion of graphene nanoplates and rheological properties, early hydration of cement composites. **Materials Research Express**, [S.L.], v. 6, n. 9, p. 095086, 24 jul. 2019. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/ab31ee>.

SILVA, F. G. S.; JUNIOR, R. A. F.; SILVA, J. S.; PINTO, K. W.; ANDRADE, H. M. C.; DWECK, J.; GONÇALVES, J. P. Hydration of the equilibrium catalyst (Ecat) calcium hydroxide system. **J. Therm. Anal. Calorim.** 120 (2) (2015) 1089–1098.

SIMONI, M.; HANEIN, T.; DUVALLET, T. Y.; JEWELL, R. B.; PROVIS, J. L.; KINOSHITA, H. Producing cement clinker assemblages in the system: $\text{cao-sio}_2\text{-al}_2\text{o}_3\text{-so}_3\text{-cacl}_2\text{-mgo}$. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 144, p. 106418, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106418>.

SINCLAIR, R. C.; SUTER, J. L.; COVENEY, P. V. Graphene – Graphene Interactions: friction, superlubricity, and exfoliation. **Advanced Materials**, [S.L.], v. 30, n. 13, p. 1705791, 13 fev. 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201705791>.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de Análise Instrumental**, 5a ed. Porto Alegre: Bookman, p. 31-36; p. 317-342, 2009.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Princípios de análise instrumental**. 6ª ed. Santa Fé. Cengage Learning Editores, 2008.

SMIRNOVA, O.; KAZANSKAYA, L.; KOPLÍK, J.; TAN, H.; GU, X. Concrete Based on Clinker-Free Cement: selecting the functional unit for environmental assessment. **Sustainability**, [S.L.], v. 13, n. 1, p. 135, 25 dez. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/su13010135>.

SOIVE, A.; BONNET, S.; KHELIDJ, A.; BAROGHEL-BOUNY, V. Thermodynamic difficulties to determine a critical chloride threshold for breakdown of the protective layer of steel reinforcement in a maritime concrete structure. **Journal of Sustainable Cement-Based Materials**, [S.L.], p. 1-17, 6 out. 2021. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/21650373.2021.1961325>.

SOLEL, E.; RUTH, M.; SCHREINER, P. R. London Dispersion Helps Refine Steric A-Values: dispersion energy donor scales. **Journal of the American Chemical Society**, [S.L.], v. 143, n. 49, p. 20837-20848, 30 nov. 2021. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/jacs.1c09222>.

SOUZA, L. O.; CORDAZZO, M.; SOUZA, L. M. S.; TONOLI, G.; SILVA, F. A.; MECHTCHERINE, V. Investigation of dispersion methodologies of microcrystalline and nano-fibrillated cellulose on cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 126, p. 104351, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104351>.

SOUZA, J. C. F.; LIMA, R. J. C.; FAÇANHA-FILHO, P. F.; SANTOS, A. O.; FREIRE, P. T. C. **High-temperature study of alanine crystals**. *Vibrational Spectroscopy*, 89, pag. 69-74, 2017.

STEINER, S.; LOTHENBACH, B.; PROSKE, T.; BORGSCHULTE, A.; WINNEFELD, F. Effect of relative humidity on the carbonation rate of portlandite, calcium silicate hydrates and ettringite. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 135, p. 106116, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106116>.

SUESCUM-MORALES, D.; KALINOWSKA-WICHROWSKA, K.; FERNÁNDEZ, J. M.; JIMÉNEZ, J. R. Accelerated carbonation of fresh cement-based products containing recycled masonry aggregates for CO₂ sequestration. **Journal of CO₂ Utilization**, [S.L.], v. 46, p. 101461, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcou.2021.101461>.

SUN, B.; XU, Z. An efficient numerical method for meso-scopic fatigue damage analysis of heterogeneous concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 278, p. 122395, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122395>.

SWATHI, V.; ASADI, S. S. An influence of pozzolanic materials with hybrid fibers on structural performance of concrete: a review. **Materials Today: Proceedings**, [S.L.], v. 43, p. 1956-1959, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.260>.

SZEWENZENKO, W.; KOTSAY, G. Alkaline Activity of Portland Cement with Additives of Waste Glass. **Materials**, [S.L.], v. 14, n. 6, p. 1346, 10 mar. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma14061346>.

TALERO, R.; PEDRAJAS, C.; GONZÁLEZ, M.; ARAMBURO, C.; BLÁZQUEZ, A.; RAHHAL, V. Role of the filler on Portland cement hydration at very early ages: rheological behaviour of their fresh cement pastes. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 151, p. 939-949, out. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.006>.

TANG, S.; WANG, Y.; GENG, Z.; XU, X.; YU, W.; A, H.; CHEN, J. Structure, Fractality, Mechanics and Durability of Calcium Silicate Hydrates. **Fractal and Fractional**, [S.L.], v. 5, n. 2, p. 47, 17 maio 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/fractalfract5020047>.

