

Avaliação das propriedades mecânicas na fratura de pastas de cimento com adição de óxido de grafeno

Evaluation of the mechanical properties on fracture of cement pastes with addition of graphene oxide

Ricardo Augusto dos Santos Horta¹ , Júnia Nunes de Paula², José Márcio Fonseca Calixto³

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. R. Raymundo Mattoso, 900, Santa Rita, 35790-000, Curvelo, MG, Brasil.

²Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Av. Amazonas, 7675, Nova Gameleira, 30510-000, Belo Horizonte, MG, Brasil.

³Universidade Federal de Minas Gerais, Av. Pres. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, 31270-901, Belo Horizonte, MG, Brasil. e-mail: ricardocivil92@gmail.com, juniapaula@cefetmg.br, calixto@ufmg.br.

RESUMO

Os materiais compósitos de base cimentícia, incluindo pasta de cimento, argamassa e concreto, são os materiais mais comumente utilizados na construção civil. No entanto, a sua natureza frágil, elevada dureza, baixa resistência à tração e propensão às fissuras são fatores-chave que comprometem a durabilidade e resultam em altos custos de manutenção das estruturas. Materiais de reforço como barras de aço, fibras de aço, fibras de carbono, fibras de vidro e polímeros foram extensivamente aplicados em concretos nos últimos anos. Embora estes materiais possam melhorar bastante a tenacidade do concreto, solucionando bem os defeitos que ocorrem na micro escala inerentes aos materiais cimentícios, as fraturas nestes materiais persistem. Os nanomateriais (como nanosilica, nanotubos de carbono e derivados do grafeno) podem atuar complementarmente às fibras tradicionais, reforçando ainda mais os materiais cimentícios fibrosos, por meio dos mecanismos de restrição à iniciação e à propagação das fissuras na escala nanométrica, bem como disponibilização de uma área de superfície específica extremamente elevada para interação com os produtos de hidratação do cimento. Dentre os nanomateriais, o óxido de grafeno (OG) apresenta um enorme potencial para aplicação nos compósitos cimentícios. Neste trabalho foram realizados ensaios com adição de OG produzido e patenteado no CTNano/UFMG em pastas de cimento classe CP-III-RS-40. Objetivou-se avaliar as propriedades mecânicas de pastas de cimento com adição de OG, nos teores de 0,03% e 0,05%. Dentre os teores de adição analisados, o teor de 0,05%OG permitiu a obtenção dos melhores resultados aos 28 dias de cura. Foram obtidos aumentos de 19,40%, 16,86%, 27,37% e 21,55% no módulo de elasticidade, resistência à tração na flexão, tenacidade à fratura e energia de fratura, respectivamente. Diante destes resultados, pode-se inferir que o OG tem potencial para ser aplicado na construção civil, visando a melhoria das propriedades mecânicas e parâmetros de fratura de pastas de cimento.

Palavras-chave: Compósitos cimentícios; Nanomateriais; Óxido de grafeno; Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Cement-based composite materials, including cement paste, mortar and concrete, are the most commonly used materials in civil construction. However, its brittle nature, high hardness, low tensile strength and propensity to cracking are key factors that compromise durability and result in high maintenance costs for structures. Reinforcement materials such as steel bars, steel fibers, carbon fibers, glass fibers and polymers have been extensively applied to concrete in recent years. Although these materials can greatly improve the toughness of concrete, solving well the defects that occur in the micro scale inherent to cementitious materials, the fractures in these materials persist. Nanomaterials (such as nanosilica, carbon nanotubes and graphene derivatives) can act as a complement to traditional fibers, further reinforcing fibrous cementitious materials, through mechanisms that restrict the initiation and propagation of cracks at the nanometer scale, as well as providing an extremely high

specific surface area for interaction with cement hydration products. Among the nanomaterials, graphene oxide (GO) has an enormous potential for application in cementitious composites. In this work, tests were carried out with the addition of GO produced and patented at CTNano/UFGM in cement pastes class CP-III-RS-40. The objective was to evaluate the mechanical properties of cement pastes with the addition of GO, at the levels of 0.03% and 0.05%. Among the addition levels analyzed, the content of 0.05%GO allowed to obtain the best results at 28 days of curing. Increases of 19.40%, 16.86%, 27.37% and 21.55% were obtained in the modulus of elasticity, flexural tensile strength, fracture toughness and fracture energy, respectively. In view of these results, it can be inferred that GO has the potential to be applied in civil construction, aiming the improvement of the mechanical properties and fracture parameters of cement pastes.

Keywords: Cement composites; Nanomaterials; Graphene oxide; Mechanical properties.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais compósitos de base cimentícia, incluindo pasta de cimento, argamassa e concreto, são os materiais mais comumente utilizados na construção civil. No entanto, a sua natureza frágil, elevada dureza, baixa resistência à tração e propensão às fissuras são fatores-chave que comprometem a durabilidade e resultam em altos custos de manutenção das estruturas. Neste sentido, diversos trabalhos de pesquisa têm sido desenvolvidos, com o objetivo de encontrar materiais que possam limitar o desenvolvimento de fissuras nos compósitos cimentícios, e, dessa forma, possibilitar o aumento do tempo de vida útil das edificações e reduzir a frequência dos ciclos construtivos, o que, por si só, já representa um grande avanço do ponto de vista ambiental [1].

Materiais de reforço como barras de aço, fibras de aço, fibras de carbono, fibras de vidro e polímeros foram extensivamente aplicados em concretos nos últimos anos. Embora estes materiais possam melhorar bastante a tenacidade do concreto, solucionando bem os defeitos que ocorrem na micro escala inerentes aos materiais cimentícios, as fraturas nestes materiais persistem. Os nanomateriais (nanosílica, nanotubos de carbono e derivados do grafeno) podem atuar complementarmente às fibras tradicionais, reforçando ainda mais os materiais cimentícios fibrosos, por meio dos mecanismos de restrição à iniciação e à propagação das fissuras na escala nanométrica, bem como disponibilização de uma área de superfície específica extremamente elevada para interação com os produtos de hidratação do cimento [2].

Dentre os nanomateriais, o óxido de grafeno (OG) apresenta um enorme potencial para aplicação nos compósitos cimentícios, sendo tipicamente produzido a partir da oxidação do grafite, esfoliação e purificação em um processo conhecido como método de Hummers [3], conforme mostra a Figura 1.

O OG consiste em uma estrutura plana de átomos de carbono interligados em formato hexagonal, com orbitais hibridizados sp^2 e sp^3 [5]. Segundo LU *et al.* [6], o OG é um material hidrofílico devido à presença de grupos funcionais de oxigênio no plano basal e bordas de sua estrutura molecular, conforme mostra a Figura 2.

Embora o OG tenha sido objeto de inúmeras pesquisas nos últimos anos, a sua exata relação com o mecanismo de hidratação do cimento ainda não é totalmente compreendida.

LV *et al.* [2] apresentou um possível mecanismo de ação do óxido de grafeno sobre o processo de hidratação do cimento, conforme se observa na Figura 3:

Segundo LV *et al.* [2] a superfície do OG possui vários grupos funcionais de oxigênio, entre eles $-OH$, $-COOH$ e $-C=O$ (Figura 3a). Esses grupos funcionam como sítios de adsorção tanto para moléculas de água como para componentes do cimento (C_3S , C_2S , C_3A e C_4AF), que reagem e formam pontos de nucleação para os produtos de hidratação (Figura 3b). Os pontos de nucleação se desenvolvem e formam os primeiros cristais de cimento hidratados em formato de bastonetes (Figura 3c e 3d). Os cristais se desenvolvem e adquirem formato de colunas (Figura 3e). Os cristais de cimento completamente hidratados, em formato de flor (Figura 3f),



Figura 1: Método de Hummers para a obtenção de OG [4].

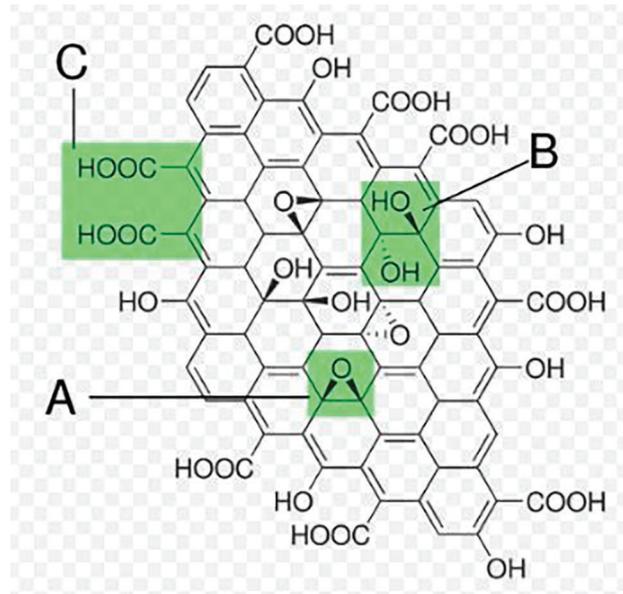


Figura 2: Estrutura molecular do óxido de grafeno (A: Grupo epoxílico, B: Grupo hidroxílico, C: Grupo carboxílico) [2].

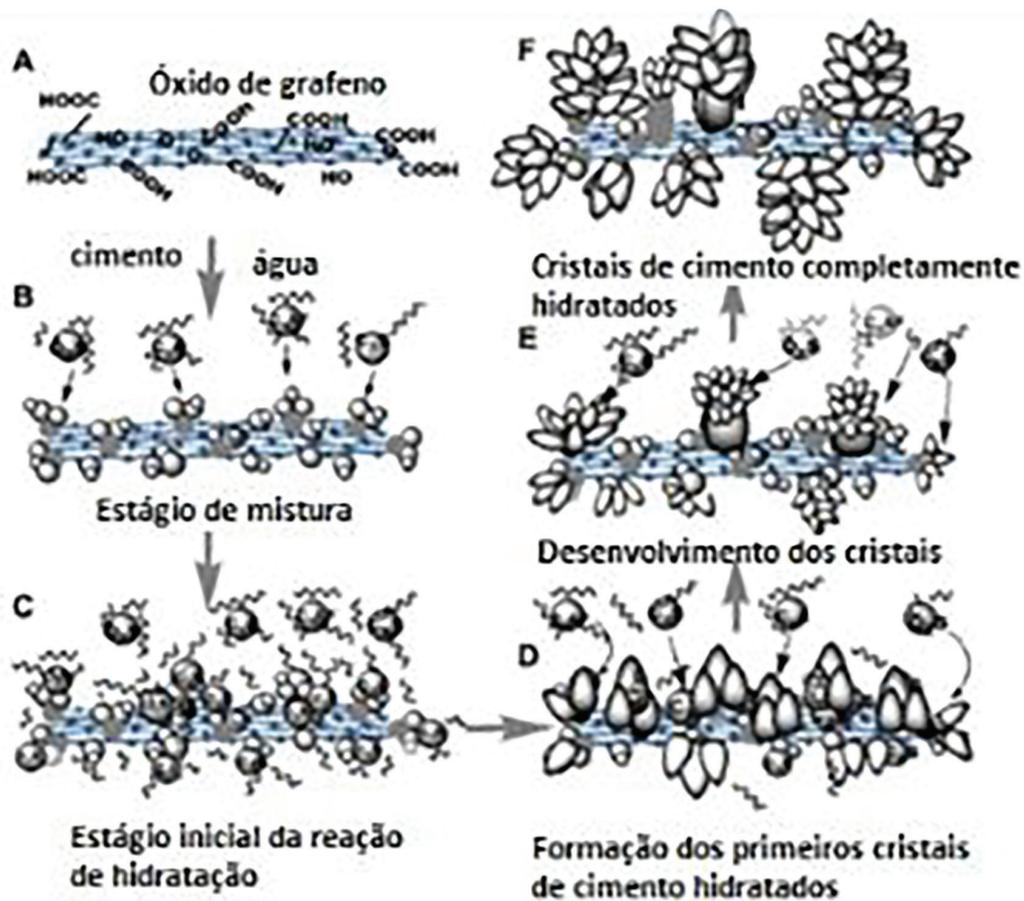


Figura 3: Possível mecanismo de ação do OG sobre o processo de hidratação do cimento [2].

se separam das folhas de OG e preenchem poros e fissuras na matriz de cimento, funcionando como material de enchimento e retardando a propagação das fissuras.

