

UNIVERSIDADE FEDERAL DO TRIÂNGULO MINEIRO

ADLLER ERNESTO DE LIMA FERREIRA

**ESTUDO DE VIABILIDADE DO USO DE GRAFENO COMO ADITIVO PARA
MELHORA DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO**

UBERABA

2021

ADLLER ERNESTO DE LIMA FERREIRA

**ESTUDO DE VIABILIDADE DO USO DE GRAFENO COMO ADITIVO PARA
MELHORA DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, área de concentração - Materiais Aplicados em Biociências, da Universidade Federal do Triângulo Mineiro como requisito parcial para obtenção do título de mestre.

Orientador: Prof. Dr. Rogério Valentim Gelamo

Coorientador: Prof. Dr. Paulo de Castro Guetti

UBERABA

2021

**Catálogo na fonte: Biblioteca da Universidade Federal do
Triângulo Mineiro**

F439e Ferreira, Adler Ernesto de Lima
Estudo de viabilidade do uso de grafeno como aditivo para
melhora de propriedades mecânicas do gesso / Adler Ernesto de
Lima Ferreira. -- 2021.
111 f. : il., graf., tab.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) --
Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, 2021
Orientador: Prof. Dr. Rogério Valentim Gelamo
Coorientador: Prof. Dr. Paulo de Castro Guetti

1. Gesso. 2. Construção civil. 3. Materiais de construção.
I. Gelamo, Rogério Valentim. II. Universidade Federal do Triângulo
Mineiro. III. Título.

CDU 691.263.5

ESTUDO DE VIABILIDADE DO USO DE GRAFENO COMO ADITIVO PARA MELHORA DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, área de concentração - Materiais Aplicados em Biociências, da Universidade Federal do Triângulo Mineiro como requisito parcial para obtenção do título de mestre.

Uberaba-MG, 28 de setembro de 2021

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Rogério Valentim Gelamo – Orientador
Universidade Federal do Triângulo Mineiro

Prof. Dr. Jéferson Aparecido Moreto
Universidade Federal do Triângulo Mineiro

Prof. Dr. Antonio Eduardo Martinelli
Universidade Federal do Rio Grande do Norte



Documento assinado eletronicamente por **ANTONIO EDUARDO MARTINELLI, Usuário Externo**, em 11/01/2022, às 11:18, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#) e no art. 34 da [Portaria Reitoria/UFTM nº 87, de 17 de agosto de 2021](#).



Documento assinado eletronicamente por **ROGERIO VALENTIM GELAMO, Professor do Magistério Superior**, em 11/01/2022, às 12:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#) e no art. 34 da [Portaria Reitoria/UFTM nº 87, de 17 de agosto de 2021](#).



Documento assinado eletronicamente por **JEFERSON APARECIDO MORETO, Professor do Magistério Superior**, em 31/01/2022, às 16:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#) e no art. 34 da [Portaria Reitoria/UFTM nº 87, de 17 de agosto de 2021](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.uftm.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0644028** e o código CRC **BB2209A8**.

Dedicado à minha família.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia dos Materiais da UFTM, aos professores e colegas pela oportunidade e pelos conhecimentos adquiridos.

Ao meu orientador, professor Rogério Gelamo, por ter possibilitado a realização dessa pesquisa, sempre prezando pela qualidade em todas as suas etapas. Agradeço por todo suporte, ensinamentos e presteza ao longo deste trabalho.

Ao coorientador deste estudo, professor Paulo Guetti por compartilhar rico conhecimento, pelo apoio e contribuição na construção deste estudo.

Ao Felipe Lima pela idealização precursora do tema, pelo suporte e sugestões.

RESUMO

O gesso pó quando misturado à água dá origem à uma pasta moldável de rápido enrijecimento que pode ser utilizada para diversas finalidades, sendo na construção civil muito empregado em rebocos e pré-moldados diversos. A boa hidratação do gesso garante maior efetividade na formação, densidade e entrelaçamento de cristais que definirão seu desempenho mecânico. Tendo em vista que a reação de hidratação do gesso é exotérmica e dependente das propriedades térmicas da pasta, suas propriedades mecânicas são afetadas pela temperatura interna, uma vez que esta afeta a solubilidade do gesso e conseqüentemente sua taxa de cristalização. Este trabalho tem como objetivo analisar as propriedades mecânicas quanto à tração, compressão e dureza do gesso partir do uso de multicamadas de grafeno (MLG) como aditivo, tendo em vista sua excelente condutividade térmica, desempenho mecânico e hidrofobicidade. Para tanto foram confeccionados 5 lotes experimentais utilizando MLG misturado à água de amassamento para produção de gesso, além do lote controle (gesso puro). As dosagens de MLG adotadas foram de 0,0150%, 0,0175%, 0,0200%, 0,0225% e 0,0250% em relação à massa de gesso em pó. Foi utilizado o fator água/gesso (A/G) de 0,5. Ensaio de compressão axial, tração por compressão diametral e dureza superficial foram realizados para análise de influência do aditivo em propriedades mecânicas do gesso. Quanto as propriedades enquanto fluido, verificou-se consistência normal, tempos de pega e curvas de hidratação. Analisou-se também influência do MLG na tolerância à água do material enrijecido. Os resultados demonstraram aumentos de resistência mecânica em cerca 120% para compressão e tração na dosagem de 0,020% na idade de 7 dias. O aumento pode ser atribuído a dissipação de calor interno incentivando maior produção de núcleos de cristalização mais bem distribuídos. Os resultados relacionados à tolerância à presença de água indicaram que quanto maior a dosagem de grafeno mais resistente à água o material se tornou, provavelmente devido às características hidrofóbicas do grafeno.

Palavras-chave: compressão; tração; dureza; pré-moldados; multicamadas.

ABSTRACT

Gypsum powder (or “plaster of Paris”), when mixed with water, turns to a moldable paste that hardens quickly and can be used for various purposes, being widely used in construction in plastering and drywalls. A proper hydration of the gypsum powder ensures greater effectiveness in the formation, density and interlacing of crystals that will define its mechanical performance. Considering that the hydration reaction of gypsum is exothermic and depends on the thermal properties of the paste, its mechanical properties are affected by the internal temperature, since this affects the gypsum solubility and consequently its crystallization rate. This dissertation means to analyze the mechanical properties such as tensile strength, compression and hardness of the gypsum powder mixed with water and multilayers of graphene (MLG) as an additive, considering its excellent thermal conductivity, mechanical performance and hydrophobicity. For the purpose of this study, 5 experimental batches were made using MLG mixed with water in gypsum production, in addition to the control batch (pure plaster). The adopted MLG dosages were 0.0150%, 0.0175%, 0.0200%, 0.0225% and 0.0250% in relation to the gypsum powder mass. The ratio water/plaster of 0.5 was used. Axial compression test, diametral compression test and surface hardness tests were carried out to analyze the influence of the additive on the mechanical properties of the gypsum. As for its properties as a fluid, consistency, setting times and hydration curves were verified. The influence of MLG on the water tolerance of the hardened material was also analyzed. The results showed 120% increase in mechanical strength for compression and tensile at a dosage of 0.020% at the age of 7 days. Such increase can be the result of an internal heat dissipation which enabled greater production of better distributed crystallization cores. The results related to tolerance to the presence of water indicated that the higher the dosage of graphene, the more water resistant the material became, probably due to the hydrophobic properties of graphene.

Keywords: compression; tensile; hardness; drywall; multilayer.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Rocha gipsita	20
Figura 2 - a) Cristais densos de hemi-hidrato de gesso α , de formato mais regulares. b) Cristais porosos de hemi-hidratos de gesso β , de formato amorfo	24
Figura 3 – Imagem de MEV de cristais de gesso	28
Figura 4 – Curva de hidratação do gesso	30
Figura 5 – Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas.....	31
Figura 6 – a) Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas com presença de água livre. b) Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas sem presença de água livre. As setas “C” representam as forças de interação com demais cristais da amostra	32
Figura 7 – Construção de materiais com outras dimensionalidades a partir de uma monocamada de grafeno	37
Figura 8 – Métodos top-down para produção de grafeno.....	39
Figura 9 – Esquema estrutural da grafite	40
Figura 10 – MEV de estrutura de grafite expandida (EGE)	42
Figura 11 – Massa retida em peneiras 0,840, 0,420, 0,210, 0,105 mm e fundo (da esquerda para direita, respectivamente), utilizadas para ensaio granulométrico e módulo de finura	49
Figura 12 – a) Grafite. b) Grafite expandida termicamente. c) Pó de MLG. d) dispersão de MLG em água.....	50
Figura 13 – a) Floco de grafite natural. b) MEV floco de MLG. MLG produzido nos mesmos padrões desse estudo	51
Figura 14 – a) Forma para corpos de prova cúbicos. b) Forma utilizada para corpos de prova cilíndricos	53
Figura 15 – Esquema coleta de amostra para microscopia metalográfica	55
Figura 16 – Esquema de funcionamento “Aparelho de Vicat modificado” para aferição de tempos de pega.....	56
Figura 17 – Esquema de funcionamento “Aparelho de Vicat modificado” para consistência	58
Figura 18 – Calorímetro pseudoadiabático.....	59

Figura 19 – Ensaio de perda de massa por submersão em água	61
Figura 20 – Esquema determinação de dureza superficial do gesso	62
Figura 21 – Esquema ensaio de tração por compressão diametral	65
Figura 22 – Imagens por microscopia óptica (ampliação 500x). a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG, com pequenos flocos de MLG. c) Amostra 250MLG, com aglomerações de MLG. As setas indicam MLG e aglomerados	66
Figura 23 – Imagens por microscopia óptica (ampliação 500x). a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG, com boa dispersão de MLG. c) Amostra 250MLG, com aglomerado de MLG. As setas indicam MLG e aglomerados	67
Figura 24 – Imagem MEV – ampliação de 2.000x. a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG. c) Amostra 250MLG	69
Figura 25 – MEV – 5.000x. (a) Amostra GC, (b) Amostra 225MLG, (c) Amostra 250MLG	71
Figura 26 – MEV – 10.000x. a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG. c) Amostra 250MLG	73
Figura 27 – Espectro de infravermelho no intervalo 3800 – 500 cm^{-1} para GC.....	75
Figura 28 – Espectroscopia IR no intervalo 3800 – 500 cm^{-1} para todas as faixas amostrais	76
Figura 29 – Espectro IR no intervalo 1865 – 1730 cm^{-1} para todas faixas amostrais. Análise de banda 1794 cm^{-1} , relacionada à quantidade de hemidratos	77
Figura 30 – Espectro IR no intervalo 3120 – 2620 cm^{-1} para todas faixas amostrais. Análise bandas relacionadas às ligações C-H	78
Figura 31 – Difractogramas de raios-X dos grupos controle e experimentais, bem como obtido por Morris et al. (1980) e Lafunte et al. (2014) como referência literária. Assinalados picos atribuídos a dihidrato (D) e traços de anidrita (A). a) Intervalo entre 10° e 35°. b) Intervalo entre 35° e 68°	80
Figura 32 – Valores de início e fim de pega em função da concentração de grafeno	84
Figura 33 – Valores para consistência	86
Figura 34 – Curva de hidratação (tempo útil estimado).....	87
Figura 35 – Curva de hidratação (fim de pega)	88
Figura 36 – Perda de massa por submersão em água	90

Figura 37 – Dureza média das faixas amostrais (NBR 12129:2019) obtida pelo método de impressão esférica. As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos.	92
Figura 38 – Resistência média à compressão axial em função da idade (NBR 12129:2019). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos	95
Figura 39 – Resistência média à compressão axial (Variação percentual em relação GC). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos	96
Figura 40 – Resistência média à tração por compressão diametral (NBR 7222:2011). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos	99
Figura 41 – Resistência média à tração por compressão diametral (Variação percentual em relação GC)	100

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Aditivos para gesso	34
Tabela 2: Especificações químicas para uso de gesso na construção de acordo com a NBR-13207.....	35
Tabela 3: Exigências com relação às propriedades físicas e mecânicas do gesso para uso em construção	35
Tabela 4: Exigências com relação às propriedades granulométricas do gesso para uso em construção.....	35
Tabela 5: Frequências vibracionais para o gesso	79
Tabela 6: Tamanho de grão e volume de células unitárias	82
Tabela 7: Tempos de início e fim de pega	83
Tabela 8: Resistência média à dureza superficial	92
Tabela 9: Resistência média à compressão axial (NBR 12129:2019).....	94
Tabela 10: Resistência média à tração por compressão diametral.....	98

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

θ - Ângulo de Bragg

2θ - Ângulo de Difração

150MLG – Pasta de gesso experimental com dosagem 0,0150% de MLG

175MLG – Pasta de gesso experimental com dosagem 0,0175% de MLG

200MLG – Pasta de gesso experimental com dosagem 0,0200% de MLG

225MLG – Pasta de gesso experimental com dosagem 0,0225% de MLG

250MLG – Pasta de gesso experimental com dosagem 0,0250% de MLG

a/g – Proporção água/gesso

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM - American Society for Testing and Materials

$\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ - Hemidrato de cálcio

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - Dihidrato de cálcio

CaS_4 - Anidrita I e II

$\text{CaSO}_4 \cdot \epsilon\text{H}_2\text{O}$ - Anidrita III

CIG – Compostos de grafite intercalados

CP – Corpo de prova

DRX – Difração de Raios-X

EGE – Estrutura de grafite expandida

FTIR – Espectroscopia Infravermelho com Transformada de Fourier

GC – Pasta de gesso padrão, sem aditivo. Grupo Controle

MLG – Multilayer graphene (Multicamadas de grafeno)

N – Newton

NBR – Norma Brasileira Registrada

Pa - Pascal

SO_3 - Anidrito sulfúrico

SO_4 - Sulfato

S - Siemens

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
2.1	GESSO.....	18
2.1.1	Aspectos históricos.....	18
2.1.2	Aspectos gerais.....	19
2.1.3	Gipsita.....	19
2.1.4	Obtenção do gesso.....	21
2.1.5	Tipos de gesso e aplicações.....	23
2.1.6	Processo de hidratação do gesso.....	27
2.1.7	Adesão intercrystalina.....	31
2.1.8	Propriedades.....	32
2.1.9	Aditivos.....	33
2.1.10	Normatização Brasileira.....	34
2.2	GRAFENO.....	36
2.2.1	Aspectos gerais.....	36
2.2.2	Propriedades do grafeno.....	38
2.2.3	Métodos de obtenção do grafeno.....	39
2.2.3.1	<i>Obtenção do grafeno a partir da grafite.....</i>	<i>40</i>
2.2.4	Aplicações do grafeno.....	43
2.2.5	Grafeno na construção civil.....	45
2.2.5.1	<i>Argamassas e concretos à base de cimento.....</i>	<i>45</i>
2.2.5.2	<i>Tintas.....</i>	<i>46</i>
2.2.5.3	<i>Aços.....</i>	<i>46</i>
2.2.5.4	<i>Gesso.....</i>	<i>47</i>
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
3.1	MATERIAIS.....	49
3.1.1	Gesso.....	49
3.1.2	Grafeno.....	50
3.2	MÉTODOS.....	51
3.2.1	Dosagens de Grafeno em pasta de gesso.....	51
3.2.2	Confecção de pasta de gesso.....	52
3.2.3	Adição MLG em pasta.....	52
3.2.4	Corpos de prova.....	53
3.2.5	Microscopia Óptica.....	54
3.2.6	Ensaio no estado fresco.....	55
3.2.6.1	<i>Tempos de pega.....</i>	<i>56</i>
3.2.6.2	<i>Consistência.....</i>	<i>57</i>
3.2.6.3	<i>Curva de hidratação.....</i>	<i>58</i>
3.2.7	Ensaio no estado sólido.....	59

3.2.7.1	<i>Perda de massa por submersão em água</i>	60
3.2.7.2	<i>Dureza Superficial</i>	62
3.2.7.3	<i>Compressão axial</i>	63
3.2.7.4	<i>Tração por compressão diametral</i>	64
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	66
4.1	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	66
4.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	68
	ESPECTROSCOPIA INFRAVERMELHA POR TRANSFORMADA	
4.3	DE FOURIER (FTIR).....	74
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX).....	79
4.5	TEMPOS DE PEGA.....	83
4.6	CONSISTÊNCIA.....	85
4.7	CURVA DE HIDRATAÇÃO.....	87
4.8	PERDA DE MASSA POR SUBMERSÃO EM ÁGUA.....	90
4.9	DUREZA SUPERFICIAL.....	91
4.10	COMPRESSÃO AXIAL.....	94
4.11	TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	98
5	CONCLUSÕES	102
	REFERÊNCIAS	106

1 INTRODUÇÃO

O gesso é um aglomerante mineral e sua principal matéria prima é a rocha de gipsita encontrada em abundância na natureza. A partir da desidratação parcial da rocha obtêm-se o gesso, material que após hidratado adquire forma plástica de boa trabalhabilidade se enrijecendo rapidamente retornando a estrutura da rocha de origem. O processo de desidratação e hidratação do gesso pode ser repetido mais de uma vez para um mesmo exemplar, o que garante ao material interessante potencial reciclável.

Segundo Lyra Sobrinho et al. (2003) e Pinheiro (2011), mais de 90% do gesso produzido no Brasil é utilizado na construção civil, aplicado na produção de cimento e gesso comercial. O gesso comercial é utilizado como revestimentos, rebocos e pré-moldados aplicados como peças ornamentais e placas de forro acartonadas. Como pré-moldado, o gesso aplicado como placas desenvolve funções não estruturais em paredes de vedação e forros de lajes oferecendo praticidade, rapidez, leveza e baixíssima produção de entulho (LIMA et al., 2020). Quando comparado as paredes de vedação confeccionadas em blocos cerâmicos, assentados e revestidos em argamassa de cimento, as placas oferecem peso 7 vezes menor permitindo o dimensionamento de estruturas de concreto mais esbeltas e economia de até 30% do custo final de um empreendimento (SILVA, 2003; SOUSA, 2021).

A indústria cimenteira e de blocos cerâmicos são responsáveis por mais de 5% da emissão mundial de CO₂. Segundo Costa (2012) a cada tonelada de cimento produzido são emitidos cerca de 652 kg de CO₂, e a cada tonelada de materiais cerâmicos cozidos, 111 kg de CO₂ são liberados para o ambiente. Em contrapartida, o gesso no seu processo de calcinação libera apenas vapor de água para o ambiente (MELO, 2012). Essa característica somada ao seu potencial reciclável garante ao gesso perfil sustentável.

Apesar das vantagens da utilização do gesso, sua fragilidade e intolerância à água desestimulam seu uso, além do perfil tradicionalista da construção civil. Os processos de hidratação são em parte responsáveis pela fragilidade do material. A reação de hidratação do gesso é exotérmica, e o gesso, um mau condutor térmico. À medida que as reações acontecem ocorre o acúmulo de calor nas regiões centrais da pasta promovendo diferentes condições de cristalização entre as regiões centrais e periféricas

da amostra, uma vez que o calor altera a solubilidade do gesso influenciando a cinética de hidratação, densidade cristalina e desempenho mecânico do material.

Diversos estudos (GRAPHENSTONE, 2017; SILVA et al., 2017; DIMOV et al., 2017; HOU et al., 2019; WANG et al., 2020; JARA et al., 2021) apresentaram grande potencial do grafeno aplicado à aglomerantes minerais como argamassas e concretos à base de cimento Portland. Assim como o gesso, a reação de hidratação do cimento é exotérmica, e o excesso de calor interno ao material produz diferentes taxas de hidratação, além de provocar microfissuras que comprometem o desempenho mecânico do material. Nesse contexto, Silva et al. (2017) adotou dosagens entre 0,015 e 0,033% de MLG em relação à massa de aglomerante em seu estudo de associação do grafeno em argamassas de cimento, observando alto desempenho mecânico na dosagem de 0,021%, aumentando em mais de 130% sua resistência mecânica à tração e 95% à compressão axial. Verificou-se que o grafeno otimizou as reações de hidratação produzindo núcleos de cristalização em maior quantidade e dispersão garantindo maior densidade ao material. A otimização na hidratação se deve em parte à condutividade térmica grafeno, uma vez que o calor é um catalizador nos processos de hidratação, além de auxiliar na distribuição homogênea de núcleos.

Nesse cenário, propõe-se nesse estudo a adição de multicamadas de grafeno (MLG) em pasta de gesso para otimização dos processos de hidratação do material, e conseqüentemente aumento em seu desempenho mecânico. Tomando como ponto de partida a dosagem ótima obtida no estudo de Silva et al. (2017), estipulou-se dosagens entre 0,0150% e 0,0250% de MLG em relação à massa de gesso em pó para grupos experimentais. Os lotes experimentais e controle foram testados mecanicamente através de ensaios à compressão axial, tração por compressão diametral e dureza superficial, além de análises morfológicas por DRX, MEV e Microscopia Óptica. Quanto às propriedades no estado fluido, foram analisados consistência normal, tempos de pega e elaborada curva de hidratação. FTIR e DRX foram técnicas adotadas para análises de possíveis variações químicas do gesso. Devido à alta hidrofobicidade do grafeno, analisou-se ainda efeitos do aditivo na resistência do gesso à água através da análise de perda de massa por submersão total das amostras em água.

Considerando a alta condutividade térmica do MLG, sua hidrofobicidade e baixo valor agregado de produção a partir da esfoliação do grafite, seu uso como aditivo pode incentivar o uso do gesso em maior escala na construção civil através da otimização de desempenhos mecânicos e tolerância à água. O gesso surge como opção à compósitos à base de cimento, o que implica na redução de consumo energético, emissão de gases nocivos ao meio ambiente e da produção de resíduos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GESSO

2.1.1 Aspectos históricos

O gesso é um aglomerante simples, bastante conhecido e utilizado há milênios, principalmente em regiões de clima seco. É originado a partir da calcinação da rocha gipsita, largamente encontrada in natura.

Na Turquia (na época, Ásia Menor), durante o período neolítico (KANNO, 2009), o gesso era aplicado e misturado a cal como reboco em meados de 9000 a.C. Os egípcios também utilizavam gesso como argamassas em suas construções, a grande pirâmide atribuída a Queóps, faraó da 4ª dinastia por volta de 2800 a.C., possui vestígios do aglomerante na junção dos grandiosos blocos do monumento (“História do gesso,” 2009).

O “Tratado de Pedra” é o que se acredita ser o mais antigo e bem documentado artigo sobre o gesso, escrito pelo discípulo de Platão e Aristóteles, o filósofo Teofrasto (372-287 a.C.). O documento cita polos gesseiros na Síria, Chipre e Fenícia, além de indicar o uso do gesso como reboco, afrescos, ornamentações e esculturas. Teofrasto também destacou suas qualidades aglutinantes e possibilidade de reutilização através de nova cozedura (FERREIRA, 2017).

No antigo Império Romano, a utilização do gesso era popular devido às suas propriedades térmicas, abundância e versatilidade, assim como na França após invasão Romana. Em 1292 foram catalogadas dezoito jazidas de gesso nas proximidades de Paris, predominantemente utilizado em edificações até o período Renascentista, quando passou a ser utilizado também para fins decorativos em tetos e acabamentos de paredes (NOGUEIRA, 2012).

O gesso é um excelente isolante térmico, e por isso em 1667 Luiz XIV tornou obrigatório o uso de gesso como revestimentos em prédios na França. Essa decisão foi tomada após um incêndio ocorrido em 1666 na região central da cidade de Londres. Desde então a utilização se tornou tão popular que no século XVIII três quartos dos edifícios construídos em madeira tosca foram revestidos em gesso, e 95% das novas construções da época foram realizadas utilizando o material (“História do gesso,” 2009).

Embora Lavoisier apresentasse à Academia de Ciências o primeiro estudo científico sobre o gesso ainda em 1768, o gesso continuou sendo produzido de forma empírica e rudimentar até o século XX, quando seu processo de fabricação se tornaria mais tecnológico em função da evolução industrial (“História do gesso,” 2009).

2.1.2 Aspectos gerais

Segundo Bauer (2000) o termo gesso é utilizado para definir uma família de aglomerantes obtidas pela calcinação da rocha gipso, composta por sulfatos de cálcio e impurezas como a sílica, alumina, óxido de ferro, carbonatos de cálcio e magnésio. Se origina, portanto, de apenas uma matéria prima, o mineral gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Pode-se encontrá-lo nas fases hemi-hidratado, anidrita I, II e III, formadas por meio da desidratação da gipsita em função da temperatura e pressão.

A baixa condutividade térmica do gesso permite sua utilização como isolante térmico. Apresenta coeficientes de calor entre $0,25 \text{ W/m}^\circ\text{C}$ a $0,50 \text{ W/m}^\circ\text{C}$. Além da baixa condutividade térmica, possui propriedades de equilíbrio higroscópico onde é utilizado, graças a sua capacidade de troca de umidade com ambiente. Quando submetido a altas temperaturas ele libera a água contida em seus poros, inibindo a propagação de calor. Essa característica vigora até cerca 140°C , quando se inicia o processo de desidratação (PERES et al., 2001).

O gesso é um aglomerante aéreo, ou seja, se enrijece após hidratação em contato com o ar. Enrijecido, se torna 5 vezes menos solúvel em água que o pó de gesso.

É amplamente utilizado na construção civil por suas propriedades físicas e mecânicas, além do seu baixo custo energético para produção (GARTNER, 2009). Pode ser utilizado como argamassa ou pasta, sendo no Brasil mais utilizado como pasta (DIAS; CINCOTTO, 1995).

2.1.3 Gipsita

A gipsita, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, é um mineral encontrado em diversas regiões do mundo, inclusive no Brasil, onde se localiza a maior reserva mundial. Possui dureza 2 pela escala

de Mohs, massa específica de $2,35 \text{ g/cm}^3$ e índice de refração de 1,53. Possui coloração entre branco, amarelo e marrom, dependendo das condições de formação e impurezas. Pode ser encontrado associado a outros minerais com a halita, anidrita, quartzo, enxofre e pirita (HURLBUT; DANA, 1976). Se cristaliza no sistema monoclinico formando predominantemente cristais prismáticos ou tubulares.

Definido como um sulfato de cálcio dihidratado, sua característica peculiar de se desidratar e hidratar com facilidade gerou grande interesse em relação a seu uso em diversos campos. A gipsita tem a capacidade de perder $\frac{3}{4}$ da água de cristalização no processo de calcinação, se tornando um sulfato hemidratado de cálcio. Misturado à água, o hemihidrato se torna uma pasta plástica de boa trabalhabilidade e rápido enrijecimento. Sua forma calcinada é conhecida como gesso (BALTAR et al., 2008).

Existem 3 formas da gipsita (também chamada de gipso) na natureza: Selenita; Fibrosa e Maciça. A Selenita se caracteriza no arranjo monoclinico prismático ou tubulares dos cristais. Na fibrosa os cristais estão ordenados em forma de fibras paralelas alongadas. A forma maciça, também conhecida por alabastro, tem formação compacta, granulometria fina e cor branca translúcida. O alabastro é a forma de maior potencial econômico (NOGUEIRA, 2012).

Figura 1 - Rocha gipsita



Fonte: SM GESSO, 2013

O mais antigo uso da gipsita do qual se tem conhecimento foi em obras de arte, utilizada em esculturas e ornamentações. Na Europa, foi utilizada como corretivo de solos alcalinos ou pobres em enxofre no início do século XVIII (BRASIL et al., 2020). Os mais antigos registros da gipsita calcinada para uso na construção civil são datados em 1835, nos Estados Unidos, porém, esse processo somente se desenvolveu comercialmente em 1885 quando foi descoberto que sua adição ao “clinker” no processo de produção do cimento teria o efeito de retardar o tempo de pega (PEREIRA, 1973; BALTAR et al., 2008).

Além de ser utilizada na agricultura e construção civil, a gipsita é utilizada na indústria de fabricação de cerveja, branqueamento de papel, fabricação de pólvora, botões de fósforo, na indústria química para fabricação de enxofre puro, carbonato de cálcio e outros (NOGUEIRA, 2012).

Vale ressaltar também a existência da chamada “Gipsita química” ou “Gipsita secundária”, gerada como subproduto da indústria de ácidos fosfórico. O gesso produzido a partir desse material é conhecido como “fosfogesso”, predominantemente utilizado na agricultura (MATTIOLI; GIULIETTI, 2010).

No ano de 2003, 34% da gipsita produzida no Brasil foi consumida pela indústria cimenteira *in natura*, 61% nas calcinadoras para produção de gesso e 5% destinado a agricultura (LYRA SOBRINHO et al., 2003). A construção civil é a maior consumidora de produtos nos quais a gipsita é a matéria prima (LIMA, 2005).

2.1.4 Obtenção do gesso

O gesso convencional é obtido através da desidratação parcial da gipsita pelo processo de calcinação. A gipsita, por sua vez, é obtida por processos de mineração, onde a matéria prima é extraída da natureza em jazidas. As jazidas de gipsita podem ser subterrâneas ou a céu aberto, sendo considerada de fácil exploração podendo ser extraída pelo uso de escavadeira ou brocas no processo subterrâneo graças a baixa dureza do mineral. Para exploração a céu aberto, o material pode ser extraído por desmonte com explosivos ou por escarificação (NOGUEIRA, 2012).