TEIXEIRA, C. S.; WASIELEWSKY, J. C.; SANTOS, G. S.; BERNARDI, A.; BORTOLUZZI, E. A.; GARCIA, L. F. R. Effect of the addition of nanoparticles of CaCO_3 and different water-to-powder ratios on the physicochemical properties of white Portland cement. **Microscopy Research and Technique**, [S.L.], v. 84, n. 4, p. 592-601, 13 out. 2020. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/jemt.23617>.

THIYAGU, C.; MANJUBALA, I.; NARENDRAKUMAR, U. Thermal and morphological study of graphene based polyurethane composites. **Materials Today: Proceedings**, [S.L.], v. 45, p. 3982-3985, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.641>.

TIAN, H.; STEPHAN, D.; LOTHENBACH, Barbara; LEHMANN, Christian. Influence of foreign ions on calcium silicate hydrate under hydrothermal conditions: a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 301, p. 124071, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124071>.

TONG, T.; FAN, Z.; LIU, Q.; WANG, S.; TAN, S.; YU, Q. Investigation of the effects of graphene and graphene oxide nanoplatelets on the micro and macro-properties of cementitious materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 106, p. 102-114, mar. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.092>.

VALAND, R.; TANNA, S.; LAWSON, G.; BENGTSTRÖM, L. A review of Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy used in food adulteration and authenticity

investigations. **Food Additives & Contaminants: Part A**, [S.L.], v. 37, n. 1, p. 19-38, 15 out. 2019. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/19440049.2019.1675909>.

VAMSHIDHAR, K.; SURESH, J.; VEDIK, B.; KUMARASWAMY, E. Hybrid Electric Vehicles Application Oriented Transformation Improvement. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, [S.L.], v. 981, p. 042038, 5 dez. 2020. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899x/981/4/042038>.

VIEIRA, M. R. S.; URTIGA-FILHO, S. L.; PEREIRA, R. F. C.; ARAÚJO, I. S.; SILVA, J. J. Obtenção, caracterização e resistência à corrosão de revestimentos nanocompósitos de Ni-Grafeno obtidos por eletrodeposição. In: **CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 23., 2018, Fóz do Iguaçu. Paraná: Cbec, 2018. p. 1-1.

WANG, B.; SHUANG, D. Effect of graphene nanoplatelets on the properties, pore structure and microstructure of cement composites. **Materials Express**, [S.L.], v. 8, n. 5, p. 407-416, 1 out. 2018. American Scientific Publishers. <http://dx.doi.org/10.1166/mex.2018.1447>.

WANG, B.; PANG, B. Mechanical property and toughening mechanism of water reducing agents modified graphene nanoplatelets reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 226, p. 699-711, nov. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.229>.

WANG, B.; PAN, B. Subset-based local vs. finite element-based global digital image correlation: a comparison study. **Theoretical and Applied Mechanics Letters**, [S.L.], v. 6, n. 5, p. 200-208, set. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.taml.2016.08.003>.

WANG, B.; YAO, W.; STEPHAN, D. Preparation of calcium silicate hydrate seeds by means of mechanochemical method and its effect on the early hydration of cement. **Advances in Mechanical Engineering**, [S.L.], v. 11, n. 4, p. 168781401984058, abr. 2019. SAGE Publications. <http://dx.doi.org/10.1177/1687814019840586>.

WANG, J.; TAO, J.; LI, L.; ZHOU, C.; ZENG, Q. Thinner fillers, coarser pores? A comparative study of the pore structure alterations of cement composites by graphene oxides and graphene nanoplatelets. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S.L.], v. 130, p. 105750, mar. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105750>.

WANG, L.; CHEN, L.; PROVIS, J. L.; TSANG, D. C. W.; POON, C. S. Accelerated carbonation of reactive MgO and Portland cement blends under flowing CO₂ gas. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 106, p. 103489, fev. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103489>.

WANG, L.; JIN, M.; WU, Y.; ZHOU, Y.; TANG, S. Hydration, shrinkage, pore structure and fractal dimension of silica fume modified low heat Portland cement-based materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 272, p. 121952, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121952>.

WANG, L.; LUO, R.; ZHANG, W.; JIN, M.; TANG, S. Effects of Fineness and Content of Phosphorus Slag on Cement Hydration, Permeability, Pore Structure and Fractal Dimension of Concrete. **Fractals**, [S.L.], v. 29, n. 02, p. 2140004, 16 fev. 2021. World Scientific Pub Co Pte Lt. <http://dx.doi.org/10.1142/s0218348x21400041>.

WANG, L.; ZENG, X.; YANG, H.; XINGDONG, L. V.; GUO, F.; SHI, Y.; HANIF, A. Investigation and Application of Fractal Theory in Cement-Based Materials: a review. **Fractal and Fractional**, [S.L.], v. 5, n. 4, p. 247, 1 dez. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/fractalfract5040247>.

WANG, S.; ZHANG, G.; WANG, Z.; HUANG, T.; WANG, P. Evolutions in the properties and microstructure of cement mortars containing hydroxyethyl methyl cellulose after controlling the air content. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 129, p. 104487, maio 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104487>.