Os cristais de cimento hidratados em formato de flor consistem em estruturas entrelaçadas com disponibilidade de espaço para absorver o movimento, de modo que a resistência à tração é elevada. Quando são

utilizadas dosagens elevadas de OG na matriz do cimento, os cristais em formato de flor tendem a ficar mais densos e agregar, formando poliedros. Devido à estrutura compacta, os cristais de C-S-H em forma de poliedros apresentam maior resistência à compressão.

Este mecanismo de ação permite inferir que as nano folhas de OG desempenham um papel efetivo na regulação da microestrutura dos cristais de cimento hidratados, reduzindo a fragilidade e aumentando significativamente as resistências à tração e à compressão dos materiais cimentícios. As características de reforço dos materiais cimentícios pelo OG também são descritas por outros autores, como apresentado nos tópicos seguintes:

- O OG proporciona o intertravamento da matriz do cimento, devido à sua morfologia rugosa [3];
- Efeito nano filler. O OG é capaz de preencher os poros na microestrutura do compósito cimentício, proporcionando a densificação e uma estrutura com menos defeitos, proporcionando maior resistência mecânica e durabilidade [5];
- O OG possui elevada superfície específica para interação com os produtos de hidratação do cimento [7];
- O OG catalisa a reação de hidratação do cimento. Grupos funcionais de oxigênio (principalmente –OH e –COOH) presentes na estrutura molecular do OG funcionam como sítios de adsorção tanto para moléculas de água como para componentes do cimento (C2S e C3S, C3A e C4AF), facilitando a reação de hidratação e favorecendo a nucleação dos cristais de C-S-H. Além disso, o mecanismo de adsorção de água na superfície das moléculas de OG permite a redução no conteúdo de água livre, o que também favorece a redução da porosidade e aumento na resistência mecânica [7];
- O OG regula a formação dos cristais de C-S-H em um arranjo regular e alinhado, permitindo a redução da porosidade e a obtenção de um maior grau de compactação da estrutura cristalina [8];
- O OG possui elevada resistência à tração e elevado módulo de elasticidade, características que tornam este material capaz de restringir a iniciação e a propagação das fissuras no compósito cimentício em uma escala nanométrica. As fissuras passam a ocorrer de maneira tortuosa e com menor espessura, reduzindo a possibilidade de falha (ruptura) do material [3, 9];

Com base nisto, buscou-se, neste trabalho, aprofundar a seguinte pergunta de pesquisa: quais os efeitos da adição do óxido de grafeno sobre a cinética da reação de hidratação do cimento e sobre as propriedades mecânicas de pastas no estado endurecido?

De forma a responder a esta pergunta de pesquisa, foram realizados testes com adição de óxido de grafeno produzido e patenteado no CTNano/UFMG¹ em pastas de cimento Portland de classe CP-III-RS-40. Objetivou-se avaliar as propriedades mecânicas (resistência à tração, módulo de elasticidade e parâmetros de fratura) de pastas de cimento com adição de OG, nos teores de 0,03% e 0,05%, em relação à amostra de referência. Os resultados obtidos serão analisados e, ao final, discutidos.

2. REVISÃO TEÓRICA

2.1. Ensaio de flexão

2.1.1. Resistência à tração na flexão

Os ensaios de flexão avaliam a resistência à tração dos materiais quando o ensaio de tração direta é inviável. Os ensaios de flexão usualmente são empregados em materiais cerâmicos (frágeis) que apresentam limitações práticas à realização do ensaio de tração direta, que podem, segundo CALLISTER JUNIOR [10], ser das seguintes naturezas:

- difícil preparação (usinagem) das amostras com a precisão geométrica exigida;
- fixação das amostras nas garras de ensaio induzem o trincamento;
- materiais frágeis falham após deformações da ordem de 0,1%, exigindo perfeito alinhamento.

Nos ensaios de flexão, os corpos de prova, que podem ser prismáticos de seção transversal retangular ou circular, são dispostos sobre dois apoios e a carga é aplicada no centro do vão (flexão em três pontos) ou em dois pontos equidistantes entre os apoios (flexão em quatro pontos), como mostra a Figura 4.

De acordo com CALLISTER JUNIOR [10] e SHACKELFORD [11], nos materiais frágeis, como não há deformação plástica significativa, a ruptura ocorre quando atingida a carga máxima ($P_{máx}$). A tensão máxima

¹ CTNano/UFMG: Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da UFMG (Universidade Federal de Minas Gerais).

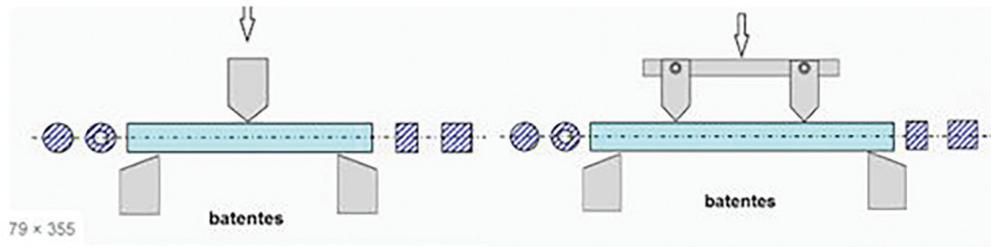


Figura 4: Ensaio de flexão em três pontos à esquerda; ensaio de flexão em quatro pontos à direita [10].

relacionada a esta carga é a resistência do material à flexão (σ_f), ou módulo de ruptura (MDR). No caso de seção retangular, é expressa pela Equação 1, onde S: vão livre; B: base da seção retangular e W: altura da seção retangular.

$$\sigma_f = MDF = \frac{3P_{m\acute{a}x} \cdot S}{2BW^2}. \quad (\text{Equação 1})$$

Nos materiais frágeis, em virtude da presença de trincas/defeitos/descontinuidades, o MDR está sempre relacionado à resistência à tração do material, uma vez que o limite de resistência à tração é significativamente inferior ao de compressão nestes materiais.

Ressalta-se que, no caso do ensaio de flexão em três pontos, quando um entalhe é realizado no meio do seu vão útil, a Equação 6 é alterada no denominador, ficando, segundo FERREIRA [12], em acordo com a Equação 2, onde σ_f : resistência à flexão (MPa); $P_{m\acute{a}x}$: carga máxima aplicada (N); S: vão livre (mm); B: base da seção retangular; W: altura da seção retangular e a_0 : altura do entalhe.

$$\sigma_f = \frac{3P_{m\acute{a}x} \cdot S}{2B(W - a_0)^2}. \quad (\text{Equação 2})$$

2.1.2. Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade (ou módulo de Young) das amostras pode ser determinado a partir de informações obtidas na fase elástica do diagrama P x δ .

Segundo FERREIRA [12], no ensaio de flexão em três pontos, o módulo de elasticidade é dado pela Equação 3, onde E: módulo de elasticidade (MPa); P_i : carga aplicada no i-ésimo estágio de deformação (N); S: vão livre (mm); W: altura da viga (mm); a_0 : altura do entalhe; B: base da viga (mm) δ_i : deslocamento vertical da linha de carga (mm) no i-ésimo estágio de deformação e $v(\alpha)$: função adimensional de dependência geométrica e de condições de contorno para deslocamentos (pode ser encontrada ao final do subitem 2.3.4) e $\alpha = a_0/W$, a extensão normalizada da fissura, relativamente à altura do corpo de prova. Considerando-se a adoção de pares (i), quaisquer, de cargas e deslocamentos na fase elástica, tem-se:

$$E = \frac{P_i S^3}{4(W - a_0)^3 B \delta_i} v(\alpha) \quad (\text{Equação 3})$$

2.1.3. Tenacidade à fratura

Segundo FERREIRA [12], a tenacidade à fratura dos corpos de prova pode ser calculada aplicando-se a Equação 4, onde: K_{IC} : tenacidade à fratura ($\text{MPa}\sqrt{\text{mm}}$); $P_{m\acute{a}x}$: carga máxima aplicada (N); S: vão livre (mm); W: altura da viga (mm); a_0 : altura do entalhe; B: base da viga (mm) e $f(\alpha)$ é uma função adimensional dependente da geometria e do modo de solitação do corpo de prova ao faturamento (pode ser encontrada ao final do subitem 2.3.4).

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{\pi a_0} f(\alpha) = \frac{3 \cdot P_{m\acute{a}x} \cdot S}{2B \cdot (W - a_0)^2} \sqrt{\pi a_0} f(\alpha) \quad (\text{Equação 4})$$

2.1.4. Energia de fratura

De acordo com DANOGLIDIS *et al.* [13], a energia de fratura é definida como a quantidade de energia requerida pelos materiais para que eles falhem. Para a determinação da energia de fratura (G_f) são utilizadas vigas com entalhes centrais, submetidas à flexão em três pontos. A execução do entalhe central tem por objetivo a fragilização da seção transversal nessa região e a criação de um plano preferencial de fraturamento.

Segundo FERREIRA [12], a ruptura por flexão em três pontos é sempre preferível àquela por flexão em quatro pontos, dado que os níveis de carregamento são inferiores no primeiro caso. Dessa forma, a dissipação energética localizada, que se verifica nas regiões dos apoios e no ponto de transmissão de carga, e que decorre da danificação do corpo de prova, também é minimizada. Por essas razões, optou-se, neste trabalho, pela realização do ensaio de flexão em três pontos.

A energia de fratura (J/mm^2), segundo FERREIRA [12], é obtida dividindo-se o trabalho realizado pela carga externa (J), para total ruptura do corpo de prova, pela área da seção transversal fraturada (mm^2), ou seja, a área do ligamento (A_L) projetada sobre o plano da seção transversal, conforme a Equação 5.

$$G_f = \frac{1}{A_L} \int_0^{\delta} P(\delta) d\delta \tag{Equação 5}$$

O trabalho realizado pela força externa é determinado pela área sob a curva de carregamento ($P \times \delta$), conforme a Figura 5.

$$A_L = B \cdot (W - a_0) \tag{Equação 6}$$

A área do ligamento (A_L), ou área da seção fraturada, pode ser vista na Figura 6, sendo determinada pela Equação 6.