No Brasil o método empregado é o de lavra a céu aberto. Para esse tipo de extração recomenda-se a mineração de corpos com conformações horizontais para que se obtenha altas taxas de produção por um custo menor. Podem ser utilizados equipamentos como rompedores hidráulicos, marteleto hidráulicos, tratores de esteira e pás mecânicas (BALTAR et al., 2008).

Após a extração o material é submetido à seleção manual, britagem, moagem e peneiramento. Primeiramente, a gipsita é previamente identificada, selecionada manualmente por inspeção visual e encaminhada para britagem. Nessa etapa o material é fragmentado até dimensões inferiores à 100 mm em britadores de mandíbulas. Após fragmentação, o material é submetido à rebritagem, com a finalidade de se obter um material de no máximo 25 mm de granulometria (CAGNONI; CORDON, 2015).

Na moagem, o material obtido no processo anterior de rebritagem é moído em moinhos de martelos. Dependendo dos tipos de gesso a serem produzidos, a gipsita moída pode ser peneirada em peneiras vibratórias e separadas por granulometria (BALTAR et al., 2008).

Após moagem, a gipsita é submetida à calcinação, processo que se constitui basicamente em tornar o material dihidrato (sulfato de cálcio com duas moléculas de água) em um material hemi-hidrato através da calcinação em temperaturas entre 120°C - 160°C, onde o sulfato perde 75% de sua água de cristalização. Esse processo gera quebra de ligações, autodifusão da água entre os poros e reordenação dos íons Ca^{2+} e SO_4^{2-} (GUINEA et al., 2008 apud FERREIRA, 2017). O processo é demonstrado pela seguinte equação (1):



A equação (1) demonstra a desidratação do sulfato de cálcio dihidratado através da inclusão de energia (calor) no sistema. Na presença de energia são liberadas ao ambiente 3/2 moléculas de água em forma de vapor, tornando o sulfato de cálcio um hemidrato.

A pureza do mineral, tipos de fornos, condições de calcinação, tempo e temperatura de cozimento, concentração de aditivos entre outros fatores influenciam a qualidade final do gesso produzido. O mineral mais puro é normalmente utilizado para fabricação do chamado gesso α , de aplicação mais nobre (BALTAR et al., 2008; BARBOSA et al., 2014).

Quanto ao processo de calcinação, o mesmo pode ser realizado em diferentes tipos de fornos, por via seca ou úmida, intermitentes ou contínuos, sob pressão atmosférica ou autoclave. Independente da via, o procedimento deve garantir uma distribuição de desidratação regular do mineral (BALTAR et al., 2008).

Os últimos processos para obtenção do gesso em pó são a pulverização, estabilização e ensacamento. A pulverização consiste em moer o gesso em moinho de martelos com peneiras finas, inferiores a 2 mm de abertura.

A estabilização é o procedimento no qual se estoca o gesso pulverizado em silos com finalidade de homogeneizá-lo e não ocorre em todos os casos, dependendo das condições de calcinação. A função da estabilização é formar o máximo possível de dihidratos a partir de sulfatos de cálcio que possuam menos que 0,5 molécula de água (anidritas) através da homogeneização de umidade.

O último procedimento antes da comercialização é o ensacamento de acordo com seu tipo e finalidade. Pode-se comprar o gesso comercial para construção civil em embalagens de diferentes pesos, geralmente entre 1 e 40kg.

Segundo Baltar et al. (2004), o gesso produzido na região da cidade de Araripe, no Nordeste, é o de melhor qualidade no mundo, com pureza entre 88 e 98%. Em segundo lugar está o gesso francês, com pureza de 78%.

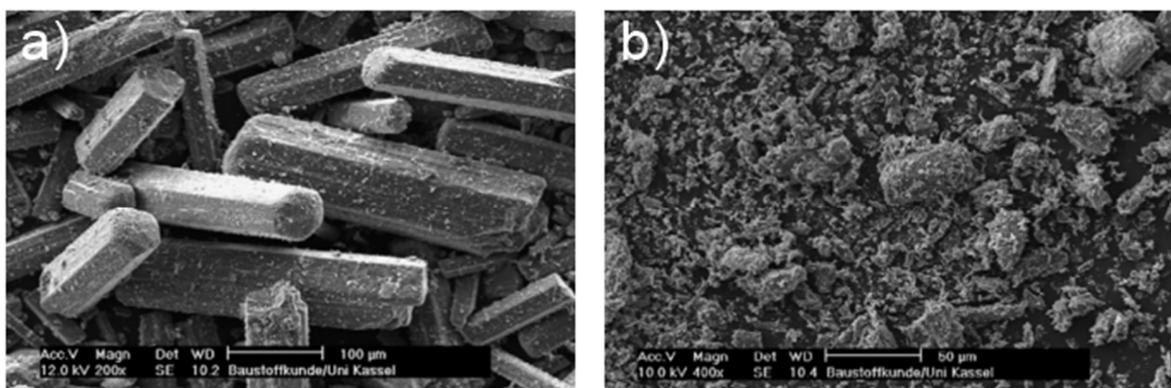
2.1.5 Tipos de gesso e aplicações

De acordo com processo de produção pode-se obter duas modalidades de gesso: O gesso α e o gesso β . O produto obtido pela calcinação a seco sob pressão atmosférica, ou baixa pressão, será o tipo β . Para a calcinação sob pressão de vapor de água saturante obtêm-se o tipo α (FERREIRA, 2017). Ambos são hemi-hidratos, porém possuem diferenças quanto ao seu arranjo cristalino.

O gesso α é utilizado predominantemente em aplicações hospitalares, ortopédicas e odontológicas (BARBOSA et al., 2014) devido a sua alta resistência mecânica graças a seus cristais compactos e regulares (OLIVEIRA, 2014). O processo de calcinação em fornos especiais de autoclave possibilita que a água de cristalização seja liberada de forma lenta, garantindo boas propriedades cristalinas. Os cristais formados são densos e de menor área específica em relação ao gesso β , o que garante a ele necessidade de menor quantidade de água para hidratação, o que resulta em corpo sólido mais denso e resistente mecanicamente.

O processo de produção do gesso β é mais simples em relação ao gesso α , o que confere a ele um custo de produção e venda muito menor. Em relação ao preço de mercado do gesso α , o β é cerca de 6 vezes menor. Na produção do β , no processo de calcinação em fornos sob pressão atmosférica, a água de cristalização é rapidamente liberada, produzindo cristais amorfos e porosos, de características esponjosas e irregulares (BARBOSA et al., 2014). Segundo Kanno (2009), esse tipo de gesso possui elevada área superficial específica, e graças a elevada finura dos grãos e cristais porosos necessita de água em excesso para conformação. À medida que o material se enrijece o excesso de água se evapora, produzindo um material de alta porosidade, conseqüentemente de baixa resistência mecânica, principalmente à tração.

Figura 2 - a) Cristais densos de hemi-hidrato de gesso α , de formato mais regulares. b) Cristais porosos de hemi-hidratos de gesso β , de formato amorfo



Fonte: SINGH; MIDDENDORF, 2017

Devido a elevada área específica o β se dissolve rapidamente, o que provoca crescimento rápido e desordenado de um grande número de cristais de dihidrato (KANNO, 2009). O gesso de fundição e revestimento (respectivamente, tipo A e tipo B) são exemplos de gesso β .

A partir de diferentes tipos de gipsita se obtém diferentes tipos de gessos para aplicações diversas. O tipo de forno utilizado na calcinação e tratamento posterior também influenciam no resultado final do gesso obtido (BALTAR et al., 2008). A partir de diferentes processos de produção é possível se obter cinco tipos de gesso. Cada processo produz diferentes características tanto no estado fluido quanto no estado enrijecido. Segundo Ferreira (2017) e Baltar et al. (2004), entre os tipos de gesso estão:

- Hemi-hidrato de cálcio α , $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$. Quando misturado em água apresenta baixa consistência e alta resistência mecânica, o que permite uma boa trabalhabilidade com menores relações água/gesso (a/g). Essas características permitem o uso da pasta produzida com esse tipo de gesso em peças pré-moldadas que requeiram maior desempenho mecânico. Aplicado como cerâmicas, na indústria dos vidros, indústria farmacêutica, odontológica entre outros.
- Hemi-hidrato β , $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$. O mais utilizado na construção civil, produzido pela calcinação da gipsita nas temperaturas entre 140 °C e 160 °C, composto de 6,21% de água de cristalização e 93,79% de sulfato de cálcio. A partir do Hemi-hidrato β temos o gesso de fundição (Tipo A) e revestimento (Tipo B). O gesso de fundição é um gesso de pega rápida para utilização na confecção de pré-moldados (placas para forros, sancas, blocos de divisórias, estatuetas). O gesso de revestimento é utilizado em paredes e teto em substituição ao reboco, emboço e chapisco cimentícios;
- Anidrita III (ou anidrita solúvel), $\text{CaSO}_4 \cdot \epsilon\text{H}_2\text{O}$. Produzida a partir da calcinação da gipsita entre 160 °C e 190 °C, a anidrita possui entre 0,06 e 0,11 moléculas de água. É extremamente reativa e pode se tornar hemi-

hidratada somente com a umidade do ar. O processo de estabilização na confecção do gesso se caracteriza como um período para hidratação da Anidrita III, para que se torne um hemi-hidrato. Utilizada como acelerador de pega do gesso e gesso de fundição;

- Anidrita II (ou anidrita insolúvel), CaSO_4 . Sem moléculas de água, apresenta elevado tempo de hidratação. Pode ser produzida entre 220 °C e 350 °C (normalmente utilizado associado ao hemi-hidratado β em revestimentos), ou entre 700°C e 800°C para tempo de hidratação ainda mais elevado (alguns meses). Possui baixa porosidade e alta resistência mecânica à compressão, tração e dureza;
- Anidrita I (ou anidrita- α), CaSO_4 . Esse tipo é obtido a partir da calcinação da gipsita entre 1100 °C e 1200 °C. Possui baixíssimo tempo de pega e resulta em uma massa rígida. Pode conter óxidos de cálcio (cal livre) graças ao processo de dissociação térmica a partir de 800 °C.

A fusão do material acontece em torno de 1350 °C e a partir de 1450 °C ocorre a dissociação da anidrita em anidrido sulfúrico e óxido de cálcio. Vale ressaltar que na produção do gesso não se obtém um material totalmente puro devido à variação de temperatura dentro dos fornos, além da calcinação insuficiente da gipsita ou moagem grossa (JOHN; CINCOTTO, 2017). De Milito (2001) afirma que o gesso para construção é composto predominantemente o hemi-hidrato β , mas possui em menores quantidades a anidrita III e anidrita II.

Para Baltar et al. (2004) o gesso pode ser classificado quanto a sua aplicação em dois grandes grupos: Gesso para Construção Civil e Gesso Industrial. O gesso para construção civil é confeccionado a partir da gipsita com pureza superior a 75% que origina o gesso de fundição e revestimento, que quando produzidos sem adição de produtos químicos são considerados gessos básicos. A partir do uso de aditivos associados ao gesso β pode-se obter o gesso cola (usado em rejuntas de pré-moldados e liga peça-

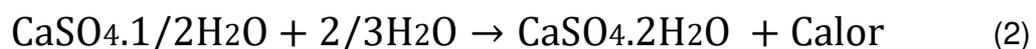
substrato), o gesso para isolamento térmico (em portas corta-fogo) entre outros (BALTAR et al., 2008).

Já o gesso industrial é produzido a partir da gipsita de maior pureza, podendo se obter um gesso α ou β dependendo do processo de produção. O gesso industrial é utilizado como molde (para cerâmicas sanitárias, porcelanas e grés), giz escolar (a partir do gesso β com uso de aditivos), gesso dental (tipo α , utilizado na confecção de moldes e modelos ortodônticos) entre outras aplicações (BARBOSA et al., 2014).

No Brasil 61% da utilização do gesso comercial se deu na produção de pré-moldados, 35% como revestimento, 3% como moldes cerâmicos e 1% para outras aplicações (Sindugesso, 2001 apud BALTAR et al., 2008).

2.1.6 Processo de hidratação do gesso

O processo de hidratação do gesso acontece com o contato com a água, em quantidade média de 18% em relação a sua massa (KANNO, 2009). A hidratação torna o hemi-hidrato em dihidrato em poucos minutos. A dissolução do gesso pó em água produz a pasta de gesso, que pode ser moldada entre o início e fim de sua pega. Durante o processo de hidratação o gesso libera calor e expande seu volume, processo representado pela equação:



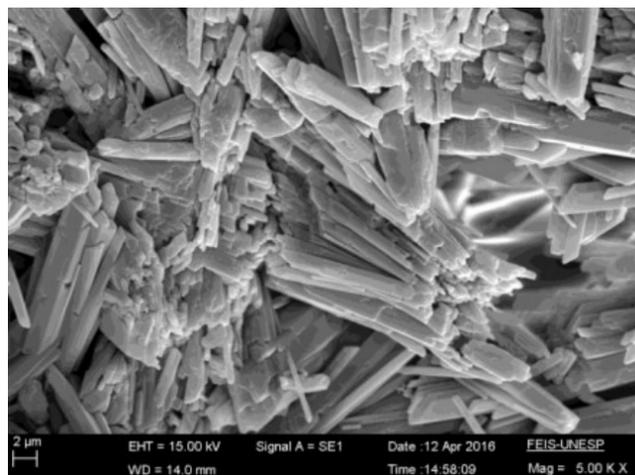
O processo de cristalização do gesso ocorre por dissolução-precipitação, processo no qual ocorre a dissolução dos cristais de hemi-hidrato em água seguido pela nucleação dos cristais dihidratados. Esse processo ocorre devido a maior solubilidade do hemi-hidrato em relação ao dihidrato, possibilitando que a solução de dihidratos fique sempre supersaturada em relação ao hemi-hidrato (KANNO, 2009).

Para Nogueira (2012) seis estágios podem ser considerados nas dinâmicas de reações do gesso:

1. Mistura inicial do sulfato de cálcio hemi-hidrato e água;
2. Início da reação de hidratação, precipitação do sulfato de cálcio dihidrato e formação dos núcleos de cristalização;
3. Início de crescimento dos cristais a partir dos núcleos;
4. Cristais crescidos, ganho de viscosidade;
5. Contato entre os cristais, início de pega;
6. Entrelaçamento entre os cristais, formação de corpo sólido.

Quanto mais núcleos (também chamados germes) de cristalização mais denso o material se tornará quando enrijecido. Quando há uma grande quantidade de núcleos na solução, os cristais se formam em maiores quantidades e menores dimensões unitárias, porém, quando são poucos núcleos os cristais se formam lentamente, produzindo cristais de grandes dimensões unitárias e em poucas quantidades (GMOUH et al., 2003). Segundo Ramos e Mendes (2014) microestruturas com grandes cristais são mais porosas apresentam menores resistências que estruturas dotadas de pequenos cristais que apresentam maior densidade.

Figura 3 – Imagem de MEV de cristais de gesso



Fonte: URZULIN; AKASAKI; PINTO, 2016

A hidratação do gesso produz cristais (em formato semelhante ao de bastões) em direções aleatórias que se intertravam à medida que crescem dando rigidez ao material.

À medida que os cristais se formam e se entrelaçam a pasta de gesso se endurece até que se torne totalmente rígida. Esse processo de endurecimento é conhecido como “pega”.

Os tempos de pega (início e fim) dependem de alguns fatores, segundo Antunes e John (2000), a relação água/gesso (a/g), matéria prima, condições de produção, energia da mistura, percentual de impurezas, umidade ambiente, e tamanho das partículas são os principais responsáveis pelas propriedades na cinética da reação de hidratação, destacando-se o fator a/g entre os demais.

É possível analisar características da pega do gesso através dos níveis de temperatura interna durante o processo de hidratação. O gesso libera calor à medida que se hidrata, havendo, portanto, uma correlação entre temperatura e reações de hidratação (GMOUH et al., 2003). Por calorimetria obtêm-se as chamadas curvas de hidratação, que indicam os níveis de reação e condições de cristalização (LEWRY; WILLIAMSON, 1994).

As curvas de hidratação demonstram diferenças entre os processos de hidratação de diferentes amostras de gesso, indicando intensidade de atividades cristalinas proporcionais à temperatura observada.

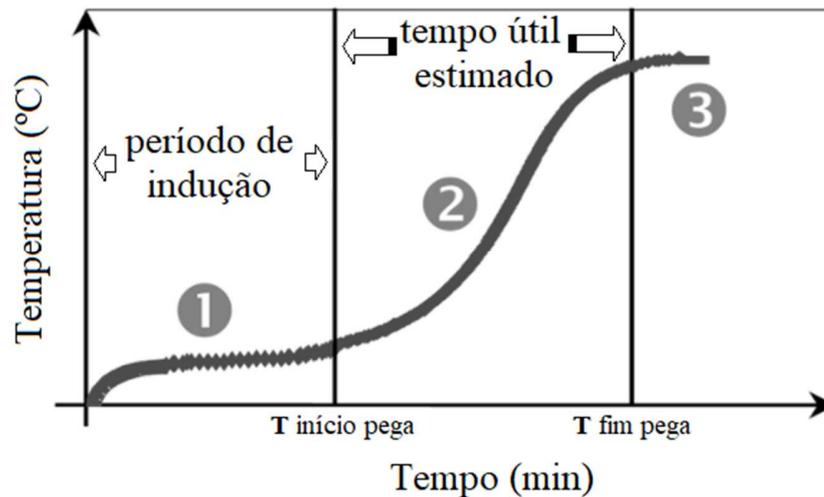
Antunes (1999, apud BERNHOEFT et al., 2011) desenvolveu uma curva típica de calor de hidratação da pasta do gesso (ilustrada na Figura 4) onde a evolução de temperatura (liberação de energia) em função do tempo é dividida em três etapas:

Etapa 1: Pequena hidratação seguida por um período de indução, finalizada ao início da pega quando a elevação de temperatura se torna superior a 0,1 °C/min. É o período de mistura e homogeneização da amostra;

Etapa 2: Evolução rápida da temperatura, que indica também a evolução rápida da reação. Esta etapa seria o momento propício para a aplicação da pasta em substrato, é o período de maior atividade cristalina.

Etapa 3: Momento em que a reação atinge sua temperatura máxima. Indica o fim da pega. A partir dessa etapa a temperatura começa a decrescer. Importante ressaltar que a cristalização continua em menor intensidade após o fim da pega.

Figura 4 – Curva de hidratação do gesso



Fonte: ANTUNES, 1999 apud. BERNHOEFT, et al., 2011. Adaptado pelo autor

Gmouh et al. (2003) afirmam que a temperatura interna da pasta indica a velocidade das reações de hidratação na região analisada, e cerca de 95% dos hemihidratos se tornam dihidratos em 1 hora. Até 50 °C, o aumento de temperatura torna o gesso mais solúvel, o que produz mais núcleos de cristalização. Contudo, a região mais interna da pasta (onde a medição é realizada) tende a acumular calor devido à baixa condutividade térmica do gesso, ou seja, a distribuição dos núcleos formados não é uniforme em toda a amostra. As extremidades tendem a ser mais porosas que as regiões centrais do gesso.

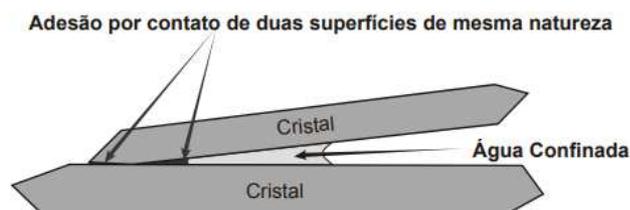
Embora os dados da curva possibilitem análises dos processos de hidratação, deve-se sempre levar em conta que o experimento é realizado em condições pseudoabiabáticas, onde as temperaturas no período de hidratação são maiores que as temperaturas de gessos confeccionados em condições normais, normalmente em temperaturas superiores à 55° C. Acima de 50 °C a solubilidade do gesso cai, por este motivo, os tempos de pega observados pelo método da curva tendem ser maiores que os demais métodos.

2.1.7 Adesão intercrystalina

Segundo Kanno (2009), as interações cristalinas (ou intergranulares) ditam as forças que conferem resistência mecânica ao gesso. Presentes nessas ligações estão dois tipos de forças: de “Van der Waals” e ligações de hidrogênio. As ligações de “Van der Waals” são de natureza elétrica, tendo sua resistência reduzida pela constante dielétrica da água (≈ 80) presente na superfície cristalina em pelo menos uma molécula (ADAMSON; GAST, 1999). Pedersen e Semmingsen (1982), Cole e Lancucki (1974), Atoji e Rundle (1958) e Follner et. Al (2002) acreditam que graças a natureza hidrofílica dos cristais de gesso as ligações de hidrogênio responsáveis por unir as camadas do dihidrato formando os cristais sejam as mesmas forças resultantes do contato entre as superfícies dos cristais (apud KANNO, 2009).

A água confinada entre os planos hidrofílicos dos cristais auxilia na adesão entre as superfícies, se comportando de maneira diferente da água livre. Segundo Israelachvili (1992), na temperatura ambiente a água confinada tem comportamento vítreo, promovendo forte adesão entre os cristais, sendo assim, quaisquer interferências nas características da água confinada afetarão o comportamento mecânico do material.

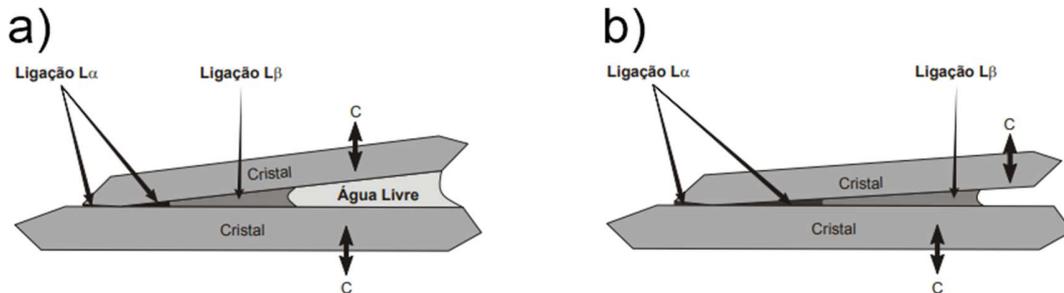
Figura 5 – Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas



Kanno (2009), através de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) identificou em amostras úmidas e secas de material dihidratado conformado por compactação e umedecido com D_2O , comprovou a existência de moléculas de água rigidamente ligadas à superfície do material (água confinada) de tal forma que não há possibilidade de evaporação. A água livre, por sua vez, quando presente nos interstícios afasta os cristais

por capilaridade, reduzindo a superfície de contato entre os cristais, ou seja, quanto mais úmido o gesso, menores são as forças de adesão.

Figura 6 – a) Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas com presença de água livre. b) Adesão por contato entre superfícies hidrofílicas sem presença de água livre. As setas “C” representam as forças de interação com demais cristais da amostra



Fonte: KANNO, 2009

Entre os cristais de gesso coexistem duas forças, L α e L β (Figura 6), onde L α resiste à pressão capilar da água e L β não (KANNO, 2009).

Quanto menor a quantidade de água livre na amostra, mais próximos os cristais estarão um do outro, permitindo aumento entre as ligações L β , garantindo maior densidade ao material, conseqüentemente, melhor desempenho mecânico.

2.1.8 Propriedades

O gesso apresenta propriedades que tornam o seu uso bastante atrativo, entre elas podemos citar: isolamento térmico, isolamento acústico, resistência ao fogo, resistência mecânica e acabamento superficial. A seguir serão descritas algumas propriedades consideradas importantes.

Isolamento térmico: Graças a sua condutividade térmica de 0,4 W/m°C (LIMA, 2005), apresenta um ótimo desempenho enquanto isolante térmico quando comparado a outros materiais empregados com a mesma finalidade.

Isolamento acústico: O isolamento acústico ocorre devido a descontinuação ou absorção de ondas de som. A dissipação sonora acontece a partir do atrito gerado pela passagem do ar entre os poros do material isolante. O gesso é um material poroso e essa

característica faz dele um isolante acústico de alta eficiência (DIAS; CINCOTTO, 1995; PERES et al., 2001);

Resistência ao fogo: A resistência a deterioração quando exposto fogo é uma característica do gesso que se destacou e incentivou seu uso por milênios. Sua alta resistência ao fogo está relacionada a seu processo de desidratação, onde na presença de calor libera vapor de água para o ambiente. O gesso é um material incombustível e libera água contida em seus poros à medida que se aquece, e isso garante o retardamento do aquecimento e propagação de chamas (PERES et al., 2001);

Resistência mecânica: A resistência mecânica do gesso está relacionada a diversos fatores que influenciam seu arranjo cristalino e porosidade. Maior densidade cristalina garante melhores desempenhos mecânicos. O fator a/g é um dos responsáveis pelas propriedades mecânicas do gesso. Quanto maior a quantidade de água na pasta maior sua fluidez e maior sua porosidade após enrijecido. A relação a/g pode ser otimizada através do uso de aditivos. A relação estequiométrica da relação em massa de a/g é 0,186 (JOHN; CINCOTTO, 2017), ou seja, é necessário pelo menos 18,6% de massa de água em relação a massa de pó de gesso para hidratação completa do aglomerante. Na prática utiliza-se fatores maiores, entre 0,5 e 1 para aumento da trabalhabilidade e fluidez da pasta, característica importante para sua aplicação e moldagem.

2.1.9 Aditivos

Os aditivos são compostos que quando adicionados em pequenas quantidades à pasta de gesso modificam algumas de suas propriedades, otimizando-as para determinadas aplicações. Diferentes aditivos podem ser aplicados para diferentes finalidades.

Para Domínguez e Santos, (2001, apud BALTAR et al., 2008) caracterizam os aditivos de gesso os tipos listados na tabela a seguir:

Tabela 1: Aditivos para gesso

Aditivos	Funções	Exemplos
Retardadores de pega	Diminuem a solubilidade em água e conseqüentemente a velocidade das reações de hidratação	ácido cítrico, ácido bórico e ácido fosfórico;
Aceleradores de pega	Aumentam a solubilidade em água do gesso e reduzem a solubilidade da gipsita, tornando a reação de hidratação mais intensa.	sulfatos;
Espessantes	Aumentam a consistência da pasta	fibras de celulose (amido);
Plastificantes/Fluidificantes	Possibilitam menor relação a/g, contribuindo para maior densidade e maior resistência mecânica após enrijecido;	carbonato de cálcio;
Impermeabilizantes	Provocam obstrução dos poros da massa de gesso aumentando sua impermeabilidade;	silicones e fibras de celulose (amido);
Umectantes	Evitam surgimento de grumos, garantem maior hidratação;	
Aerantes	Incorporação de ar na pasta, reduzindo atrito entre os sólidos para melhor trabalhabilidade e maior durabilidade;	Incorporadores de ar;
Reforçadores de aderência	Usados para aumento de aderência através do uso de polímeros solúveis em água;	polímeros sintéticos;

Tempos de pega, consistência, resistência mecânica, resistência à umidade e às chamas são exemplos de propriedades que podem ser alteradas através do uso de aditivos. Segundo Cavalcanti (2006), o uso de aditivos de gesso se justifica pelo alto desempenho adquirido a curto e médio prazo e pela pequena quantidade utilizada, variando em torno de 0,5% da massa de gesso.

2.1.10 Normatização Brasileira

Na construção civil, a utilização do gesso é regulamentada pela NBR-13207: Gesso para Construção Civil, de junho de 2017, que define o gesso como “Material moído em forma de pó, obtido da calcinação da gipsita, constituído predominantemente de sulfato de cálcio, podendo conter aditivos controladores de tempo de pega”. A NBR estabelece algumas exigências quanto as propriedades químicas e mecânicas do gesso, afim de garantir o pleno desempenho do material, apresentadas nas Tabelas a seguir:

Tabela 2: Especificações químicas para uso de gesso na construção de acordo com a NBR-13207

Determinações	Limites (%)
Água Livre	1,3 (máx)
Água de cristalização	4,2-6,2
Óxido de Cálcio (CaO)	39,0 (mín)
Anidrido sulfúrico (SO ₃)	53,0 (mín)

Tabela 3: Exigências com relação às propriedades físicas e mecânicas do gesso para uso em construção

Determinação físicas e mecânicas	Norma	Limite	Unidade
Resistência a compressão	NBR-12129	>8,4	MPa
Dureza	NBR-12129	>30	MN/m ²
Massa Unitária	NBR-12129	>700	g/cm ³

Tabela 4: Exigências com relação às propriedades granulométricas do gesso para uso em construção

Classificação do gesso	Tempo de pega (min) NBR-12129)		Módulo de finura
	início	fim	
Gesso fino para revestimento	>10	>45	<1,10
Gesso grosso para revestimento	>10	>45	>1,10
Gesso fino para fundição	4-10	20-45	<1,10
Gesso grosso para fundição	4-10	20-45	>1,10

Para determinação da qualidade do material adquirido, a NBR dispõe de normas específicas para realização de ensaios. Entre as principais podemos citar:

- NBR 12127 – Gesso para construção civil – Determinação das propriedades físicas do pó;
- NBR 12128 – Gesso para construção civil – Determinação das propriedades físicas da pasta de gesso;

- NBR 12129 – Gesso para construção civil – Determinação das propriedades mecânicas;
- NBR 12130 – Gesso para construção – Determinação de água livre e de cristalização e teores de óxido de cálcio e anidro sulfúrico.

