A INFLUÊNCIA DO TEMPO E VELOCIDADE DE MISTURA NA DISPERSÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

BUENO, R. M. (1); MARTINI, S. (2); SALVADOR, R P. (3)

(1) Mestrado Profissional em engenharia civil, Universidade São Judas Tadeu, robertomunhozbueno@gmail.com;

(2) Mestrado Profissional em engenharia civil, Universidade São Judas Tadeu, prof.martini@usjt.br;

(3) Mestrado Profissional em engenharia civil, Universidade São Judas Tadeu, prof.renansalvador@usjt.br

Resumo: *O desenvolvimento de novas demandas estruturais e projetos mais ousados geram a necessidade de empregar compósitos cimentícios com melhor desempenho. Os nanomateriais podem fornecer maior resistência e durabilidade, além de outras características individuais de cada material. O óxido de grafeno é um destes nanomateriais que pode ser empregado no desenvolvimento de novos compósitos, entretanto ainda se faz necessário o estudo de sua dispersão. O emprego de processos mecânicos pode ajudar a dispensar o óxido de grafeno em materiais cimentícios, dependendo do tempo e velocidade de mistura, bem como a quantidade de material. Os resultados fornecidos pelo ensaio de calorimetria apontam bons resultados na dispersão de óxido de grafeno.*

Palavras-chave: *Dispersão, nanomateriais, óxido de grafeno.*

Área do Conhecimento: *Materiais e componentes de construção*

1 INTRODUÇÃO

As nanoparticulas são materiais importantes, empregados em diversos campos da indústria, sendo a construção civil a maior indústria do mundo. O concreto é o material mais utilizado na construção e no mundo assim se torna fundamental compreender a influência que os nanomateriais possam exercer em seus resultados. Os potenciais efeitos dos nanomateriais em compósitos cimentícios podem incluir a capacidade de auto-regeneração, promover estruturas com competência de adaptação a novas exigências de serviço (ZHU et al., 2004). Os nanomateriais apresentam grandes dificuldades de dispersão devido a forças de atração de Van der Waals, assim é preciso explorar processos de dispersão eficientes.

A utilização de óxido de grafeno em pastas cimentícias quando bem dispersas podem acelerar a velocidade de hidratação, pois funcionam como pontos de nucleação para a formação de C-S-H. Tal processo pode ser avaliado por calorimetria isotérmica, pela redução do tempo de indução e pela maior taxa de reação no período de aceleração.

Este trabalho tem como finalidade analisar a dispersão de nanopartículas de óxido de grafeno em pasta utilizando um misturador mecânico, variando o tempo e velocidade de mistura. A dispersão foi avaliada pela cinética de hidratação de pastas de cimento realizada por calorimetria isotérmica. No final deste estudo será possível recomendar o melhor procedimento de mistura para óxido de grafeno empregando processo mecânico.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A dispersão efetiva das nanoparticulas pode ser classificada como o maior obstáculo no emprego em concretos. Segundo VERA-AGULHO et al., (2009) o emprego de pequenas partículas nas misturas cimentícias podem proporcionar elevado grau de hidratação do cimento, entretanto para que isso ocorra é preciso que haja uma dispersão efetiva dos nanomateriais.

A dispersão efetiva pode ser considerada a maior dificuldade no emprego de nanoparticulas, para alcançar está dispersão muitos autores empregam diversos métodos, porém é preciso melhorar estes métodos (PACHECO-TORGAL et al, 2013). Nanomateriais tendem a se aglomerar, devido a forças de atração de van der Waals HORSZCZARUK et al., (2015) (XIE et al., 2005).

Dentre estes processos a utilização de misturadores mecânicos de alta velocidade podem apresentar bons resultados na dispersão de nanomateriais. GIVI et al. (2010) conseguiram uma dispersão efetiva de partículas de nanoSiO_2 em água empregando agitação com velocidade de 120rpm durante um minuto, posteriormente adicionado à mistura. TOBON et al (2015) também obtiveram bons resultados utilizando misturador mecânico na dispersão de nanoparticulas.