Para vigas solicitadas à flexão em três pontos, para diferentes relações S/W , as funções $f(\alpha)$ e $g(\alpha)$ são dadas pela Equação 7, sendo $\alpha = a_0/W$.

$$f(\alpha), v(\alpha) = a + b\alpha + c\alpha^2 + d\alpha^3 + e\alpha^4 + f\alpha^5 \quad (0,05 \leq \alpha \leq 0,65) \tag{Equação 7}$$

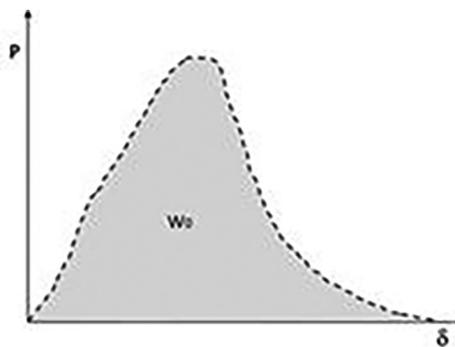


Figura 5: Curva de carregamento ($P \times \delta$) [13].

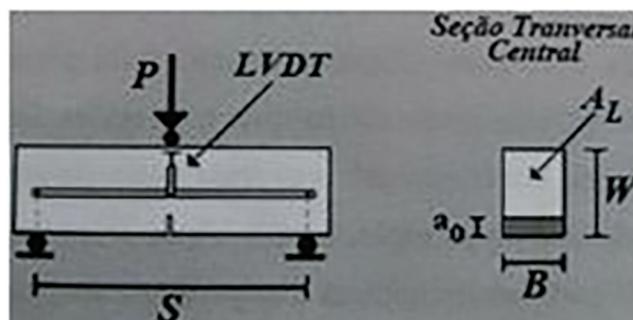


Figura 6: Corpo de prova com entalhe à esquerda e área do ligamento (A_L) à direita [12].

Tabela 1: Coeficientes para o cálculo da função adimensional de dependência $f(\alpha)$ [12].

S/W	A	B	C	D	E	F
1	1,3784151	-2,8339910	6,3744746	-2,9002261	-5,8053333	12,7549070
2	1,0244559	-1,4050530	4,4289807	0,0180668	-8,7581504	13,9282700
3	1,0444201	-1,2557771	4,0220222	1,3056905	-11,1403750	15,6007550
6	1,0771384	-1,0921176	3,5032921	2,5230498	-12,8730870	16,6358800
9	1,0843312	-0,9797652	3,0458388	3,4258041	-13,6221960	16,7970730
12	1,0952824	-1,0798027	3,9783769	0,0532106	-8,2047085	13,5719790
15	1,0985129	-1,0667642	3,9535844	0,0330708	-8,0664448	13,4576870

Tabela 2: Coeficientes para o cálculo da função adimensional de dependência $v(\alpha)$ [12].

S/W	A	B	C	D	E	F
1	8,5333030	6,9221060	-41,1207960	260,6611200	-529,7530500	465,1061600
2	2,1646138	3,5621812	-21,8987350	141,7857100	-291,6215200	263,9509100
3	1,3866763	2,4347404	-14,6668020	98,2475290	-200,8130900	182,1020400
6	1,0502334	1,2447670	-7,2716567	50,9161060	-103,5411300	94,0545970
9	1,0090549	0,8385951	-4,8571279	34,4491510	-69,9004690	63,4776140
12	0,9987721	0,6293423	-3,6192397	25,9222000	-52,5719460	47,7850660
15	0,9954243	0,5043539	-2,8929718	20,8259240	-42,2342320	38,3965440

Os coeficientes necessários ao uso da Equação 7 encontram-se reunidos nas Tabelas 1 e 2.

O cálculo das funções $f(\alpha)$ e $v(\alpha)$ para relações S/W intermediárias, por exemplo, S/W = 4, pode ser procedido por meio de interpolações quadráticas entre três valores próximos (2, 3 e 6 ou 3, 6 e 9).

2.2. Digital image correlation (dic)

O Digital Image Correlation (DIC), ou Correlação Digital de Imagens, é um método da metrologia óptica que torna possível a análise e a determinação de um campo de deslocamentos em uma das superfícies planas de um corpo de prova a partir da comparação de um par de imagens obtidas antes e após a aplicação de cargas sobre a peça [14].

O método DIC compreende três etapas em sequência: (a) preparação das amostras e do experimento; (b) captura e gravação das imagens da superfície plana da amostra durante o ensaio; e (c) processamento das imagens capturadas usando um software para obter as informações de deslocamento e deformação desejadas [15].

Na primeira etapa, seleciona-se uma das faces da amostra, a mais heterogênea possível, para a captura das imagens. Em seguida, é realizada uma pintura sobre essa face, com a utilização de spray branco, seguido pela aplicação de jateamento de spray preto, para a obtenção de um padrão estocástico de leitura, o qual facilitará a captura das imagens. O corpo de prova é então posicionado em frente à câmera, podendo ser utilizadas diferentes técnicas de iluminação para dar maior destaque à região de análise. Na segunda etapa, são realizadas imagens contínuas do corpo de prova em intervalos de tempo pré-definidos.

Em posse das imagens, inicia-se a terceira e última etapa. Seleciona-se um pequeno campo de pixels, chamado de subset, na primeira imagem, assim o software busca por este campo nas imagens seguintes, registrando o deslocamento sofrido. Cada área na imagem tem uma identidade própria, possuindo uma escala de cinza única. Ao encontrar o subset selecionado, e a partir de uma escala de medição de referência, o software realiza os cálculos e dá como resultado o deslocamento nos eixos x e y, relacionando as duas imagens, como se pode ver na Figura 7.

Para a obtenção de imagens de alta qualidade é necessária uma boa iluminação, um ajuste correto da posição da câmera, um sistema de captação de imagens que permita que a câmera permaneça imóvel durante todo o ensaio, além de um ambiente sem ruídos ou movimentação de pessoas [15].

A técnica de Correlação Digital de Imagens apresenta boa correlação de resultados quando comparada às técnicas tradicionais de medição, como a extensometria por strain gauges. Além disso, o DIC se diferencia pelo fato de ser um ensaio não destrutivo, já que as medições de deformação e deslocamento do subset são realizadas por meio de deflectômetros virtuais, e não por extensômetros, inexistindo o risco de danificação do equipamento. Dessa forma, o ensaio realizado pelo método DIC permite a realização de investigações nos materiais de maneira mais ampla, abrangendo desde o seu estado indeformado até a captura detalhada de seu colapso [15].

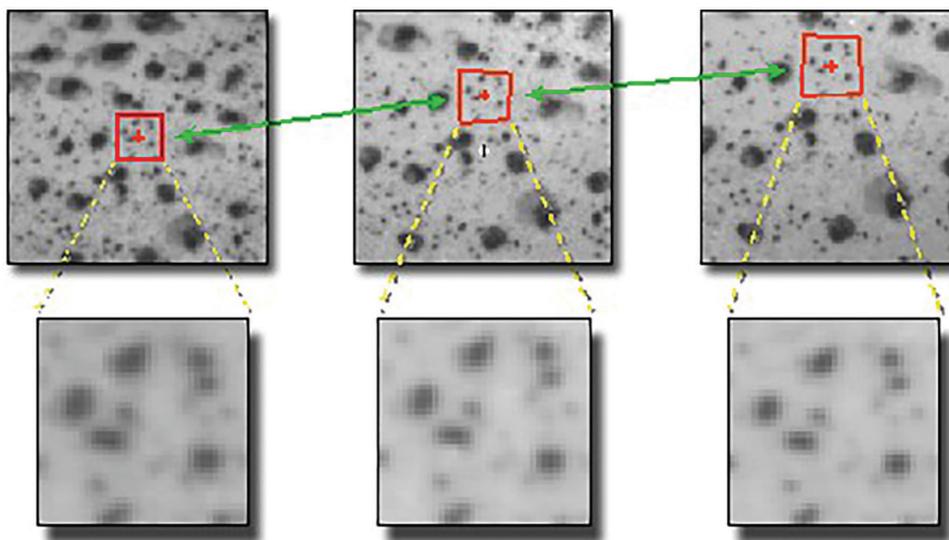


Figura 7: Ilustração da detecção de subconjuntos coincidentes de *pixels* para cálculo do deslocamento [16].

3. MATERIAIS E MÉTODO

3.1. Materiais

3.1.1. Cimento Portland

Foi utilizado, neste trabalho, o cimento CP-III-RS-40 (cimento com até 70% de adição de escória de alto forno). O cimento CP-III foi escolhido com o objetivo de investigar o efeito da adição do OG em um cimento com adições e o potencial de utilização do OG nas construções in loco. Além disso, este cimento foi escolhido em função de ser o cimento mais comumente utilizado em experimentos, permitindo, deste modo, uma comparação mais precisa dos resultados que serão obtidos neste trabalho com os resultados identificados na literatura.

O cimento CP-V, por ser um cimento puro e com elevado grau de finura, seria a melhor opção, porém, como as alterações no comportamento reológico deste tipo de cimento são bastante significativas, além do fato de que neste trabalho foi evitado o uso de aditivos plastificantes, optou-se pelo cimento CP-III.

Os ensaios físicos e químicos do cimento foram realizados na própria fábrica e os relatórios gerados foram disponibilizados pelo fabricante. A Tabela 3 apresenta as principais informações referentes aos ensaios realizados sobre o CP-III-RS-40 e limites normativos da ABNT NBR 16.697/2018 – Cimento Portland – Requisitos [17].

Como se pode observar, o cimento utilizado no programa experimental deste trabalho atende aos requisitos técnicos estabelecidos pela norma ABNT NBR 16697/2018 [17].

3.1.2. Solução de óxido de grafeno

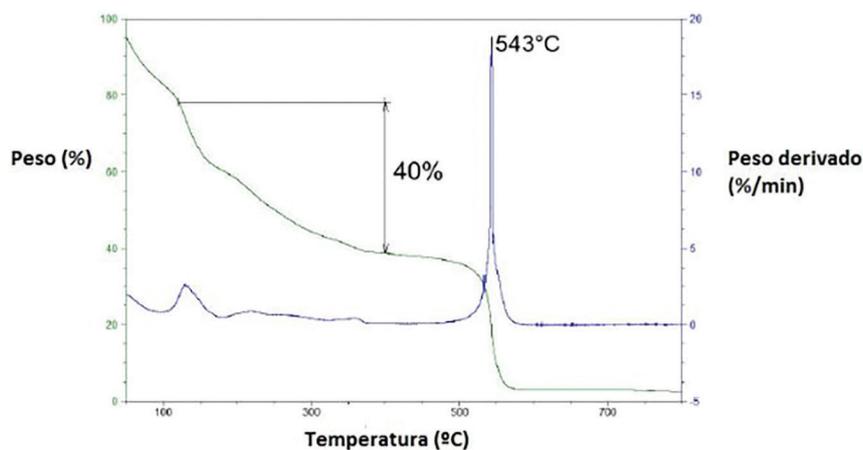
O óxido de grafeno utilizado neste trabalho foi fornecido pelos laboratórios do CTNano/UFGM na forma de uma solução aquosa com concentração de 5,0 g/L. Em seu processo de obtenção, o OG foi esfoliado por meio de oxidação com ácidos, resultando em estruturas com 1 a 7 folhas de espessura (dimensão lateral de 5 μm), quando então foi realizada a lavagem com água destilada para a retirada do ácido. O seu grau de oxidação é de 40% em massa, sendo que o método utilizado é conforme a patente BR 102016005632-2 A2 e inspirado no Método de Hummers. O OG permanece disperso em solução aquosa pelo tempo médio de 90 dias.