As normas descrevem todo material necessário para realização dos ensaios, bem como descrição detalhada sobre os métodos a serem adotados de forma que sua execução possa ser replicada garantindo que seus resultados demonstrem o nível real da qualidade do material inspecionado. Além dos ensaios, as normas estabelecem também métodos de recebimento e aferição “*in loco*” de lotes recebidos e forma de armazenamento.

2.2 GRAFENO

2.2.1 Aspectos gerais

Grafeno é o nome da monocamada plana que possui estrutura hexagonal compacta de átomos de carbono. Sua estrutura hexagonal é formada pela hibridização sp^2 do carbono. Três elétrons de valência fazem parte da ligação sp^2 , o elétron que resta forma uma ligação mais fraca que as demais. É um cristal bidimensional (CHAITOGLU; BERTRAN, 2016).

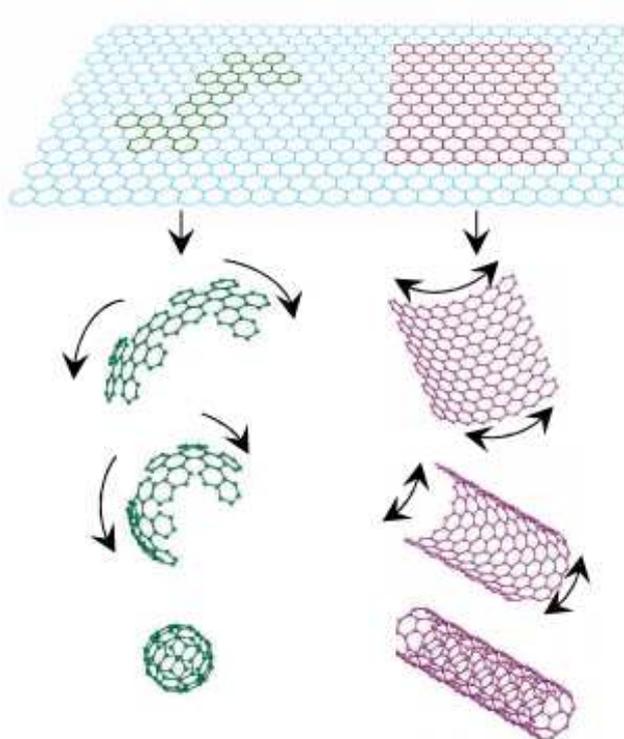
O termo “grafeno” foi citado pela primeira vez em 1987, mas era estudado e previsto teoricamente desde 1947. O termo consiste na junção de grafite com o sufixo -eno, devido a dupla ligação no cristal. Oficialmente o grafeno foi definido em 1994 pela International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC).

A partir do grafeno é possível se obter materiais de formas geométricas distintas: ao enrolá-lo obtemos nanotubos, e, ao embrulhá-lo temos o fulereno, como mostra a Figura 7.

Geim e Novoselov, professores da Universidade de Manchester impulsionaram através de suas descobertas as pesquisas sobre o grafeno. Eles comprovaram que um cristal bidimensional assim como o grafeno pode existir no estado livre e que ele não é

termodinamicamente instável como se considerava até então (GEIM; NOVOSELOV, 2007; VIEIRA SEGUNDO; VILAR, 2016).

Figura 7 – Construção de materiais com outras dimensionalidades a partir de uma monocamada de grafeno



Fonte: GEIM; NOVOSELOV, 2007

Quanto a sua condutividade elétrica, o grafeno tem eficácia similar ao cobre, e como condutor térmico supera todos os materiais conhecidos. Mecanicamente é mais resistente e duro que o diamante, e pode se esticar até $\frac{1}{4}$ de seu comprimento inicial (CHEN et al., 2010). Lee et al. (2008) analisaram as propriedades mecânicas de uma nanolâmina de grafeno e mediram seu módulo de Young por nanoindentação por força atômica e obtiveram resultados que comprovam o quanto o grafeno pode ser resistente. O módulo de Young na faixa de $1,0 \pm 0,1$ TPa e resistência a tração de 130 ± 10 GPa.

Graças às suas propriedades, o grafeno pode ser utilizado em várias aplicações como na criação de novos materiais quanto na área eletrônica (NOVOSELOV et al.,

2012). A maior dificuldade é a sua obtenção: o isolamento do grafeno em quantidades significativas por um preço acessível.

2.2.2 Propriedades do grafeno

Chung (2012), Lota et al. (2008), Silva et al. (2017), demonstraram em seus trabalhos diferentes campos nos quais a aplicação do grafeno se demonstrou promissora. No campo da nanotecnologia suas propriedades óticas, mecânicas e eletrônicas fazem com que grafeno seja visto como peça chave para o desenvolvimento do setor. Em relação ao aço, sua resistência a tração é 200 vezes superior, além de ser mais leve, flexível e transparente.

O grafeno apresenta superfície altamente cristalina, sem defeitos e acredita-se que seja quimicamente inerte. Sua superfície interage com outras moléculas via adsorção física, e para dar maior reatividade em sua extensão, geralmente são introduzidos defeitos ou grupos funcionais de superfície (VIEIRA SEGUNDO; VILAR, 2016).

Ainda segundo Vieira Segundo e Vilar (2016), o grafeno apresenta altíssimos desempenhos quanto à mobilidade eletrônica ($2 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$) e condutividade elétrica ($2 \cdot 10^4 \text{ S/cm}$), o que possibilita que os elétrons em uma única camada se comportem como partículas sem massa (devido a sua pequena massa efetiva) e se desloquem em velocidades próximas a 10^6 m/s .

O grafeno possui elevado módulo de Young, na faixa de 1 TPa e a maior resistência intrínseca já medida, de aproximadamente 130 GPa (WEI; KIVIOJA, 2013) e é o material mais fino e mais resistente mecanicamente já medido em todo universo (CHEN et al., 2010).

Em temperatura ambiente, a condutividade térmica do cristal bidimensional pode chegar a $5000 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ (mais de 12 vezes superior ao cobre), assinalando alto potencial de uso em variadas aplicações. A área superficial de $2600 \text{ m}^2/\text{g}$ é 260 vezes maior que a do grafite e 2 vezes maior que os nanotubos de carbono (VIEIRA SEGUNDO; VILAR, 2016).

Uma camada de grafeno pode apresentar transparência de 97,7%, e sua faixa de absorção de luz pode ser modificada através do uso de dupla camada de grafeno de

porta dupla. Apresenta comportamento electrocrômico e propriedades ópticas lineares ultrarrápidas, podendo ser usado em fotodetectores (WEI; KIVIOJA, 2013).

2.2.3 Métodos de obtenção do grafeno

Existem duas classes de processos para produção de grafeno: *bottom-up* e *top-down*. Os *bottom-up* estão relacionados a síntese do próprio material enquanto o *top-down* à fragmentação do material, ou seja, sua obtenção a partir de partículas maiores. Entre os métodos relacionados a síntese, pode-se considerar a deposição química de vapor (CVD), o crescimento epitaxial em substrato isolante, redução de CO e descarga de arco (CHAE et al., 2009). Todos estes produzem um grafeno de alta qualidade e praticamente perfeito, porém, produzem material em pequena escala e por um alto custo monetário. Geralmente esse método é adotado para estudos aprofundados de grafeno e aplicação eletrônica.

Figura 8 – Métodos top-down para produção de grafeno



Fonte: FIM, 2012.

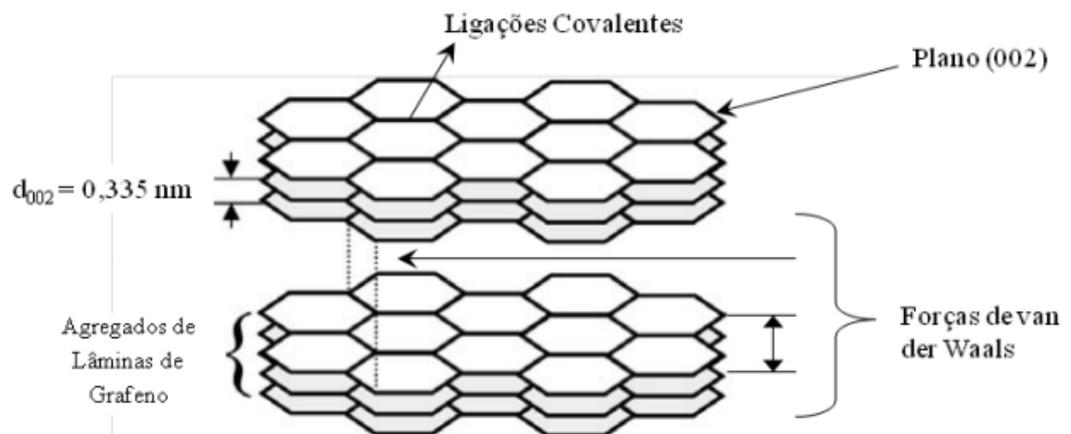
Entre as opções *top-down* encontra-se a possibilidade de obtenção do grafeno a partir da separação/esfoliação do grafite. Este é um método viável, pois oferece a vantagem de partir de um material de baixo custo, além de possibilitar a produção em maior escala (KIM et al., 2010). É possível obter através do óxido de grafite um tipo de grafeno modificado.

Esse estudo aborda somente o método *top-down* por meio de esfoliação e tratamentos químicos e físicos a partir da grafite natural.

2.2.3.1 Obtenção do grafeno a partir da grafite

A grafite (ou grafita) é um mineral de cor acinzentada-metálica, podendo ser encontrada em flocos ou pó em diversificados tamanhos em abundância na natureza. O Brasil possui grandes reservas de grafite, e é o terceiro maior produtor mundial, ficando atrás somente da China e Índia (MME, 2009). Possui forma alotrópica do carbono composta por um emaranhado de folhas de grafeno, encontrado facilmente e em abundância em sua forma natural (NOVOSELOV et al., 2004). A grafite possui estrutura estável e resistente, o que faz dela um interessante material para produção de nanocompósitos.

Figura 9 – Esquema estrutural da grafite



A grafita é composta por multicamadas de grafeno (MLG), também chamadas de folhas, onde os átomos de carbono estão firmemente empacotados em rede bidimensional de forma hexagonal (GEIM; NOVOSELOV, 2007). Além das fortes ligações covalentes entre os átomos de carbono da rede hexagonal, entre as lâminas de grafeno atuam forças de Van der Waals (CHUNG, 2002). Esse empilhamento de camadas planares (estrutura do grafite) pode ser entendido na Figura 9.

Os métodos de esfoliação consistem em desfazer as ligações entre as camadas de forma a se obter a folha de grafeno isolada, e podem ser realizados através de tratamentos mecânicos, químicos e físicos.

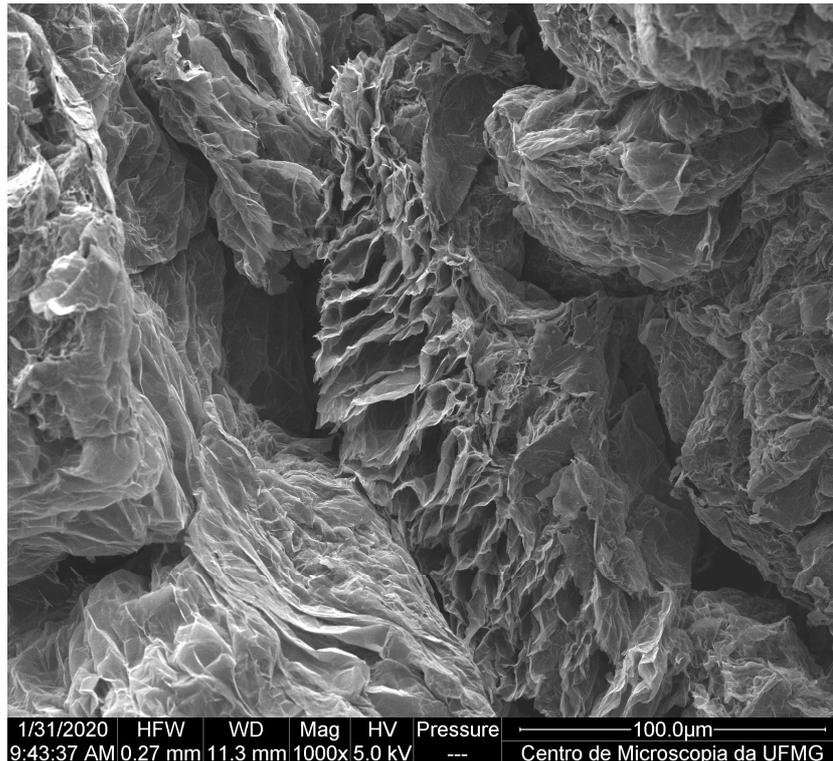
Um dos métodos mecânicos consiste na descamação das lâminas de grafeno a partir do floco de grafite com o uso de fita adesiva (NOVOSELOV et al., 2004), onde basicamente a fita é dobrada de forma que suas superfícies colantes se toquem enquanto o floco está entre elas. É realizada então a separação das superfícies de forma a esfoliar o floco, repetidas vezes. Para retirada do grafeno anexado à fita adesiva coloca-se a mesma sobre um substrato de silício oxidado, fazendo-se posteriormente pressões mecânicas com um objeto tal como tampa de caneta esferográfica sobre a fita. Assim, flocos de grafeno são transferidos mecanicamente da fita adesiva para o substrato de silício. É possível selecionar folhas através de sensores ópticos e microscopia de força atômica (NOVOSELOV et al., 2004). Este processo, no entanto, produz quantidades muito pequenas de grafeno, o tornando inviável para finalidade deste estudo.

Outro método de esfoliação mecânica está relacionado à modificação da estrutura da grafite a partir de Compostos de Grafite Intercalados (CIG). O CIG é um composto de folhas de grafeno empilhados onde há um agente intercalante entre as redes planares sem destruir as camadas de carbono. Para obtenção do CIG podem ser usados como agentes intercalantes os compostos oxidantes ácido nítrico e sulfúrico, além de outras possibilidades.

Os chamados “números de estágio” são mensurados a partir da relação entre a quantidade de folhas de grafeno e camadas intercalantes. Por exemplo, para o estágio 1 (mais eficiente) temos uma camada intercalante seguida de um cristal de grafeno bidimensional, e assim sucessivamente. Para o estágio 2, uma camada intercalante para duas de grafeno empilhadas. Dessa forma, podem existir diferentes estágios que

dependem das condições nas quais o método é realizado (CHEN et al., 2003). Quanto menor o estágio (menor empilhamento de camadas de grafeno), mais eficiente a esfoliação.

Figura 10 – MEV de estrutura de grafite expandida (EGE)



Fonte: Do autor, 2021

A esfoliação a partir do CIG, pode ser mecânica ou térmica. Por choque térmico, o composto é submetido a temperaturas próximas a 1000 °C por curtos períodos de tempo, causando a expansão da grafite por meio da decomposição do agente intercalante. A expansão do CIG ocorre pelo fato da decomposição do agente intercalante liberar vapores que formam bolsões de gases que se expandem e enfraquecem ligações de Van der Waals, afastando os cristais de grafeno. Essa expansão no sentido perpendicular das camadas de grafeno dá a grafite formato semelhante ao de uma lagarta, chamado “estrutura de grafite expandida” (EGE) (FIM, 2012).

Para maior separação entre as folhas de grafeno o número de estágios deverá ser o menor possível. O aumento da espessura e comprimento depende da grafite original

e da qualidade do CIG. Com auxílio de banho ultrassônico é possível reduzir o empilhamento das folhas de grafeno no grafite expandido (FIM, 2012). Esse método pode resultar na produção de grandes quantidades de material com uso de poucos reagentes químicos, gerando material de excelentes propriedades físicas com pequena quantidade de defeitos, entretanto a diversidade de flocos com empilhamento de monocamadas de grafeno deve ser levado em consideração para aplicações diversas (MACHUNO et al., 2015).

2.2.4 Aplicações do grafeno

Graças às suas propriedades o grafeno é objeto de estudo em diversificadas áreas, podendo ser utilizado tanto sozinho quanto associados a outros materiais. Para Novoselov et al. (2012), entre as indústrias nas quais o grafeno pode ser aplicado estão: micro e nanoeletrônica, sensores, nanoengenharia, entre outros.

Vários campos têm sido considerados para aplicação do grafeno. Segundo Marion e Hasan (2016), empresas alemãs em parceria com Instituto Hohestein tem desenvolvido pesquisas para aplicação do grafeno na indústria têxtil em roupas de proteção ao fogo. O material desenvolvido tem efeito retardante na propagação de chamas, além de prevenir penetração de calor e gases, funcionando como uma barreira física, garantindo maior segurança ao usuário.

Também na Alemanha, na Universidade Técnica de Monique, uma equipe de físicos tem realizado pesquisas para o uso do grafeno na produção de retinas artificiais. Os resultados se mostraram muito eficientes graças a biocompatibilidade devido a flexibilidade e durabilidade química do grafeno (CUTHBERTSON, 2014).

A indústria dos Smartphones também é objeto de pesquisa para aplicação do cristal bidimensional. Uma empresa sediada na Universidade de Oxford desenvolveu supercapacitores utilizando o grafeno, substituindo o alumínio. A empresa desenvolveu a partir de seus supercapacitores de grafeno, um carregador de aparelhos celulares que permite recarga de baterias em apenas 5 minutos (ZAP & GO, 2015 apud MARION; NASSER, 2016).

Para Veligura et al. (2011) o uso como transistores também se demonstra promissor, pois melhora o desempenho nas aplicações de radiofrequência graças a mobilidade eletrônica do grafeno (apud VIEIRA SEGUNDO; VILAR, 2016).

Segundo Brownson, Kampouris e Bank (2012), nos sensores o grafeno pode ser utilizado como substrato abrangendo a detecção de variados analitos (moléculas biológicas, gases, compostos orgânicos e inorgânicos de aplicações eletroquímicas relacionados a detecção de energia. Como biossensores o grafeno pode ser aplicado para detecção de glicose, maltose, frutose, dopamina, ácido úrico, ácido ascórbico, aminoácidos e DNA (VIEIRA SEGUNDO; VILAR, 2016).

Nos Estados Unidos, uma empresa sediada em Bethesda, chamada Lockheed, tem desenvolvido um mecanismo de dessalinização da água utilizando folhas de grafeno em suas membranas. Segundo a Lockheed (2013) as membranas possuem poros na escala nanométrica ou menores. Esses poros são menores que o sódio, cloro e outros íons relativos à água do mar, permitindo alta fluidez da água reduzindo drasticamente o problema de entupimento e pressão sobre as membranas. A empresa pretende utilizar o grafeno também para outras finalidades como obtenção de proteína isolada para uso farmacêutico e na remoção de substâncias químicas e compostos de água em poços de petróleo e gás (apud MARION; NASSER, 2016).

Membros do Instituto de Ciência e Tecnologia Gwangju (Coréia) desenvolveram o que consideraram a solução para necessidades de veículos elétricos. O objetivo foi desenvolver uma bateria que suportasse a recuperação e reutilização de energia que é normalmente desperdiçada quando o veículo se utiliza dos freios. Através da construção de supercapacitores de grafeno com alta performance em armazenamento de energia possibilitaram a carga/descarga em 16 segundos além de manter o ciclo por 10.000 vezes sem redução da sua capacidade (KANNAPPAN et al., 2013).

Na região da Austrália, Nova Zelândia, Nova Guiné e Indonésia, a maior fabricante de roupas de cama, Sleepyhead, investiu em pesquisas do grafeno associado as espumas de colchões. A combinação dos materiais produz a condução de calor garantindo que não fique preso ao colchão interrompendo padrões de sono (MARION; NASSER, 2016).

Na construção civil o grafeno pode ser utilizado associado a concretos, argamassas, tintas, esquadrias, aços, alvenarias e compostos de cimento, melhorando suas resistências mecânicas, durabilidade e estabilidade térmica.

Localmente o grafeno tem sido objeto de estudos aplicado a argamassas e concretos à base de Cimento Portland. Silva et al. (2017) desenvolveram métodos de mistura de pequenas quantidades de multicamadas de grafeno em argamassas cimentícias. A combinação do MLG com a argamassa proporcionou resistências mecânicas à tração e compressão duas vezes maiores que a argamassa convencional de mesmo traço, utilizada como referência no estudo.

2.2.5 Grafeno na construção civil

A nanotecnologia relacionada ao uso de grafeno tem se desenvolvido nos últimos anos, demonstrando potencial em diversificadas aplicações. Estudos demonstram que o cristal bidimensional pode ser utilizado como “*filler*” em nanoescala, melhorando propriedades de materiais já conhecidos.

2.2.5.1 Argamassas e concretos à base de cimento

Um exemplo dessa aplicação é a combinação do grafeno com argamassas e concretos a base de cimento, que é o material mais consumido na construção civil e o segundo material mais consumido no mundo. Silva et al. (2017) demonstraram que quando associado a argamassas em pequenas proporções, na ordem de 0,02% em relação a massa de cimento, o grafeno melhora as reações de cristalização tornando o material 95,7% mais resistentes mecanicamente à compressão e 130% mais resistente à tração. O grafeno incentiva a criação de núcleos de cristalização e a formação de um maior número de silicatos responsáveis pela resistência mecânica dos compostos cimentícios, produzindo um maior número de cristais de etringitas.

O mesmo princípio é aplicado aos concretos. Possuindo uma taxa de cristalização mais eficiente, o material se torna mais denso e apresenta um maior poder aglutinante, ou seja, incorpora melhor os agregados graúdos e miúdos. Esse ganho de resistências permite que os projetos estruturais sejam realizados com peças de concreto em menores

dimensões. Essa redução de material utilizado pode chegar a 70% da demanda, o que significa uma redução de 446 kg por tonelada de emissões de carbono gerados na produção do cimento (DIMOV et al., 2017), além das possibilidades do ponto de vista arquitetônico a partir de estruturas mais esbeltas.

2.2.5.2 Tintas

Outro exemplo de aplicação na construção civil são as tintas à base de cal e grafeno, desenvolvida pela empresa Graphenstone, na Espanha, certificada pelas ISO 9001, ISO 14001 e ISO 50001. Sendo um excelente condutor térmico, o grafeno melhora a regulação térmica de edificações, reduzindo a necessidade do uso de aparelhos de ar-condicionado ou aquecedores (GRAPHENSTONE, 2017).

Normalmente, uma superfície externa irradia o calor através da parede, a tinta com grafeno promove a captura do calor e distribuição ao longo de toda superfície pintada, promovendo um maior conforto térmico interno.

A cal possui alta absorção, alta porosidade e baixa resistência mecânica. Quando misturada ao grafeno demonstra um aumento radical nas resistências a tração, elasticidade, compressão e dureza. As ótimas propriedades mecânicas dessa tinta permitem que uma fina camada seja suficiente para conseguir um acabamento durável e resistente à corrosão.

2.2.5.3 Aços

Raman et al. (2012) desenvolveram um método que permite a utilização de finas camadas de grafeno como agente anticorrosivo para peças de aço. O revestimento é aplicado no aço através de deposição de vapor químico.

Os testes de corrosão consistiam em mergulhar a peça de aço em solução de salmoura (altamente corrosiva) com e sem o revestimento. As peças com revestimento se mostraram 100 vezes mais resistentes à corrosão, cerca de 20 vezes mais eficientes que os melhores revestimentos já relatados em estudos.

A finíssima camada possui espessura de poucos átomos, o que garante sua transparência. Essa propriedade permite que o material seja utilizado também em metais usados em funções estruturais e na arquitetura.

2.2.5.4 Gesso

Embora o grafeno associado à aglomerantes minerais seja objeto de estudo de grande interesse, observa-se maior atenção aos compostos cimentícios. Em relação ao gesso relacionado ao grafeno, percebe-se uma escassez de estudos na literatura.

Jara et al. (2021) estudou efeitos do grafeno ao gesso na flexão do material, em dosagens de 0,05%, 0,08% e 0,1% em relação à massa de gesso em pó, obtendo em sua melhor performance 22% de incremento para dosagem de 0,1%.

Neste estudo, baseado na utilização do MLG em pasta de gesso, têm-se como indicador os ótimos resultados obtidos em trabalhos que utilizam MLG em gesso e outros aglomerantes de origem mineral (JARA, 2021; GRAPHENSTONE, 2017; SILVA et al., 2017; DIMOV et al., 2017; HOU et al., 2019; WANG et al., 2020), como a Cal e o Cimento Portland, por exemplo. Uma vez que a composição e processos de cristalização desses aglomerantes apresentem similaridades com o gesso, reforça-se a hipótese de que o grafeno poderia também otimizar suas propriedades mecânicas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O principal objetivo deste trabalho é verificar a viabilidade do uso de MLG ao gesso como aditivo, analisando possíveis alterações em comportamentos mecânicos, além de análises no estado fluido, morfológicas, químicas e tolerância à água.

Com base no estudo de Silva et al., (2017), adotou-se 5 concentrações experimentais de MLG, sendo elas 0,0150%, 0,0175%, 0,0200%, 0,0225% e 0,0250% em relação à massa de gesso em pó. No total foram fabricados 6 lotes, sendo um referente ao grupo controle (GC), e os demais experimentais. Todos os lotes foram fabricados com fator água/gesso (a/g) total de 0,5.

Para os ensaios mecânicos foram fabricados para cada lote pelo menos 20 exemplares cúbicos de aresta 5 cm e altura 10 cm, submetidos aos ensaios de compressão axial e dureza superficial. As idades de ensaio adotadas foram de 1, 3, 7, 15, 30 e 60 dias.

Pelo menos 12 amostras cilíndricas de diâmetro 5 cm e altura 10 cm foram produzidas para cada lote para ensaio de tração por compressão diametral. Para tração, as idades de ensaio adotadas foram 1, 7, 30 e 60 dias. Para todos os ensaios mecânicos, em cada lote, pelo menos 3 corpos de prova foram ensaiados para cada idade.

Além dos ensaios mecânicos, fragmentos das amostras ensaiadas à tração por compressão diametral foram utilizadas para teste de perda de massa por submersão total em água. No estado fluido, as amostras foram testadas em sua consistência normal, tempos de pega e análise de calorimetria para elaboração de curva de hidratação.

Quanto à morfologia, técnicas DRX, MEV e Microscopias ópticas foram empregadas para análises de características cristalinas de gesso e verificação de dispersão de MLG em pasta. Em relação às possíveis variações químicas entre os grupos controle e experimentais, utilizou-se o DRX e FTIR para análises.

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Gesso

O gesso utilizado foi o “tipo A” utilizado para confecção de placas pré-moldadas de secagem rápida, de consumo médio de 1 kg a cada m² coberto, considerando 1 mm de espessura. É o tipo mais utilizado na construção civil. A Figura 11 ilustra a massa retida em cada peneira utilizada no ensaio granulométrico do gesso em pó adquirido.

Foram adquiridos 2 sacos de 40 kg de gesso de fundição, da marca “Domingos” de mesmo lote “28MAI20”. A escolha foi realizada de forma aleatória em relação ao fabricante. Todas as amostras foram confeccionadas dentro do prazo de validade informado em embalagem.

Figura 11 – Massa retida em peneiras 0,840, 0,420, 0,210, 0,105 mm e fundo (da esquerda para direita, respectivamente), utilizadas para ensaio granulométrico e módulo de finura



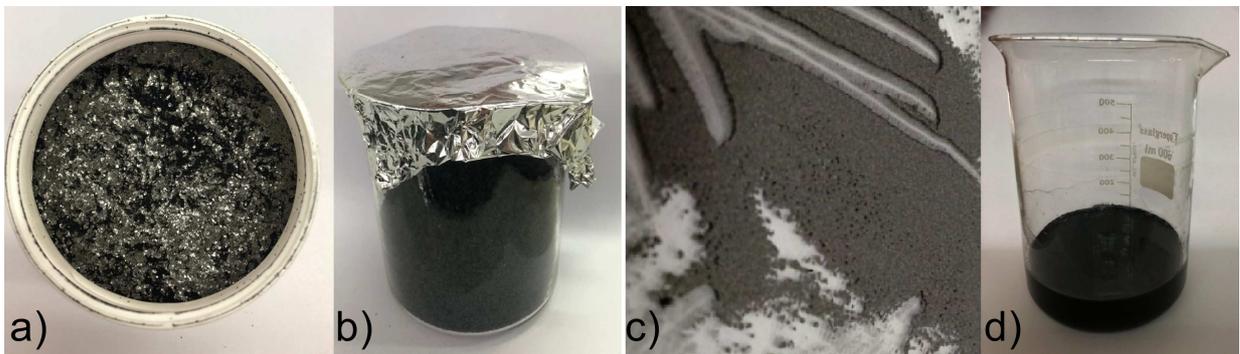
Fonte: Do autor, 2020

No estado anidro, para aferição da qualidade do material, foram realizados ensaios característicos de acordo com a NBR 12127:2017 que demonstraram um módulo de finura 1,11 e massa unitária de 713,06 kg/m³, atendendo as exigências da norma.

3.1.2 Grafeno

O grafeno utilizado, foi produzido a partir da grafita no Laboratório de Filmes Finos e Processos de Plasma (LFFPP), no Instituto de Ciências Tecnológicas e Exatas (ICTE) da Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM), por processo de esfoliação.