WANG, S.; WANG, Z.; HUANG, T.; WANG, P.; ZHANG, G. Mechanical strengths, drying shrinkage and pore structure of cement mortars with hydroxyethyl methyl

cellulose. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 314, p. 125683, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125683>.

WANG, X.; GONG, C.; LEI, J.; DAI, J.; LU, L.; CHENG, X. Effect of silica fume and nano-silica on hydration behavior and mechanism of high sulfate resistance Portland cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 279, p. 122481, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122481>.

WANG, X.; DONG, S.; LI, Z.; HAN, B.; OU, J. Nanomechanical Characteristics of Interfacial Transition Zone in Nano-Engineered Concrete. **Engineering**, [S.L.], p. 1, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eng.2020.08.025>.

WANG, Y.; GE, Y.; WANG, X.; CHEN, X.; LI, Q. The effect of powder activated carbon on mechanical properties and pore structures of cement-based mortars. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 316, p. 125798, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125798>.

WANG, Y.; ZENG, D.; UEDA, T.; FAN, Y.; LI, C.; LI, J. Beneficial effect of nanomaterials on the interfacial transition zone (ITZ) of non-dispersible underwater concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 293, p. 123472, jul. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123472>.

WANG, Y.; LIU, Z.; HE, F.; ZHUO, W.; YUAN, Q.; CHEN, C.; YANG, J. Study on water instability of magnesium potassium phosphate cement mortar based on low-field ¹H nuclear magnetic resonance. **Measurement**, [S.L.], v. 180, p. 109523, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109523>.

WANG, Y.; SHI, C.; MA, Y.; XIAO, Y.; LIU, Y. Accelerators for shotcrete – Chemical composition and their effects on hydration, microstructure and properties of cement-based materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 281, p. 122557, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122557>.

WI, S.; CHANG, S.; JEONG, S-G; LEE, J.; KIM, T.; PARK, K-W.; LEE, D.; KIM, S. Evaluation of Toluene Adsorption Performance of Mortar Adhesives Using Porous

Carbon Material as Adsorbent. **Materials**, [S.L.], v. 10, n. 8, p. 853, 26 jul. 2017. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma10080853>.

WOLTER, A. Influence of the kiln system on the clinker properties. **Zement-Kalk-Gips**, Wiesbaden, v. 38, n(12), p. 327 – 329, 1985.

WONG, Y. C.; PERERA, S.; ZHANG, Z.; ARULRAJAH, A.; MOHAMMADINIA, A. Field study on concrete footpath with recycled plastic and crushed glass as filler materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 243, p. 118277, maio 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118277>.

WU, C-R.; HONG, Z-Q.; ZHAN, B-J.; CUI, S-C; KOU, S-C. Pozzolan activity of calcinated low-grade natural sepiolite and its influence on the hydration of cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 309, p. 125076, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125076>.

WU, H.; YU, J.; DU, Y.; LI, V. C. Mechanical performance of MgO-doped Engineered Cementitious Composites (ECC). **Cement and concrete Composites**, [S.L.], v. 115, p. 103857, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103857>.

WU, H.; YANG, D.; MA, Z. Micro-structure, mechanical and transport properties of cementitious materials with high-volume waste concrete powder and thermal modification. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 313, p. 125477, dez. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125477>.

WU, J-M.; JING, G-J.; LU, X-L.; LEI, T-Y.; WANG, S-X.; CHENG, X.; YE, Z-M. The Effect of Sulfonated Graphene on the Rheological Properties of Cement Paste. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, [S.L.], v. 20, n. 12, p. 7495-7505, 1 dez. 2020. American Scientific Publishers. <http://dx.doi.org/10.1166/jnn.2020.18871>.

WU, M.; SHI, J. Beneficial and detrimental impacts of molybdate on corrosion resistance of steels in alkaline concrete pore solution with high chloride

contamination. **Corrosion Science**, [S.L.], v. 183, p. 109326, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109326>.

WU, H.; XU, J.; YANG, D.; MA, Z. Utilizing thermal activation treatment to improve the properties of waste cementitious powder and its newmade cementitious materials. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 322, p. 129074, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.129074>.

WU, T-F.; KAZMI, S. M. S.; MUNIR, M. J; ZHOU, Y.; XING, F. Effect of compression casting method on the compressive strength, elastic modulus and microstructure of rubber concrete. **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 264, p. 121746, ago. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121746>.

XU, C.; LI, H.; YANG, X.; DONG, B.; WANG, W. Action of the combined presence of C-S-Hs-PCE and triethanolamine on the performances of cement paste/mortar. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 269, p. 121345, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121345>.

XI, X.; YIN, Z.; YANG, S.; LI, C-Q. Using artificial neural network to predict the fracture properties of the interfacial transition zone of concrete at the meso-scale. **Engineering Fracture Mechanics**, [S.L.], v. 242, p. 107488, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2020.107488>.

XIE, L.; DENG, M.; TANG, J.; LIU, K. The effect of fluorapatite in limestones on the mineral compositions of Portland cement clinkers. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 273, p. 122042, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122042>.