A equipe técnica do CTNano/UFGM realizou ensaios de caracterização sobre o óxido de grafeno fornecido para a realização desta pesquisa. Os ensaios de caracterização consistiram em análise termogravimétrica (TGA) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). O ensaio de TGA (Figura 8) foi realizado em uma termobalança TGA-50 Shimadzu, sendo constatado que a amostra de óxido de grafeno sólido perde até 40% de sua massa quando aquecida a uma temperatura de 400°C. Na temperatura de 543°C, a amostra de OG passa quase que em sua totalidade para o estado gasoso. Estes resultados são condizentes com aqueles encontrados por FARIA *et al.* [18]. A razão de aquecimento da amostra foi de 5°C/min em fluxo de N_2 , no intervalo de 0°C a 800°C.

Tabela 3: Resultados dos ensaios físicos e químicos do cimento e limites normativos.

PARÂMETROS	CP-III-RS-40	
	CIMENTO UTILIZADO	LIMITES NBR 16.697/2018 [31]
Data de ensacamento	13/08/2016	–
Massa específica (g/cm ³)	3,03	–
Finura Blaine (cm ² /g)	4642	–
Retido na peneira nº 200 (#75µm) (%)	0,467	≤8,0
Início de pega (min)	180	≥60
Fim de pega (min)	250	≤720
Água de consistência (%)	29,38	–
SO ₃ (%)	2,38	≤4,5
MgO (%)	3,43	–
SiO ₂ (%)	24,09	–
Al ₂ O ₃ (%)	6,36	–
Fe ₂ O ₃ (%)	3,30	–
CaO (%)	54,81	–
Na ₂ O (%)	0,14	–
K ₂ O (%)	0,67	–
Perda ao fogo (%)	3,47	≤6,5
Resíduo insolúvel (%)	1,40	≤5,0

Análise termogravimétrica (TGA)



Análise termogravimétrica de GO sólido, realizada em atmosfera de ar sintético com razão de aquecimento de 5 °C min⁻¹.

Figura 8: Análise termogravimétrica (TGA) do OG sólido.

Para a realização do ensaio de MET (Figura 9), foram depositadas amostras da solução de OG em grades de cobre/carbono. Por meio deste ensaio, foi possível observar, sob as escalas de magnitude de 5 µm (Figura 9a) e 10 nm (Figura 9b), a estrutura bidimensional das folhas de óxido de grafeno. Na Figura 9a observam-se faixas na cor preta/cinza, que são as folhas de OG interligadas. O que aparentam ser “bolhas” são as grades de cobre/carbono. Na Figura 9b podemos ver a estrutura do OG e a região de fronteira com o auxílio de uma lente com maior poder de resolução.

3.1.3. Água

Foi utilizada água fornecida pela COPASA aos laboratórios do CTNano/UFMG para completar a água da solução de OG utilizada.

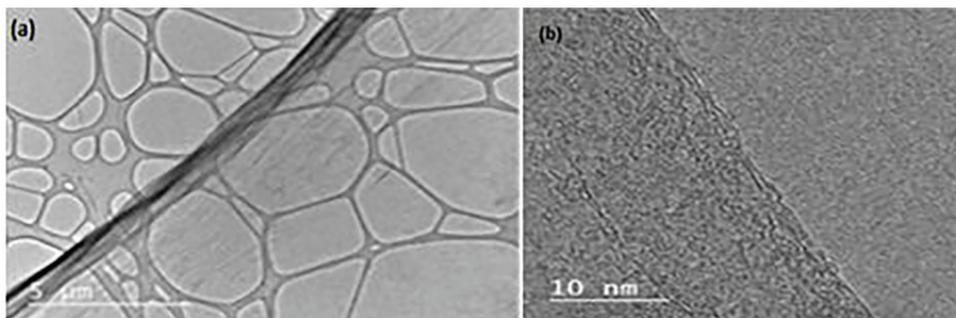


Figura 9 (a-b): Microscopia eletrônica de transmissão (MET), obtida pela deposição da dispersão de OG em grades de cobre/carbono. Escalas de magnitude de 5 µm (Figura 9a) e 10 nm (Figura 9b).

3.2. Método

3.2.1. Verificação de alterações no pH da pasta de cimento pela adição da solução de OG

A solução de OG fornecida pelos laboratórios do CTNano/UFGM apresentava pH igual a 2, medida por meio de fita indicadora. O pH da solução de OG é mais baixo devido à presença de substâncias ácidas remanescentes do processo de oxidação do grafite, durante a fase de síntese.

Dependendo do volume da adição, valores de pH's muito baixos podem prejudicar o processo de hidratação do cimento. Além disso, o pH ácido é responsável pela despassivação do aço em estruturas de concreto armado. A despassivação é a remoção da camada de óxidos que cobrem o aço, tornando-o susceptível a agentes causadores da corrosão, como água, CO₂ e íons cloreto. Este processo se reflete na redução da durabilidade do elemento estrutural.

Como forma de verificar as alterações na alcalinidade da pasta de cimento, realizou-se medições do pH da pasta de cimento com adição de 0,03%OG em relação à massa de cimento, em 5 instantes de tempo: 0, 15, 30, 45 e 60 minutos, cronometrados desde o instante do início da mistura.

O cimento utilizado na análise é o CP-III-RS-40, que, em função do elevado teor de escória de alto forno, apresenta um pH mais baixo, devido a hidrólise ácida de substâncias como Fe₂O₃ e Al₂O₃, presentes em elevada proporção. Ao realizar análises com este tipo cimento, objetiva-se a investigação do pior cenário possível, ou seja, aquele em que o pH da pasta de cimento já é baixo e ainda se adiciona a solução de OG, cujo pH é ácido. Ao final, comparou-se os valores de pH obtidos com o pH da pasta de cimento de referência. O resultado obtido é mostrado na Tabela 4.

Como se pode observar, a adição de OG não produziu alterações do pH da pasta de cimento, mesmo considerando vários intervalos de tempo cronometrados a partir do instante do início da mistura.

Isto se deve a dois fatores principais: i) o volume de adição da solução de OG é muito pequeno; ii) o pH da pasta de cimento de referência está entre 12 e 13, considerado bastante alcalino, sendo que a acidez proporcionada pela solução de OG é insuficiente para causar alterações do pH.

3.2.2. Dosagem dos materiais

Pela revisão de literatura, foi identificado que os teores de adição de OG que conduzem aos melhores resultados de resistência mecânica foram de 0,03% e 0,05% por massa de cimento, enquanto a relação a/c associada aos melhores resultados é próxima a 0,4. No entanto, neste trabalho será evitado o uso de aditivos plastificantes, como forma de minimizar o número de variáveis que podem influenciar no resultado final, sendo, portanto, utilizada uma relação a/c de 0,5. Com base nestes parâmetros, determinou-se a composição das pastas de cimento a serem submetidas aos ensaios de reologia, calor de hidratação e ensaios mecânicos, conforme mostra a Tabela 5. Os cálculos realizados para a determinação da composição das amostras são demonstrados no Apêndice A.

Tabela 4: Medições do pH da pasta de cimento de referência e da pasta de cimento com adição de OG.

AMOSTRA	MEDIDAS DO pH NOS INSTANTES DE TEMPO				
	0 min	15 min	30 min	45 min	60 min
CP-III-REF	12-13	12-13	12-13	12-13	12-13
CP-III-0,03%OG	12-13	12	12	12	12-13

Tabela 5: Composição das pastas de cimento.

IDENTIFICAÇÃO	CIMENTO (g)	SOLUÇÃO DE OG 5,0g/L (mL)	ÁGUA (mL)
CP-III-REF	720	0	360
CP-III-0,03%OG	720	43,20	316,80
CP-III-0,05%OG	720	72	288

3.2.3. Preparo das pastas de cimento

Foram preparadas pastas com cimento CP-III-RS-40 com 3 teores distintos do nanomaterial: (i) referência (sem OG), (ii) acréscimo de OG na proporção de 0,03% da massa de cimento e (iii) acréscimo de OG na proporção de 0,05% da massa de cimento.

As pastas de cimento foram preparadas em uma cuba de inox com capacidade para 600 mL por meio de um misturador de palhetas, disponível no CTNano/UFGM. A ordem para colocação dos materiais seguiu a seguinte sequência: (i) adição de água; (ii) adição da solução de óxido de grafeno e (iii) adição do cimento.

A programação da agitação mecânica consistiu em 2 ciclos de rotação a 5.000 rpm \pm 200 rpm por 30 segundos com uma mistura manual de 15 segundos durante o intervalo entre os ciclos. Esta energia de mistura foi definida com base nos estudos realizados por RAUCCI *et al.* [19], SOARES [20] e a partir de calibrações realizadas no Laboratório de Cimento do CTNano/UFGM. Tal procedimento foi definido pelo fato de proporcionar melhor mistura da pasta cimentícia e menor interferência no sistema de hidratação do cimento.

3.2.4. Homogeneização das pastas

Após o preparo das pastas, foi realizada a sua homogeneização utilizando um consistômetro atmosférico (Figura 10), modelo 1200 da marca *Chandler Engineering*TM. O equipamento é basicamente um recipiente com um banho de água no qual são alojados dois cilindros que giram a 150 \pm 15 rpm. Cada célula apresenta internamente uma palheta estacionária imersa na pasta de cimento, que por sua vez transmite o torque imposto pela pasta a uma mola acoplada a um dial, indicando a consistência da pasta.

O procedimento de homogeneização das pastas foi realizado conforme PROCELAB [21]. Consistiu em verter as pastas de cimento recém-preparadas para o cilindro e condicioná-las por 20 minutos, sendo que a temperatura do banho manteve-se em 25°C \pm 1°C. Após este período, a palheta é retirada e a pasta de cimento é agitada por mais 5 segundos com o auxílio de uma espátula. O período de 20 minutos de condicionamento no consistômetro foi definido de acordo com PROCELAB [21] e MAKAR *et al.* [22].

Segundo MAKAR *et al.* [22], as principais reações de hidratação do cimento Portland ocorrem principalmente pela formação dos compostos aluminato tricálcico (C3A), silicato tricálcico (C3S), aluminoferrato tetracálcico (C4AF) e silicato dicálcico (C2S). No início do processo de hidratação (primeiro estágio), o C3A reage instantaneamente com a água e o sulfato de cálcio do sistema, sendo esta uma reação altamente exotérmica e pouco controlada, com duração aproximada de 20 minutos. Após este intervalo de tempo a pasta de cimento inicia o estágio de dormência ou de indução, período em que a evolução do calor de hidratação é relativamente baixa e a consistência da pasta é mantida constante até o início da pega. É neste período em que devem ser iniciados os ensaios de reologia e calor de hidratação sobre as pastas de cimento.