Figura 12 – a) Grafite. b) Grafite expandida termicamente. c) Pó de MLG. d) dispersão de MLG em água

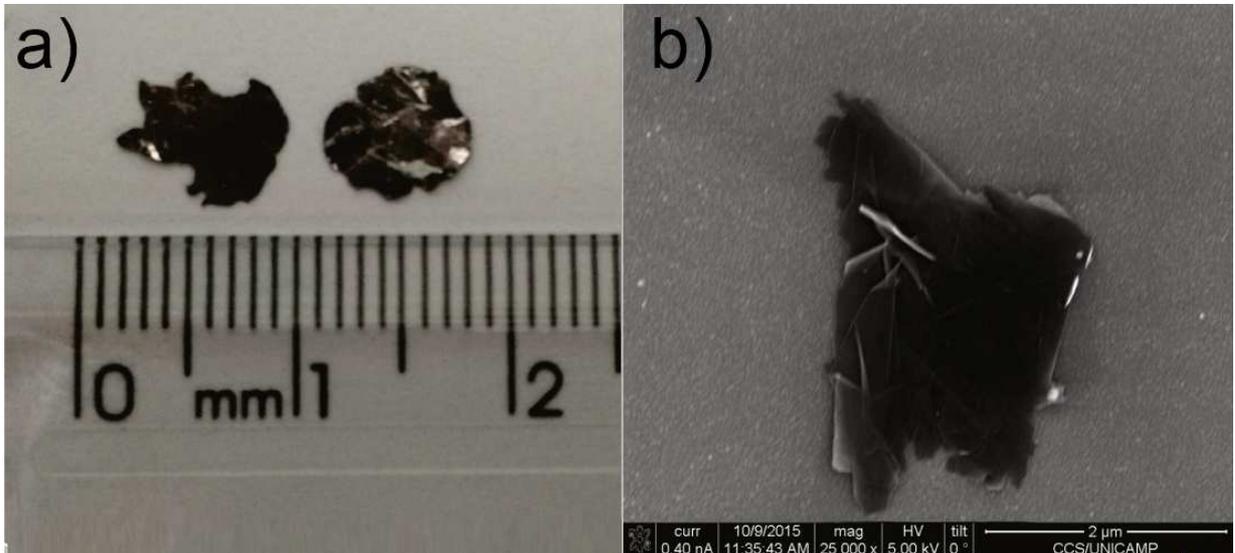


Fonte: Do autor, 2020

As multicamadas de folhas de grafeno (MLG) foram sintetizadas a partir da esfoliação de flocos de grafite natural (Figura 12a), processo no qual os flocos foram submetidos a banho ácido em solução de ácido sulfúrico e nítrico sob agitação produzindo o CIG. Para liberação de gases expansivos pelos agentes intercalantes (ácidos) entre as camadas de grafeno, o CIG é submetido à temperaturas próximas a 1000 °C por 2 s obtendo-se o EGE (Figura 12b), estrutura de grafite onde as ligações de Van der Waals estão enfraquecidas.

Para maior efetividade na separação das camadas, o EGE foi misturado em solvente orgânico (álcool isopropílico) em proporção 1 mg – 1 mL e submetido a banho ultrassônico pelo período de 2 h. Após o banho, a dispersão foi alocada em placa de petri e levada a estufa em temperatura de 70 °C, dessa forma o solvente foi removido da dispersão por evaporação, obtendo-se o MLG em pó (Figura 12c). Antes de sua aplicação na mistura de gesso, as multicamadas de grafeno foram misturadas à água (Figura 12d) e submetidas à nova agitação ultrassônica por uma hora. As misturas de água e MLG foram utilizadas diretamente na produção da pasta de gesso.

Figura 13 – a) Floco de grafite natural. b) MEV floco de MLG. MLG produzido nos mesmos padrões desse estudo



Fonte: SILVA et al., 2017

De acordo com estimativas a partir de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura do MLG produzido com as mesmas condições propostas neste trabalho, o floco representativo de MLG (Figura 13b) apresenta espessura média de 10 nm e 4 μm de largura média, dimensões coerentes com medidas apresentadas na literatura. Rouxinol et al. (2010) Khare et al. (2015) afirmam que as multicamadas de grafeno possuem variadas dimensões entre 0,7 e 20 μm em sua extensão.

Sobre a superfície do MLG, observa-se pela imagem se tratar de uma estrutura plana de baixa rugosidade, que possui quinas vivas e bordas irregulares, porém, retas.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Dosagens de Grafeno em pasta de gesso

Considerando as semelhanças entre os processos de hidratação dos aglomerantes minerais e a escassez de estudos de grafeno relacionado exclusivamente ao gesso, as faixas escolhidas para dosagem de MLG neste trabalho foram adotadas tomando como ponto de partida a concentração de maior eficiência obtida no estudo de

Silva et al. (2017), de 0,020% de MLG em relação à massa de aglomerante, resultando em aumentos de 95% no desempenho à compressão axial e 130% à tração.

Foram adotadas 5 faixas de dosagem variando entre 0,015 e 0,025% de MLG em relação ao peso de gesso em pó utilizado, além do grupo controle. As porcentagens para cada faixa foram: 0% (Grupo Controle – GC), 0,015% (150MLG), 0,0175% (175MLG), 0,020% (200MLG), 0,0225% (225MLG) e 0,025% (250MLG).

Para todas as faixas o método de confecção e fator a/g da pasta foi exatamente o mesmo. Para as amostras com grafeno, o MLG foi adicionado à pasta previamente misturado à água.

3.2.2 Confecção de pasta de gesso

As pastas foram confeccionadas de acordo com as normas NBR 12128:2017 e NBR 12129:2019. As normas estabelecem que o gesso em pó seja passado pela peneira de abertura 2 mm, e que o material retido seja descartado. A água de amassamento deve ser adicionada em recipiente impermeável (bandeja) não reativo à sulfatos de cálcio de capacidade próxima à 2 L sobre superfície plana. Posteriormente o gesso deve ser polvilhado sobre a água durante 1 minuto, e nos próximos 2 minutos a mistura deve ser deixada em repouso. Terminado o repouso, a pasta deve ser homogeneizada com auxílio de espátula ou similar por 1 minuto. Todo o procedimento deve ser realizado utilizando água destilada.

O fator água gesso adotado foi de 0,5, mínimo necessário para total hidratação e trabalhabilidade mínima (BARBOSA et al., 2014; JOHN; CINCOTTO, 2017). Após homogeneização da pasta, a amostra deve ser moldada (para ensaios mecânicos) ou submetida aos ensaios relacionados ao estado fluido.

3.2.3 Adição MLG em pasta

Como explicitado anteriormente, após os processos de esfoliação dos flocos de grafite obtém-se o MLG em pó. Esse material apresenta tendência de aglomeração, formando flocos. Para garantir um maior grau de dispersão e isolamento do MLG, antes

de utilizá-lo na mistura de gesso, a amostra foi pesada (de acordo com a dosagem de cada faixa e lotes de produção da pasta), misturada em 200 mL de água e submetida a banho ultrassônico por 1 hora.

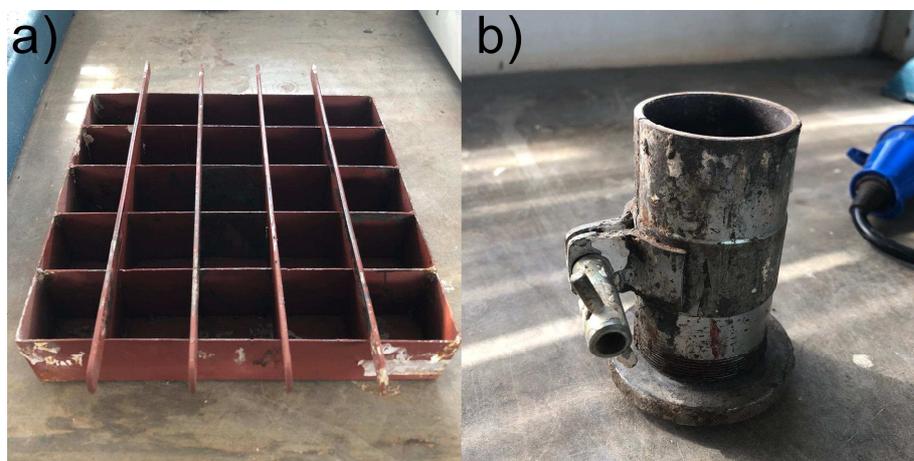
Terminado esse procedimento, a mistura de MLG e água foi adicionada à água de amassamento para confecção da pasta de gesso. A água contida na mistura de MLG utilizada no banho ultrassônico e a água de amassamento somaram o fator a/g definido nesse trabalho, de 0,5, ou seja, todas as amostras foram confeccionadas com a mesma proporção de água e gesso.

3.2.4 Corpos de prova

Os corpos de prova (CP) foram moldados em formato cúbico de aresta 5 cm para os ensaios de compressão axial e dureza, e em formato cilíndrico de diâmetro 5 cm e altura 10 cm para ensaios de tração por compressão diametral.

Para as amostras cúbicas, foi utilizada forma com capacidade para 25 corpos de prova (Figura 14a). Para facilitar desmoldagem, foi optado utilizar somente cerca da metade de sua capacidade por vez, intercalando os espaços de acomodação do molde, de forma que a formatação dos espaços preenchidos com pasta de gesso e os espaços vazios se assemelhassem a um tabuleiro de xadrez.

Figura 14 – a) Forma para corpos de prova cúbicos. b) Forma utilizada para corpos de prova cilíndricos



Fonte: Do autor, 2021

Conforme normatização, antes da moldagem foi aplicada fina camada de óleo desmoldante nas superfícies internas das formas. Logo após homogeneização, a pasta foi transferida rapidamente para os moldes em duas camadas, evitando o aprisionamento de ar interno através de leves pancadas nas laterais dos moldes com espátula ou similar. As superfícies dos cubos foram arrasadas com espátula para retirada do excesso do material.

Para os corpos de prova cilíndricos, foram utilizados moldes de aço zincado e fundo rosqueáveis, conforme Figura 14b. A pasta foi adicionada aos moldes em 2 camadas de volume similar. A cada camada adicionada, o molde foi colocado sobre mesa vibratória por 15 segundos com a finalidade de retirada das bolhas de ar internas à pasta de gesso.

Todos os corpos de prova foram desmoldados cerca de 3 horas após sua confecção e deixados em temperatura ambiente cobertos por lona, alocados em bancada central no laboratório de Materiais de Construções Civil da UFTM, livre do contato com água, piso e paredes.

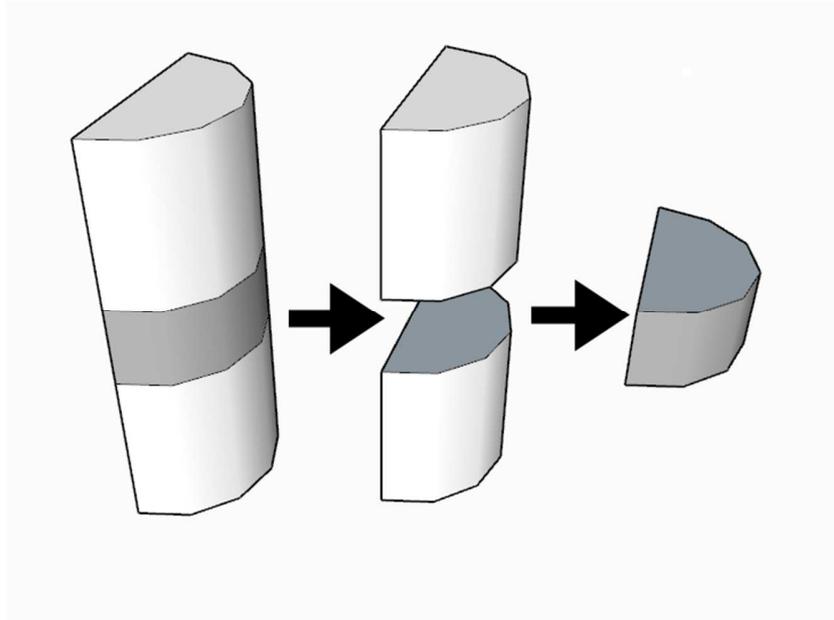
3.2.5 Microscopia Óptica

As amostras foram analisadas por microscopias ópticas em equipamento Innova Care - Nova Optical Systems, modelo 156-T, no Laboratório de Filmes Finos e Processos de Plasma (LFFPP), ICTE, UFTM. O equipamento possui objetivas acromáticas de que possibilitam ampliações de 40, 100, 200 e 500X com câmera CCD para registro de imagens.

Esse tipo de microscopia consiste na incidência de feixe de luz na superfície da amostra analisada e os raios refletidos/transmitidos são ampliados por lentes. A ampliação pode ser observada pelas câmeras ou através da objetiva.

O microscópio utilizado é do tipo metalográfico invertido, ou seja, funciona pela reflexão da amostra pela emissão de feixe luminoso gerado por lâmpada halógena. A lâmpada compreende completamente o espectro de luz visível.

Figura 15 – Esquema coleta de amostra para microscopia metalográfica



Fonte: Do autor, 2021

O objetivo da análise nesse trabalho consiste na avaliação da distribuição do grafeno em pasta de gesso, verificando possíveis aglomerações de MLG. Para tanto, fragmentos dos corpos de prova cilíndricos de todas as faixas com idade superior a 120 dias produzidos pelos ensaios de tração foram selecionados, seccionados com arco de serra na região central no sentido transversal, como ilustrado na Figura 15. As superfícies dos materiais obtidos por esse processo foram regularizadas com auxílio de lixa fina.

3.2.6 Ensaios no estado fresco

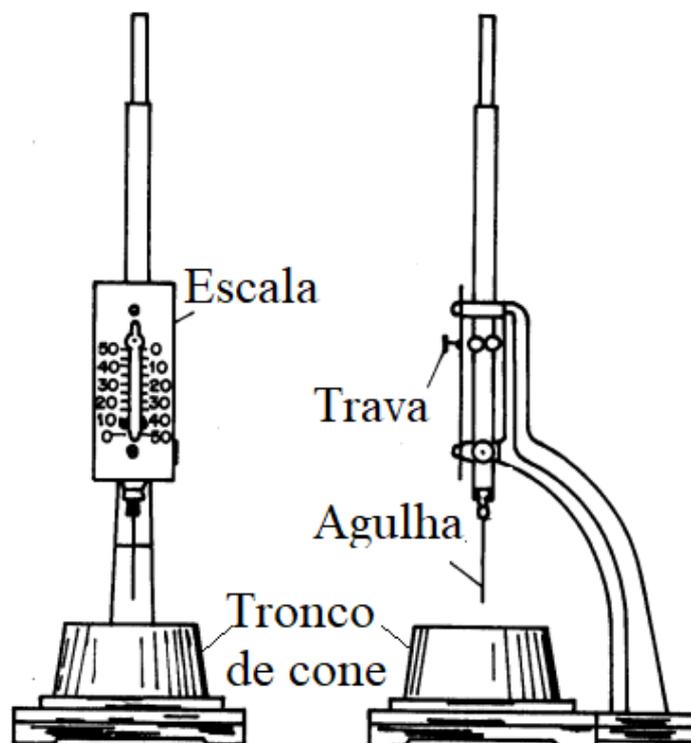
O gesso também foi analisado em seu estado fluido. Sua consistência e tempo de manuseio são fundamentais para uma boa trabalhabilidade do material. Foram realizados ensaios de consistência e tempos de pega de acordo com a norma NBR 12128:2019. O calor de hidratação foi medido através do uso de termopar e datalogger, medindo a temperatura interna da amostra a cada minuto durante as três primeiras horas após amassamento.

3.2.6.1 Tempos de pega

O termo “tempo de pega” se refere ao intervalo entre o momento onde o material começa a perder sua plasticidade (início de pega) e o instante onde se torna completamente sólido (fim de pega). Para constatação dos tempos de pega, seguindo a normatização NBR 12128:2019, utilizou-se o “Aparelho de Vicat modificado” para aferição.

O Aparelho de Vicat modificado consiste em um suporte que sustenta uma haste móvel com uma agulha removível de 1 mm² de seção transversal e 50 mm de comprimento acoplada em sua extremidade inferior. O dispositivo possui escala graduada de 0 - 5 cm que permite verificar em milímetros o percurso da haste no sentido vertical. A haste pode ser travada em qualquer altura da graduação por meio de parafuso-borboleta. O esquema do aparelho está descrito na Figura 16.

Figura 16 – Esquema de funcionamento “Aparelho de Vicat modificado” para aferição de tempos de pega



Fonte: NBR 12128, 2019. Adaptado pelo autor.

O molde para realização do ensaio possui formato de tronco de cone com diâmetro interno de 70 mm em sua base, 60 mm no topo e 40 mm de altura, confeccionado em material não corrosível e não absorvente. As contagens dos tempos de pega se iniciam no momento em que o gesso em pó entra em contato com a água de amassamento.

O ensaio consiste em preencher o molde sobre placa de vidro com a pasta de gesso imediatamente após sua homogeneização, de forma que preencha todo espaço do recipiente. Para expulsão de bolhas de ar, pode-se golpear levemente as paredes externas do molde com espátula. Preenchido o molde, a superfície da amostra deve ser arrasada com espátula de forma que fique alinhada ao topo do molde.

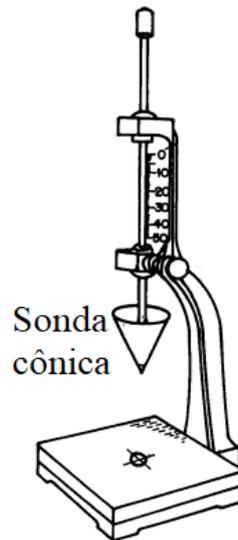
Com molde preenchido e arrasado, posiciona-se a agulha sobre sua superfície ao centro da pasta sem penetrá-la, trava-se a haste na graduação superior demarcada em zero. Ao soltar a haste liberando a agulha, verifica-se a distância percorrida do sentido vertical. Repete-se o procedimento até que a agulha estacione a 1 mm de distância do fundo do molde (placa de vidro). Nesse momento considera-se o início de pega. A partir do momento em que a agulha não penetra mais o material consideramos o fim de pega.

Nas repetições do procedimento até alcançar os tempos de pega, deve-se movimentar ligeiramente o molde do sentido planar para que a agulha nunca penetre dentro de um raio de 5 mm de região já ensaiada. Após cada penetração a agulha deve ser limpa com pano úmido. Os tempos de pega são considerados pela média de duas aferições de pastas pertencentes ao mesmo lote. Caso um dos resultados apresente discrepância em mais de 10% ou 15 minutos em relação a outro, o ensaio deve ser repetido.

3.2.6.2 Consistência

Para ensaio de consistência adota-se a mesma norma e aparelhagem do ensaio de pega. Para aferir consistência da pasta de gesso utilizasse o aparelho de Vicat modificado com sonda cônica (Figura 17). O método de contagem, preparo do material, preenchimento do molde, molde troncocônico e placa de vidro utilizados são exatamente os mesmos do ensaio de tempos de pega.

Figura 17 – Esquema de funcionamento “Aparelho de Vicat modificado” para consistência



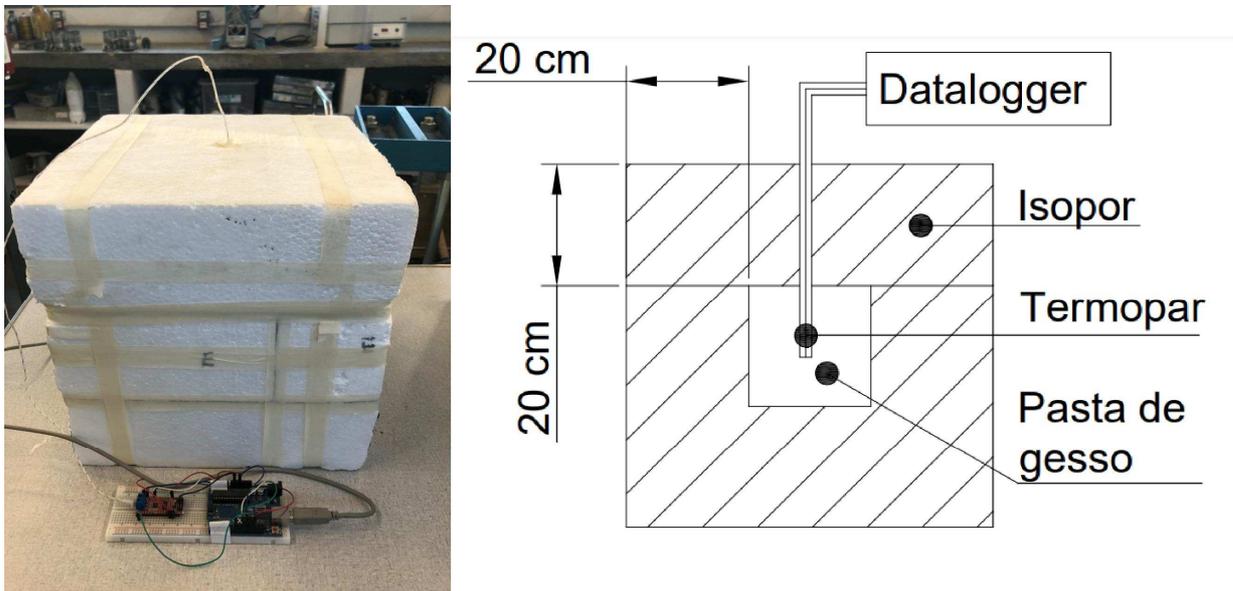
Fonte: NBR 12128, 2019. Adaptado pelo autor.

A sonda cônica deve ser confeccionada em alumínio com ângulo de ápice de $53^{\circ}08'$, altura de 45 mm com ponteira de aço inox. Seu peso deve ser de 35g. A metodologia é similar ao ensaio de pega, onde a haste é travada sobre superfície da pasta e calibrada no marco zero superior. Após soltar a haste mede-se a sua penetração no sentido vertical. O valor da penetração vertical é a consistência do material em milímetros.

3.2.6.3 Curva de hidratação

Através do ensaio calorimétrico pode-se acompanhar a evolução de hidratação da pasta, uma vez que no processo de hidratação o gesso libera calor para o ambiente. Para realização do ensaio utilizou-se caixa pseudo-adiabática, composta de isopor. Para medição de temperatura interna foi utilizado dispositivo Termopar tipo K ligado a um Arduino e PC, registrando dados de temperatura no intervalo de tempo de 1 minuto. O esquema está ilustrado na Figura 18.

Figura 18 – Calorímetro pseudoadiabático



Fonte: Do autor, 2021.

A câmara de acondicionamento da pasta em caixa de isopor foi revestida com filme plástico, para facilitar desmolde. O ensaio foi realizado em ambiente climatizado, em temperatura de 25 °C, no laboratório de Filmes Finos e Processos de Plasma (LFFPP), ICTE, UFTM.

Imediatamente após homogeneização, a pasta foi acondicionada em câmara na caixa de isopor, de forma que preenchesse todos os espaços sem presença de bolhas de ar com auxílio de espátula. O termopar então foi posicionado ao centro da amostra e a caixa foi tampada e lacrada com fita adesiva.

Após devidamente tampada e lacrada a caixa, inicia-se a leitura de temperatura. A temperatura foi medida a cada minuto durante 3 horas. A calorimetria é analisada em gráfico Temperatura X Tempo.

3.2.7 Ensaio no estado sólido

Os ensaios realizados nas amostras de gesso sólido, após hidratação e cura, têm por objetivo indicar as resistências mecânicas do material quanto à compressão axial, tração por compressão diametral e dureza superficial. Para análise de segregação à

presença de água desenvolveu-se um método de análise através da submersão total de amostras em água. Os ensaios de tração por compressão diametral em corpos de prova cilíndricos (\varnothing 5 cm x 10 cm) obedecendo a NBR 7215:2019. Os ensaios de compressão e dureza, por sua vez, foram realizados em corpos de prova cúbicos (5 x 5 x 5 cm), obedecendo a ASTM C-472 e NBR 12129:2019.

Para determinação de hidrofobicidade o ensaio escolhido foi o de molhabilidade, através de medida dos ângulos de contato de gotículas de água sobre superfície lisa do material. Verificou-se a impossibilidade na medição dos ângulos devido a velocidade de absorção do líquido pelo gesso. Por esse motivo foi adotado um método próprio de análise de perda de massa por submersão em água.

Todos os ensaios foram realizados para todas as faixas experimentais e de referência deste estudo.

3.2.7.1 Perda de massa por submersão em água

Para análise de tolerância à água, inicialmente foi considerada a realização do ensaio de molhabilidade pela medição do ângulo de contato entre a linha tangente à interface de gotículas de água e a linha paralela da superfície do material. As medidas do ângulo de contato para o gesso não puderam ser medidas pelo equipamento devido a velocidade de absorção de água apresentada pelo material. Tentativas foram realizadas para todas as faixas adotadas nesse estudo e, embora os ângulos não pudessem ser medidos, observou-se nitidamente que as amostras com grafeno absorviam a água mais lentamente.

Considerando a análise da resistência à água fundamental para este trabalho, foi desenvolvido um método que constitui em submergir fragmentos dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração em água por tempo determinado e analisar sua perda de massa.

Para realização do ensaio foram selecionados fragmentos de corpos de prova submetidos ao ensaio de tração por compressão diametral, com formato de cilindro partido ao meio em sua seção longitudinal. Foram escolhidos fragmentos de peso e formatos semelhantes. Para cada faixa 2 exemplares foram utilizados.

Figura 19 – Ensaio de perda de massa por submersão em água



Fonte: Do autor, 2021

Os fragmentos foram secos em estufa à temperatura de 80 °C por 24 hs e depois retirados para equilíbrio de temperatura com ambiente, e então foram aferidas suas massas. Com massas aferidas, os fragmentos foram submersos em água destilada em béquer de capacidade 500 mL (Figura 19). Após 2 hs de submersão, os fragmentos foram retirados do béquer e novamente levados a estufa a 80 °C para secagem, permanecendo por 24 hs. Secas, as amostras foram colocadas sob temperatura ambiente para equilíbrio térmico e tiveram sua massa aferida até constância.

A diferença entre as massas secas antes e depois da submersão em porcentagem indicam a quantidade de massa perdida do processo. O percentual de massa perdida pode ser descrito pela equação (3):

$$M_{sp} = 100 - \left(\frac{100 \times M_{s2}}{M_{s1}} \right) \quad (3)$$

Onde

M_{sp} é o percentual de massa perdida (%)

M_{s2} é a massa seca após submersão em água (g)

M_{s1} é a massa seca antes da submersão em água (g)

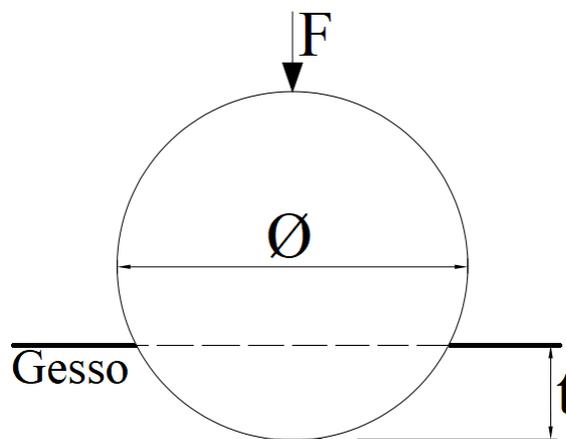
O resultado considerado foi a média entre os M_{sp} obtidos para cada corpo de prova de mesmo grupo amostral, desde que não variassem em mais de 15% entre si.

3.2.7.2 Dureza Superficial

O ensaio mecânico de dureza foi realizado segundo os protocolos indicados na NBR 12129:2019 "Gesso para construção civil - Determinação das propriedades mecânicas" utilizando taxa de carregamento fixo de 500 ± 5 N.

O corpo de prova cúbico de aresta 5 cm é submetido ao ensaio de dureza antes do ensaio de compressão, por se tratar de um ensaio não-destrutivo. O ensaio consiste na impressão de uma esfera de aço de diâmetro de 10 mm sobre a superfície do cubo de gesso através da aplicação de carga de inicial de 50 N, que é aumentada para 500 N num intervalo de 2 segundos, permanecendo assim por 15 segundos.

Figura 20 – Esquema determinação de dureza superficial do gesso



Fonte: Do autor, 2021

Para determinação da dureza, deve-se medir a profundidade de penetração "t" da esfera na superfície do material e realizar cálculo especificado em norma. Deve-se

ensaiar pelo menos 3 superfícies para cada CP. Para cada lote devem ser ensaiados no mínimo 3 CPs, e a profundidade média para cada um deve ser medida. Cada CP tem sua profundidade de penetração média, e a média da média individual dos CPS de um mesmo lote é a média global. A dureza em Newtons por milímetro quadrado, é dada pela equação (4):

$$D = \frac{F}{\pi \times \emptyset \times t} \quad (4)$$

Onde

D é a dureza do material (N/mm²)

F é a carga aplicada (N)

∅ é o diâmetro da esfera (mm)

t é a profundidade de penetração da esfera (mm)

Caso uma das médias individuais diferir em mais de 15% da média global deverá ser descartada. Se mais de uma das médias individuais diferir em 15% ou mais da média global o ensaio deverá ser repetido.

