

ÓXIDO DE GRAFENO AGREGADO AO CONCRETO

Camila Andrade (Aluna IC) Prof. Dr. Mauro César Terence (Orientador)

Apoio: PIBITI Mackenzie

RESUMO

Óxido de grafeno é uma das formas cristalinas do carbono, um óxido de alta qualidade é um material muito forte, leve e de aspecto quase transparente, é ótimo condutor de calor e eletricidade. A sua utilização no meio da indústria civil busca melhorias nas estruturas, possibilitando edifícios com mais andares e maior resistência aos diversos agentes impactantes. O trabalho consiste em testar a agregação do óxido de grafeno, produzido dentro da Universidade, com o concreto, visando melhorar as propriedades estruturais, com o foco principal de testes na resistência à compressão. Para isso foi realizado o estudo de projetos realizados em outros países como base para a definição do procedimento a ser desenvolvido, foram feitas diversas produções do óxido para obter a quantidade necessária para os testes, que foram iniciados diretamente no concreto. Os ensaios de resistência à compressão foram feitos em duas fases, com rupturas em diferentes idades e com utilização de duas porcentagens diferentes do aditivo sendo elas 0,1% e 0,3% o que se referia a 3g e 9g de óxido de grafeno, respectivamente. Após o processo de coleta de dados e das idades necessárias para os testes as análises indicaram, em alguns casos, uma melhoria, não muito expressiva, mas que aponta indícios que estabelecem que o óxido de grafeno agregado ao concreto possui sim a capacidade de melhoria.

Palavras-chave: Óxido. Grafeno. Concreto.

ABSTRACT

Graphene oxide is one of the crystalline forms of carbon, a high quality oxide is a very strong material, light and almost transparent-looking, it is great conductor of heat and electricity. Its use in the middle of the civil industry looks for improvements in the structures, allowing buildings with more floors and greater resistance to the diverse impacting agents. The work consists in testing the aggregation of graphene oxide, produced within the University, with concrete, aiming to improve the structural properties, with the main focus of tests in the resistance to compression. For this, the study of projects carried out in other countries was carried out as a basis for the definition of the procedure to be developed. Several oxide productions were made to obtain the

necessary amount for the tests, which were started directly in the concrete. The compressive strength tests were done in two stages, with ruptures at different ages and using two different percentages of the additive being 0.1% and 0.3% which referred to 3g and 9g of graphene oxide, respectively. After the data collection process and the ages required for the tests, the analyzes indicated, in some cases, an improvement, which is not very expressive, but indicates indications that graphene oxide added to concrete has the capacity for improvement.

Keywords: Oxide. Graphene. Concrete.

1. INTRODUÇÃO

O projeto tem como objetivo inserir o grafeno no concreto de forma viável, buscando uma estrutura que aparenta leveza, possui alta resistência e excelente desempenho termoacústico.

A busca consiste em poder agregar o grafeno ao concreto para que diminua drasticamente os problemas estruturais encontrados nas construções atingindo a todas as classes sociais e áreas da construção civil.

A utilização do grafeno possibilita aumentar significativamente a construção de estruturas prediais maiores e com alta segurança o que, teoricamente, tende a diminuir o déficit de moradias que temos no país. Além disso, o grafeno não é uma estrutura que causa impactos diretos ao meio ambiente, já que não polui a atmosfera ou rios.

Foram feitas várias pesquisas teóricas para determinação dos procedimentos a serem seguidos e foram realizados dois testes para verificar o nível de melhoria da resistência à compressão.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

O trabalho de pesquisa se iniciou com a coleta de diversos dados providos de artigos científicos mundiais, visando entender os estudos que foram feitos, os métodos utilizados, os problemas encontrados ao agregar o óxido, dados dos resultados, e, a partir desses, foi escolhido o melhor curso a ser tomado na coleta de dados.