XU, L.; YANG, S.; REN, Q.; CHU, F.; NA, Y. Effect of fluidized bed calcination on cement clinker intermediate products formation under the eutectic temperature. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 285, p. 122920, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122920>.

XU, N.; SONG, Z.; GUO, M-Z.; JIANG, L.; CHU, H.; PEI, C.; YU, P.; LIU, Q.; LI, Z. Employing ultrasonic wave as a novel trigger of microcapsule self-healing cementitious materials. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103951, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103951>.

XUE, L.; ZHANG, Z.; WANG, H. Hydration mechanisms and durability of hybrid alkaline cements (HACs): a review. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 266, p. 121039, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121039>.

YAO, G.; WANG, Z.; YAO, J.; CONG, X.; ANNING, C.; LYU, X. Pozzolanic activity and hydration properties of feldspar after mechanical activation. **Powder Technology**, [S.L.], v. 383, p. 167-174, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2021.01.042>.

YAN, Y.; WANG, R.; LIU, J.; TANG, J.; SCRIVENER, K. L. Effect of a liquid-type temperature rise inhibitor on cement hydration. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 140, p. 106286, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106286>.

YAN, Z.; YANG, P.; HUANG, J.; JIA, Q.; WEN, J.; DONG, J.; ZHENG, W.; CHANG, C.; WANG, H.; CHEN, R. Promoting effect and mechanism of several inorganic salts on hydration reaction of magnesium oxychloride cement at low temperature. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 317, p. 126171, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126171>.

YANG, H.; CUI, H.; TANG, W.; LI, Z.; HAN, N.; XING, F. A critical review on research progress of graphene/cement based composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [S.L.], v. 102, p. 273-296, nov. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.019>.

YING, J.; JIANG, Z.; XIAO, J. Synergistic effects of three-dimensional graphene and silica fume on mechanical and chloride diffusion properties of hardened cement paste. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 316, p. 125756, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125756>.

YOSHIDA, S.; ELAKNESWARAN, Y.; NAWA, T. Electrostatic properties of C–S–H and C-A-S-H for predicting calcium and chloride adsorption. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 121, p. 104109, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104109>.

YU, J.; QIAN, J.; TANG, J.; JI, Z.; FAN, Y. Effect of ettringite seed crystals on the properties of calcium sulphoaluminate cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 207, p. 249-257, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.130>.

YU, J.; WU, H-L.; MISHRA, D. K.; LI, G.; LEUNG, C. K. Compressive strength and environmental impact of sustainable blended cement with high-dosage Limestone and Calcined Clay (LC2). **Journal of Cleaner Production**, [S.L.], v. 278, p. 123616, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123616>.

YUANLIANG, X.; BAOLIANG, L.; CHUN, C.; YAMEI, Z. Properties of foamed concrete with $\text{Ca}(\text{OH})_2$ as foam stabilizer. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 118, p. 103985, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103985>.

ZADHOUSH, H.; GIANNOPOULOS, A.; GIANNAKIS, I. Optimising the Complex Refractive Index Model for Estimating the Permittivity of Heterogeneous Concrete Models. **Remote Sensing**, [S.L.], v. 13, n. 4, p. 723, 16 fev. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/rs13040723>.

ZAJAC, M.; DURDZINSKI, P.; GIERGICZNY, Z.; HAHN, M. B. New insights into the role of space on the microstructure and the development of strength of multicomponent cements. **Cement and Concrete Composites**, [S.L.], v. 121, p. 104070, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104070>.

ZEYAD, A. M.; JOHARI, M. A. M.; ABUTALEB, A.; TAYEH, B. A. The effect of steam curing regimes on the chloride resistance and pore size of high – strength green concrete. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 280, p. 122409, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122409>.

ZHANG, H.; MU, S.; CAI, J.; MA, Q.; HONG, J.; WANG, J.; DU, F. Moisture diffusion in cement pastes with hydrophobic agent. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 319, p. 125596, fev. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125596>.

ZHANG, C.; WU, Z.; LUO, C.; HU, X.; LI, K.; SHI, C.; BANTHIA, N. Size effect of ultra-high-performance concrete under compression: effects of steel fiber characteristics and water-to-binder ratio. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 330, p. 127170, maio 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127170>.

ZHANG, F.; ZHOU, M.; GU, W.; SHEN, Z.; MA, X.; LU, F.; YANG, X.; ZHENG, Y.; GOU, Z. Zinc-/copper-substituted dicalcium silicate cement: advanced biomaterials with enhanced osteogenesis and long-term antibacterial properties. **Journal of Materials Chemistry B**, [S.L.], v. 8, n. 5, p. 1060-1070, 2020. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/c9tb02691f>.

ZHANG, J.; ZHANG, W.; YE, J.; REN, X.; LIU, L.; SHEN, W. Influence of alkaline carbonates on the hydration characteristics of β -C₂S. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 296, p. 123661, ago. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123661>.

ZHANG, N.; YU, H.; MA, H.; BA, M. Effects of different pH chemical additives on the hydration and hardening rules of basic magnesium sulfate cement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 305, p. 124696, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124696>.