3.2.7.3 Compressão axial

O método de ensaio de compressão axial foi realizado segundo os protocolos indicados nas normas ASTM C472 "Standard Test Methods for Physical Testing of Gypsum, Gypsum Plasters and Gypsum Concrete" e NBR 12129:2019 "Gesso para construção civil - Determinação das propriedades mecânicas" utilizando taxa de carregamento fixo de 500 ± 5 N. O equipamento utilizado foi a Prensa Servo-Hidráulica Digital HD-200T, com capacidade de 2000 kN.

O ensaio consiste em submeter o corpo de prova cúbico a carregamento no sentido do seu eixo longitudinal até seu rompimento, sendo, portanto, um ensaio destrutivo. Posiciona-se as faces não utilizadas no ensaio de dureza no centro das placas

de ensaio e aplica-se carga contínua numa razão de 250 N/s a 750 N/s, até sua ruptura. O valor da resistência mecânica à compressão em MPa é obtido pela equação (5):

$$R = \frac{P}{S} \quad (5)$$

Onde

R é o valor da resistência à compressão axial (MPa)

P é a carga que produziu a ruptura do corpo de prova (N)

S é a área da seção transversal na qual a carga foi aplicada (mm²)

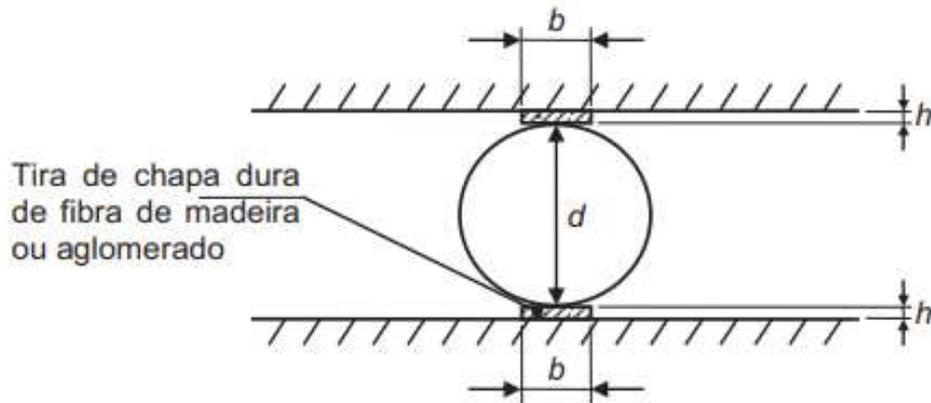
Para cada lote pelo menos 3 corpos de prova devem ser ensaiados, e a resistência à compressão será a média dos resultados. Caso o resultado de um CP diferir mais que 15% da média, é descartado do cálculo. Se dois resultados diferirem em mais de 15% da média, o ensaio deverá ser novamente realizado com nova série de amostras.

3.2.7.4 Tração por compressão diametral

Para ensaios de tração por compressão diametral, devido à escassez de normativas específicas para o gesso, foi adotado o mesmo método utilizado para argamassas de cimento, de acordo com a NBR 7222:2011 "Concreto e argamassa - Determinação da resistência à tração por compressão diametral".

Nesse procedimento, o corpo de prova cilíndrico é colocado de forma que o carregamento coincida com o eixo diametral. Entre os pratos da máquina e o corpo de prova deve ser colocado duas tiras de chapa dura de fibra de madeira ou aglomerado, conforme esquema na Figura 21. O carregamento do ensaio deve ser aplicado de forma contínua com crescimento constante de tensão de tração à uma velocidade de 0,05 ± 0,02 MPa/s até ruptura.

Figura 21 – Esquema ensaio de tração por compressão diametral



Fonte: NBR 7222, 2011

O valor de resistência à tração por compressão diametral deve ser calculado pela expressão a seguir:

$$f_{ct,sp} = \frac{2 F}{\pi d \ell} \quad (6)$$

Onde

$f_{ct,sp}$ é a resistência à tração por compressão diametral (MPa)

F é a carga máxima de ruptura (N)

d é o diâmetro do corpo de prova (mm)

ℓ é o comprimento do corpo de prova (mm)

Pelo menos 2 corpos de prova devem ser ensaiados, e o valor da resistência à tração por compressão diametral é medido pela média dos resultados obtidos em cada um.

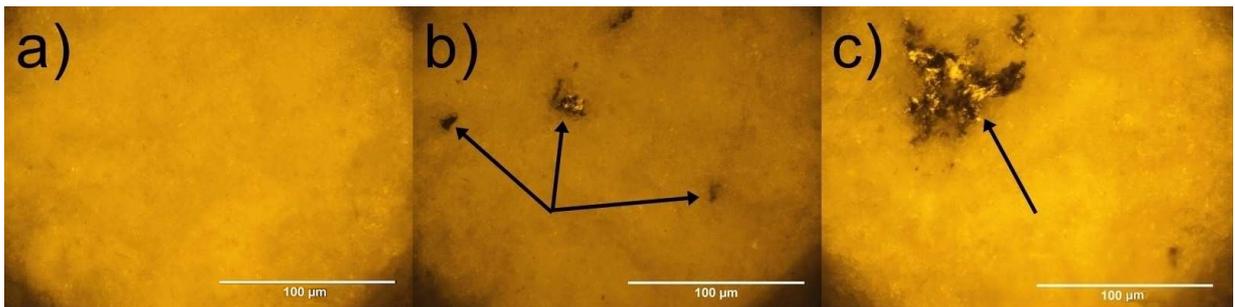
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

A microscopia óptica possibilitou a verificação da presença e dimensão de flocos de MLG nas amostras. A presença de flocos indica que as multicamadas se aglomeraram, diminuindo a dispersão efetiva de MLG em pasta.

Foram analisados diferentes corpos de prova para faixas 250MLG, 225MLG além da amostra controle GC. Foram observadas toda superfície do fragmento de CP analisado.

Figura 22 – Imagens por microscopia óptica (ampliação 500x). a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG, com pequenos flocos de MLG. c) Amostra 250MLG, com aglomerações de MLG. As setas indicam MLG e aglomerados

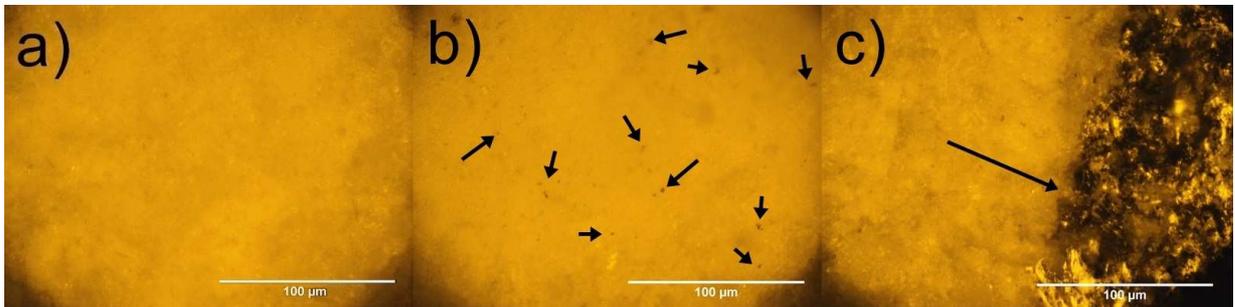


Fonte: Do autor, 2021

Nas primeiras amostras analisadas (Figura 22) notou-se a presença de flocos de MLG. Em 225MLG observa-se pequenos aglomerados de largura máxima de $\approx 16 \mu\text{m}$. Flocos de maiores dimensões foram observados na amostra 250MLG, com largura aproximada de $76 \mu\text{m}$. Outros corpos de prova de mesmo lote e concentração foram analisados para confirmação de propensão à aglomeração de multicamadas de grafeno.

Na segunda análise (Figura 23) percebe-se a presença de flocos de largura aproximada 5 vezes maiores em relação à primeira verificação para 250MLG. Por outro lado, para 225MLG observa-se melhor dispersão. As multicamadas apresentaram largura próximas à $2 \mu\text{m}$ em 225MLG, indicando que não houve aglomeração na região analisada.

Figura 23 – Imagens por microscopia óptica (ampliação 500x). a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG, com boa dispersão de MLG. c) Amostra 250MLG, com aglomerado de MLG. As setas indicam MLG e aglomerados



Fonte: Do autor, 2021

Pelas imagens obtidas, pode-se sugerir maior tendência de aglomeração de multicamadas de grafeno na amostra 250MLG, observando grandes flocos de MLG de diferentes tamanhos em diferentes áreas de amostras de mesmo lote.

Pode-se atribuir a formação de flocos em maiores dimensões nesta faixa devido a maior dificuldade de dispersão em banho ultrassônico realizado antes de incorporação do MLG à mistura da pasta de gesso, visto que para todas as concentrações de grafeno adotou-se a mesma quantidade de água. É possível que a quantidade de água adotada (200 mL) tenha sido insuficiente para garantir grau de dispersão satisfatória do material em quantidades necessárias de MLG para faixa experimental de concentração 0,025%.

O uso de surfactantes para dispersão do MLG garante maior efetividade no isolamento do aditivo, pois reduzem a tensão superficial da água, permitindo maior grau de isolamento das multicamadas, evitando assim a formação de aglomerados (DIMOV et al., 2017). Nesse estudo optou-se por não utilizar dispersantes pela possibilidade de que o mesmo se tornasse mais uma variável do estudo, reagindo com o aglomerante, o que afetaria a análise exclusiva dos efeitos do grafeno no gesso.

Considerou-se também as baixas concentrações de MLG nos grupos experimentais deste estudo, justificando o uso da água pura no processo de dispersão em banho ultrassônico, uma vez que dosagens de grafeno observadas em outros estudos relacionados à aglomerantes minerais se mostraram significativamente superiores (DIMOV et al., 2017; WANG et al., 2020; JARA et al., 2021), indicando que seu uso se mostra muito interessante.

As aglomerações de MLG em maior escala em 250MLG podem justificar o desempenho mecânico inferior à 225MLG em determinadas idades aqui observados.

4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para análise morfológica do gesso, para observação do tamanho e formato dos cristais, sua distribuição e densidade. Objetivou-se também entender o comportamento das multicamadas de grafeno e de qual forma elas atuaram nos mecanismos de cristalização e hidratação do gesso.

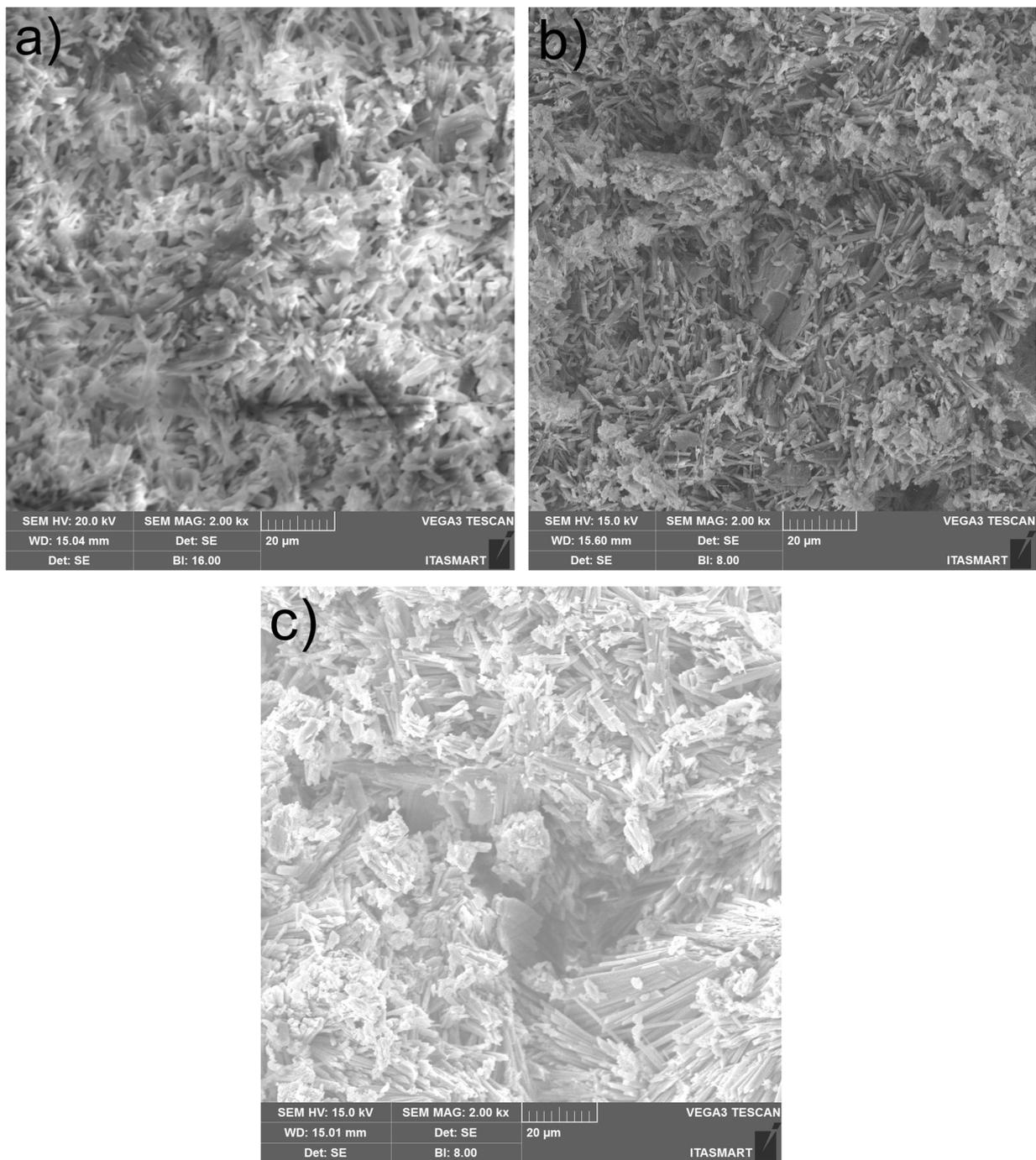
Hincapíe e Cincotto (1997) afirmam que o gesso apresenta cristais em formato de agulhas (aciculares) em predominância, e que o entrelace entre eles, bem como sua densidade influenciam no seu desempenho mecânico. A densidade do cristal pode ser observada por sua aparência. Cristais de cores sólidas e superfície lisa representam maior densidade. Espaços vazios observados em micrografia indicam a porosidade da pasta.

Cristais não aciculares compõe o gesso em minoria, e em pequenas dimensões unitárias preenchem espaços vazios, contribuindo para maior densidade, conseqüentemente para maior resistência mecânica à tração, compressão e dureza superficial.

Foram registradas micrografias com ampliações de 2.000, 5.000 e 10.000 vezes para faixas amostrais GC, 225MLG e 250MLG. Desníveis no plano analisado são conseqüências do rompimento previamente realizado no corpo de prova nos ensaios de tração por compressão diametral.

Na Figura 24 pode se observar micrografias das amostras do grupo controle, 225MLG e 250MLG. A princípio percebe-se predominância de morfologias aciculares para todas amostras.

Figura 24 – Imagem MEV – ampliação de 2.000x. a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG. c) Amostra 250MLG



Fonte: Do autor, 2021

Com auxílio do software “ImageJ”, estipulou-se diâmetro e comprimento médio dos cristais a partir do uso das imagens produzidas através do MEV. A média foi calculada a

partir da medição de 150 cristais posicionados na superfície, em primeiro plano na imagem.

A amostra do grupo controle (Figura 24a) apresentou cristais de diâmetro médio de 1,46 μm e comprimento 5,45 μm em tamanhos regulares. Em relação as demais amostras, nota-se que os cristais de GC são irregulares quanto ao seu formato.

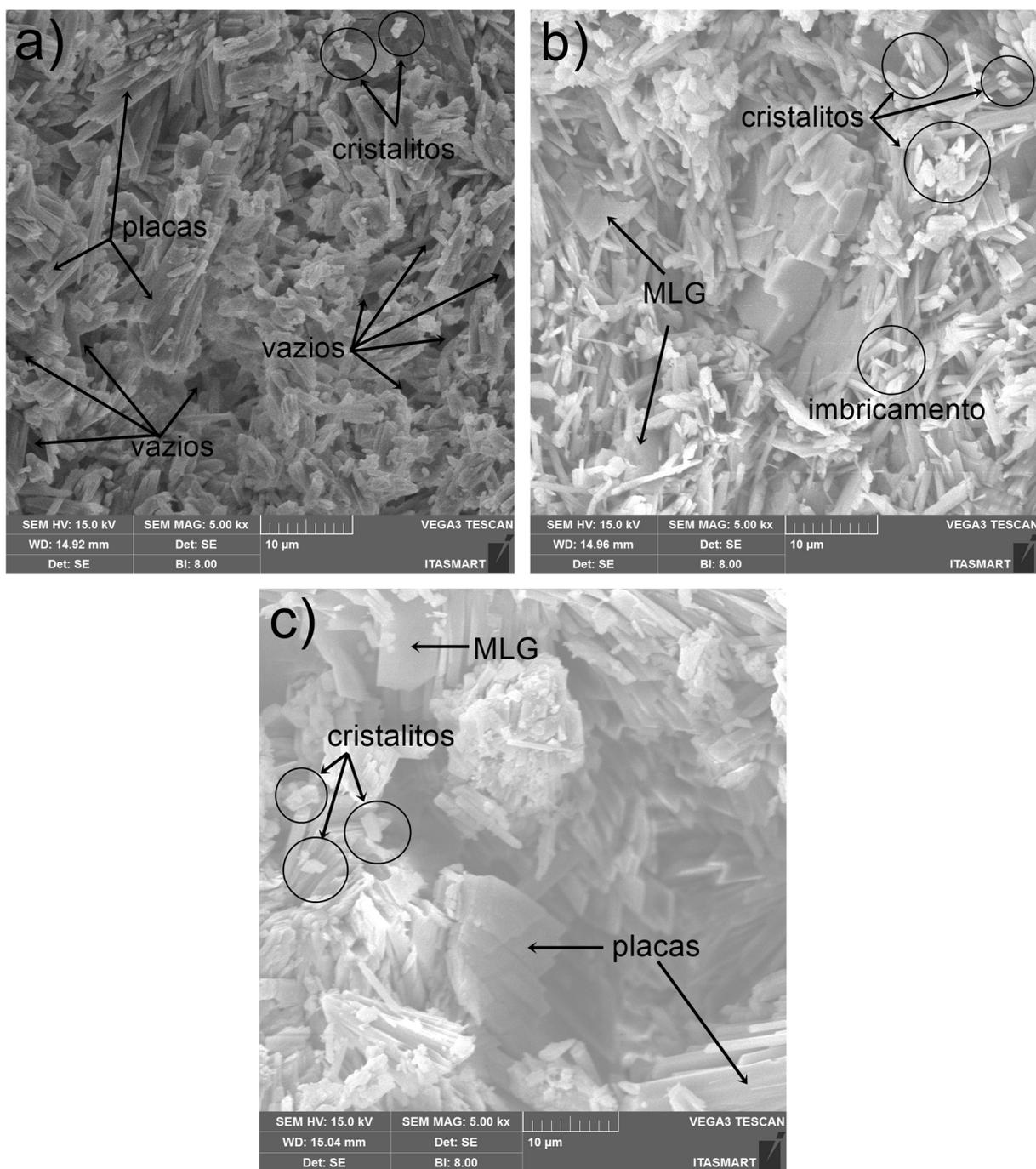
Os cristais de 225MLG são menores que os cristais do grupo controle, com diâmetro médio de 0,95 μm e comprimento 4,94 μm e formatos mais regulares, bem definidos e com quinas vivas. Os tamanhos são mais variados, possuindo muitos cristais diminutos, chamados cristalitos (Figura 24b).

Na Figura 24c pode-se visualizar os cristais de 250MLG, apresentando grande variação nos formatos e tamanhos dos cristais, prevalecendo os cristais aciculares de diâmetro médio de 1,3 μm e comprimento médio 8,23 μm .

Segundo Derevyanko et al. (2019), íons de cálcio são propensos à adsorção química em superfícies semelhantes ao grafeno. Na prática, significa uma supersaturação de íons Ca^{2+} na superfície do grafeno. Supersaturado, o grafeno age como núcleo de cristalização (SILVA et al., 2017). A interação da molécula de sulfato de cálcio dihidratado com a superfície do cristal de grafeno acontece pela sobreposição dos orbitais 2p de valência dos átomos de carbono com orbitais 3p do íon cálcio, semelhante ao fenômeno observado na adição do grafeno a argamassas e concretos à base de cimento Portland.

Em maiores quantidades, os núcleos de cristalização garantem maior densidade cristalina e cristais em menores dimensões unitárias indicam maior nucleação. Acredita-se que a amostra 225MLG tenha apresentado cristais diminutos devido a maior nucleação promovida pelo MLG. É possível que o mesmo não tenha sido observado para 250MLG devido à aglomeração dos flocos, reduzindo dessa forma a superfície de contato do grafeno e dispersão em pasta.

Figura 25 – MEV – 5.000x. (a) Amostra GC, (b) Amostra 225MLG, (c) Amostra 250MLG



Fonte: Do autor, 2021

A Figura 25a representa uma micrografia com ampliação de cinco mil vezes, apresentando um conjunto de cristais porosos e irregulares para a amostra controle.

Nota-se na superfície analisada a presença de pequenos espaços vazios indicando arranjo cristalino mais aberto, formado por cristais aciculares com grau de entrelaçamento visualmente menor que 225MLG.

Na imagem de mesma ampliação para 225MLG (Figura 25b) observa-se cristais de superfície mais lisa, cristais menores, formatos mais regulares e maior imbricamento cristalino em relação GC. Há maior variação nos tamanhos e formatos dos cristais, sendo possível perceber maior densidade cristalina em relação à amostra controle. Nota-se também presença de placas.

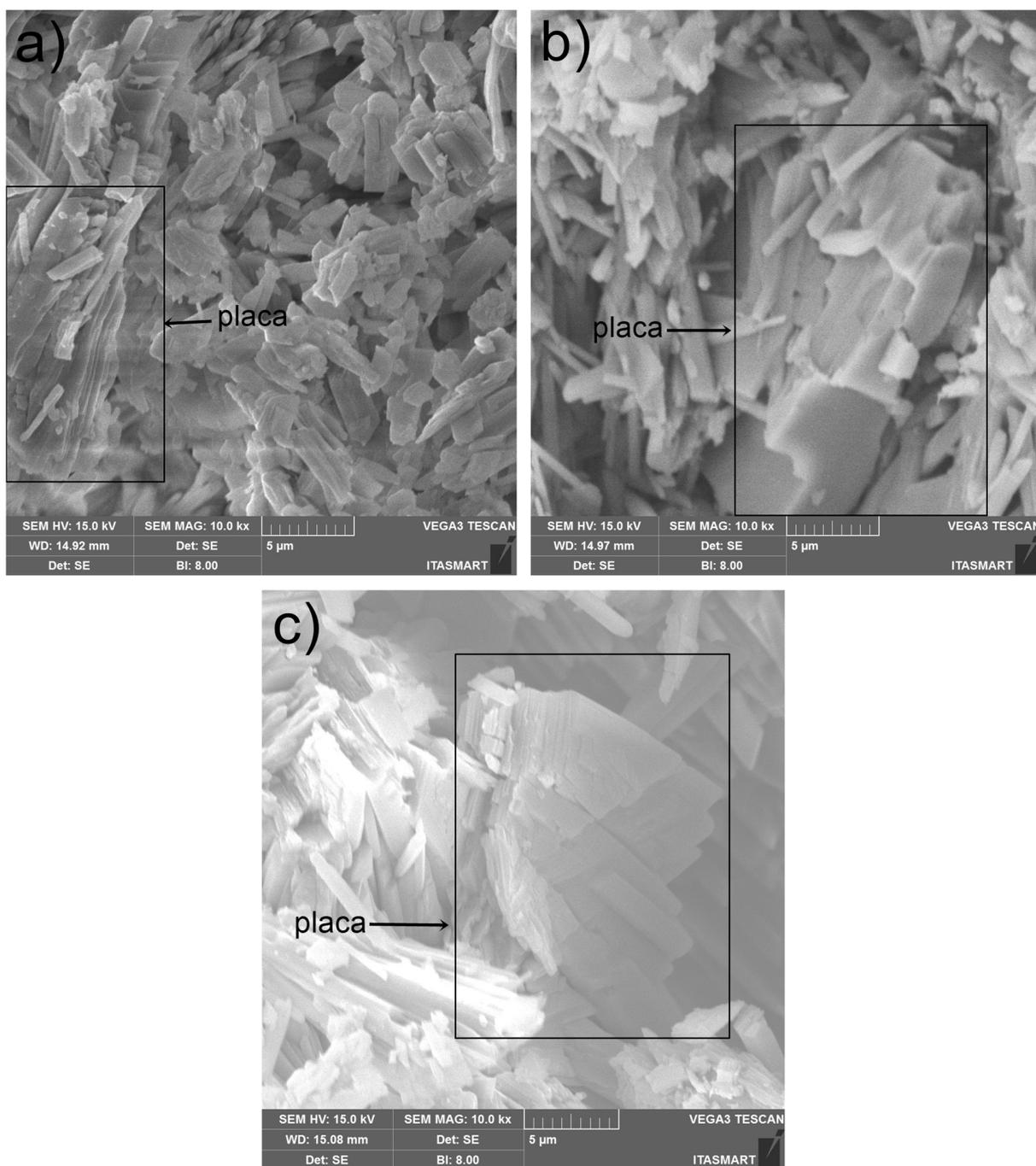
Na Figura 25c o conjunto cristalino de 250MLG apresenta predominância acicular, mas é possível visualizar formação paralela de cristais aciculares de mesmo conjunto acoplados, formando placas, que segundo Vieira, Trovão e Teles (2017), apresentam ligações fortes, mas podem reduzir as ligações e aderência com outros conjuntos, ou seja, prejudica o imbricamento cristalino.

A densidade cristalina pode ser associada às multicamadas de grafeno, que agiram como núcleos de cristalização, além de dissipar o calor aprisionado na região central para regiões periféricas, tendo em vista que a temperatura age como catalisador das reações de hidratação. Em relação à GC, observa-se em 225MLG menores espaços vazios e maior presença de cristalitos.

O grafeno por si só não interfere no entrelace dos cristais, porém, promovendo maior nucleação, contribui para densidade cristalina e maior imbricamento. Quanto à formação de placas, pode-se atribuí-las à falta de energia para individualização dos cristais.

A Figura 26 apresenta ampliações em 10.000x, sendo possível analisar que as amostras com MLG apresentaram cristais aciculares mais densos e de formatos mais regulares que à amostra GC, apresentando alguns conjuntos acoplados em mesma direção, prejudicando entrelaçamento. Segundo Hincapíe e Cincotto (1997), o imbricamento é um dos principais responsáveis pela resistência mecânica do gesso. A presença de placas compostas por acoplamento de cristais de crescimentos paralelos pode indicar maior densidade cristalina, embora prejudique o imbricamento, o que pode acarretar na redução de desempenho mecânico.

Figura 26 – MEV – 10.000x. a) Amostra GC. b) Amostra 225MLG. c) Amostra 250MLG



Fonte: Do autor, 2021

Morfológicamente, os cristais das amostras com MLG são distintos da amostra GC. Observa-se maior densidade, superfícies lisas, quinas vivas e dimensões menores. Há maior entrelace entre cristais aciculares, e presença de cristalitos, que favorecem o

material, mecanicamente. Por outro lado, as placas se formaram em maior quantidade nas amostras com MLG, o que pode ser um fator prejudicial ao desempenho mecânico.

Acredita-se que a maior formação de acoplamentos se deva à energia insuficiente no ato de confecção da pasta, dificultando a individualização dos cristais. O processo de cristalização do gesso pode ser constantemente alterado conforme seu contato com ciclos de molhagem e umidade (COQUARD et al., 1994; JOHN; CINCOTTO, 2017). Tendo isso em mente, pode-se sugerir que a variação de umidade possibilitou a hidratação tardia das placas, fornecendo energia suficiente para seu desacoplamento em cristais aciculares.

Pode-se relacionar as placas mais robustas observadas nas amostras 225MLG e 250MLG à hidrofobicidade do grafeno e a dificuldade da penetração de umidade nas amostras analisadas. Os exemplares deste estudo foram submetidos à cura em ambiente não climatizado, impossibilitando o controle de umidade e temperatura e seus efeitos nas propriedades mecânicas dessas amostras.