De acordo com diversas pesquisas e com foco especial no artigo Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement Nanocomposites (Preparação e Propriedades Mecânicas do Óxido de Grafeno: Nanocompósitos de cimento) foi constatado que seria possível utilizar uma quantia baixa de óxido, já que nesse artigo ele menciona o uso de 0,1% de óxido e alega ter conseguido uma melhora de 48% com o uso de 1,5% de óxido.

Outro ponto interessante do artigo foi o valor utilizado na relação água/cimento que foi 0,4 em uma fase do teste e 0,5 em outra, valores que foram base para montar nosso traço, porém eles utilizam um segundo tipo de aditivo para conseguir chegar nesse valor da água cimento, o que interfere na constatação da capacidade do composto, já que esse não havia sido usado sozinho.

Já em Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide-cement composite (Propriedades mecânicas e microestrutura de um composto de óxido de grafeno-cimento), com uma quantia bem baixa de óxido eles encontraram melhora de 15 a 33%, eles também apresentam a queda da trabalhabilidade.

Ambos os artigos foram utilizados como maior base para desenvolvimento do projeto, porém outros também foram utilizados como suporte, eles podem ser consultados nas referências.

3. METODOLOGIA

Inicialmente foram feitas diversas fabricações do óxido para sua utilização nos testes, o processo foi feito em conjunto com o grupo de pesquisa do orientador e a produção do óxido para o projeto foi feita em conjunto com outros dois alunos da graduação que seguem a mesma linha de projeto, assim como os testes e aplicações do óxido com o intuito de aproveitar o material da melhor forma possível.

O óxido foi produzido através de uma adaptação do Método de Hummers, dentro da universidade, e devido a direitos autorais e processos de patente, o processo não pode ser descrito nesse artigo.

Com o aditivo preparado, o próximo passo consistia em iniciar os testes no concreto com bases nas NBR 5739, NBR NM67 e demais normas entrelaçadas ao processo, então utilizando CP-25 (Cimento Portland com resistência 25 MPa) e um traço de 1:2:3:0,6:x (cimento:areia:brita:água:óxido).

Os componentes foram misturados na betoneira e foram realizadas as pesagens necessárias para determinar a densidade da massa de concreto, em seguida foi realizado o Teste de Abatimento (Slump test), onde o tronco de cone invertido é preenchido com três camadas, levanta-se o tronco de cone e após o concreto escorre mede-se a sua diferença de altura em relação ao cone inicial.

A seguir foram preparados os moldes com 20 cm de altura e 10 cm de diâmetro, que vão para a câmara úmida até a data de desmoldagem para o período de cura. No primeiro momento foram realizados 4 corpos de prova sem aditivo para servirem como amostras base, 5 corpos com 0,1% de aditivo e 4 corpos com 0,3% de aditivo que foram rompidos após uma idade de 28 dias, foi optado por excluir o quinto corpo de prova de 0,1% já que esse não havia ficado dentro dos padrões do molde, logo seus resultados não seriam precisos, o que prejudicaria todo o teste.

Houve também um segundo teste de ruptura, esse realizado após uma idade de 7 dias, seguindo o mesmo traço e métodos, foram realizados 4 corpos de prova base e 4 corpos de prova com 0,1% de aditivo, a alteração nesse teste foi na diluição do óxido, que para esse teste havia sido previamente dissolvido em água para testar as suas teorias de aglomeração.

Por norma todos os corpos devem ser identificados e seus dados devem ser anotados para controle da amostra durante as etapas do processo, abaixo verificam-se as tabelas das amostras constatando esses valores.