Figura 10: Consistômetro atmosférico utilizado na homogeneização das pastas: à esquerda o perfil do equipamento e à direita o painel de controle.

3.2.5. Moldagem e cura dos corpos de prova

Após os ensaios de reologia e calor de hidratação, foram preparadas mais pastas de cimento e, após a colocação no consistômetro, foi executada a moldagem dos corpos de prova.

Foram utilizados moldes prismáticos de dimensões 25 mm × 25 mm × 280 mm, previamente lubrificadas com óleo queimado, preenchidos com pasta de cimento em duas camadas, cada camada sendo adensada por meio de vibração manual durante 15 segundos. Os moldes foram mantidos em uma câmara isolada com temperatura ambiente e umidade controlada por climatizador de ar durante 24 horas. Após este período, os corpos de prova foram desmoldados e divididos na metade do seu comprimento por meio de um serrote. As metades foram separadas e identificadas de acordo com as idades em que serão rompidas, sendo estas de 7 e 28 dias. Esse tipo de planejamento, denominado blocagem, permite reduzir a variância resultante do procedimento de preparo das pastas de cimento. Em seguida, os corpos de prova foram colocados em um reservatório de água saturada com cal até o término da etapa de cura.

O procedimento de moldagem e cura dos corpos de prova seguiu a técnica estabelecida pela norma ABNT NBR 5738/2003 – Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova [23].

3.2.6. Preparo dos corpos de prova para os ensaios

A preparação dos corpos de prova objetivou atender as condições de estudo da mecânica da fratura e de aplicação do método de Correlação Digital de Imagens. Dado o dia de execução dos ensaios de flexão em três pontos, os corpos de prova eram retirados do reservatório de cura e em seguida preparados.

Primeiramente foi feita uma incisão nos corpos de prova para conduzir o direcionamento das fissuras durante o ensaio de flexão em três pontos. Nos corpos de prova com idade de 7 dias, utilizou-se um arco de serra para realizar o entalhe. Já para os corpos de prova com idade de 28 dias, foi necessária a utilização de uma maquina profissional da marca Bosh, equipada com disco multicorte, tendo em vista a dureza dos corpos de prova com estágio de hidratação avançado. O corte foi realizado a uma altura de aproximadamente 1/3 da altura do corpo de prova.

Após ser realizado o entalhe, a face frontal de cada um dos corpos de prova foi pintada com um spray branco, e em seguida foram aplicados jateamentos de spray preto para criar um padrão estocástico de leitura em cada corpo de prova. O padrão criado é de extrema importância para a eficiência da análise, que é realizada pelo método de Correlação Digital de Imagens, disponível no laboratório de análises do CTNano/UFG.

3.2.7. Ensaio de flexão em três pontos e aplicação do método de Correlação Digital de Imagens

Em seguida, realizou-se o ensaio de flexão em três pontos. O corpo de prova é bi-apoiado em um vão de 120 mm e alinhado de modo que o entalhe central realizado coincida com o cutelo, aparato rotulado responsável por concentrar a carga sobre o corpo de prova.

Este ensaio foi conduzido em um equipamento da marca EMIC linha DL 200 KN de carga, em uma célula de carga de 500N a uma velocidade de 0,025 mm/min, no qual é aplicada uma pré-carga de 10N durante 2 minutos. Foram rompidos 3 corpos de prova para cada traço (ver Tabela 5) e para cada idade de cura.

Após a aplicação da pré-carga e durante o carregamento, uma câmera acA3800 da marca Basler, apoiada em um tripé e posicionada de frente para o corpo de prova, a uma distância fixa de 20cm, realizou imagens contínuas do corpo de prova em intervalos de 250 milissegundos até o rompimento. Considerou-se o limite máximo de 500 fotos, suportado pelo programa Grab Manager®.

A Tabela 6 contém os dados técnicos descritos anteriormente.

Como forma de reduzir o efeito da variação da luminosidade durante a execução do ensaio, utilizou-se um aparelho refletor conectado diretamente à câmera, o qual foi o responsável por iluminar o corpo de prova. A Figura 11 apresenta o ensaio realizado.

Simultaneamente às imagens geradas pela câmera Basler acA3800, uma webcam da marca C3 Tech, modelo wb2105-p, registrou a força aplicada pelo equipamento no corpo de prova, também até atingir a ruptura, como mostra a Figura 12.

Tabela 6: Dados técnicos do ensaio de flexão em três pontos realizado.

CÉLULA DE CARGA	VÃO ÚTIL	VELOCIDADE DO ENSAIO	Nº de IMAGENS	INTERVALO DE CAPTURA	FORÇA NA PRÉ-CARGA	TEMPO DE PRÉ-CARGA
500 N	120 mm	0,025 mm/min	500	250 ms	10 N	2 min



Figura 11: Ensaio de flexão em três pontos, à esquerda. Realização de imagens para aplicação do método DIC, à direita.

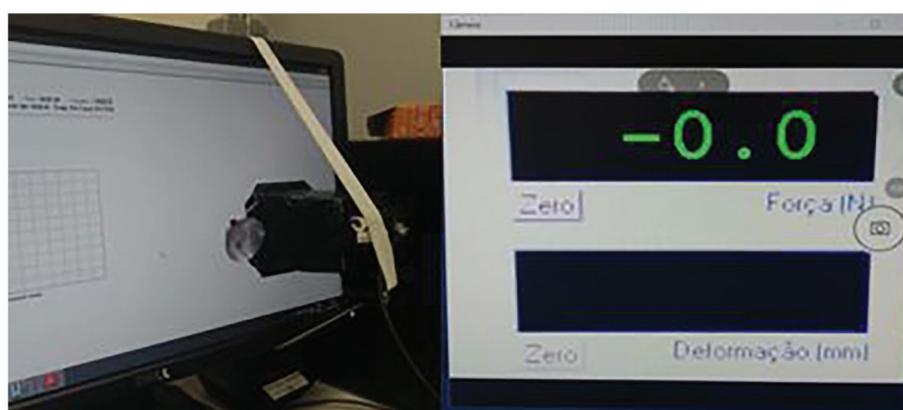


Figura 12: Posicionamento da webcam sobre o monitor, à esquerda. Indicador digital de força, à direita.

Por meio do programa Grab Manager[®] as imagens de força registradas pela webcam foram convertidas em um arquivo de texto. Sendo assim, para cada corpo de prova ensaiado, obteve-se a anotação da leitura das forças de cada estágio de deformação.

Para cada amostra, todas as imagens geradas são transferidas para o programa GOM Correlate[®], o qual é responsável por sincronizar os estágios de deformação com a força aplicada, sendo então possível a medição dos deslocamentos sofridos pelo corpo de prova até o rompimento.

O ensaio de flexão em três pontos realizado neste trabalho seguiu a técnica estabelecida pela norma ABNT NBR 12142/2010 – Concreto – Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos [24].

3.2.8. Leitura dos deslocamentos

No software GOM Correlate[®] são virtualmente locados deflectômetros que registram o deslocamento vertical sofrido pelo corpo de prova durante a aplicação da tensão. O jateamento de spray previamente realizado foi utilizado para correlacionar os estágios de referência, ou seja, foi criado um padrão estocástico de análise em que é verificada em alta precisão as deformações sofridas durante o carregamento.

Como o GOM Correlate[®] mede os deslocamentos utilizando-se valores reais, é necessário definir uma medida padrão para o programa reconhecer e calcular as distâncias desejadas. Nesta pesquisa utilizou-se uma régua com escala de 1:100, na qual foi demarcada uma reta de 10 mm e esse valor foi informado para o programa. Dessa forma, o programa passa a reconhecer uma distância real de 10 mm e pode processar os cálculos das distâncias e deformações desejadas.

Após a configuração da escala, foi definido o sistema de coordenadas espaciais: o eixo x corresponde ao alinhamento da face inferior do corpo de prova, o eixo y corresponde à altura e o eixo z à largura do corpo de prova.

Foi definido também um ponto de faceta logo abaixo do cutelo, utilizado para a medição do deslocamento vertical sofrido pelo corpo de prova. Esse ponto de faceta compreende um conjunto de pixels, os quais se diferenciam dos demais no entorno a partir do padrão estocástico de pintura realizado.

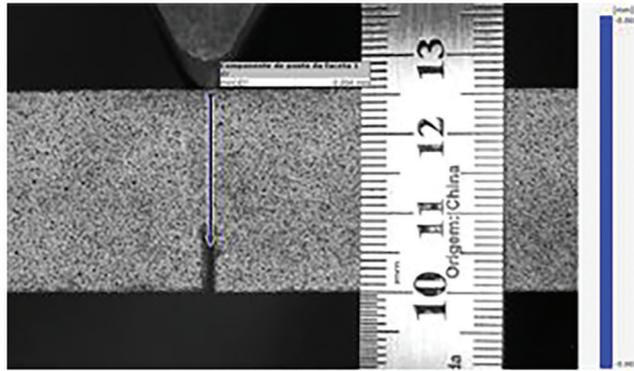


Figura 13: Ponto de faceta criado para a medição do deslocamento vertical sofrido pelo corpo de prova durante o carregamento

Posteriormente à definição do ponto de faceta, foram definidos os estágios inicial e final do ensaio. O estágio inicial foi definido como sendo o instante de início do carregamento. O estágio final foi definido como sendo o instante de iminência de ruptura do corpo de prova. Logo, o deslocamento vertical sofrido pelo ponto de faceta foi calculado tendo como referência a primeira imagem até a imagem anterior à imagem de ruptura da peça. A Figura 13 apresenta o ponto de faceta criado para a medição do deslocamento vertical sofrido por um dos corpos de prova.

3.2.9. Elaboração das curvas de carregamento e cálculo das propriedades mecânicas e parâmetros de fratura

Posteriormente, realizou-se a exportação dos dados de deslocamento vertical, em cada instante (estágio de deformação), para cada um dos corpos de prova, para o Microsoft Excel®. Realizou-se então a combinação dos valores de carga aplicada e deslocamento vertical, em cada instante, gerando a curva de carga (F) por deslocamento vertical (δ) para cada corpo de prova ensaiado.

Por meio do MS-Excel, foram extraídos pares de carga e deslocamento vertical no i -ésimo estágio de deformação (δ_i e P_i), para um limite de até 30% da carga máxima do ensaio, sendo que estes valores foram utilizados nas Equações 8 e 12 para o cálculo do módulo de elasticidade. Como a carga P_i é distante da carga máxima aplicada no ensaio, considerou-se a inércia da seção inteira no cálculo.

Para o cálculo da resistência à tração na flexão e tenacidade à fratura, foi utilizada a carga máxima do ensaio ($P_{máx}$), conforme Equações 7 e 9. Considerou-se a inércia da seção fraturada no cálculo.

Para o cálculo da energia de fratura, foi realizada a razão entre a área abaixo das curvas de carregamento ($\int_0^{\delta} P(\delta) d\delta$) e a área da seção fraturada (A_L) dos corpos de prova, conforme Equações 5 e 6.