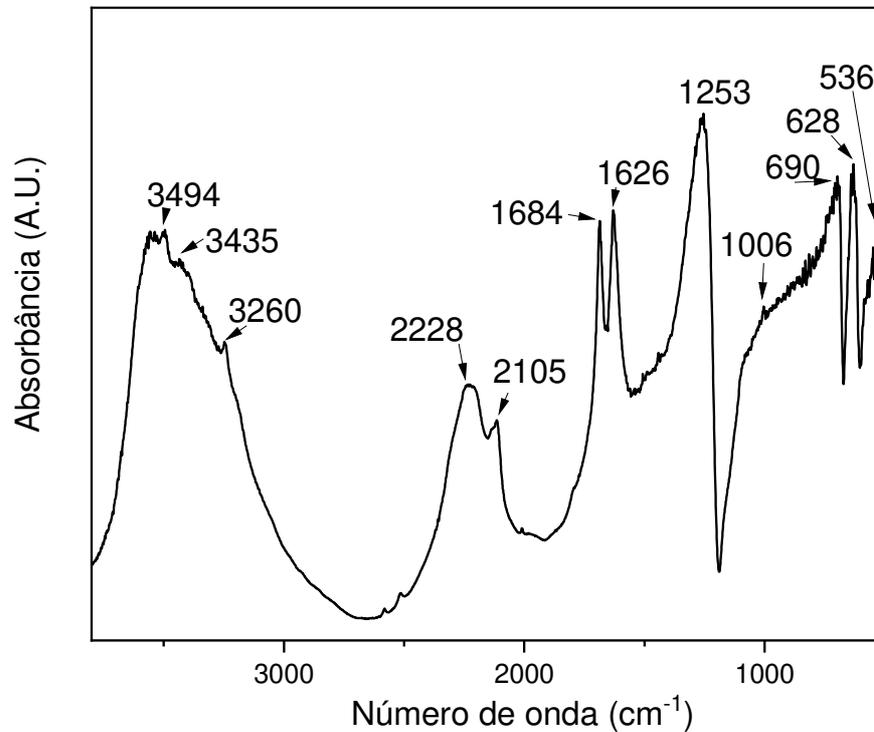
4.3 ESPECTROSCOPIA INFRAVERMELHA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Foram analisadas por espectroscopia de infravermelho amostras de todas as faixas experimentais desse estudo, além da amostra referência. Para Santana (2008), as fases cristalinas podem ser observadas em três regiões espectrais:

1. Estiramento vibracional OH na banda de $3000 - 3800\text{cm}^{-1}$
2. Deformação vibracional OH na banda de $1500 - 1800\text{cm}^{-1}$
3. Deformação vibracional SO_4 na banda de $500 - 750\text{cm}^{-1}$

As bandas de absorção de água são detectadas na região de $3600-3200\text{cm}^{-1}$ (estiramento vibracional) e na região de 1650cm^{-1} (banda de deformação por flexão).

Figura 27 – Espectro de infravermelho no intervalo 3800 – 500 cm^{-1} para GC



Fonte: Do autor, 2021

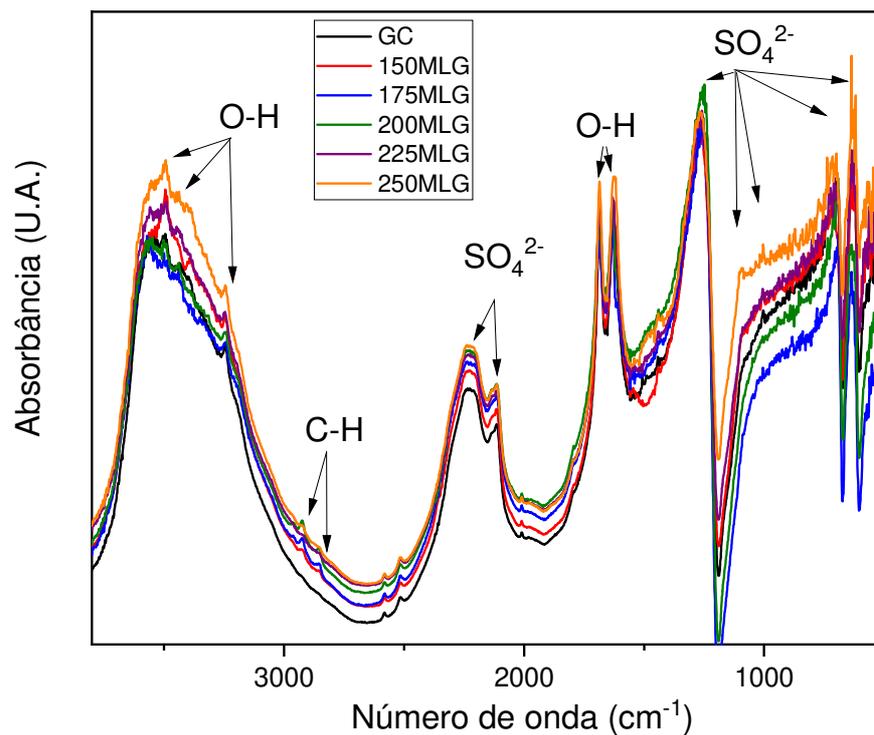
A absorção de água está diretamente relacionada às ligações de hidrogênio, portanto, a quantidade de ligações de hidrogênio presente na amostra influencia a intensidade, frequência e largura das bandas. Quanto mais largas as bandas, maior a quantidade de ligações de hidrogênio.

A Figura 27 apresenta o espectro da amostra GC no intervalo 3800-500 cm^{-1} . Segundo Mandal e Mandal (2002), as bandas 1690 e 1630 cm^{-1} , relativas à presença de dois tipos de moléculas de água, tem características de moléculas de ligações fracas e moléculas de ligações fortes, respectivamente.

No intervalo de 3800 a 2500 cm^{-1} observa-se estiramentos da água, apresentando três bandas de absorção: 3260, 3435 e 3494 cm^{-1} . Em alguns espectros do dihidrato os posicionamentos podem ocorrer de forma mais definida em posições diferentes. As

diferenças no posicionamento e definição estão relacionadas às ligações formadas entre as moléculas de água, que, quando próximas aparecem em maior quantidade.

Figura 28 – Espectroscopia IR no intervalo 3800 – 500 cm^{-1} para todas as faixas amostrais



Fonte: Do autor, 2021

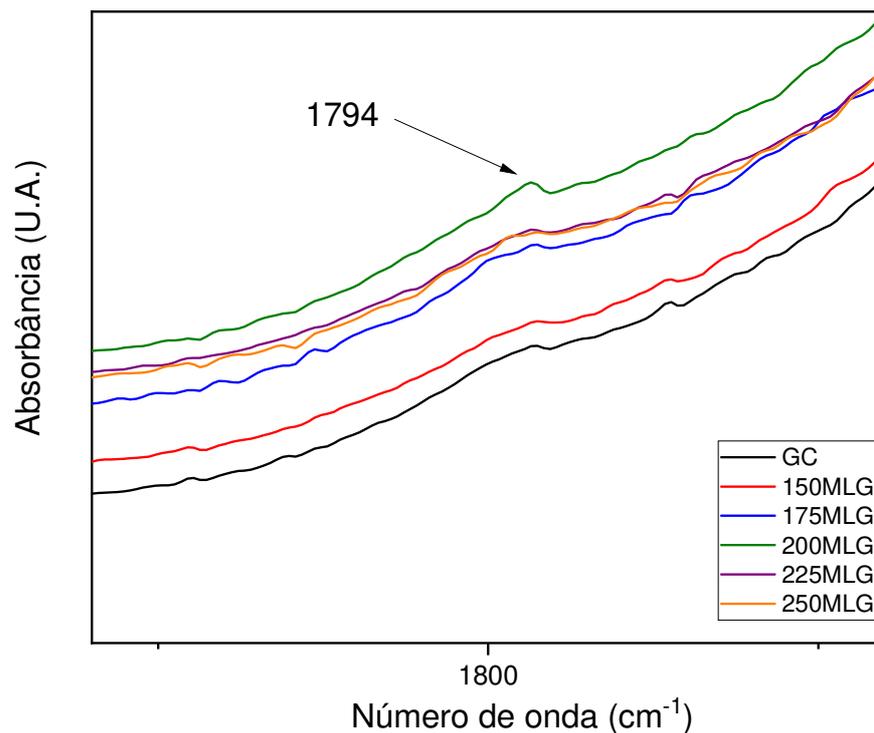
Para o SO_4^{2-} , as principais bandas de absorção estão posicionadas próximas a 1000, 1105 e 650 cm^{-1} . Mandal e Mandal (2002) afirmam que as bandas podem apresentar diferentes simetrias. Regiões próximas de 630 e 700 cm^{-1} normalmente se apresentam como bandas fortes.

Em sobreposição (Figura 28), percebe-se muita similaridade entre os espectros das amostras com MLG e o espectro de referência, GC, indicando que o grafeno não interfere na química do material.

Segundo Santana (2008), bandas próximas à 1622 cm^{-1} indicam a quantidade de dihidratos presentes na amostra, assim como a banda 1794 cm^{-1} , de forma mais discreta, indica em intensidades menores, maiores teores de hemihidratos.

Neste trabalho não se observou variações significativas entre as faixas amostrais na banda 1626 cm^{-1} . Na posição 1794 cm^{-1} foram identificadas bandas discretas, como sugerido por Santana (2008), e verificou-se maior intensidade e definição no espectro de 200MLG (Figura 29), indicando, modestamente, menor quantidade de hemihidratos nessa faixa amostral, sugerindo, talvez, maior hidratação.

Figura 29 – Espectro IR no intervalo $1865 - 1730\text{ cm}^{-1}$ para todas faixas amostrais. Análise de banda 1794 cm^{-1} , relacionada à quantidade de hemidratos

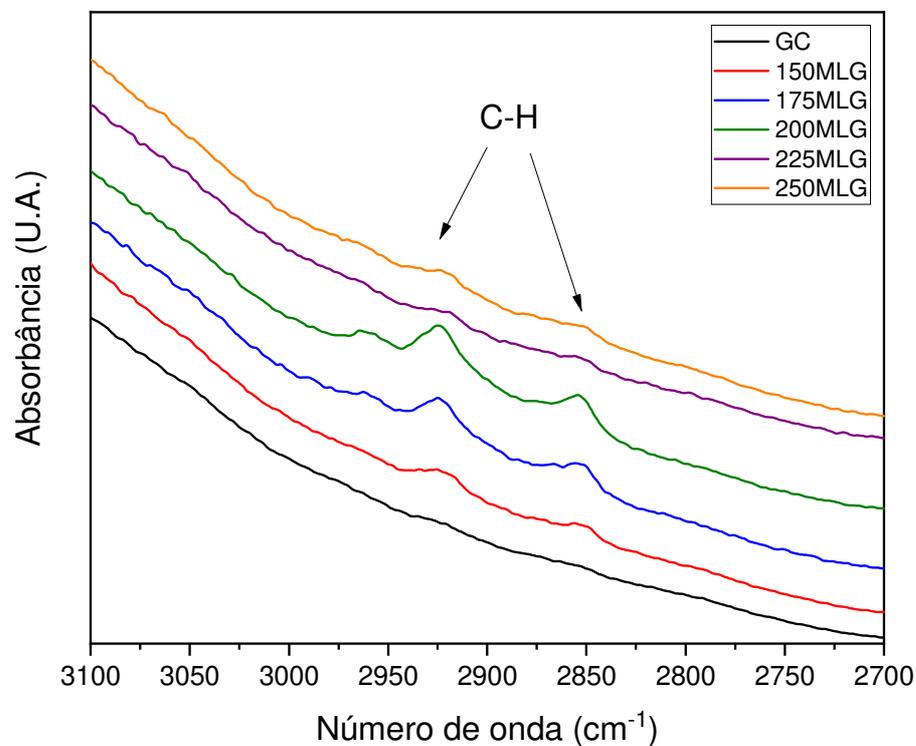


Fonte: Do autor, 2021

Observa-se na Figura 30 nas posições 2846 e 2914 cm^{-1} o aparecimento de bandas para as amostras com aditivo, referentes às ligações C-H, que podem estar

relacionadas à quantidade de MLG disperso na amostra analisada. Percebe-se progressão nas intensidades das bandas à medida que a concentração de MLG aumenta até a dosagem de 0,02% (200MLG). As bandas podem estar relacionadas à formação de carbonato de cálcio, substância utilizada em aditivos plastificantes que garantem maior densidade ao gesso.

Figura 30 – Espectro IR no intervalo 3120 – 2620 cm^{-1} para todas faixas amostrais. Análise bandas relacionadas às ligações C-H



Fonte: Do autor, 2021

Acredita-se que as bandas referentes à C-H em menor intensidade nas amostras 225MLG e 250MLG sejam resultados de possível má dispersão de MLG, aumentando a probabilidade de que as amostras analisadas apresentassem baixos teores de grafeno em determinados pontos da amostra.

As bandas identificadas na literatura nos trabalhos dos autores especificados na Tabela 9 foram utilizadas como comparativo para este estudo.

Tabela 5: Frequências vibracionais para o gesso

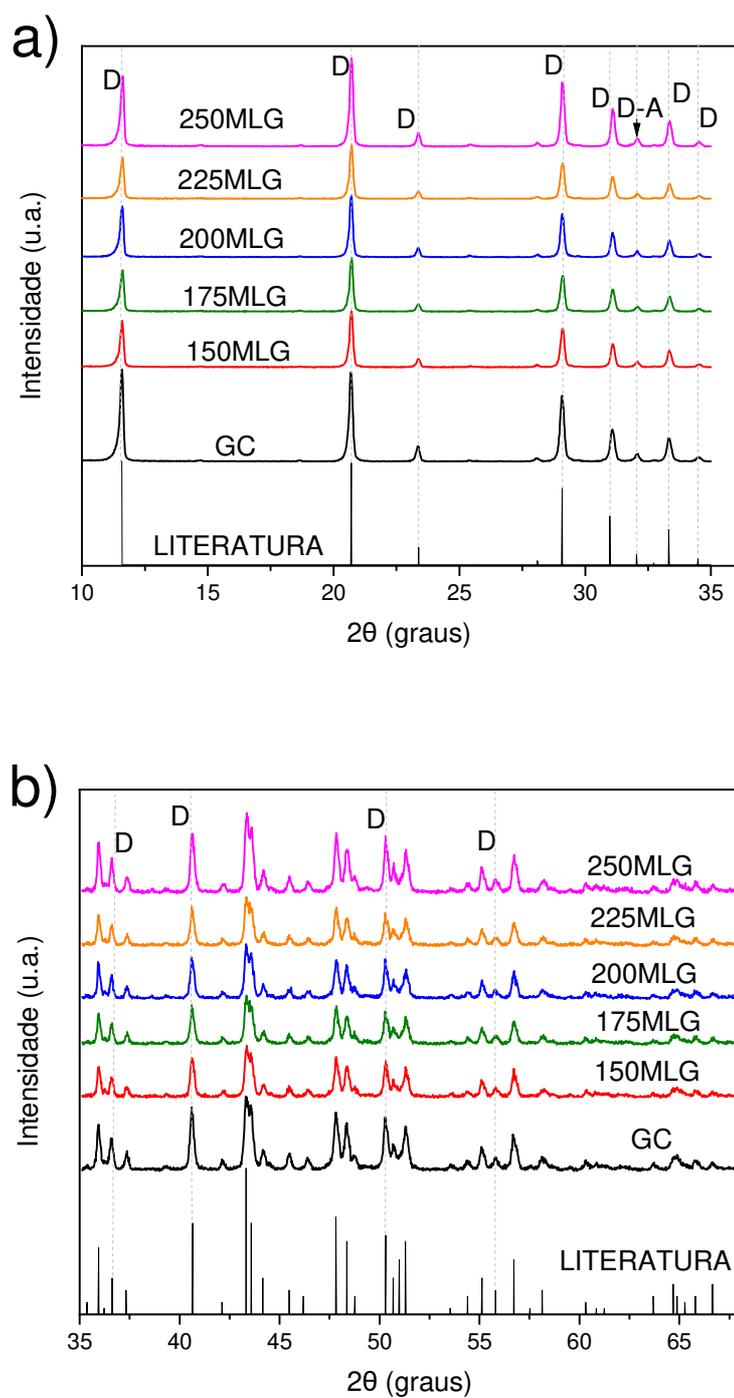
EXPERIMENTAL	(HASS; SUTHERLAND, 1956)	(BARBOSA et al., 2014)	(SANTANA, 2008)	(COOPER; MUSTARD, 2002)	(HUG, 1997)	(ANBALAGAN et al., 2009)	ATRIBUIÇÕES
(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	
536	580	591	-	494	-	506	U _R ' (H ₂ O)
628	604	620	636	623	-	603	u ₄ (SO ₄)
690	672	-	650	-	660	682	u ₄ (SO ₄)
1006	1000	1007	1008	1008	1000	1019	u ₁ (SO ₄)
1100	1118	1132	1105	1139	1110	1115	u ₃ (SO ₄)
1253	1205	1242	-	-	-	-	u ₄ + u ₄ (SO ₄)
1626	1623	-	1622	-	1610	1620	u ₂ (H ₂ O)
1684	1685	-	1685	-	-	1682	u ₂ (H ₂ O)
2105	2112	-	-	-	-	-	u ₄ + u ₄ (SO ₄)
2228	2235	-	-	-	2220	2223	2u ₃ (SO ₄)
2826	-	-	-	-	-	2846	-CH
2915	-	-	-	-	-	2914	-CH ₂
3260	3248	-	3245	-	-	-	u ₂ + u ₂ (H ₂ O)
3435	3430	-	3392	3345	3380	3404	u ₁ (H ₂ O)
3494	3495	-	3495	3452	3500	3500	u ₃ (H ₂ O)

4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

A Difração de Raios-X foi empregada em amostras de todas as faixas amostrais deste estudo com idades superiores a 120 dias. As medidas foram feitas em Difratorômetro de Raios-X XRD-6100 da Shimadzu no intervalo de - 6° ~ 80° (2θ) com velocidade de varredura de 1° por minuto (2θ).

Identificaram-se, para amostras experimentais e controle, bandas de difração correspondentes aos principais componentes minerais do gesso para todas as faixas amostrais, em acordo com (MORRIS et al., 1980; LAFUNTE et al., 2014).

Figura 31 – Difratogramas de raios-X dos grupos controle e experimentais, bem como obtido por Morris et al. (1980) e Lafunte et al. (2014) como referência literária. Assinalados picos atribuídos a dihidrato (D) e traços de anidrita (A). a) Intervalo entre 10° e 35°. b) Intervalo entre 35° e 68°



Fonte: Do autor, 2021

Os picos mais intensos de dihidratos foram verificados em regiões próximas à $2\theta = 11,5^\circ$, $20,7^\circ$ e $29,15^\circ$, correspondente aos planos (020), (021) e (041). Picos menos intensos verificados nas regiões entre $2\theta = 23^\circ$ e 35° relacionadas aos planos (040), (111), (221) e (150), característicos do sulfato de cálcio (BARBOSA, et al. 2014).

De acordo com Lafuente et al. (2014), os principais componentes minerais são os dihidratos (D), anidritas (A) e hemidratos (H). Estão presentes nas amostras amostra analisadas os dihidratos e anidritas. A ausência de hemidratos indica que para esta idade que a hidratação foi bem sucedida em todas as faixas (Figura 31).

Entre as amostras 150MLG, 175MLG e 200MLG, observa-se muita similaridade, apresentando intensidade de dihidratos menores que a amostra de referência GC (Figura 31).

Nas amostras 225MLG e 250MLG observa-se alta semelhança com amostra GC (Figura 31). Os resultados sugerem que a longo prazo, a quantidade de dihidratos formados é igual a amostra controle, indicando que o grafeno pode ter atuado como aditivo de alta performance mecânica inicial, se igualando ao gesso comum a longo prazo. Acredita-se que o MLG interferiu na cinética de cristalização, alterando a morfologia dos cristais e seu imbricamento, contribuindo para maior desempenho mecânico nos primeiros dias.

Para cálculos de tamanho de grão, utilizou-se a equação de Scherrer, que é expressa por:

$$tc = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (7)$$

Onde

tc é o tamanho médio do cristalito (nm)

k é a constante de Scherrer

λ é o comprimento de onda da radiação utilizada (nm)

B é a largura e meia altura (FWHM) do pico de difração (em radianos)

θ é o ângulo de Bragg (em radianos)

Através dos resultados obtidos através da equação de Scherrer (7), percebeu-se alta similaridade nos tamanhos de grão entre amostra controle e grupos experimentais, sendo o menor tamanho médio encontrado em GC, e o maior em 200MLG, medindo, respectivamente 50,7 nm e 53,93 nm (Tabela 10). O uso de MLG pode ter ocasionado uma cristalização mais efetiva resultando em cristais pouco maiores que a amostra sem MLG, devido aos efeitos térmicos (transferência de calor mais eficiente) e de repulsão de moléculas de água (devido às propriedades hidrofóbicas dos flocos de MLG).

O sulfato de cálcio dihidratado, o gesso enrijecido, apresenta sistema cristalino monoclinico. Adotada equação (7), a constante de Scherrer (k) aplicada foi 0,91, sugerida para utilização quando a simetria do cristal é desconhecida.

O valor do ângulo β adotado foi o de $114,09^\circ$ e para os ângulos α e γ considerou-se 90° , uma vez que o sistema monoclinico se caracteriza por possuir três eixos cristalográficos de tamanhos distintos (MORRIS et al., 1980).

Tabela 6: Tamanho de grão e volume de células unitárias

Lote	Eixo			Tamanho de Grão (nm)	Célula Unitária (nm ³)
	A	B	C		
GC	$3,396 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,283 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,082 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$50,683 \pm 0,016$	$351,295 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$
150MLG	$3,395 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,272 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,077 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$51,001 \pm 0,016$	$350,696 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$
175MLG	$3,395 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,262 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,077 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$52,108 \pm 0,017$	$350,518 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$
200MLG	$3,395 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,273 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,08 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$53,931 \pm 0,018$	$350,889 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$
225MLG	$3,395 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,288 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,078 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$52,274 \pm 0,017$	$351,152 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$
250MLG	$3,395 \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$	$15,250 \pm 7,6 \cdot 10^{-5}$	$8,078 \pm 4 \cdot 10^{-5}$	$52,578 \pm 0,017$	$350,257 \pm 4,6 \cdot 10^{-14}$

O erro foi calculado considerando incerteza do equipamento utilizado na medida da largura meia altura do pico de difração, considerando metade de sua resolução mínima, de 0,00005 nm.

Observa-se pela Tabela 6 modesta tendência no aumento do tamanho do grão até a amostra 200MLG. Nesse teor de MLG foram obtidos os melhores resultados mecânicos, considerando a tração por compressão diametral e compressão axial na idade de 7 dias.

4.5 TEMPOS DE PEGA

Foram realizados ensaios de início e fim de pega para todas as faixas amostrais deste estudo. Todas as amostras apresentaram patamares de início e fim de pega.

Existem duas tipologias para o gesso beta utilizado na construção civil, objeto deste estudo, sendo elas: gesso de fundição (A) e gesso de revestimento (B). O que difere o gesso A e B é o tempo de pega estipulado pela NBR 13207:2017 que define início de pega no intervalo de 4 a 10 minutos e fim de pega entre 20 e 45 minutos para o gesso de fundição. Para revestimento o início de pega deve acontecer em tempo superior a 10 minutos e o fim de pega em tempo superior a 45 minutos. Na construção civil o gesso de fundição é utilizado na produção em série, em pré-moldados, portanto, o tempo de fim de pega é crucial para celeridade na desforma (BALTAR et al., 2004).

Como é possível observar na Tabela 7, todas as amostras apresentaram desempenho mais similares ao gesso de fundição.

Tabela 7: Tempos de início e fim de pega

Tempos de pega (h:min:s)			
	Início de Pega (T1)	Fim de pega (T2)	T2-T1
GC	00:16:35	00:21:20	00:04:45
150MLG	00:11:40	00:17:28	00:05:47
175MLG	00:13:05	00:21:15	00:08:10
200MLG	00:11:30	00:17:20	00:05:50
225MLG	00:19:35	00:26:20	00:06:45
250MLG	00:12:23	00:16:45	00:04:22

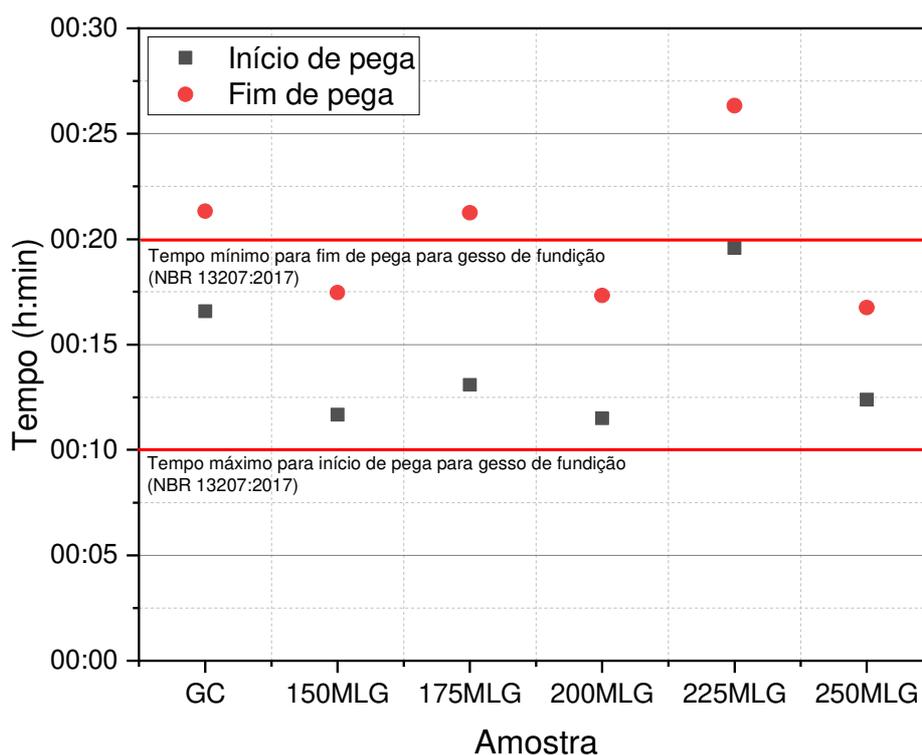
Somente a amostra 225MLG apresentou tempos de início e fim de pega superiores a GC, o que nos indica que o MLG pode ter atuado como retardador de pega nessa faixa. Para as demais faixas observamos tempos de início e fim de pega inferiores a GC, indicando que o MLG nesses teores agiu como acelerador de pega.

Todas as faixas (exceto 250MLG) apresentaram um maior intervalo entre o início e fim de pega em relação a GC, os valores para os intervalos estão na coluna “T2-T1” da Tabela 7. Esse intervalo compreende o período útil de aplicação e moldagem da pasta, ou seja, a maioria das amostras com MLG apresentou maior período para manuseio da

pasta. Enfatiza-se então, que apesar de agir como acelerador de pega o tempo útil de aplicação se estendeu para a maioria dos grupos experimentais.

A diminuição dos tempos de pega pode indicar uma maior atividade de hidratação, devido a criação de mais núcleos de cristalização e conseqüentemente crescimento dos cristais em maior velocidade, uma vez que quanto mais núcleos de cristalização, menores as dimensões unitárias dos cristais (SCHMITZ; TAVARES, 2009). A amostra 225MLG por sua vez apresentou tempos de início e fim de pega superiores a GC, o que indica uma cristalização mais lenta.

Figura 32 – Valores de início e fim de pega em função da concentração de grafeno



Fonte: Do autor, 2021

A pega retardada observada em 225MLG pode estar relacionada à solubilidade do gesso devido à temperatura. O calor age como catalisador das reações de hidratação,

otimizando a taxa de cristalização do material, uma vez que o calor aumenta a solubilidade do gesso. Contudo, esse fenômeno vigora até cerca de 50 °C, acima desta temperatura observa-se queda na solubilidade do gesso. Pode-se atribuir os tempos de pega observados em 225MLG a dissipação de calor promovida pelo grafeno, que pode ter superado 50 °C em diversas regiões da pasta, diminuindo a solubilidade do material, retardando assim sua pega e velocidade de hidratação.

Embora não se observem discrepâncias entre os resultados obtidos entre amostras de mesmo lote, optou-se em repetir o procedimento e mais duas amostras de cada faixa para 150MLG, 200MLG, 225MLG e 250MLG, obtendo resultados muito similares aos apresentados nos primeiros ensaios.