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 28 DIAS						
Moldagem: 18/04/2017						
Desmoldagem: 20/04/2017						
Ruptura: 16/05/2017						
Traço: 1:2:3:0,6:x (cimento:areia:brita:água:aditivo em relação a quantidade de cimento)						
Aditivo(x)	Massa Cx Vazio (kg)	Massa Cx Cheio (kg)	Volume(L)	Densidade (kg/m ³)	Slump(mm)	
0	2,58	9,88	3,055	3234,04	10	
0,10%	2,58	9,84	3,055	3220,95	25	
0,30%	2,58	9,78	3,055	3201,31	35	

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 7 DIAS						
Moldagem: 14/06/2017						
Desmoldagem: 15/06/2017						
Ruptura: 21/06/2017						
Traço: 1:2:3:0,6:x (cimento:areia:brita:água:aditivo em relação a quantidade de cimento)						
Aditivo(x)	Massa Cx Vazio (kg)	Massa Cx Cheio (kg)	Volume(L)	Densidade (kg/m ³)	Slump(mm)	
0	2,58	9,78	3,055	3201,31	35	
0,10%	2,58	9,78	3,055	3201,31	80	

Nas respectivas idades os corpos foram levados para a prensa para ruptura e análise dos resultados, esses poderão ser visto no tópico seguinte.

4. RESULTADO E DISCUSSÃO

Como foi descrito, o primeiro teste no concreto foi feito na idade de 28 dias onde foram obtidos os resultados abaixo:

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 28 DIAS				
Corpo de Prova	Diametro (mm)	Carga (kgf)	Resistência (MPa)	Diferença resistência (%)
0 A	101,19	24600	30,59	-
0 B	100,14	24000	30,47	-
0 C	100,06	23600	30,01	-
0 D	100,37	18600	23,51	-
0,1% A	100,42	25300	31,94	11,50%
0,1% B	99,98	22800	29,04	1,38%
0,1% C	100,16	19700	25	-12,72%
0,1% D	100,54	23600	29,73	3,79%
0,3% A	100,07	24200	30,77	7,42%
0,3% B	100,02	24100	30,67	7,07%
0,3% C	101,08	25000	31,15	8,74%
0,3% D	99,92	22000	28,06	-2,04%
A diferença foi baseada na média das resistências dos cps sem aditivo (28,645 MPa)				

Os resultados tiveram valores bem variantes, porém com melhoria na maioria dos casos, como foi apresentado nas tabelas anteriores verificou-se que o abatimento não tendeu a ser alto, como já era previsto pelo que foi visto no referencial teórico.

No caso das amostras de 0,1% temos um bom valor de melhoria no exemplar A, porém também temos uma queda significativa no exemplar C; nas amostras de 0,3% também houve uma queda que pode ser vista no exemplar D, mas os outros três exemplares apresentaram valores bem similares.

No artigo Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement Nanocomposites, constata-se que embora os valores encontrados na tabela acima sejam variantes, estão dentro do padrão encontrado pelos pesquisadores, que com um uso de 1,5% de óxido atingiram 48% de melhora, proporcionalmente.

Em comparação ao artigo Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide-cement composite, os valores são menos animadores, já que no artigo consta que obtiveram uma melhora de 15 a 33% utilizando 0,05%, o que é metade do valor que utilizamos no primeiro caso com aditivo que no melhor cenário obteve 11,5% de melhora.

Abaixo segue o registro fotográfico da ruptura dos corpos de prova, que foram classificados de acordo com as orientações da NBR 5739.

Corpos de prova sem aditivo com ruptura na idade de 28 dias:

Exemplar 0A (Ruptura tipo C)



Exemplar 0B (Ruptura tipo B)



Exemplar 0C (Ruptura tipo B)



Exemplar 0D (Ruptura tipo A)



Corpos de prova com 0,1% de aditivo com ruptura na idade de 28 dias:

Exemplar 0,1%A (Ruptura tipo A)

Exemplar 0,1%B (Ruptura tipo B)



Exemplar 0,1%C (Ruptura tipo F)



Exemplar 0,1%D (Ruptura tipo E)