Mas não devemos pensar apenas nos nanomateriais empregados, pois a mistura é um importante processo para qualquer compósito cimenticio (WILLIANS et al, 1999), ainda de acordo com JUILLAND et al. (2012) o efeito principal de mistura indica ser a produção de mais núcleos de CSH após o fim do período de indução, em consequência ao possível descolamento da CSH primário (metaestável) pela atuação mecânica. A ocorrência de nucleação superior conduz a microestruturas mais densas para sistemas mistos em altas intensidades.

3 METODOLOGIA

Para a este estudo foram elaboradas pastas com relação 1 : 0,45 utilizando cimento CPV-ARI, 0,03 % superplastificante sobre a massa de cimento, água deionizada e óxido de grafeno disperso em água com de 0,4 % concentração em massa. Os teores da dispersão de OG foram 0,06 e 0,12 % sobre a massa de cimento. As amostras foram produzidas com a utilização de um misturador de bancada com hélice de 4 pás inclinadas com rotação máxima de 2600 rpm além da utilização de um calorímetro.

Com a utilização do misturador em 800 rpm, adicionou-se o cimento à água, misturando-os por 30 s. O misturador foi paralisado por 30 s e as paredes do recipiente foram limpas com uma espátula. . A pasta foi novamente misturada a 1200 rpm por 60 s. Então, foi adicionado o superplastificante, homogeneizando a pasta a 1200 rpm por 60 s. A última etapa consistiu na mistura do óxido de grafeno, que foi realizada a 1200 ou 2200 rpm, por 60 ou 120 s, segundo Tabela 3.1. As amostras foram analisadas em um calorímetro isotérmico TAM Air por 24 horas, utilizando 8,0 g de pasta a 23 ºC.

Tabela 3.1 – Métodos e dosagens ensaiadas

Matriz	Teor de OG (%)	Velocidade de mistura (rpm)	Tempo de mistura (s)
MRef	-	-	-
M06-1200-60	0,06	1200	60
M06-2200-60	0,06	2200	60
M06-1200-120	0,06	1200	120
M12-1200-60	0,12	1200	60
M12-2200-60	0,12	2200	60
M12-1200-120	0,12	1200	120

Fonte: Autor (2019)

4 RESULTADOS

A análise dos resultados de calorimetria foi analisada com base na Tabela 4.1 que nos mostras os parâmetros e métodos do comportamento da hidratação do cimento, por meio da observação das composições de misturas diferentes.

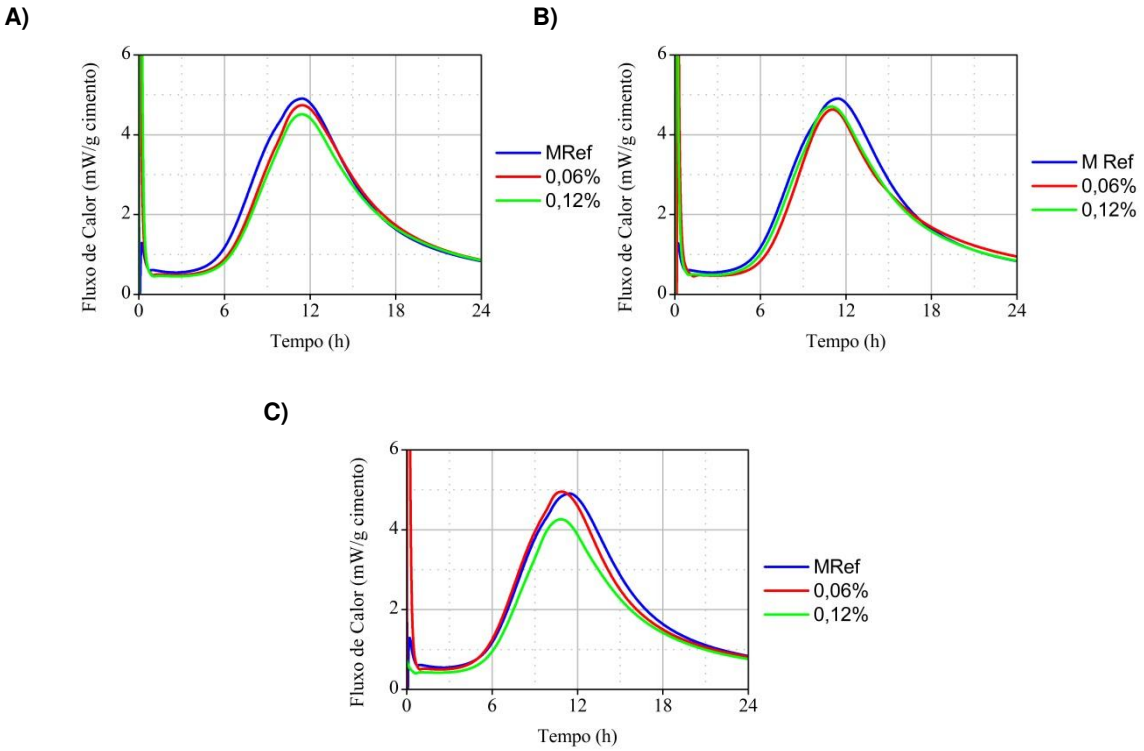
Tabela 4.1 – Parâmetros e Métodos de análise