ZHANG, Z.; ZHANG, H.; LIU, T.; LV, W. Study on the micro-mechanism and structure of unsaturated polyester resin modified concrete for bridge deck pavement. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 289, p. 123174, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123174>.

ZHAO, K.; ZHANG, P.; WANG, B.; TIAN, Y.; XUE, S.; CONG, Y. Preparation of Electric and Magnetic-Activated Water and Its Influence on the Workability and Mechanical

Properties of Cement Mortar. **Sustainability**, [S.L.], v. 13, n. 8, p. 4546, 19 abr. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/su13084546>.

ZHAO, Y.; LIU, Y.; SHI, T.; GU, Y.; ZHENG, B.; ZHANG, K.; XU, J.; FU, Y.; SHI, S. Study of mechanical properties and early-stage deformation properties of graphene-modified cement-based materials. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 257, p. 119498, out. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119498>.

ZHENG, D.; MONASTERIO, M.; FENG, W.; TANG, W.; CUI, H.; DONG, Z. Hydration Characteristics of Tricalcium Aluminate in the Presence of Nano-Silica. **Nanomaterials**, [S.L.], v. 11, n. 1, p. 199, 14 jan. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano11010199>.

ZHENG, S.; HE, R.; CHEN, H.; WANG, Z.; HUANG, X.; LIU, S. Three-dimensional reconstruction and sulfate ions transportation of interfacial transition zone in concrete under dry-wet cycles. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 291, p. 123370, jul. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123370>.

ZHENG, Q.; HAN, B.; CUI, X.; YU, X.; OU, J. Graphene-engineered cementitious composites. **Nanomaterials and Nanotechnology**, [S.L.], v. 7, p. 184798041774230, 1 jan. 2017. SAGE Publications. <http://dx.doi.org/10.1177/1847980417742304>.

ZHOU, J.; JIN, S.; SUN, L. Experimental investigation on the influence of multiscale pores on the static and dynamic splitting tensile strength of cementitious materials based on the virtual pore method. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 266, p. 120956, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120956>.

ZHOU, X.; XIE, Y.; LONG, G.; ZENG, X.; LI, J.; YAO, L.; JIANG, W.; PAN, Z. DEM analysis of the effect of interface transition zone on dynamic splitting tensile behavior of high-strength concrete based on multi-phase model. **Cement and Concrete Research**, [S.L.], v. 149, p. 106577, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106577>.

ZOU, C.; LONG, G.; ZENG, X.; MA, K.; XIE, Y. Hydration and multiscale pore structure characterization of steam-cured cement paste investigated by X-ray CT. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 282, p. 122629, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122629>.

ZHU, J.; YANG, K.; CHEN, Y.; FAN, G.; ZHANG, L.; GUO, B.; GUAN, X.; ZHAO, R. Revealing the substitution preference of zinc in ordinary Portland cement clinker phases: a study from experiments and dft calculations. **Journal of Hazardous Materials**, [S.L.], v. 409, p. 124504, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124504>.

ZHUANG, Y.; LIU, X.; ZHOU, X.; DU, L. Diffusion model of sulfate ions in concrete based on pore change of cement mortar and its application in mesoscopic numerical simulation. **Structural Concrete**, [S.L.], p. 1, 20 mar. 2022. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/suco.202100760>.

ZHUTOVSKY, S.; SHISHKIN, A. Recycling of hydrated Portland cement paste into new clinker. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 280, p. 122510, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122510>.

ANEXO A – RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL (RESULTADOS)

Tempo de Hidratação	0,00%	0,03% (GRAF)	0,06% (GRAF)	0,09% (GRAF)	0,12% (GRAF)	0,15% (GRAF)
7 dias	23,32	24,76	23,49	18,54	23,04	19,21
	21,73	19,71	20,85	21,57	23,51	21,58
	15,72	18,72	24,20	22,95	25,02	22,48
	20,85	19,32	21,65	19,35	23,45	20,16
	22,73	18,45	24,33	25,12	24,32	21,36
	24,36	21,25	21,12	19,28	21,30	22,28
	25,65	27,24	25,84	20,39	25,34	21,13
	23,90	21,68	22,94	23,73	25,86	23,74
	17,29	20,59	26,62	25,25	27,52	24,73
	22,94	21,25	23,82	21,29	25,80	22,18
	25,00	20,30	26,76	27,63	26,75	23,50
	26,80	23,38	23,23	21,21	23,43	24,51
14 dias	17,30	19,27	24,78	24,00	20,40	18,47
	18,67	28,07	25,66	24,57	24,85	23,27
	24,33	28,69	28,79	26,70	25,61	25,34
	25,22	20,28	29,35	25,24	20,21	19,25
	21,36	22,35	30,21	22,13	22,25	23,22
	24,89	24,36	29,66	26,14	23,16	24,46
	19,03	21,20	27,26	26,40	22,44	20,32
	20,54	30,88	28,23	27,03	27,34	25,60
	26,76	31,56	31,67	29,37	28,17	27,87
	27,74	22,31	32,29	27,76	22,23	21,18
	23,50	24,59	33,23	24,34	24,48	25,54
	27,38	26,80	32,63	28,75	25,48	26,91
21 dias	24,27	24,72	26,40	23,86	22,65	23,39
	27,65	27,88	27,81	23,62	25,84	24,74
	29,21	28,47	30,02	25,27	27,33	26,68
	30,22	29,22	31,25	29,35	28,65	26,33
	28,36	27,25	31,46	35,89	26,32	25,59
	27,35	26,60	32,75	28,64	25,35	25,35
	26,70	27,19	29,04	26,25	24,92	25,73
	28,33	30,67	30,59	25,98	28,42	27,21
	29,18	31,32	33,02	27,80	28,77	27,35
	29,13	21,35	33,85	30,25	31,52	28,96
	28,35	29,98	31,33	29,21	28,95	28,15
	29,28	29,26	30,64	28,70	27,89	27,89
28 dias	22,55	28,73	32,30	26,30	23,84	25,30
	28,36	28,14	32,52	26,35	27,26	25,63
	26,13	30,36	31,46	25,40	28,10	26,25
	27,65	29,18	32,58	26,90	24,35	24,35
	27,36	28,35	33,35	26,35	26,40	24,42
	30,25	29,30	31,20	28,30	28,35	27,26
	24,81	29,35	32,65	27,35	26,22	26,80
	29,36	28,32	33,61	27,80	28,36	25,35
	28,74	28,39	34,61	27,94	26,40	27,13
	29,20	29,30	31,30	26,13	26,79	25,30
	30,10	31,19	33,40	27,10	24,35	25,80
	28,35	31,20	32,25	25,32	26,30	26,38