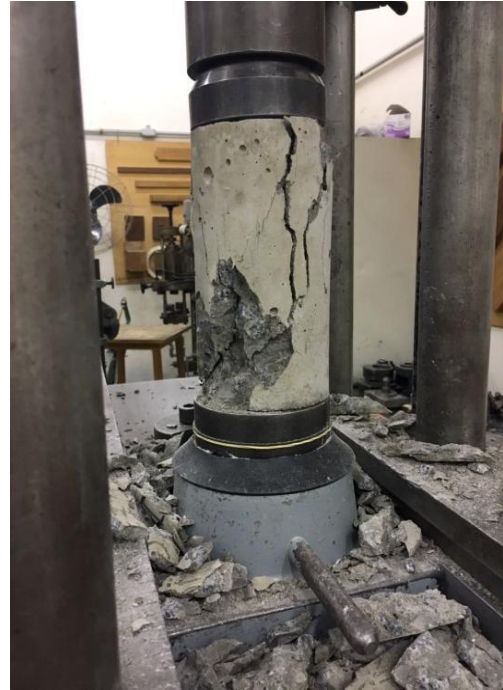


Corpos de prova com 0,3% de aditivo com ruptura na idade de 28 dias:

Exemplar 0,3%A (Ruptura tipo D)



Exemplar 0,3%B (Ruptura tipo E)



Exemplar 0,3%C (Ruptura tipo E)



Exemplar 0,3%D (Ruptura tipo A)



Fotos por Giovana Camargo Albuquerque e Matheus Pedro Del Nero Silva retiradas em 16/05/2017

Após verificar os resultados que foram apresentados na tabela anterior e em conjunto com o que já havíamos encontrado nas pesquisas teóricas nos chamou a atenção que o óxido poderia ter aglomerado, o que explicaria a discrepância dos valores, por isso optamos por iniciar uma segunda fase onde foi feito o ensaio com idade de 7 dias com o óxido previamente diluído, nesse teste obtivemos os seguintes resultados:

RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 7 DIAS				
Corpo de Prova	Diametro (mm)	Carga (kgf)	Resistência (Mpa)	Diferença resistencia (%)
0 A	100	16950	21,58	-
0 B	100,2	17200	21,81	-
0 C	100	17100	21,77	-
0 D	100	16100	20,5	-
0,1% A	100,3	15100	19,11	-10,76%
0,1% B	100,5	14200	17,9	-16,41%
0,1% C	100,6	14800	18,62	-13,05%
0,1% D	100,3	15500	19,62	-8,38%
A diferença foi baseada na média das resistências dos cps sem aditivo (21,415)				

Como apresentado nas tabelas anteriores, o slump foi bem mais alto em comparação à primeira bateria de testes e a densidade se manteve parecida, mas em contra partida o resultado da ruptura dos corpos de prova foi bem diferente do primeiro, todos os testes tiveram uma queda na força de compressão em comparação as amostras sem aditivo, os resultados foram mais similares o que caracteriza uma amostra mais homogênea, o que coloca em segundo plano um possível problema de aglomeração com relação aos baixos resultados.

Abaixo segue o registro fotográfico da ruptura dos corpos de prova, que também foram classificados de acordo com as orientações da NBR 5739.

Corpos de prova sem aditivo com ruptura na idade de 7 dias:

Exemplar 0A (Ruptura tipo E)



Exemplar 0B (Ruptura tipo E)



Exemplar 0C (Ruptura tipo C)



Exemplar 0D (Ruptura tipo C)



Corpos de prova com 0,1% de aditivo com ruptura na idade de 7 dias:

Exemplar 0,1%A (Ruptura tipo A)



Exemplar 0,1%B (Ruptura tipo E)



Exemplar 0,1%C (Ruptura tipo E)



Exemplar 0,1%D (Ruptura tipo C)