3.3.10. Medição da área da seção fraturada

Após o rompimento dos corpos de prova, efetuou-se a medição das dimensões da seção fraturada por meio de um paquímetro mecânico Digimess 150 mm \times 0,02 mm. Ressalta-se que após o ensaio de flexão em três pontos, os corpos de prova são divididos em duas partes, porém, calculou-se a área da seção fraturada considerando-se apenas uma delas.

A equação utilizada para o cálculo da área da seção fraturada ou área de ligamento (A_L) é a Equação 6. Nos casos em que a seção fraturada teve a forma de um trapézio, a altura deixou de ser representada por ($W-a_0$) e passou a ser considerada como a média das alturas H_1 e H_2 .

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Ensaio de flexão em três pontos

Para a execução do ensaio de flexão em três pontos, foi estabelecida uma série de 3 amostras por teor, totalizando 18 amostras, sendo que 9 corpos de prova foram rompidos aos 7 dias e outros 9 corpos de prova foram rompidos aos 28 dias.

A Figura 14 apresenta imagens de um ensaio realizado sobre um dos corpos de prova, captadas pela câmera Basler e processadas no programa GOM Correlate. As imagens contêm uma régua de medição, utilizada como escala de referência para as medições do deslocamento vertical dos pontos no interior da superfície de

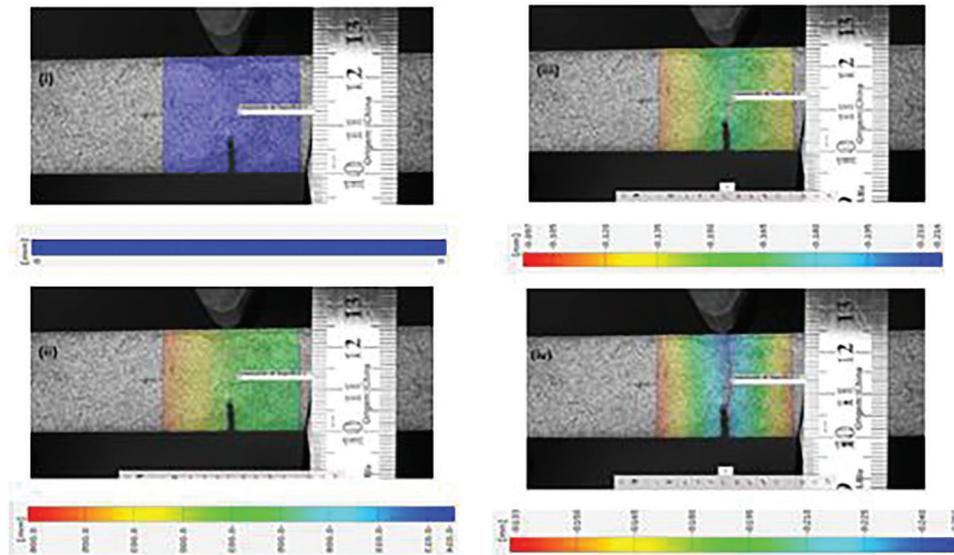


Figura 14: Imagens dos estágios de deformação durante o processamento no software GOM correlate. Medição do deslocamento vertical dos pontos contidos no interior da superfície de análise durante o carregamento. No centro da figura lê-se: ‘Componente de Superfície dy’.

análise. Convencionou-se o deslocamento vertical negativo como sendo aquele registrado na mesma direção e sentido da aplicação da carga. O deslocamento vertical positivo é aquele registrado na mesma direção e sentido oposto à aplicação da carga. A escala de cores vai do vermelho escuro (pontos com menor deslocamento vertical) até o azul escuro (pontos com maior deslocamento vertical).

Pelas imagens selecionadas, pode-se perceber que o corpo de prova passa por quatro estágios básicos de deformação durante a aplicação da carga: (i) início do carregamento ou estágio de referência, (ii) distribuição da tensão solicitante no interior da peça, (iii) formação de uma banda de microfissuração (zona de acumulação de danos) e (iv) microfissuras se reúnem para formar uma fissura maior, resultando na ruptura. Como resultado, o software GOM Correlate fornece o deslocamento vertical, em cada instante, dos pontos contidos no interior da superfície de análise durante o carregamento.

4.1.1. Relação carga versus deslocamento no meio do vão

Para cada instante, coletou-se o deslocamento vertical máximo ocorrido dentre os pontos contidos no interior da superfície de análise e exportou-se os dados para o MS-Excel.

Em seguida, combinou-se os resultados de deslocamento vertical, em cada instante, com as forças registradas ao longo do ensaio. Foi necessária uma inspeção visual nos arquivos que contêm as imagens registradas pela câmera Basler, como forma de eliminar os deslocamentos que ocorreram após o instante de ruptura de cada corpo de prova.

Na sequência, foram elaboradas as curvas de carregamento (força – F versus deslocamento vertical – δ) para cada corpo de prova analisado (Figuras 15 e 16). Não foi possível traçar a curva de carregamento média,

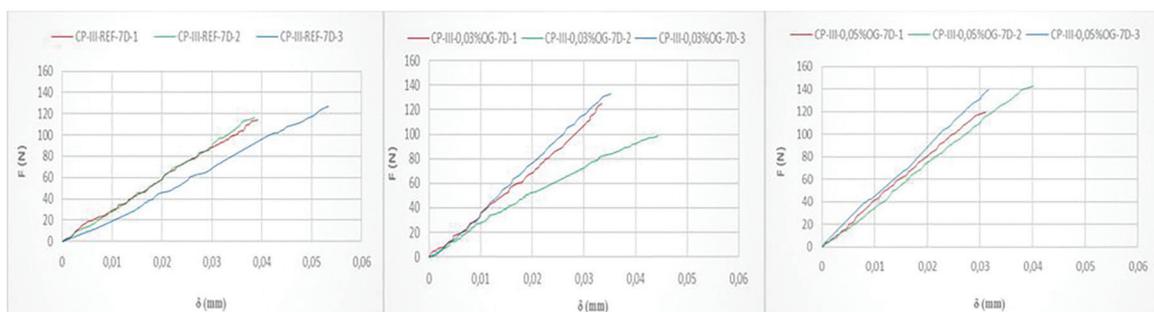


Figura 15: Curvas de carregamento obtidas no ensaio aos 7 dias (da esquerda para a direita, temos: CP-III-REF, CP-III-0,03%OG e CP-III-0,05%OG).

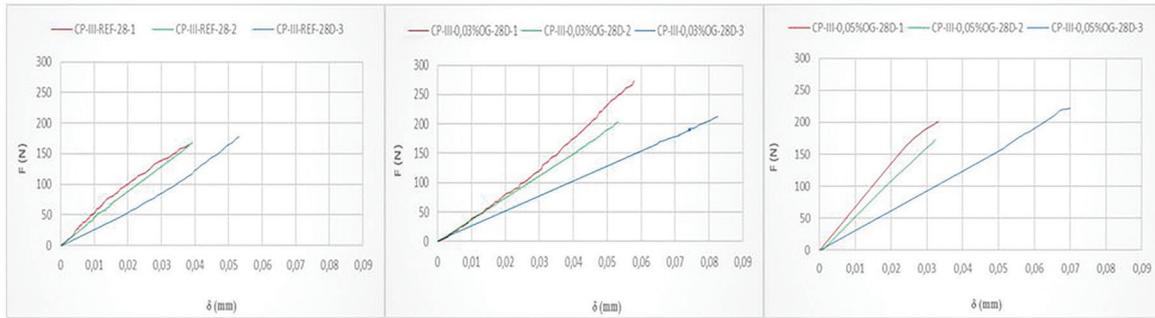


Figura 16: Curvas de carregamento obtidas no ensaio aos 28 dias (da esquerda para a direita, temos: CP-III-REF, CP-III-0,03%OG e CP-III-0,05%OG).

uma vez que o número de imagens retiradas em cada ensaio variou devido aos diferentes instantes de ruptura das amostras. As notações 7D e 28D referem-se aos corpos de prova rompidos aos 7 e 28 dias de cura, respectivamente. Em alguns casos, não foi possível representar as curvas de carregamento até a força máxima, em função de ruídos decorrentes da acomodação do corpo de prova aos apoios e ao cutelo durante a aplicação da carga.

Os dados referentes à carga e deslocamento vertical no *i*-ésimo estágio de deformação (P_i e δ_i), carga máxima do ensaio ($P_{máx}$), altura média da seção fraturada ($W-a_0$), área abaixo das curvas de carregamento e área da seção fraturada (A_L) dos corpos de prova são apresentados no Apêndice B.

Nos tópicos seguintes são apresentadas as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura calculados para os teores analisados.

4.1.2. Módulo de elasticidade – E (GPa)

Por meio do MS-Excel, foram extraídos pares de carga e deslocamento vertical no *i*-ésimo estágio de deformação (P_i e δ_i), para um limite de até 30% da carga máxima do ensaio, sendo que estes valores foram utilizados na Equação 3 para o cálculo do módulo de elasticidade (E). Como a carga P_i é distante da carga máxima aplicada no ensaio, considerou-se a inércia da seção inteira no cálculo.

A Tabela 7 apresenta o módulo de elasticidade médio obtido para estas três amostras, bem como parâmetros estatísticos relacionados. Os resultados obtidos para o módulo de elasticidade de cada corpo de prova são apresentados no Apêndice C. Realizou-se um tratamento estatístico buscando-se eliminar os pontos com maior desvio padrão em relação à média amostral (*outliers*), sendo que estes pontos também são identificados no Apêndice C.

Aos 7 dias de cura, o CP-III apresentou um ganho de 23,75% em seu módulo de elasticidade com a adição de 0,03%OG, e um ganho de 49,57% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG. Aos 28 dias de cura, o CP-III apresentou uma redução de 22,19% em seu módulo de elasticidade com a adição de 0,03%OG, e um ganho de 19,40% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG.

Como se pode ver, os melhores resultados foram obtidos com a adição de 0,05%OG, tanto aos 7 quanto aos 28 dias. Houve um aumento na rigidez da pasta de cimento, tanto aos 7 quanto aos 28 dias, com a adição de 0,05%OG.

Observa-se que os aumentos obtidos no módulo de elasticidade com a adição de OG aos 7 dias são maiores que os aumentos obtidos nesta propriedade aos 28 dias. Isto está relacionado à aceleração da cinética da reação de hidratação do cimento pela adição deste nanomaterial, especialmente nas primeiras horas do início da mistura, conforme identificado no ensaio de calorimetria, realizado por HORTA *et al.* [25]. Com uma maior

Tabela 7: Módulo de elasticidade dos teores analisados aos 7 e 28 dias.

PARÂMETRO	CP-III-REF		CP-III-0,03%OG		CP-III-0,05%OG	
	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS
E médio (GPa)	4,61	7,89	5,71	6,14	6,90	9,42
Desvio padrão (GPa)	0,28	0,73	0,06	0,11	0,49	0,71
Coef. de variação (%)	6,14	9,24	1,12	1,73	7,08	7,59
Varição em relação à REF (%)	N.A. ¹	N.A. ¹	23,75	-22,19	49,57	19,40

¹N.A: não se aplica.

concentração de silicato de cálcio hidratado no interior da matriz cimentícia, as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura da pasta são melhoradas, principalmente nas primeiras idades de cura.