ANEXO B – RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO AOS 7 E 28 DIAS

Tempo de hidratação	0,00%	0,03% (GRAF)	0,06% (GRAF)	0,09% (GRAF)	0,12% (GRAF)	0,15% (GRAF)
7 dias	3,26	3,60	3,97	3,56	3,19	2,86
	3,65	4,03	4,44	3,98	3,57	3,20
	3,25	3,59	3,96	3,55	3,18	2,85
	3,36	3,71	4,09	3,67	3,29	2,95
	3,65	4,03	4,44	3,98	3,57	3,20
	3,32	3,66	4,04	3,62	3,25	2,91
	3,59	3,96	4,37	3,91	3,51	3,15
	4,02	4,43	4,89	4,38	3,93	3,52
	3,58	3,95	4,35	3,90	3,50	3,14
	3,70	4,08	4,50	4,03	3,62	3,24
	4,02	4,43	4,89	4,38	3,93	3,52
	3,65	4,03	4,45	3,99	3,57	3,20
28 dias	5,85	6,40	6,99	6,15	5,45	4,83
	5,69	6,21	6,83	5,99	5,27	4,69
	5,98	6,40	7,02	6,13	5,25	4,67
	5,89	6,38	7,02	6,27	5,35	4,76
	5,96	6,32	6,56	5,82	5,15	4,59
	5,85	6,43	6,80	5,98	5,24	4,67
	6,44	7,01	7,35	6,73	5,98	5,25
	6,26	8,81	7,43	6,36	5,76	5,15
	6,58	7,03	7,75	6,56	5,73	5,13
	6,48	6,90	7,12	6,69	5,84	5,13
	6,56	6,95	7,21	6,36	5,64	4,99
	6,44	7,07	7,44	6,68	5,67	5,02

**ANEXO C – ENSAIO DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA
ULTRASSÔNICA**

Velocidade (m/s)					
REF	0,03% (GRAF)	0,06% (GRAF)	0,09% (GRAF)	0,12% (GRAF)	0,15% (GRAF)
3246,75	3649,64	3783,58	3968,25	4065,04	4264,39
3355,70	3875,97	3937,01	4081,63	4048,58	4416,96
3533,57	3554,92	3734,13	3816,79	4651,16	4595,59
3636,36	3912,36	4111,84	4291,85	4219,41	4498,43
3745,32	3269,36	3546,10	3676,47	3906,25	4666,36
3546,10	3721,62	3963,54	4032,26	4273,50	4308,49

ANEXO D – RESULTADOS DO MÓDULO DE ELASTICIDADE

Ed (MPa)					
REF	0,03% (GRAF)	0,06% (GRAF)	0,09% (GRAF)	0,12% (GRAF)	0,15% (GRAF)
55,7	57,4	58,5	60,4	62,5	66,5
52,2	55,5	60,9	62,0	64,4	72,8
51,6	54,4	56,3	63,7	65,5	70,4
55,5	58,3	61,4	63,4	65,7	67,5
50,3	53,2	53,9	60,9	63,7	67,4
54,5	57,9	62,5	61,8	63,7	71,8