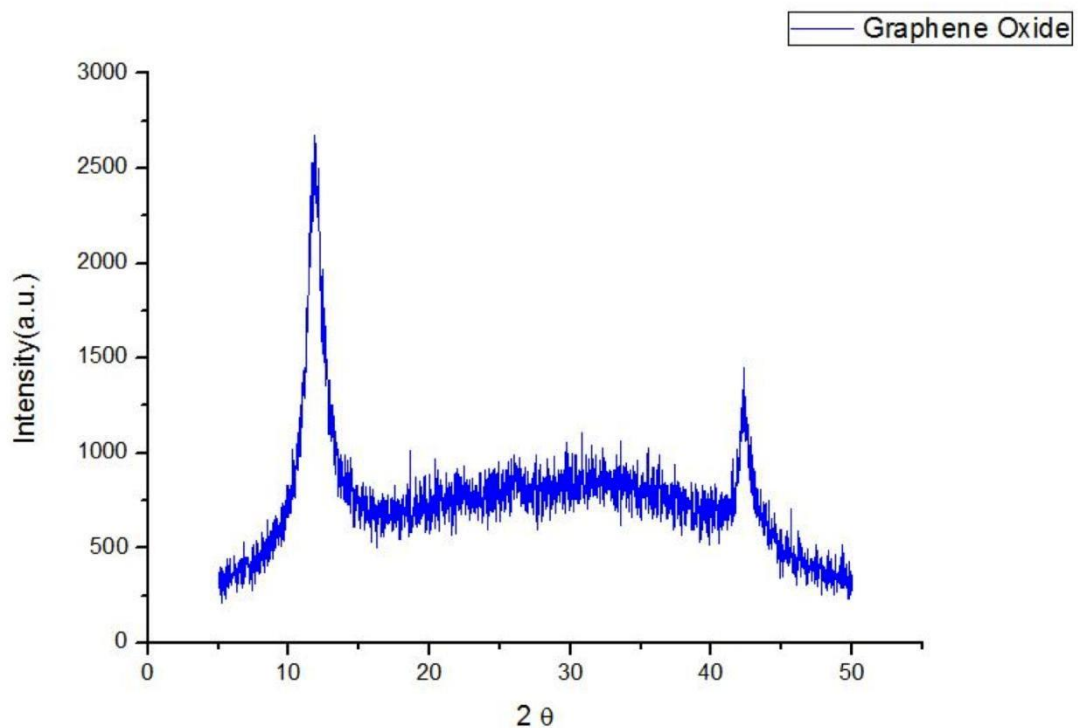
Fotos por Giovana Camargo Albuquerque e Matheus Pedro Del Nero Silva retiradas em 21/06/2017

Outro possível fator pode ter sido o obstáculo que encontramos na mistura do aditivo, porque ele necessitou de uma quantidade de água elevada para manter as qualidades necessárias numa mistura de concreto, o que pode ter sido um fator para explicar os resultados baixos de compressão, já que um valor alto da relação água/cimento atrapalha na fluidez e trabalhabilidade do concreto.

Embora a porcentagem de melhoria se deva em relação ao corpo de prova piloto, caso houve a possibilidade de uma utilização de uma relação água/cimento menor possivelmente obteríamos resultados com resistência maior, porém não necessariamente esses valores aumentariam a porcentagem de melhoria em relação aos corpos de prova utilizados como base.

Tendo praticamente eliminado os dois pontos expostos, já que no segundo teste não houve altos indícios de aglomeração e como explicado acima uma relação água/cimento somente apontaria valores diferentes e não necessariamente resultados maiores, partimos para uma terceira hipótese que consistia na averiguação do componente utilizado na adição ao concreto, tendo em vista que nada indica algum outro problema nas amostras.

Adicionalmente ao processo de testes no concreto, foi realizado um DRX do óxido produzido que pode ser visto abaixo:



O DRX consiste em verificar se o elemento produzido é realmente um óxido de grafeno ou se suas características o classificavam como grafite, para considerá-lo óxido,

era necessário que houvesse esse pico inicial presente na imagem abaixo, foi esclarecido pelo grupo que trabalha paralelamente ao nosso e mais diretamente na produção do óxido as irregularidades após o pico não eram muito satisfatórias, mas que elas não desclassificariam o óxido e não apresentavam aparentemente nada que não justificasse a sua utilização.