4.6 CONSISTÊNCIA

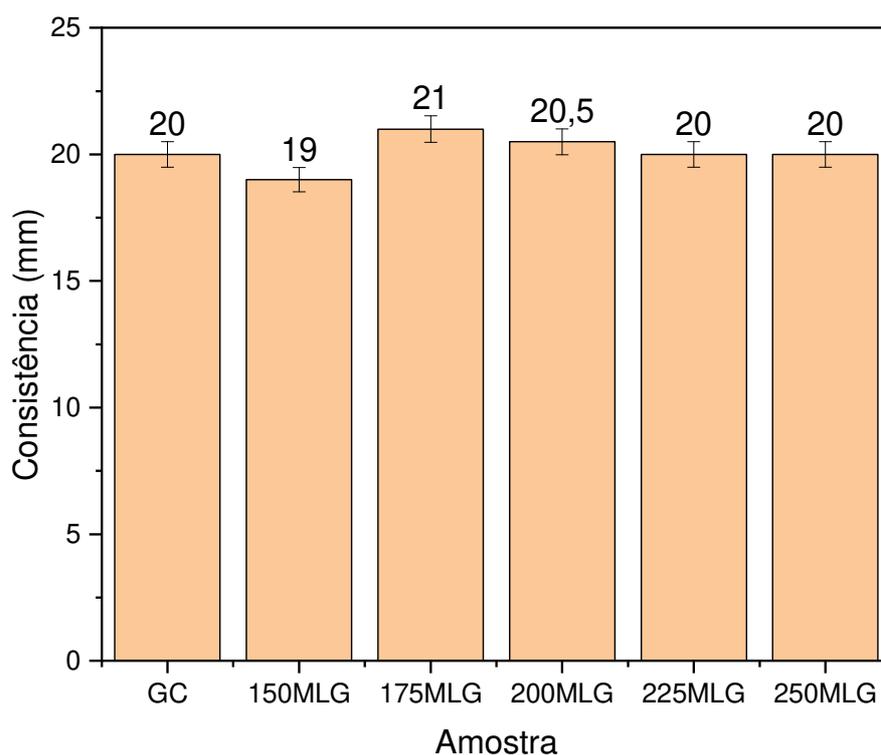
O ensaio de consistência normal é realizado para definição do fator a/g ideal, por indicar a fluidez da pasta. Nesse estudo os ensaios foram realizados com intuito de verificar possíveis mudanças na consistência das amostras com aditivo MLG em relação à amostra GC. O fator a/g adotado foi de 0,5, que de acordo com John e Cincotto (2017) é o mínimo necessário para hidratação total do material com trabalhabilidade aceitável. Atenta-se que o fator a/g apresentado já considera a água utilizada na dispersão do grafeno, portanto, à água de amassamento e água empregada no banho ultrassônico do MLG somam proporção água/gesso de 0,5.

Podemos sugerir pela alta similaridade entre os resultados observados no gráfico da Figura 33 que o MLG não influenciou na consistência da pasta de gesso. As barras de erro foram calculadas pelo método de propagação de incertezas, considerando o erro do equipamento analógico de $\frac{1}{2}$ de sua resolução mínima (1mm).

A pequena diferença observada nos resultados de consistência das amostras 150MLG, 175MLG e 200MLG pode ser explicada pelas possíveis variações na temperatura e umidade do ar no momento de realização do ensaio, uma vez que o laboratório no qual os procedimentos foram realizados não é climatizado. A variação máxima não ultrapassa 5% em relação à GC. Ainda assim, atenta-se que umidade e temperatura se tornaram variáveis a serem consideradas para os resultados analisados

e que devido às condições de infraestrutura de ambiente físico não puderam ser controladas.

Figura 33 – Valores para consistência



Fonte: Do autor, 2021

Atenta-se que a NBR 12128:2019 indica a consistência ideal do material como 30 mm. Optou-se neste trabalho por fixar a/g considerado mínimo para hidratação total e trabalhabilidade aceitável do material para observar o comportamento do aditivo na hidratação do gesso, sem excesso de água na mistura. Nenhuma pasta alcançou consistência ideal exigida pela NBR.

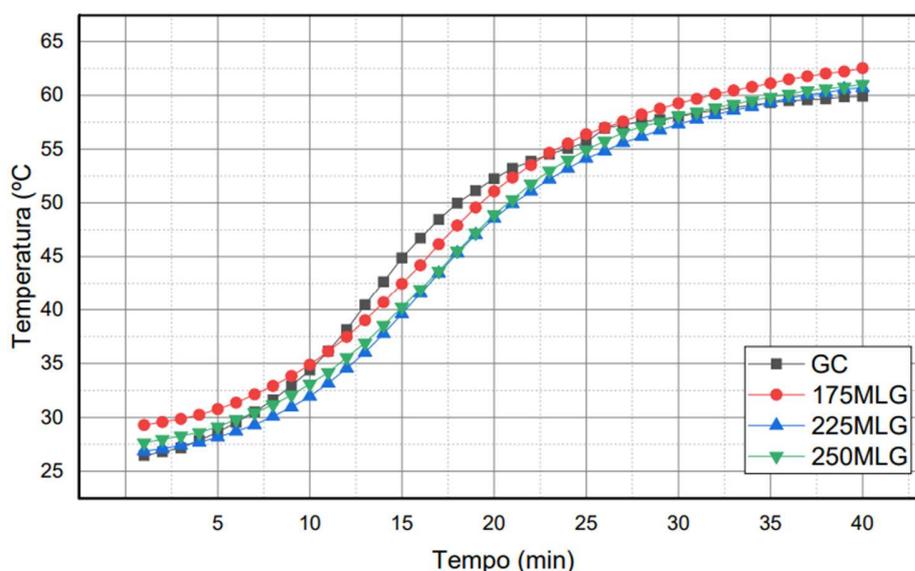
4.7 CURVA DE HIDRATAÇÃO

Através da curva de hidratação proposta por Antunes (1999), ilustrada na Figura 6 pode-se analisar a intensidade das reações de hidratação no ponto de medição de temperatura. A curva padrão proposta indica estágios de homogeneização (período de indução), aplicação e moldagem (tempo útil estimado) e início de estágio sólido (fim de pega), que são referências na análise desse estudo.

Essa correlação entre temperatura e hidratação se deve ao fato de a reação de hidratação do gesso ser exotérmica. O aumento da temperatura medida indica a intensidade das reações de hidratação e conseqüentemente, sua taxa de cristalização no momento de aferição. A partir da comparação com curva observada para amostra controle, interpreta-se possíveis alterações causadas pelo MLG no processo de hidratação e cristalização do gesso relacionadas à dispersão de calores acumulados na região central da amostra.

O termopar (tipo K) foi posicionado ao centro da amostra. Os ensaios foram realizados em laboratório climatizado (LFFPP) a 25 °C e o procedimento foi exatamente o mesmo para todas faixas amostrais.

Figura 34 – Curva de hidratação (tempo útil estimado)

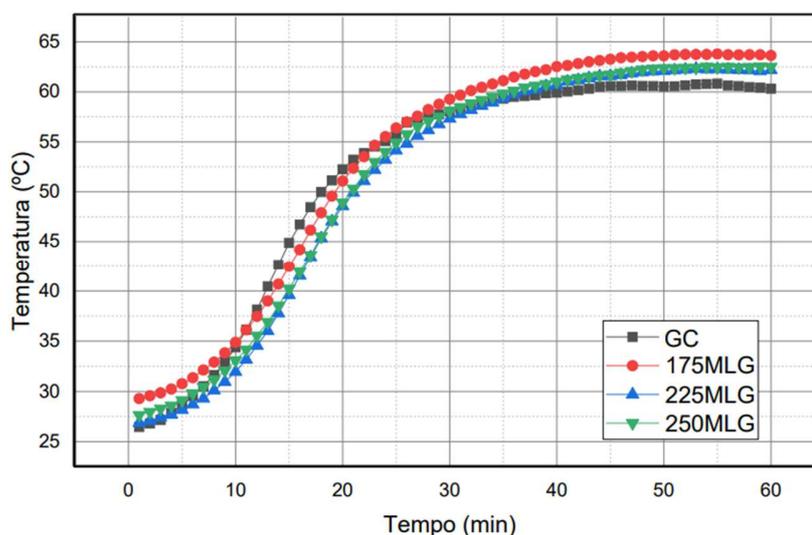


Fonte: Do autor, 2021

É possível observar na região relacionada ao tempo útil estimado da curva de hidratação (Figura 34) que a amostra GC apresentou as maiores temperaturas entre 12 e 22 min, aproximadamente.

A amostra controle apresentar maiores temperaturas no período útil de aplicação do gesso pode indicar aprisionamento de calor interno à pasta. Observa-se após fim de pega (aprox. 50 min) que a pasta gesso referência apresentou as menores temperaturas, reforçando a teoria de que as reações exotérmicas foram menos intensas que as amostras com MLG.

Figura 35 – Curva de hidratação (fim de pega)



Fonte: Do autor, 2021

Levando em conta que o aditivo empregado é um excelente condutor térmico, a análise de calorimetria não poderia ser realizada sem que essa propriedade fosse considerada. Podemos sugerir que a temperatura para GC no período útil estimado se deve ao aprisionamento de calor interno à pasta, uma vez que o gesso é um mal condutor térmico. O grafeno, por sua vez, é um excelente condutor de calor e pode ter auxiliado na distribuição de calor ao longo de toda extensão da pasta, diminuindo assim a temperatura na região central no momento de maior intensidade das reações. Vale

ressaltar que o calor é um catalizador da hidratação até 50 °C, uma vez que aumenta a solubilidade do hemi-hidrato, possibilitando maior supersaturação dos íons Ca^{+2} e SO_4^{-2} originando hidratos que compõe os núcleos dos dihidratos (PHILLIPS, 1986). Atenta-se ainda que as menores temperaturas observadas na região de “tempo útil estimado” analisado estão relacionadas às amostras com maiores teores de MLG. Ressalta-se ainda que as temperaturas analisadas nas curvas de hidratação superam os 50 °C, mas que o método se realiza condições de isolamento térmico, diferente das amostras ensaiadas em condições ambientes.

O início de pega para método de Vicat e na curva de hidratação tende a ser acelerado para as amostras com MLG, podendo-se observar maior temperatura inicial para amostras com aditivo. Isso indica maior nucleação, visto que quanto mais núcleos, mais rápido será o ganho de viscosidade do material inicialmente (LEWRY; WILLIAMSON, 1994). Observando a curva de hidratação após período de fim de pega na Figura 35 (aprox. 50min) percebe-se tendência de estabilização de temperatura.

Pode-se analisar que após os 40 min GC apresenta menores temperaturas e maior tendência de queda que as demais amostras (Figura 35). Sabendo que os processos de cristalização continuam em menor intensidade após total enrijecimento da amostra, esse fator pode indicar que as reações de cristalização nesse período são mais intensas para as amostras com MLG. Nesta hipótese, podemos sugerir que as amostras com multicamadas de grafeno apresentaram maior atividade de cristalização, possivelmente pela criação de maior número de núcleos em relação a GC.

Associando o acelerado início de pega observado nos dois métodos desse estudo (curva de hidratação e aparelho de Vicat) às temperaturas mais altas após fim de pega para amostras com MLG, sugere-se que o grafeno possa ter distribuído calor aprisionado ao centro da pasta durante tempo de maior intensidade de atividades de hidratação, produzindo melhor distribuição de núcleos de cristalização.

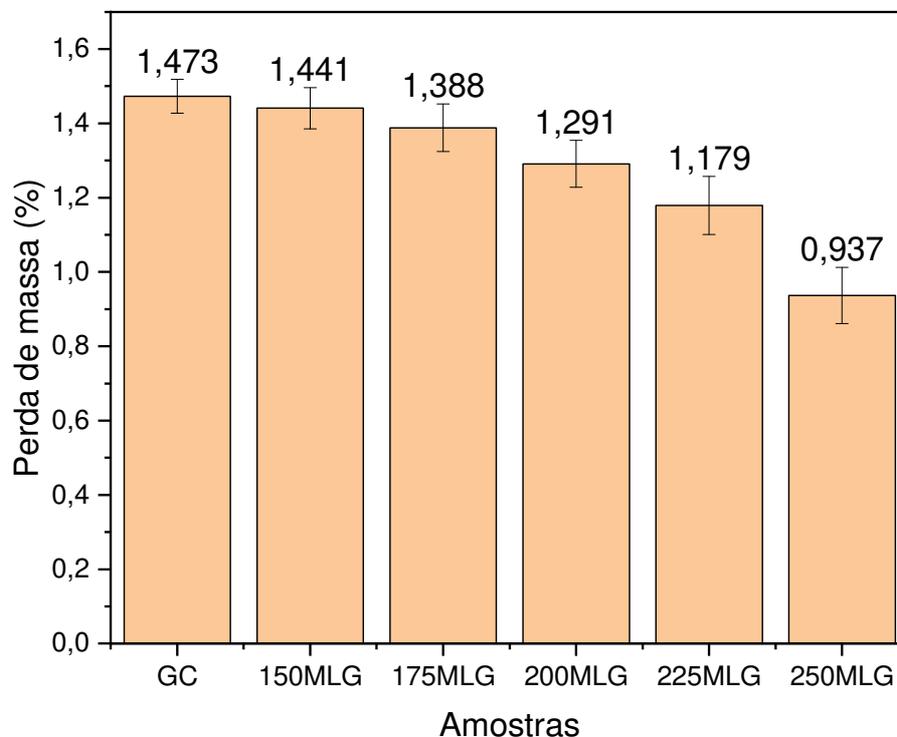
Analisa-se que mesmo a amostra 250MLG (que apresentou tendência de aglomeração de MLG) apresentou bom desempenho térmico, indicando que quanto à condução de calor os aglomerados de multicamadas de grafeno ainda se mostram eficientes. Contudo, deve se levar em consideração que a condição pseudoadiabática favorece o aumento de temperatura da pasta e que acima de 50° C a solubilidade do

gesso cai, apresentando, portanto, algumas distinções no processo de hidratação do gesso confeccionado sob temperatura e umidade ambiente. Por este motivo é comum que os tempos de pega observados nas curvas sejam maiores que os obtidos através do aparelho de Vicat, por exemplo. Nesse cenário, as curvas são interpretadas sob caráter comparativo entre grupos experimentais e grupo controle, sob mesmas condições.

4.8 PERDA DE MASSA POR SUBMERSÃO EM ÁGUA

O ensaio de perda de massa por submersão constitui-se basicamente em submergir material seco à temperatura ambiente em água por período determinado e analisar a massa perdida após processo.

Figura 36 – Perda de massa por submersão em água



Fonte: Do autor, 2021

O gesso é um material solúvel, e quando exposto a água tende a incorporá-la enfraquecendo as ligações entre os cristais por pressão capilar. Quanto mais intensas as interações entre as superfícies dos cristais e menor a porosidade do corpo sólido, mais resistente à ação da água será o material.

O processo de hidratação do gesso durante o chamado período de indução, também tem influência quanto à tolerância à água do material endurecido. Um maior grau de hidratação garante a formação de mais dihidratos, que além de formarem os cristais, são cerca de 5 vezes menos solúveis que os hemi-hidratos.

Observou-se que quanto maior a dosagem de grafeno empregada na pasta de gesso, menor foi a perda de massa média (Figura 36). As barras de erro foram calculadas a partir da incerteza do equipamento (balança da marca Marte, modelo AD5002, capacidade 5kg) de 0,05g para massas de até 500g.

A amostra 250MLG perdeu cerca de 36,4% menos massa que a amostra confeccionada sem o aditivo. Podemos sugerir que as amostras com grafeno apresentem maior densidade cristalina e maior interação intergranular que o gesso referência, o que propiciou menor perda de massa apesar da alta hidrofiliabilidade do material. A hidrofobicidade do grafeno também pode ter contribuído dificultando a penetração de água nos poros do gesso e dessa forma mantendo sua estrutura mais agregada em comparação com o material de referência impedindo o desprendimento de material

4.9 DUREZA SUPERFICIAL

Quanto à dureza, observou-se que o MLG otimizou o desempenho do gesso. Nos resultados obtidos aos 7 dias após moldagem, a faixa amostral 250 MLG apresentou dureza 62% superior ao Grupo Controle (GC). Aos 30 dias o melhor desempenho foi observado nas faixas amostrais 175MLG e 250MLG, com dureza 20,59% superior à amostra GC.

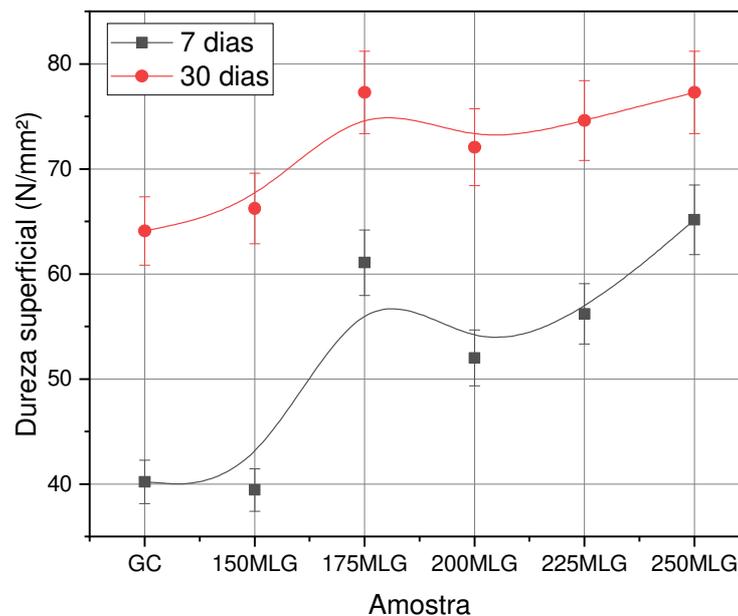
Observa-se também acentuada melhoria de desempenho na faixa 175MLG em relação a 150MLG em ambas as idades, sendo desempenho de 175MLG superado apenas por 250MLG no que diz respeito à resistência à dureza superficial aos 7 dias.

Tabela 8: Resistência média à dureza superficial

Resistência à dureza superficial (N/mm²)		
	7 dias	30 dias
GC	40,21 ± 2,07	64,10 ± 3,26
150MLG	39,43 ± 2,03	66,24 ± 3,37
175MLG	61,08 ± 3,11	77,30 ± 3,92
200MLG	52,00 ± 2,66	72,07 ± 3,66
225MLG	56,20 ± 2,87	74,61 ± 3,79
250MLG	65,15 ± 3,31	77,30 ± 3,92

Coquard et al. (1994) afirmam que a porosidade influencia na queda de desempenho mecânico à compressão, tração, flexão e dureza. O aumento da dureza superficial nas amostras com MLG pode estar relacionado a maior intensidade nas reações de hidratação e cristalização, onde o grafeno pode ter atuado como núcleo de cristalização e/ou incentivado maior produção de cristais.

Figura 37 – Dureza média das faixas amostrais (NBR 12129:2019) obtida pelo método de impressão esférica. As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos.



Fonte: Do autor, 2021

A imagem produzida por MEV (Figura 25) demonstra maior densidade cristalina para a amostra 225MLG, o que favorece o preenchimento de vazios, diminuindo a porosidade do material, o que poderia justificar o aumento da dureza superficial das amostras com aditivo.

Os erros apresentados na Tabela 8 e Figura 37 foram calculados a partir da equação (8), pelo método de propagação de incertezas, considerando as imprecisões dos equipamentos utilizados na medida da impressão esférica em superfície do CP e no carregamento aplicado. A incerteza adotada para o paquímetro utilizado foi de metade de sua resolução mínima de 0,02 mm. Em relação a prensa, o erro foi de 5% do valor do carregamento máximo (conforme informado pelo fabricante) de 500 N para todas as amostras deste ensaio.

$$\Delta P = \sqrt{\left(\frac{\partial P}{\partial x}\right)^2 (\Delta x)^2 + \left(\frac{\partial P}{\partial y}\right)^2 (\Delta y)^2} \quad (8)$$

Onde

P é a grandeza calculada a partir de uma grandeza com erro (N/mm²)

x é o carregamento máximo (N)

Δx é o erro do carregamento, de 5% de "x" (N)

y é a área na qual a força "x" foi aplicada (mm²)

Δy é o erro do equipamento de medida utilizado aplicado a área "y" (mm²)

A amostra que demonstrou melhor desempenho aos 7 dias foi 250MLG, que com resistência à dureza de 65,15 N/mm², 62% maior que a amostra GC, com resistência de 40,2 N/mm². Aos 30 dias 250MLG também apresentou o melhor resultado, similar à amostra 175MLG, desempenhando 77,3 N/mm², 20,59% mais resistente à dureza superficial que GC, que apresentou 64,09 N/mm² como resultado médio.

Todas as amostras alcançaram resistência acima da mínima exigida pela NBR 13207:207, de 30 N/mm², atendendo, portanto, às exigências impostas pela Norma Brasileira relativa à dureza superficial do gesso.

4.10 COMPRESSÃO AXIAL

Para compressão, pelo menos 3 amostras a cada idade foram ensaiadas para cada faixa. Usualmente na literatura se adota-se idades de 7 e/ou 28 dias. Nesse estudo adotamos as idades de 1, 3, 7, 15, 30 e 60 dias, com a finalidade de analisar os efeitos do MLG a curto e longo prazo.

Tabela 9: Resistência média à compressão axial (NBR 12129:2019)

RESULTADOS COMPRESSÃO AXIAL (MPa)						
Idade Ensaio	GC	150MLG	175MLG	200MLG	225MLG	250MLG
1 dia	2,87 ± 0,14	2,87 ± 0,14	2,47 ± 0,12	2,37 ± 0,12	2,20 ± 0,11	3,35 ± 0,17
3 dias	2,83 ± 0,14	2,90 ± 0,15	3,07 ± 0,15	3,45 ± 0,17	2,45 ± 0,12	3,33 ± 0,17
7 dias	3,03 ± 0,15	3,03 ± 0,15	3,17 ± 0,16	6,73 ± 0,34	5,10 ± 0,26	5,37 ± 0,27
15 dias	5,35 ± 0,27	4,75 ± 0,24	5,12 ± 0,26	5,73 ± 0,29	5,45 ± 0,27	5,75 ± 0,29
30 dias	5,47 ± 0,27	5,75 ± 0,29	5,30 ± 0,27	5,80 ± 0,29	6,93 ± 0,35	5,85 ± 0,29
60 dias	6,45 ± 0,32	6,05 ± 0,30	6,10 ± 0,31	6,40 ± 0,32	6,20 ± 0,31	6,20 ± 0,31

Considerando que a resistência é dada em tensão (força/área), os valores demonstrados nas barras de erro (Tabela 9 e Figura 38) foram calculados a partir do método de propagação de incertezas demonstrado na equação (8), considerando o erro da prensa utilizada de 5% sobre o carregamento máximo aplicado (segundo informe do fabricante) e erro do paquímetro utilizado para medidas das arestas aplicadas no cálculo de área de superfície ensaiada, considerando a metade de sua resolução mínima de 0,02 mm.

Estão representados no gráfico apresentado na Figura 38 os desempenhos médios para as faixas amostrais GC, 200MLG, 225MLG e 250MLG.

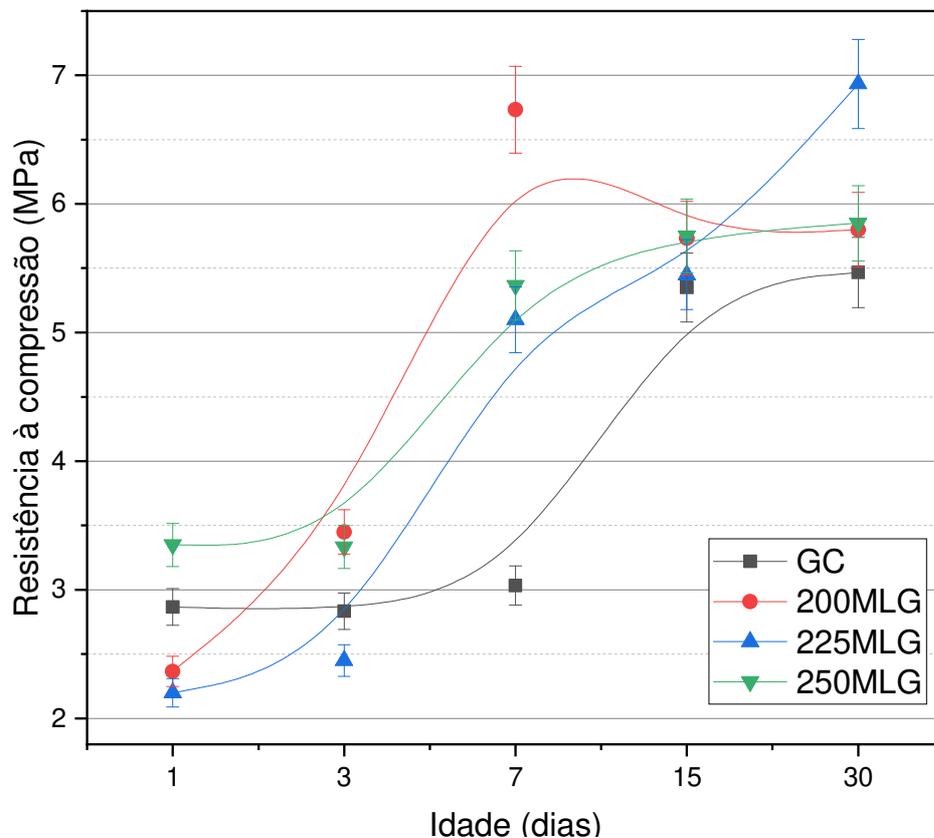
Quanto aos desempenhos mecânicos à compressão obtidos na primeira idade, pela Tabela 9 percebe-se similaridade entre os resultados, sendo único destaque para a

amostra 225MLG, com resistência inferior à GC. Em idades medianas nota-se que para algumas faixas amostrais o MLG melhorou o desempenho mecânico, e, nas últimas idades houve tendência de estabilização próximo aos resultados obtidos para GC.

Na faixa amostral 150MLG, aparentemente o MLG não provocou mudanças significativas, sendo os resultados dos ensaios no estado fluido e resistência à compressão axial muito semelhantes aos resultados da amostra referência GC. Em 175MLG percebe-se modesto aumento para resistência mecânica à compressão nas idades de 3 e 7 em relação à GC.

Para a amostra 200MLG observa-se um alto desempenho aos 7 dias, cerca de 122% mais alto que GC na mesma idade.

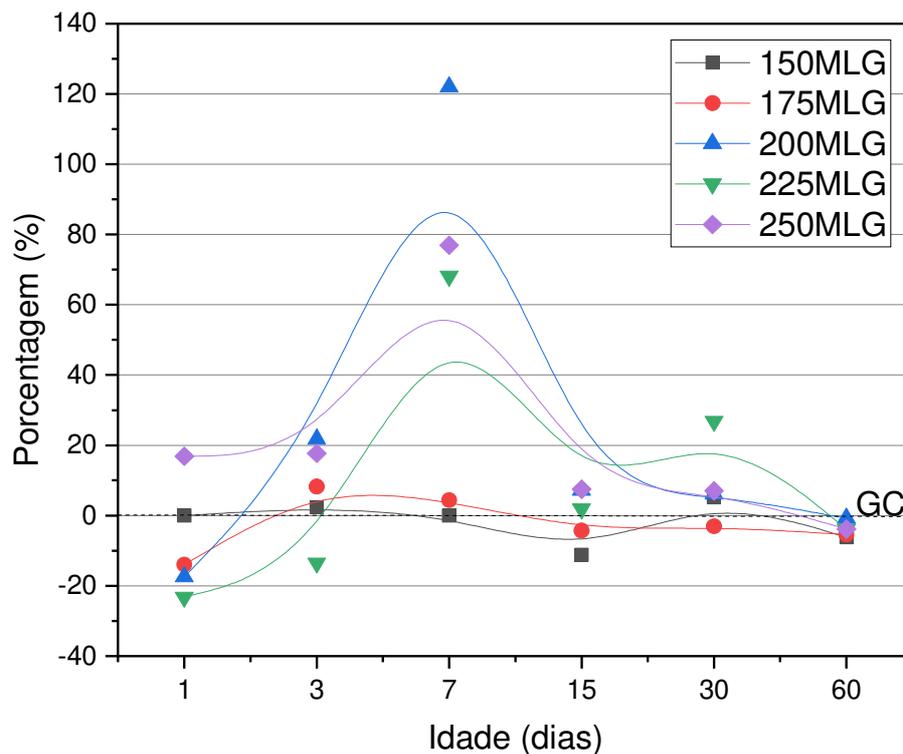
Figura 38 – Resistência média à compressão axial em função da idade (NBR 12129:2019). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos



Fonte: Do autor, 2021

Observa-se que a amostra 225MLG apresentou ótimo resultado aos 7 dias (38,13% superior à GC), o melhor desempenho entre todas as faixas aos 30 dias (26,83% maior que GC) e o menor desempenho nas primeiras idades (23,25% menor que GC). Esse resultado está de acordo com tempo de pega observado para essa amostra. 225MLG foi a única faixa que apresentou tempos de início e fim de pega superiores a amostra controle, indicando cristalização mais lenta que as demais faixas. O resultado obtido ao primeiro dia pode ser justificado pela baixa taxa de cristalização nessa idade.

Figura 39 – Resistência média à compressão axial (Variação percentual em relação GC). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos



Fonte: Do autor, 2021

Peyton e Craig (1974), Phillips (1986), Hulett e Allen (1902) e Marshall e Slusher (1966) afirmam que a ação da temperatura altera o tempo de pega do gesso, que acima de 50 °C a razão de solubilidade do hemihidrato e dihidrato diminuem, ocasionando o

retardo do tempo de pega aumentando a mobilidade dos íons de cálcio e sulfato à medida que a temperatura do meio aumenta. Referente à curva de hidratação, podemos sugerir que o grafeno, na amostra 225MLG, pode ter distribuído calor aprisionado internamente à pasta aumentando a temperatura nas suas extremidades, aumentando também a mobilidade dos íons Ca^{2+} SO_4^{2-} retardando sua pega, melhorando o processo de distribuição dos íons e assim a cristalização dos núcleos.

Os resultados obtidos para 250MLG demonstraram-se melhores que GC e todas demais faixas com MLG nas idades de 1, 3 e 15 dias. Destaque para o desempenho aos 7 dias, 76,92% superior à faixa amostral do grupo controle.