ANEXO E – RESULTADOS DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE

Misturas	Corpo de prova	Massa da amostra seca	Massa amostra saturada após 3h	Massa amostra saturada após 6h	Massa amostra saturada após 24h	Massa amostra saturada após 48h	Massa amostra saturada após 72h
		Ms(g)	Msat(g)	Msat(g)	Msat(g)	Msat(g)	Msat(g)
Referência (0%)	I	403,5	406,3	409,1	412,8	416,9	425,3
	II	409,3	412,1	415,0	418,7	422,9	431,4
	III	404,8	407,7	410,5	414,2	418,3	426,7
	IV	406,1	409,0	411,8	415,5	419,7	428,1
	V	405,6	408,5	411,3	415,0	419,2	427,6
	VI	405,5	408,3	411,1	414,8	419,0	427,4
0,03% (GRAF)	I	403,5	405,5	408,0	411,2	414,9	421,1
	II	404,1	406,2	408,6	411,9	415,6	421,8
	III	403,0	405,1	407,5	410,7	414,4	420,7
	IV	405,1	407,1	409,6	412,9	416,6	422,8
	V	409,7	411,7	414,2	417,5	421,2	427,6
	VI	404,2	406,2	408,6	411,9	415,6	421,9
0,06% (GRAF)	I	404,3	406,7	408,7	411,6	414,9	416,5
	II	400,4	402,8	404,8	407,7	410,9	412,6
	III	407,7	410,1	412,2	415,0	418,4	420,0
	IV	409,2	411,6	413,7	416,6	419,9	421,6
	V	404,3	406,7	408,8	411,6	414,9	416,6
	VI	404,2	406,6	408,7	410,7	414,0	415,7
0,09% (GRAF)	I	387,4	389,3	391,3	393,2	395,2	401,1
	II	397,3	399,3	401,3	403,3	405,3	407,4
	III	399,0	401,0	403,0	405,0	407,1	409,1
	IV	398,7	400,6	402,6	404,7	406,7	408,7
	V	402,2	404,2	406,2	408,3	410,3	412,4
	VI	401,4	403,4	405,4	407,4	409,4	411,5
0,12% (GRAF)	I	401,3	402,9	404,9	406,9	408,9	411,0
	II	404,4	406,0	408,1	410,1	412,2	414,2
	III	406,3	408,0	410,0	412,1	414,1	416,2
	IV	409,8	411,5	413,5	415,6	417,7	419,8
	V	410,5	412,2	414,2	416,3	418,4	420,5
	VI	411,1	412,8	414,8	416,9	419,0	421,1
0,15% (GRAF)	I	408,7	410,2	412,2	414,3	416,3	418,4
	II	405,5	406,9	409,0	411,0	413,1	415,1
	III	401,8	403,1	405,2	407,2	409,2	411,3
	IV	403,2	404,6	406,6	408,7	410,7	412,8
	V	401,2	402,4	404,4	406,4	408,5	410,5
	VI	406,1	407,5	409,5	411,6	413,7	415,7

Misturas	Corpo de prova	Absorção de água por capilaridade em 3h	Absorção de água por capilaridade em 6h	Absorção de água por capilaridade em 24h	Absorção de água por capilaridade em 48h	Absorção de água por capilaridade em 72h
		C (g/cm ²)	C (g/cm ²)	C (g/cm ²)	C (g/cm ²)	C (g/cm ²)
Referência (0%)	I	0,144	0,289	0,476	0,687	1,112
	II	0,146	0,293	0,483	0,697	1,128
	III	0,144	0,290	0,478	0,689	1,115
	IV	0,145	0,291	0,480	0,691	1,119
	V	0,145	0,227	0,393	0,690	1,118
	VI	0,145	0,227	0,394	0,690	1,117
0,03% (GRAF)	I	0,103	0,227	0,393	0,582	0,899
	II	0,103	0,227	0,394	0,583	0,900
	III	0,103	0,227	0,393	0,581	0,898
	IV	0,103	0,228	0,395	0,584	0,902
	V	0,104	0,227	0,399	0,591	0,912
	VI	0,103	0,225	0,394	0,583	0,900
0,06% (GRAF)	I	0,124	0,227	0,373	0,541	0,625
	II	0,122	0,225	0,369	0,536	0,619
	III	0,125	0,229	0,376	0,545	0,631
	IV	0,125	0,230	0,378	0,547	0,633
	V	0,124	0,198	0,298	0,541	0,625
	VI	0,124	0,203	0,305	0,499	0,583
0,09% (GRAF)	I	0,099	0,198	0,298	0,398	0,700
	II	0,101	0,203	0,305	0,408	0,511
	III	0,102	0,204	0,307	0,410	0,513
	IV	0,102	0,204	0,306	0,409	0,513
	V	0,102	0,184	0,309	0,413	0,518
	VI	0,102	0,186	0,308	0,412	0,516
0,12% (GRAF)	I	0,082	0,184	0,288	0,391	0,495
	II	0,082	0,186	0,290	0,394	0,499
	III	0,083	0,187	0,291	0,396	0,502
	IV	0,084	0,188	0,294	0,400	0,506
	V	0,084	0,179	0,284	0,400	0,507
	VI	0,084	0,176	0,280	0,401	0,508
0,15% (GRAF)	I	0,075	0,179	0,284	0,390	0,496
	II	0,072	0,176	0,280	0,385	0,490
	III	0,070	0,172	0,276	0,379	0,484
	IV	0,074	0,177	0,281	0,385	0,489
	V	0,061	0,164	0,267	0,370	0,475
	VI	0,070	0,174	0,279	0,383	0,489