Parâmetros	Método de análise
Periodo de indução	Tempo decorrido entre o inicio da mistura e o inicio do periodo de aceleração
Taxa de hidratação do cimento	Inclinação da parte ascendente do período de aceleração
Energia liberada durante o pico principal de hidratação	Área sob a curva entre o final do período de indução e o momento em que o fluxo de calor atinge 1,0 mW / g de cimento no período de desaceleração
Grau de hidratação até 24 h	Energia total liberada até 24 h

Fonte: Autor (2019)

Analisando os resultados de calorimetria podemos observar algumas diferenças entre os procedimentos de mistura, demonstrados na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Resultados da calorimetria, Na figura (A) amostra com velocidade 1200 rpm e 60 s de mistura, na figura (B) amostra com Velocidade 2200 rpm e 60 s de mistura e na figura (C) amostra com velocidade 1200 rpm e 120 s de mistura



Na Tabela 4.2 podemos analisar os parâmetros de análise de todas as amostras, As amostras com velocidade de de 1200 rpm e 60 s de mistura, observamos que as duas amostras obtiveram em relação a amostra referência períodos de indução maiores, menor taxa de hidratação em relação, menor fluxo de calor máximo entretanto em energia liberada a amostra com 0,12% obteve resultado superior a referencia.

Tabela 4.2 – Valores dos parâmetros das amostras

Procedimento	Matriz	Período de Indução (h)	Taxa de hidratação do cimento ([mW/g] *h)	Fluxo de calor máximo (mW/g)	Energia liberada em 24 h (J)
1200 rpm 60 s	MRef	5,60	0,97	4,91	180,4
	0,06%	5,98	0,90	4,74	176,8
	0,12%	6,17	0,89	4,51	180,9
2200 rpm 60 s	0,06%	5,77	0,93	4,71	181,5
	0,12%	6,12	1,04	4,63	170,7
1200 rpm 120 s	0,06%	5,43	0,98	4,95	193,7
	0,12%	5,64	0,86	4,26	150,2

Fonte: Autor (2019)

Nas amostras com o emprego da velocidade de 2200 rpm e 60 s de mistura, observamos que as duas amostras obtiveram em relação a amostra referência períodos de indução maiores, contudo a amostra 0,12% obteve uma taxa de hidratação superior ao referência, as duas amostras obtiveram menor fluxo de calor, ainda a amostra 0,06% obteve maior energia liberada durante as 24h iniciais.

Nos modelos com o emprego da velocidade de 2200 rpm e tempo de mistura final de 120 s, podemos analisar os parâmetros de análise das amostras com o emprego da velocidade de 1200 rpm e 120 s de

mistura, observamos que em relação a amostra referencia a amostra 0,06% obtive um menor período de indução, bem como maior taxa de hidratação, maior fluxo de calor e energia liberada em 24h. A amostra 0,12% em relação a amostra referência maior período de indução, menor taxa de hidratação, menor fluxo de calor e energia liberada.

5 CONCLUSÕES

Neste estudo observamos que o procedimento de mistura mecânica apresenta resultados efetivos na dispersão de óxido de grafeno em pastas cimentícias, assim os dados obtidos por meio da calorimetria corroboram com uma dissolução efetiva.