Isso não isenta a conjectura do problema ter sido no aditivo, já que não há como afirmar que uma amostra diferente do óxido necessariamente apresentaria os mesmos valores obtidos nesse estudo.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O projeto é altamente promissor, tendo em vista que foram obtidos resultados positivos na agregação do óxido de grafeno ao concreto em algumas das situações, o que nos mostra que realmente há indícios de uma melhoria no concreto como foi proposto no projeto, porém ainda é necessário aprimorar os meios de produção do óxido feito em laboratório, aumentando as quantidades para serem utilizadas nos testes de ruptura do concreto facilitando a obtenção de resultados mais variados. Pelos resultados encontrados podemos confiantemente alegar que o grafeno pode vir a melhorar as características do concreto como pudemos observar no exemplar que atingiu quase 12% de melhora com uma utilização muito pequena do óxido.

Deixo aqui os agradecimentos a todos que contribuíram de alguma forma com o projeto, em especial aos meus colegas de graduação, Giovana Camargo Albuquerque e Matheus Pedro Del Nero Silva, que estavam no mesmo campo de pesquisa e trabalharam junto na parte prática, desde a produção do óxido até a ruptura dos corpos de prova, agradecimentos também as alunas do mestrado Andressa de Aguiar Oliveira e Carolina Tegon que nos ensinaram processo de produção do óxido e nos auxiliaram durante o projeto, aos técnicos do Laboratório de Materiais de Construção, José e Lázaro, pelo suporte fornecido nos laboratórios e finalmente, agradecimentos ao professor orientador pela oportunidade e suporte durante todo o projeto.

6. REFERÊNCIAS

Traço do concreto para obras de pequeno porte, disponível em: < http://www.feb.unesp.br/pbastos/site_paulo/Artigo%20Tracos%20ConcretoPaulo%20Bastos.pdf >. Acessado em: 06/07/2017.

Estrutura de concreto, disponível em: < <http://www.fec.unicamp.br/~almeida/ec702/EESC/Concreto.pdf> >. Acessado em: 06/07/2017.

Concreto: Ensaio do abatimento (slump test), disponível em: < <https://www.ufrgs.br/eso/content/?p=956> >. Acessado em: 07/07/2017.

A. Mohammed, J.G. Sanjayan, W.H. Duan, A.Nazari. Incorporating graphene oxide in cement composites: A study of transport properties.

Elzbieta Horszczaruk, Ewa Mijowska, Ryszard J. Kalenczuk, Malgorzata Aleksandrak, Sylwia Mijowska. Nanocomposite of cement/graphene oxide – Impact on hydration kinetics and Young's modulus.

Fakhim Babak, Hassani Abolfazl, Rashidi Alimorad, Ghodousi Parviz. Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement Nanocomposites.

Liulei Lu, Dong Ouyang, Weiting Xu. Mechanical Properties and Durability of Ultra High Strength Concrete Incorporating Multi-Walled Carbon Nanotubes.

Xiangyu Li, Asghar Habibnejad Korayem, Chenyang Li, Yanming Liu, Hongsen He, Jay G. Sanjayan, Wen Hui Duan. Incorporation of graphene oxide and sílica fume into cement paste: A study of dispersion and compressive strength.

Yu Shang, Dong Zhang, Chao, Yang, Yanyun Liu, Yong Liu. Effect of graphene oxide on the rheological properties of cement pastes.

Zhu Pan, Li He, Ling Qiu, Asghar Habibnejad Korayem, Gang Li, Jun Wu Zhu, Frank Collins, Dan Li, Wen Hui Duan, Ming Chien Wang. Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide-cement composite.

Contatos: camila.andrade01@hotmail.com e mauroterence@yahoo.com.br