Verifica-se que o coeficiente de variação se manteve abaixo de 10%, o que indica que os resultados apresentam precisão e confiabilidade.

4.1.3. Resistência à tração na flexão – $\sigma_{t,f}$ (MPa)

Para o cálculo da resistência à tração na flexão ($\sigma_{t,f}$), foi utilizada a carga máxima do ensaio ($P_{máx}$), conforme previsto na Equação 2. Considerou-se a inércia da seção fraturada no cálculo.

A Tabela 8 apresenta a resistência à tração na flexão média obtida para as três amostras, bem como parâmetros estatísticos relacionados. Os resultados obtidos para a resistência à tração na flexão de cada corpo de prova são apresentados no Apêndice C. Realizou-se um tratamento estatístico buscando-se eliminar os pontos com maior desvio padrão em relação à média amostral (*outliers*), sendo que estes pontos também são identificados no Apêndice C.

Aos 7 dias de cura, o CP-III apresentou um ganho de 21,23% em sua resistência à tração na flexão com a adição de 0,03%OG, e um ganho de 30,63% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG. Aos 28 dias de cura, o CP-III apresentou um aumento de 13,84% em sua resistência à tração com a adição de 0,03%OG, e um aumento de 16,86% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG.

Como se pode ver, os melhores resultados foram obtidos com a adição de 0,05% OG, tanto aos 7 quanto aos 28 dias.

Observa-se que os aumentos obtidos na resistência à tração na flexão com a adição de OG aos 7 dias são maiores que os aumentos obtidos nesta propriedade aos 28 dias. Isto está relacionado à aceleração da cinética da reação de hidratação do cimento pela adição deste nanomaterial, especialmente nas primeiras horas do início da mistura, conforme identificado no ensaio de calorimetria [25]. Com uma maior concentração de silicato de cálcio hidratado no interior da matriz cimentícia, as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura da pasta são melhoradas, principalmente nas primeiras idades de cura. Verifica-se que o coeficiente de variação se manteve abaixo de 10%, o que indica que os resultados apresentam precisão e confiabilidade.

4.1.4. Tenacidade à fratura – K_{Ic} (MPa \sqrt{mm})

Para o cálculo da tenacidade à fratura (K_{Ic}), foi utilizada a carga máxima do ensaio ($P_{máx}$), conforme previsto na Equação 4. Considerou-se a inércia da seção fraturada no cálculo.

A Tabela 9 apresenta a tenacidade à fratura média obtida para as três amostras analisadas, bem como parâmetros estatísticos relacionados. Os resultados obtidos para a tenacidade à fratura de cada corpo de prova são apresentados no Apêndice C. Realizou-se um tratamento estatístico buscando-se eliminar os pontos com

Tabela 8: Resistência à tração na flexão dos teores analisados aos 7 e 28 dias.

PARÂMETRO	CP-III-REF		CP-III-0,03%OG		CP-III-0,05%OG	
	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS
$\sigma_{t,f}$ médio (MPa)	3,51	4,70	4,26	5,35	4,59	5,49
Desvio padrão (MPa)	0,06	0,06	0,01	0,33	0,01	0,03
Coef. de variação (%)	1,61	1,36	0,17	6,22	0,15	0,46
Varição em relação à REF (%)	N.A ¹	N.A ¹	21,23	13,84	30,63	16,86

¹N.A: não se aplica.

Tabela 9: Tenacidade à fratura dos teores analisados aos 7 e 28 dias.

PARÂMETRO	CP-III-REF		CP-III-0,03%OG		CP-III-0,05%OG	
	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS
K_{Ic} médio (MPa \sqrt{mm})	18,47	23,66	23,41	26,36	25,11	30,14
Desvio padrão (MPa \sqrt{mm})	0,59	2,08	2,43	6,56	0,57	0,25
Coef. de variação (%)	3,22	8,80	10,36	24,89	2,28	0,82
Varição em relação à REF (%)	N.A ¹	N.A ¹	26,76	11,41	35,92	27,37

¹N.A: não se aplica.

maior desvio padrão em relação à média amostral (*outliers*), sendo que estes pontos também são identificados no Apêndice C.

Aos 7 dias de cura, o CP-III apresentou um aumento de 26,76% em sua tenacidade à fratura com a adição de 0,03%OG, e um aumento de 35,92% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG. Aos 28 dias de cura, o CP-III apresentou um aumento de 11,41% em sua tenacidade à fratura com a adição de 0,03%OG, e um aumento de 27,37% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG.

Como se pode ver, os melhores resultados foram obtidos com a adição de 0,05%OG, tanto aos 7 quanto aos 28 dias.

Observa-se que os aumentos obtidos na tenacidade à fratura com a adição de OG aos 7 dias são maiores que os aumentos obtidos nesta propriedade aos 28 dias. Isto está relacionado à aceleração da cinética da reação de hidratação do cimento pela adição deste nanomaterial, especialmente nas primeiras horas do início da mistura, conforme identificado no ensaio de calorimetria [25]. Com uma maior concentração de silicato de cálcio hidratado no interior da matriz cimentícia, as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura da pasta são melhoradas, principalmente nas primeiras idades de cura. Verifica-se que, com exceção do CP-III-0,03% OG aos 28 dias, o coeficiente de variação se manteve próximo ou abaixo de 10%.

Os resultados de resistência à tração na flexão e tenacidade à fratura apresentam a mesma tendência de crescimento, o que já era previsto em função da tenacidade à fratura ser uma grandeza múltipla da resistência à tração na flexão, conforme identificado nas Equações 7 e 9.

4.1.5. Energia de fratura – G_f (J/mm²)

Para o cálculo da energia de fratura, utilizou-se, para cada corpo de prova, as curvas de carga versus deslocamento vertical (Figuras 15 e 16) desde o início do carregamento até o instante em que foi registrada fotograficamente a sua ruptura.

Na sequência, realizou-se o cálculo da área abaixo de cada curva, que nada mais é do que o trabalho realizado pela carga externa para atingir a ruptura do corpo de prova. Também foi efetuado o cálculo da área da seção fraturada (A_f) dos corpos de prova, conforme a Equação 6. Os dados encontrados podem ser visualizados no Apêndice B. Por último, realizou-se a razão da área abaixo de cada curva pela respectiva área da seção transversal, conforme a Equação 5, para obter a energia de fratura (G_f).

Vale destacar que, durante o ensaio de flexão em três pontos, ocorre a dissipação de energia nas regiões dos apoios e no ponto de transmissão de carga, decorrente do processo de danificação do corpo de prova. Desta maneira, o trabalho realizado pela força externa durante o carregamento não é integralmente convertido em energia de fratura, sendo uma parte desta energia consumida na forma de calor. Logo, os resultados obtidos para a energia de fratura são valores aproximados.

A Tabela 10 apresenta a energia de fratura média obtida para as três amostras analisadas, bem como parâmetros estatísticos relacionados. Os resultados obtidos para a energia de fratura de cada corpo de prova são apresentados no Apêndice C. Realizou-se um tratamento estatístico buscando-se eliminar os pontos com maior desvio padrão em relação à média amostral (*outliers*), sendo que estes pontos também são identificados no Apêndice C.

Aos 7 dias de cura, O CP-III apresentou um aumento de 27,54% em sua energia de fratura com a adição de 0,03%OG, e um aumento de 3,37% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG. Aos 28 dias de cura, O CP-III apresentou uma redução de 13,80% em sua energia de fratura com a adição de 0,03%OG, e um aumento de 21,55% nesta propriedade com a adição de 0,05%OG.

Como se pode ver, o CP-III apresentou um ganho efetivo em sua energia de fratura aos 28 dias apenas com a adição de 0,05%OG.

Tabela 10: Energia de fratura aos 7 e 28 dias.

PARÂMETRO	CP-III-REF		CP-III-0,03%OG		CP-III-0,05%OG	
	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS	7 DIAS	28 DIAS
G_f (J/mm ²)	14,25	44,81	18,18	38,63	14,73	54,47
Desvio padrão (im)	0,83	0,59	1,49	6,68	2,58	7,91
Coef. de variação (%)	5,86	1,33	8,21	17,30	17,50	14,53
Varição em relação à REF (%)	N.A ¹	N.A ¹	27,54	-13,80	3,37	21,55

¹N.A: não se aplica.

4.2. Síntese dos resultados mecânicos

A técnica do Digital Image Correlation aplicada ao ensaio de flexão em três pontos fornece resultados de deslocamento vertical mais precisos que o método de ensaio convencional. Isto se deve ao fato de que, no ensaio de flexão convencional, a máquina de ensaio gera os resultados a partir do deslocamento vertical do travessão, sendo este consideravelmente maior que o deslocamento vertical real do corpo de prova. Já o método DIC gera resultados a partir do deslocamento vertical real do corpo de prova, a partir do deslocamento de pontos situados no interior da superfície de análise, desde que o padrão estocástico de pintura tenha sido realizado com precisão, de modo que o software GOM Correlate consiga diferenciar os pontos do interior da superfície de análise da região em seu entorno.

No ensaio de flexão convencional, costuma-se utilizar um extensômetro do tipo clip gauge fixado na face frontal do corpo de prova, o qual permite uma leitura mais precisa do deslocamento vertical, descartando-se, então, o resultado de deslocamento vertical gerado pela máquina de ensaio. Ainda sim, o método DIC é o mais indicado, devido ao fato de que neste método são realizadas as leituras da deformação e dos deslocamentos de qualquer ponto situado no interior da superfície de análise e em qualquer momento ao longo do ensaio, sendo, portanto, capaz de gerar um relatório de resultados muito mais completo e preciso, além de ser uma técnica não destrutiva, já que os deflectômetros utilizados para medição dos deslocamentos são virtualmente alocados.

Os aumentos de 49,57% e 19,40% obtidos no módulo de elasticidade aos 7 e 28 dias, respectivamente, com a adição de 0,05%OG, são extremamente positivos. A elevação do módulo de elasticidade do concreto torna possível a redução do seu tempo de desforma.

Os aumentos de 30,63% e 16,86% obtidos na resistência à tração na flexão aos 7 e 28 dias, respectivamente, com a adição de 0,05%OG, são extremamente positivos. Estes resultados indicam que, futuramente, o OG pode ser utilizado como adição em materiais cimentícios, buscando-se reduzir a quantidade de barras/fibras de aço na elaboração de estruturas de concreto.

Os aumentos de 35,92% e 27,37% obtidos na tenacidade à fratura aos 7 e 28 dias, respectivamente, com a adição de 0,05%OG, indicam que a capacidade de deformação dos corpos de prova, sem a ocorrência de ruptura, é ampliada para este teor de adição do OG.

O aumento de 21,55% na energia de fratura aos 28 dias com a adição de 0,05%OG também é bastante positivo, pois indica que o material cimentício com adição deste teor de OG deve ser submetido a uma maior energia no carregamento para que ocorra a sua ruptura para esta idade de cura.