- As amostras elaboradas com velocidade de 1200 rpm e 60 s apresentaram resultados parcialmente análogos tendo o teor de 0,06 % maior pico em seu fluxo de calor em comparação a amostra com teor de 0,12%, ambas obtiveram retardo no inicio da aceleração da hidratação e reação química do cimento em comparação a referência, assim tendo uma baixa eficiência na dispersão do óxido de grafeno em pastas de cimentícias;
- As amostras elaboradas com velocidade de 2200 rpm e 60 s apresentaram resultados análogos entre os dois teores de óxido de grafeno, comparando ao referência os teores não conseguiram antecipar o inicio da aceleração em comparação, ainda conseguiram taxas de hidratação mais próximas ou superiores, obtendo boa eficiência na dispersão de óxido de grafeno em pastas cimentícias;
- As amostras elaboradas com velocidade de 1200 rpm e 120 s apresentaram resultados distintos, comparando os resultados do teor de 0,06% com a referência, observamos a antecipação da reação química, assim como maior taxa de hidratação do cimento, maior fluxo de calor e energia liberada. Comparando os resultados da amostra com teor de 0,12% com a referência, observamos o atraso no inicio da aceleração de pega, menor fluxo de calor de todas as amostras, bem como a menor energia liberada. Este procedimento apresentou boa dispersão de óxido de grafeno apenas em amostras com baixos teores de óxido de grafeno e baixa eficiência em amostras com maiores teores de óxido de grafeno.

As amostras elaboradas com o emprego da velocidade 2200 rpm e tempo de mistura de 60 s apresentaram resultados promissores, o resultado de fluxo de calor são análogos entre as amostras e próximas a referência, assim como os resultados de taxa de hidratação que possuíram resultados próximos ao referencia, promovendo a hidratação do cimento pela ação do óxido de grafeno por meio dos pontos de nucleação. Este processo apresentou resultados favoráveis para os dois teores de óxido de grafeno.

6 REFERÊNCIAS

GIVI, A.; RASHID, S.; AZIZ, F.; SALLEH, M. Experimental investigation of the size effects of SiO2 nanoparticles on the mechanical properties of binary blended concrete. Composites. Part B 41, 673–677, 2010.

HORSZCZARUK, E.; MIJOWSKA, E.; KALENCZUK, R. J.; ALEKSANDRZAK, M.; MIJOWSKA, S. Nanocomposite of cement/graphene oxide – Impact on hydration kinetics and Young's modulus. Construction and Building Materials, 234–24, 2015.

JUILLAND, P.; KUMAR, A.; GALLUCCI, E.; FLATT, R. J.; SCRIVENER, K. L. Effect of mixing on the early hydration of alite and OPC systems. Cement and Concrete Research, v. 42, n. 9, p. 1175–1188, 2012. Elsevier Ltd.

PACECO-TORGAL, F. S.; MIRALDO, Y.; DING LABRICHA, J. A. Nanoparticles for high performance concrete (HPC). Nanotechnology in Eco-Efficient Construction, 38-52, 2013

TOBÓN, J. I.; PAYÁ, J.; RESTREPO, O. J. Study of durability of Portland cement mortars blended with silica nanoparticles. Construction and Building Materials, 92-97, 2015.

VERAS-AGULHO, J.; CHOZAS-LIGERO,V.; PORTILLO-RICO, D.; GARCIA-CASAS, M.; GUTIERREZ-MARTINEZ, A.; MIERES-ROYO, J.; Mortar and Concrete Reinforced with Nanomaterials. Nanotechnology in construction, vol. 3 Springer. Berlin Heidelberg, 2009.

WILLIAMS, D.A.; SAAK, A.W.; JENNINGS, H.M. The in fluence of mixing on the rheology of fresh cement paste, Cem. Concr. Res. 29 (1999) 1491 –1496.

XIE, X-L.; MAI, Y-W.; ZHOU, X-P. Dispersion and alignment of carbon nanotubes in polymer matrix. Materials science and engineering:, 89–112, 2005.

ZHU, W.; BARTOS, P. J. M.; & PORRO, A. Application of nanotechnology in construction. Materials and Structures, 649–658, 2004.