ANEXO F – RESULTADOS DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO

Misturas	Corpo de prova	Massa da amostra seca	Massa da amostra saturada	Massa da Amostra Imersa	Absorção de água por imersão
		Ms (g)	Msat (g)	Mi (g)	A(%)
Referência (0%)	I	403,46	468,66	252,20	16,16
	II	409,25	455,17	254,06	11,22
	III	404,82	456,8	255,78	12,84
	IV	406,12	464,72	254,82	14,43
	V	405,63	460,67	254,33	13,57
	VI	405,45	467,09	255,22	15,20
0,03%	I	387,40	464,04	248,99	19,78
	II	397,32	420,50	248,15	5,83
	III	399,01	451,15	247,92	13,07
	IV	398,65	455,05	246,92	14,15
	V	402,20	442,06	248,44	9,91
	VI	401,36	429,88	247,60	7,11
0,06%	I	403,51	458,21	252,43	13,56
	II	404,13	440,91	251,79	9,10
	III	403,04	448,40	251,92	11,25
	IV	405,11	441,23	250,52	8,92
	V	409,65	442,99	252,16	8,14
	VI	404,19	442,13	253,14	9,39
0,09%	I	404,26	449,14	254,88	11,10
	II	400,42	420,34	251,04	4,97
	III	407,66	457,08	253,29	12,12
	IV	409,18	433,20	252,12	5,87
	V	404,32	428,72	252,67	6,03
	VI	404,21	434,07	251,36	7,39
0,12%	I	401,26	435,56	253,39	8,55
	II	404,43	429,31	251,36	6,15
	III	406,34	442,40	254,85	8,87
	IV	409,83	436,47	253,55	6,50
	V	410,52	441,86	255,36	7,63
	VI	411,13	426,79	252,34	3,81
0,15%	I	396,24	429,35	245,63	8,13
	II	401,35	415,09	246,76	5,99
	III	398,17	429,34	249,43	8,72
	IV	401,24	433,76	248,35	6,13
	V	403,45	431,59	257,54	7,87
	VI	403,18	426,65	246,78	3,76

Misturas	Corpo de prova	Índice de vazios	Massa específica da amostra seca	Massa específica da amostra saturada	Massa específica da amostra real
		lv (%)	ρs	ρsat	ρr
Referência (0%)	I	0,301	1,864	2,165	2,667
	II	0,228	2,035	2,263	2,637
	III	0,259	2,014	2,272	2,716
	IV	0,279	1,935	2,214	2,684
	V	0,267	1,966	2,233	2,681
	VI	0,291	1,914	2,205	2,699
0,03%	I	0,356	1,801	2,158	2,799
	II	0,134	2,305	2,440	2,664
	III	0,257	1,963	2,220	2,641
	IV	0,271	1,915	2,186	2,627
	V	0,206	2,077	2,283	2,616
	VI	0,156	2,202	2,358	2,610
0,06%	I	0,266	1,961	2,227	2,671
	II	0,194	2,137	2,331	2,653
	III	0,231	2,051	2,282	2,667
	IV	0,189	2,124	2,314	2,621
	V	0,175	2,147	2,321	2,601
	VI	0,201	2,139	2,339	2,676
0,09%	I	0,231	2,081	2,312	2,706
	II	0,118	2,365	2,483	2,681
	III	0,243	2,000	2,243	2,641
	IV	0,133	2,260	2,392	2,605
	V	0,139	2,297	2,435	2,666
	VI	0,163	2,212	2,376	2,645
0,12%	I	0,188	2,203	2,391	2,714
	II	0,140	2,273	2,413	2,642
	III	0,192	2,167	2,359	2,682
	IV	0,146	2,240	2,386	2,622
	V	0,168	2,201	2,369	2,646
	VI	0,090	2,357	2,446	2,589
0,15%	I	0,180	2,157	2,337	2,631
	II	0,082	2,384	2,466	2,596
	III	0,173	2,213	2,386	2,677
	IV	0,175	2,164	2,339	2,624
	V	0,162	2,318	2,480	2,765
	VI	0,130	2,242	2,372	2,578

ANEXO G – DADOS ESTATÍSTICOS

Ref	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,271	1,955	2,225	2,681
Desv. P	0,025958179	0,063863572	0,039751053	0,027141913
0,03%	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,230	2,044	2,274	2,659
Desv. P	0,081814791	0,1877339	0,108447232	0,070936242
0,06%	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,209	2,093	2,302	2,648
Desv. P	0,033302768	0,073552535	0,042024788	0,030485067
0,09%	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,171	2,203	2,374	2,657
Desv. P	0,053178842	0,137323869	0,085970062	0,035107773
0,12%	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,154	2,240	2,394	2,649
Desv. P	0,038036956	0,067805076	0,031688859	0,043885195
0,15%	Índice de vazios	M. esp. Seca	M. Esp. Saturada	M. esp. Real
média	0,150	2,246	2,397	2,645

ANEXO H – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA A LASER