No comparativo com os artigos em destaque obtidos na revisão bibliográfica, que também utilizaram como meio de dispersão pastas de cimento e empregaram teores de adição iguais a 0,03%OG e 0,05%OG em suas análises, observa-se que os aumentos obtidos no módulo de elasticidade são superiores aos aumentos obtidos por PAN *et al.* [3], único a realizar a análise desta propriedade mecânica em pastas de cimento. Os aumentos na resistência à tração na flexão são superiores aos aumentos obtidos por LIU *et al.* [26] e inferiores aos aumentos obtidos por PAN *et al.* [3], WANG *et al.* [8, 27], LV *et al.* [28] e LV *et al.* [29], e Em relação à tenacidade à fratura, os aumentos obtidos neste trabalho são superiores aos aumentos obtidos por LIU *et al.* [26]. O aumento obtido na energia de fratura com 0,05%OG foi inferior ao resultado obtido por LIU *et al.* [26], único a realizar a análise dos parâmetros de fratura em pastas de cimento.

Em algumas situações, os resultados obtidos para as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura apresentaram um coeficiente de variação elevado. Isto poderia ter sido evitado caso fosse utilizado nas equações, em substituição ao deslocamento vertical, a variável de deslocamento vertical relativo, ou seja, a razão entre o deslocamento vertical dos pontos selecionados no interior da superfície de análise e o deslocamento vertical real dos corpos de prova. Desta maneira, haverá uma menor interferência da geometria do entalhe sobre os resultados, podendo-se inclusive efetuar a comparação entre as curvas de carga versus deslocamento vertical com maior precisão.

5. CONCLUSÃO

5.1. Considerações finais

O ensaio de flexão em três pontos com auxílio do método DIC para obtenção dos estágios de deslocamentos verticais da linha de carga foi realizado com sucesso. Dentre os teores de adição de OG analisados, o teor de adição de 0,05%OG permitiu a obtenção dos melhores resultados aos 28 dias de cura. Foram obtidos aumentos de 19,40%, 16,86%, 27,37% e 21,55% no módulo de elasticidade, resistência à tração na flexão, tenacidade à fratura e energia de fratura, respectivamente.

Observa-se que os aumentos obtidos em três das quatro propriedades mecânicas analisadas (módulo de elasticidade, resistência à tração na flexão e tenacidade à fratura), devido à adição de OG, são maiores aos 7 dias do que

aos 28 dias. Isto está relacionado à aceleração da cinética da reação de hidratação do cimento pela adição deste nanomaterial, especialmente nas primeiras horas do início da mistura, conforme identificado no ensaio de calorimetria [25]. Com uma maior concentração de silicato de cálcio hidratado no interior da matriz cimentícia, as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura da pasta são melhoradas, principalmente nas primeiras idades de cura.

Diante dos resultados encontrados, pode-se inferir que o OG tem potencial para ser aplicado na construção civil, visando a melhoria das propriedades mecânicas e parâmetros de fratura de pastas de cimento.

5.2. Sugestões para pesquisas futuras

Como sugestões para pesquisas futuras, os autores propõem:

- Avaliar as propriedades mecânicas na fratura de pastas de cimento utilizando outros teores de OG, relação a/c e aditivos;
- Realizar estudos das propriedades mecânicas de outros materiais cimentícios com adição de OG, como argamassas, graute e concreto;
- Analisar a influência da adição da solução de OG produzida pelo CTNano sobre a resistência à compressão de compósitos cimentícios;
- Investigar a microestrutura de pastas de cimento com adição de OG, com o objetivo de avaliar a influência do OG na cinética da formação dos produtos de hidratação do cimento;
- Avaliar a influência da geometria dos corpos de prova nas propriedades mecânicas e parâmetros de fratura calculados neste trabalho;
- Avaliar as propriedades mecânicas e parâmetros de fratura calculados neste trabalho para outras idades de cura dos corpos de prova;
- Realizar a usinagem de fôrmas com lâminas pré-fabricadas de aço no centro do vão, para possibilitar a moldagem de corpos de prova já com o entalhe. Desta maneira, não haverá a necessidade de executar o cisalhamento após a etapa de cura e haverá menor interferência sobre a integridade dos corpos de prova;
- Caracterizar o compósito cimentício com adição de óxido de grafeno de maneira mais ampla, explorando outras propriedades do material, como durabilidade e comportamento reológico.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), o Centro de Tecnologia em Nanomateriais e Grafeno da Universidade Federal de Minas Gerais (CTNano/UFMG), o Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear da Comissão Nacional da Energia Nuclear (CDTN/CNEN) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio técnico e financeiro fornecido para o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1] YANG, H., CUI, H., TANG, W., *et al.*, “A critical review on research progress of graphene/cement based composites.”, *Composites. Part A, Applied Science and Manufacturing*, v. 102, pp. 273–296, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.07.019>.
- [2] LV, S., MA, Y., QIU, C., *et al.*, “Effect of graphene oxide nanosheets on microstructure and mechanical properties of cement composites.”, *Construction & Building Materials*, v. 49, pp. 121–127, 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.022>.
- [3] PAN, Z., HE, L., QIU, L., *et al.*, “Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide – cement composite.”, *Cement and Concrete Composites*, v. 58, pp. 140–147, 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.02.001>.
- [4] SINGH, V., JOUNG, D., ZHAI, L., *et al.*, “Graphene based materials: past, present and future.”, *Progress in Materials Science*, v. 56, n. 8, pp. 1178–1271, 2011. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2011.03.003>.
- [5] MOHAMMED, A., SANJAYAN, J.G., DUAN, W.H., *et al.*, “Incorporating graphene oxide in cement composites: a study of transport properties.”, *Construction & Building Materials*, v. 84, pp. 341–347, 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.083>.
- [6] LU, C., LU, Z., LI, Z., *et al.*, “Effect of graphene oxide on the mechanical behavior of strain hardening cementitious composites.”, *Construction & Building Materials*, v. 120, pp. 457–464, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.122>.

- [7] LIN, C., WEI, W., HU, Y.H., “Catalytic behavior of graphene oxide for cement hydration process.”, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 89, pp. 128–133, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jpcs.2015.11.002>.
- [8] WANG, Q., WANG, J., LU, C., *et al.*, “Influence of graphene oxide additions on the microstructure and mechanical strength of cement.”, *New Carbon Materials*, v. 30, n. 4, pp. 349–356, Ago. 2015. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S1872-5805\(15\)60194-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1872-5805(15)60194-9).
- [9] ZHAO, L., GUO, X., GE, C., *et al.*, “Mechanical behavior and toughening mechanism of polycarboxylate superplasticizer modified graphene oxide reinforced cement composites.”, *Composites. Part B, Engineering*, v. 113, pp. 308–316, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.056>.
- [10] CALLISTER JUNIOR, W.D., *Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução*, 7 ed., Rio de Janeiro, LTC, 2008, 705 p.
- [11] SHACKELFORD, J.F., *Introduction to materials science for engineers*, 7 ed., Upper Saddle River, Prentice-Hall, 2010, 588 p.
- [12] FERREIRA, L.E.T., *Elementos da mecânica da fratura aplicada à engenharia estrutural: aspectos analíticos, computacionais e experimentais*, 2 ed., Lavras (MG), Editora UFLA, 2019, 287 p.
- [13] DANOGLIDIS, P.A., KONSTA-GDOUTOS, M.S., GDOUTOS, E.E., *et al.*, “Strength, energy absorption capability and self-sensing properties of multifunctional carbon nanotube reinforced mortars.”, *Construction & Building Materials*, v. 120, pp. 265–274, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.049>.
- [14] PETERS, W.H., RANSON, W.F., “Digital imaging techniques in experimental stress analysis”, *Optical Engineering*, v. 21, n. 3, pp. 427–432, 1982. doi: <http://dx.doi.org/10.1117/12.7972925>.
- [15] YONEYAMA, M., “Lens distortion correction for digital image correlation by measuring rigid body displacement.”, *Optical Engineering*, v. 45, n. 2, pp. 023602, 2006. doi: <http://dx.doi.org/10.1117/1.2168411>.
- [16] OPTICAL MEASUREMENT SOLUTIONS, *Principle of Digital Image Correlation*, 2020, <http://www.isi-sys.com/principle-of-digital-image-correlation/>, acessado em outubro de 2020.
- [17] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *ABNT NBR 16697:2018 – Cimento Portland – Requisitos*, Rio de Janeiro, ABNT, 2018.
- [18] FARIA, G.S., LIMA, A.M., PINHEIRO, W.A., “Análise termogravimétrica de óxido de grafeno com diferentes níveis de oxidação”, In: *Anais do 73º Congresso Anual da ABM*, p. 3038–3046, São Paulo, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.5151/1516-392X-306>.
- [19] RAUCCI, J.S., CECEL, R.T., ROMANO, R.C.O., *et al.*, “Effect of mixing method on the mini-slump spread of Portland cement pastes.”, *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, v. 11, n. 2, pp. 410–431, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/s1983-41952018000200010>.
- [20] SOARES, P.A., “*Caracterização da reologia no estado fresco de pastas de cimento Portland fabricadas com nanotubos de carbono sintetizados diretamente sobre o clínquer*”, Tese de M.Sc., Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019, 198 p.
- [21] PROCELAB, *Procedimentos e métodos de laboratório destinados à cimentação de poços petrolíferos*, Rio de Janeiro, Petrobras, 2005.
- [22] MAKAR, J.M., CHAN, G.W., “Growth of cement hydration products on single-walled carbon nanotubes.”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 92, n. 6, pp. 1303–1310, 2009. doi: <http://dx.doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03055.x>.
- [23] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *ABNT NBR 5738:2003 – Concreto – Procedimento para Moldagem e Cura de Corpos-de-Prova*, Rio de Janeiro, ABNT, 2003.
- [24] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *ABNT NBR 12142/2010 – Concreto – Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos*, Rio de Janeiro, ABNT, 2003.
- [25] HORTA, R.A.S., PAULA, J.N., CALIXTO, J.M.F., “Avaliação do perfil térmico e calor de hidratação de pastas de cimento com adição de óxido de grafeno.”, *Revista Matéria*, v. 27, n. 3, pp. 1–16, 2022.
- [26] LIU, J., FU, J., NI, T., *et al.*, “Fracture toughness improvement of multi-wall carbon nanotubes/graphene sheets reinforced cement paste.”, *Construction & Building Materials*, v. 200, pp. 530–538, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.141>.
- [27] WANG, M., WANG, R., YAO, H., *et al.*, “Study on the three dimensional mechanism of graphene oxide nanosheets modified cement.”, *Construction & Building Materials*, v. 126, pp. 730–739, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.092>.

- [28] LV, S., DENG, L.J., YANG, W.Q., *et al.*, “Fabrication of polycarboxylate/graphene oxide nanosheet composites by copolymerization for reinforcing and toughening cement composites.”, *Cement and Concrete Composites*, v. 66, pp. 1–9, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.11.007>.
- [29] LV, S., LIU, J., SUN, T., *et al.*, “Effect of GO nanosheets on shapes of cement hydration crystals and their formation process.”, *Construction & Building Materials*, v. 64, pp. 231–239, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.04.061>.

MATERIAL SUPLEMENTAR

O seguinte material online está disponível para este artigo:

Apêndice A – Determinação da composição das pastas de cimento.

Apêndice B – Resultados do ensaio de flexão em três pontos.

Apêndice C – Parâmetros de fratura obtidos no ensaio de flexão em três pontos

Módulo de elasticidade (GPa).