Observa-se queda de resistência para 200MLG de 7 para 15 dias e 250MLG de 30 para 60 dias. Pode-se atribuir essa queda ao possível aumento de umidade ambiente, provocando a presença de água livre nos poros enfraquecendo as interações intercrystalinas. Coquard et al (1994) e John e Cincotto (2017) afirmam que a presença de água livre infiltrada no gesso enfraquece as ligações entre os cristais diminuindo seu desempenho mecânico, e que, com a evaporação do líquido as ligações são reestabelecidas e a resistência mecânica é retomada. Essa propriedade pode justificar a retomada parcial de resistência observada aos 30 dias em 250MLG.

A adesão intercrystalina é garantida pela água confinada presente entre os cristais de gesso próximo a região de imbricamento. Essa água apresenta comportamento vítreo. A água livre por sua vez, apresenta comportamento distinto, respondendo a estímulos capilares e variação de temperatura. Acredita-se que a presença de aditivo hidrofóbico como o grafeno possa interferir na estabilidade intercrystalina, prejudicando o imbricamento quando há presença de água livre advinda não utilizada na hidratação do hemidrato até que ela evapore, o que pode explicar também o fenômeno de queda de resistência e posterior retomada.

Considerando a similaridade dos resultados de 200MLG aos 7 dias com 60 dias, e 225MLG aos 30 dias com 60 dias, sugere-se sob condições de umidade constante a resistência se estabilizaria na idade de maior desempenho mecânico, uma vez que o aumento da umidade ambiente pode ser a responsável pela queda de resistência observada em determinadas idades em alguns lotes.

Nota-se aos 60 dias desempenhos muito similares entre todas as faixas, assinalando que o MLG funcionou como um aditivo de alta resistência inicial à compressão, principalmente aos 7 dias.

4.11 TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL

Para tração, adotaram-se datas de ensaio de 1, 7, 30 e 60 dias para verificação dos efeitos do MLG a curto e longo prazo, assim como na análise de compressão axial.

Analisando os desempenhos até a idade de 30 dias, observa-se comportamentos semelhantes aos observados na compressão axial, com exceção da amostra 175MLG, que para compressão apresentou desempenhos ligeiramente superiores à CG em algumas idades. Quanto à tração, 175MLG na idade de 7 dias demonstrou resistência muito superior à amostra do grupo controle, ficando abaixo somente de 200MLG. Aos 30 dias os destaques foram as amostras 225MLG e 250MLG. As demais amostras apresentaram resultados similares ao da amostra controle para mesma idade.

Ferreira, Sousa e Carneiro (2019) afirmam que a tração é a principal propriedade mecânica do gesso a ser melhorada, uma vez que esta é a principal solicitação das placas e revestimentos do material, além de estar diretamente relacionada à aderência.

Tabela 10: Resistência média à tração por compressão diametral

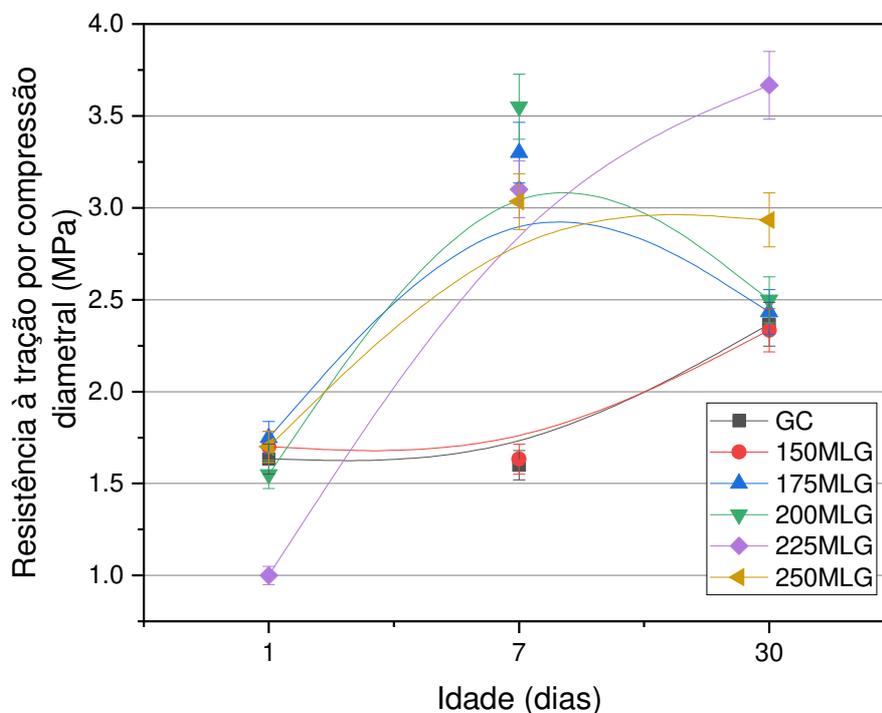
RESULTADOS TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL (MPa)						
Idade Ensaio	GC	150MLG	175MLG	200MLG	225MLG	250MLG
1 dia	1,63 ± 0,08	1,70 ± 0,09	1,75 ± 0,09	1,55 ± 0,08	1,00 ± 0,05	1,70 ± 0,09
7 dias	1,60 ± 0,08	1,63 ± 0,08	3,30 ± 0,17	3,55 ± 0,18	3,10 ± 0,16	3,03 ± 0,15
30 dias	2,37 ± 0,12	2,33 ± 0,12	2,43 ± 0,12	2,50 ± 0,13	3,67 ± 0,18	2,93 ± 0,15
60 dias	3,50 ± 0,18	2,35 ± 0,12	2,40 ± 0,12	3,80 ± 0,19	3,45 ± 0,17	3,05 ± 0,15

Os erros apresentados assim como nos resultados à compressão axial, foram dimensionadas a partir de erro dos equipamentos utilizados. De acordo com fabricante, a incerteza da prensa utilizada é de 5% sobre carregamento aplicado, e o erro do paquímetro utilizado na medida de altura e diâmetro dos CPS, a metade de sua resolução mínima de 0,02 mm. A equação (8) foi utilizada para determinação dos erros.

Nota-se pelo gráfico da Figura 40 que a amostra 150MLG apresentou resultados praticamente idênticos à amostra referência, assim como ocorrido nos resultados de dureza, compressão e consistência, o que reforça a teoria de que nessa dosagem o MLG não influencia de forma significativa na fluidez e nas propriedades mecânicas do material.

Em 175MLG, diferente do observado nos resultados à compressão, nota-se desempenho 106,25% superior à GC aos 7 dias, indicando que essa dosagem agiu como ampliador de resistência à tração nesta idade. Embora o desempenho à compressão não tenha sido significativo em relação à GC, observou-se grande melhora no desempenho à dureza superficial. Associado à redução dos tempos de pega, acredita-se que houve maior atividade cristalina, que está relacionada à menor porosidade (AHMADI MOGHADAM; MIRZAEI, 2020). Pode-se sugerir que o grafeno tem maior influência nas resistências à tração que na compressão do gesso.

Figura 40 – Resistência média à tração por compressão diametral (NBR 7222:2011). As linhas passando pelos pontos são guias para os olhos



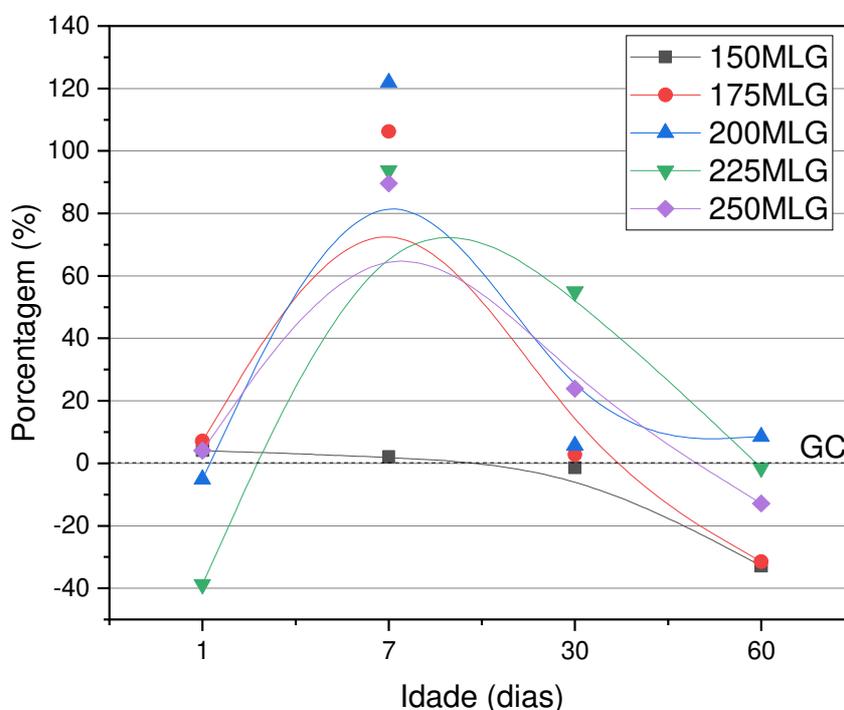
Fonte: Do autor, 2021

Observa-se queda de desempenho e estabilização aos 30 dias para 175MLG, apresentando resultados muito similares à amostra controle, assim como observado nos resultados de compressão na faixa 200MLG. Acredita-se que a umidade ambiente possa ser responsável por essa queda, pois segundo John e Cincotto (2017) a umidade pode decrementar em até 50% a resistência mecânica do gesso, que tem alta hidrofiliidade, sendo capaz de absorver altos teores de umidade.

A amostra 200MLG apresentou resistências semelhantes à 175MLG até os 30 dias, desempenhando a maior resistência entre todas as faixas aos 7 dias de idade, bem como constatado na resistência à compressão axial.

225MLG apresentou o melhor desempenho aos 30 dias e o pior com 1 dia de idade, assim como observado nos resultados de compressão, reforçando a teoria de cristalização lenta, analisado também nos tempos de pega.

Figura 41 – Resistência média à tração por compressão diametral (Variação percentual em relação GC)



Fonte: Do autor, 2021

Para 250MLG observa tendência de queda de 7 para 30 dias, assim como 175MLG e 200MLG, porém, em menor intensidade. Acredita-se que o menor desempenho de 250MLG em relação à 225MLG possa estar associado à dificuldade de dispersão do MLG em pasta nessa dosagem, uma vez que a dispersão do MLG misturado ao líquido foi realizada com a mesma quantidade de água (200 mL) para todas as faixas. Pode-se sugerir que quanto menor a dosagem de multicamadas de grafeno mais fácil a dispersão em água por ultrassonificação. Sugere-se que para essas faixas amostrais mais concentradas há uma distribuição de flocos não homogênea interferindo na sua estabilidade e desempenho observados.

Aos 60 dias observa-se para todas as amostras com MLG, tendência de igualdade de resultados com GC. Acredita-se que o grafeno promoveu melhores condições de cristalização, agindo como aditivo de alta resistência inicial.

5 CONCLUSÕES

Este trabalho apresentou como principal contribuição a análise da viabilidade do uso de multicamadas de grafeno como aditivo em pasta de gesso, com avaliação dos mecanismos pelos quais o MLG altera propriedades mecânicas do material.

Observou-se que os métodos de adição em determinadas dosagens de grafeno foram eficientes para garantir altos desempenhos mecânicos nas idades de 7 e 30 dias e que o emprego de MLG contribuiu para maior resistência do gesso à água.

Sobre os resultados obtidos e análises das amostras no estado sólido, pode-se sugerir os seguintes efeitos do emprego de MLG:

- O grafeno não interfere nos processos químicos de formação do gesso no estado sólido;
- Quanto à compressão axial, as amostras dos grupos 150MLG e 175MLG não demonstraram alterações significativas em relação à GC. Os grupos experimentais 200MLG, 225MLG e 250MLG desempenharam aos 7 dias, resistências superiores à GC em 122%, 38,13% e 76,92%, respectivamente. As amostras do grupo 225MLG apresentaram menores desempenhos nos primeiros dias e maior desempenho aos 30 dias (26,83% superior à GC). Aos 60 dias percebeu-se alta similaridade entre grupos experimentais e controle. O ganho de resistência pode estar relacionado à dissipação de calor interno para áreas periféricas da pasta promovida pelo grafeno, garantindo aumento da solubilidade do gesso e maior grau de hidratação da pasta além da distribuição de núcleos de cristalização. As multicamadas também podem ter agido como núcleos de cristalização a partir da saturação de íons Ca^{2+} promovida pela reatividade com a superfície do grafeno;
- Os resultados de resistência à tração demonstraram que na concentração do grupo experimental 150MLG, o MLG não interferiu de forma significativa, apresentando resultados muito similares à GC. As amostras 175MLG, 200MLG e 225MLG demonstraram desempenhos 106,25%, 121,87% e 93,75% superiores à GC aos 7 dias,

respectivamente, indicando que embora a concentração de MLG em 175MLG tenha apresentado valores de pouquíssima expressividade nas resistências à compressão, para a tração esta dosagem demonstra alta efetividade. Semelhante ao observado nos resultados à compressão, 225MLG apresentou desempenhos menores que GC na primeira idade e maior resistência aos 30 dias, 54,85% superior à GC. Aos 60 dias observou-se resultados semelhantes entre as amostras experimentais e controle. Assim como analisado nas amostras submetidas à compressão axial, acredita-se que a dissipação de calor e reatividade da superfície de grafeno com íons de cálcio sejam responsáveis pelo incremento de resistências através do maior grau de hidratação e nucleação;

- Pode-se atribuir à similaridade de resultados mecânicos observados aos 60 dias ao ganho de resistência tardia da amostra GC submetida à umidade ambiente, onde os cristais acoplados em placas podem ter se individualizado. Devido à hidrofobicidade, as amostras com grafeno podem ter se mostrado menos sensíveis à umidade do ambiente, o que está de acordo com resultados obtidos nos ensaios de submersão em água, onde verificou-se que quanto maior a dosagem de grafeno, menor a quantidade de massa perdida. No método de análise de perda de massa por submersão em água, o grupo experimental com maior dosagem de MLG (250 mg) perdeu 36,4% menos massa quando comparada à GC;
- Com exceção da amostra 150MLG, que apresentou resultados similares ao GC, os desempenhos observados quanto à dureza superficial do gesso demonstram que todas as dosagens adotadas promoveram aumento da resistência. A melhor performance aos 7 dias foi do grupo experimental 250MLG, 62,07% superior ao GC. Aos 30 dias os melhores resultados foram obtidos por 175MLG e 250MLG, 20,59% superiores à GC. Essa queda do percentual de melhora no desempenho indica que assim como observado nos resultados à tração e compressão, as

amostras com grafeno tendem a se equiparar com a amostra sem grafeno à longo prazo. O aumento da dureza superficial contribui com a ideia de que o grafeno promoveu maior atividade cristalina nas regiões periféricas do gesso, corroborado com o aumento do tamanho de grão cristalino observado através de DRX;

- Nas amostras experimentais, as imagens MEV indicam maior densidade cristalina através da percepção de cristais em menores dimensões unitárias e em maiores quantidades, o que contribui para o aumento da resistência mecânica, estando de acordo com a ideia de maior nucleação promovida pelo MLG;
- A amostra 250MLG apresentou tendência de aglomeração de MLG, formando pequenos flocos prejudicando a análise dos efeitos do aditivo no gesso. Acredita-se que a aglomeração ocorreu devido ao uso de água para dispersão ultrassônica, uma vez que se optou pela não utilização de surfactantes devido à possíveis ações reativas no processo de produção que poderiam mascarar os resultados devido ao uso de MLG.

Sobre as propriedades analisadas no estado fluido, pode-se concluir que:

- O grafeno não influenciou na consistência da pasta;
- Com exceção da amostra 225MLG, os demais grupos experimentais demonstraram redução nos tempos de pega em relação à GC, o que indica maior velocidade e intensidade das reações de hidratação e cristalização, o que pode estar relacionado à maior velocidade no ganho de resistências mecânicas. A amostra 225MLG pode ter demonstrado maiores tempos de pega que GC devido ao aumento de temperatura em toda pasta promovendo alteração da mobilidade de íons de cálcio retardando os processos de cristalização causando lentidão no ganho de resistência. A demora no ganho de resistência de 225MLG é observado nos desempenhos mecânicos à tração e compressão, onde

nas idades de 1 e 3 dias apresentou resultados com menor valor que as demais amostras, e, aos 30 dias demonstrou maior resistência mecânica entre todos os grupos analisados;

- A curva de hidratação indicou menores temperaturas no período de indução para grupos experimentais e maiores temperaturas após fim de pega. Isto indica que o grafeno pode ter auxiliado na dissipação de calor interno reduzindo a temperatura na região central da pasta no período de indução. Após final de pega, as temperaturas das amostras com grafeno foram maiores que GC, o que pode sugerir maior atividade cristalina no período.

De modo geral, o desempenho do aditivo em gesso se mostrou satisfatório, agindo como um catalisador no ganho de resistência à tração, compressão e dureza superficial, além de aumentar sua tolerância à presença de água. O MLG utilizado obtido através da grafite natural tem baixo custo e tempo de produção e é empregado em baixíssimas quantidades. Dessa forma, a partir de um aditivo de baixo valor agregado é possível incentivar o uso do gesso em maior escala como opção à compostos à base de cimento, contribuindo para sustentabilidade através da redução de consumo energético e emissão de gases produzidos pela indústria cimenteira.

REFERÊNCIAS

- ADAMSON, A. W.; GAST, A. P. The nature thermodynamic of liquid interfaces. **Physical Chemistry of Surfaces**. 6th ed., p.48–96, 1999. Los Angeles: John Wiley & Sons, Ltd.
- AHMADI MOGHADAM, H.; MIRZAEI, A. Comparing the effects of a retarder and accelerator on properties of gypsum building plaster. **Journal of Building Engineering**, v. 28, p. 101075, 2020. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352710219315402>>.
- ANBALAGAN, G.; MUKUNDAKUMARI, S.; MURUGESAN, K.; GUNASEKARAN, S. Infrared, optical absorption, and EPR spectroscopic studies on natural gypsum. **Vibrational Spectroscopy**, v. 50, p. 226–230, 2009.
- ANTUNES, R. P. DO N.; JOHN, V. M. **O conceito de tempo útil das pastas de gesso**. São Paulo, 2000.
- BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. DE F.; LUZ, A. B. Gipsita. In: F. A. F. Lins (Ed.); **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. 2nd ed., p.1689–1699, 2008. Rio de Janeiro.
- BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. F.; BORGES, L. E. P. Variedades mineralógicas e processos utilizados na produção dos diferentes tipos de gesso. **Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa**, p. 769–776, 2004.
- BARBOSA, A. A.; FERRAZ, A. V.; SANTOS, G. A. Chemical, mechanical and morphological characterization of gypsum obtained at Araripe, PE, Brazil. **Ceramica**, v. 60, n. 356, p. 501–508, 2014.
- BAUER, L. A. F. Aglomerantes. In: L. A. F. Bauer (Ed.); **Materiais de Construção**. 5th ed., p.11–31, 2000. Rio de Janeiro: LTC.
- BERNHOEFT, L. F.; GUSMÃO, A. D.; PÓVOAS, Y. V. Influência da adição de resíduo de gesso no calor de hidratação da argamassa de revestimento interno. **Ambiente Construído**, v. 11, p. 189–199, 2011.
- BRASIL, E. C.; LIMA, E. DO V.; CRAVO, M. DA S. Uso do gesso na agricultura. In: E. C. Brasil; M. da S. Cravo; I. de J. M. Viegas (Eds.); **Recomendações de calagem e adubação para o estado do Pará**. 2nd ed., p.133–145, 2020. Embrapa.
- BROWNSON, D. A. C.; KAMPOURIS, D. K.; BANKS, C. E. Graphene electrochemistry: fundamental concepts through to prominent applications. **Chemical Society Reviews**, v. 41, n. 21, p. 6944–6976, 2012. The Royal Society of Chemistry. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1039/C2CS35105F>>.

CAGNONI, F. C.; CORDON, H. C. F. **Estudo do processo de calcinação como alternativa para a reciclagem de gesso proveniente da construção civil**, 2015.

CAVALCANTI FERREIRA, F.; DE SOUSA, J.; PEREIRA CARNEIRO, A. Caracterização mecânica do gesso para revestimento produzido no Polo Gesseiro do Araripe. **Ambiente Construído**, v. 19, p. 207–221, 2019.

CAVALCANTI, L. B. **Determinação De Condições Operacionais Adequadas Na Desidratação Do Minério De Gipsita Para a Obtenção De Um Gesso Beta Reciclável**, 2006. Universidade Católica de Pernambuco.

CHAE, S. J.; GÜNEŞ, F.; KIM, K. K.; et al. Synthesis of Large-Area Graphene Layers on Poly-Nickel Substrate by Chemical Vapor Deposition: Wrinkle Formation. **Advanced Materials**, v. 21, n. 22, p. 2328–2333, 2009. John Wiley & Sons, Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1002/adma.200803016>>.

CHAITOGLU, S.; BERTRAN, E. Effect of pressure and hydrogen flow in nucleation density and morphology of graphene bidimensional crystals. **Materials Research Express**, v. 3, n. 7, p. 75603, 2016. IOP Publishing. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/3/7/075603>>.

CHEN, D.; TANG, L.; LI, J. Graphene-based materials in electrochemistry. **Chemical Society reviews**, v. 39, p. 3157–3180, 2010.

CHEN, G.; WENG, W.; WU, D.; WU, C. PMMA/graphite nanosheets composite and its conducting properties. **European Polymer Journal**, v. 39, n. 12, p. 2329–2335, 2003. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0014305703001915>>.

CHUNG, D. D. L. Review Graphite. **Journal of Materials Science**, v. 37, n. 8, p. 1475–1489, 2002. Disponível em: <<https://doi.org/10.1023/A:1014915307738>>.

CHUNG, D. D. L. Carbon materials for structural self-sensing, electromagnetic shielding and thermal interfacing. **Carbon**, v. 50, n. 9, p. 3342–3353, 2012. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622312000620>>.

COOPER, C.; MUSTARD, J. Spectroscopy of Loose and Cemented Sulfate-Bearing Soils: Implications for Duricrust on Mars. **Icarus**, v. 158, p. 42–55, 2002.

COQUARD, P.; BOISTELLE, R.; AMATHIEU, L.; BARRIAC, P. Hardness, elasticity modulus and flexion strength of dry set plaster. **Journal of Materials Science**, v. 29, n. 17, p. 4611–4617, 1994. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/BF00376285>>.

COSTA, E, M, R, F. **Quantificação das emissões de CO2 geradas na produção de materiais utilizados na construção civil no Brasil**, 2012. Universidade Federal do Rio de Janeiro.

CUTHBERTSON, A. Graphene Retinas Could Help Give Sight to the Blind. Disponível em: <<https://www.ibtimes.co.uk/graphene-retinas-could-help-give-sight-blind-1460363>>. Acesso em: 8/6/2021.

DE MILITO, J. A. **Avaliação do comportamento de pastas de gesso com cimento portland e sílica ativa para revestimento**, 2001. Universidade Estadual de Campinas. Disponível em: <<http://www.bibliotecadigital.unicamp.br/document/?code=vtls000227560>>.

DEREVYANKO, V.; KONDRATIEVA, N.; GRISHKO, A. STRUCTURE AND PROPERTIES OF CALCIUM SULFATE HEMIHYDRATE MODIFIED WITH CARBON NANOTUBES. **Building Materials and Products**, p. 36–39, 2019.

DIAS, A. M. N.; CINCOTTO, M. A. **Revestimento à Base de Gesso de Construção**. São Paulo, 1995.

DIMOV, D.; AMIT, I.; GORRIE, O.; et al. Ultrahigh Performance Nanoengineered Graphene–Concrete Composites for Multifunctional Applications. **Advanced Functional Materials**, 2017.

FERREIRA, F. C. **Estudo da caracterização do gesso para revestimento produzido no Polo Gesseiro do Araripe**, 2017. Universidade Federal de Pernambuco.

FIM, F. DE C. **Síntese e propriedades de nanocompósitos de polietileno/nanolâminas de grafeno obtidos através de polimerização in situ**, 2012. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

GARTNER, E. Cohesion and expansion in polycrystalline solids formed by hydration reactions — The case of gypsum plasters. **Cement and Concrete Research - CEM CONCR RES**, v. 39, p. 289–295, 2009.

GEIM, A. K.; NOVOSELOV, K. S. The rise of graphene. **Nature Materials**, v. 6, n. 3, p. 183–191, 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1038/nmat1849>>.

GMOUH, A.; EVE, S.; SAMDI, A.; MOUSSA, R.; HAMEL, J. Changes in plaster microstructure by pre-stressing or by adding gypsum grains: Microstructural and mechanical investigations. **Materials Science and Engineering: A**, v. 352, p. 325–332, 2003.

GRAPHENSTONE. Soluções projetadas para o meio ambiente, economia circular e

eficiência energética. Disponível em: <<http://www.graphenstone.pt/index.html>>. Acesso em: 21/7/2021.

HASS, M.; SUTHERLAND, G. B. B. M. The Infra-Red Spectrum and Crystal Structure of Gypsum. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, v. 236, n. 1207, p. 427–445, 1956. The Royal Society. Disponível em: <<http://www.jstor.org/stable/99901>>.

HINCAIPE, A. M.; CINCOTTO, M. A. Efeito de retardadores de pega no mecanismo de hidratação e na microestrutura do gesso de construção. **Ambiente Construído**, 1997.

História do gesso. Disponível em: <<http://www.gessomonea.com.br/>>. Acesso em: 21/7/2021.

HOU, L.; LI, J.; LU, Z.; et al. Effect of nanoparticles on foaming agent and the foamed concrete. **Construction and Building Materials**, v. 227, p. 116698, 2019. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116698>>.

HUG, S. J. In Situ Fourier Transform Infrared Measurements of Sulfate Adsorption on Hematite in Aqueous Solutions. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 188, n. 2, p. 415–422, 1997. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021979796947554>>.

HULETT, G. A.; ALLEN, L. E. THE SOLUBILITY OF GYPSUM. **Journal of the American Chemical Society**, v. 24, n. 7, p. 667–679, 1902. American Chemical Society. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/ja02021a007>>.

HURLBUT, C. S.; DANA, J. D. **Manual de mineralogia**. Rio de Janeiro, 1976.

ISRAELACHVILI, J. N. Adhesion forces between surfaces in liquids and condensable vapours. **Surface Science Reports**, v. 14, n. 3, p. 109–159, 1992. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0167572992900154>>.

JARA, L. M. S.; FLORES YEPES, J. A.; PASTOR PÉREZ, J. J. Analysis of the resistance to bending of gypsum with added graphene. **Coatings**, v. 11, n. 6, 2021.

JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Gesso na construção civil. In: G. C. Isaia (Ed.); **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 3rd ed., 2017. São Paulo: IBRACON.

KANNAPPAN, S.; KALIYAPPAN, K.; MANIAN, R.; et al. Graphene Based Supercapacitors With Improved Specific Capacitance and Fast Charging Time at High Current Density. , 2013.

KANNO, W. M. **Propriedades mecânicas do gesso de alto desempenho**, 2009. Universidade de São Paulo.

KHARE, R.; GELAMO, R.; MORE, M.; LATE, D.; ROUT, C. Enhanced field emission of plasma treated multilayer graphene. **Applied Physics Letters**, v. 107, p. 123503, 2015.

KIM, H.; ABDALA, A. A.; MACOSKO, C. W. Graphene/Polymer Nanocomposites. **Macromolecules**, v. 43, n. 16, p. 6515–6530, 2010. American Chemical Society. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/ma100572e>>.

LAFUNTE, B.; BISHOP, L. .; FENTON, L. K.; et al. Mineralogical characterization by XRD of gypsum dunes at White Sands National Monument and application to gypsum detection on Mars. **45th Lunar and Planetary Science Conference**. p.2578–2579, 2014. The Woodlands.

LEE, C.; WEI, X.; KYSAR, J.; HONE, J. Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. **Science (New York, N.Y.)**, v. 321, p. 385–388, 2008.

LEWRY, A.; WILLIAMSON, J. The setting of gypsum plaster - Part II The development of microstructure and strength. **Journal of Materials Science**, v. 29, p. 5524–5528, 1994.

LIMA, J. P. **Modelagem e Teste de Condutividade Térmica em Placa de Gesso e Fibra Vegetal , Mauritia vinifera Martius , para uso na Construção Civil**, 2005. Universidade Estadual de Campinas.

LIMA, Y, O, B; OLIVEIRA, M, A, S; CARVALHO, M. A. **Comparativo de desempenho acústico entre o sistema de vedação convencional e a tecnologia drywall, de acordo com a ABNT NBR15.575-4/2013**, 2020. Pontifícia Universidade Católica de Goiás

LOTA, G.; CENTENO, T. A.; FRACKOWIAK, E.; STOECKLI, F. Improvement of the structural and chemical properties of a commercial activated carbon for its application in electrochemical capacitors. **Electrochimica Acta**, v. 53, n. 5, p. 2210–2216, 2008. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S001346860701170X>>.

LYRA SOBRINHO, A. C. P.; AMARAL, A. J. R.; DANTAS, J. O. C. Gipsita. **Sumário Mineral DNPM**, p. 80–81, 2003.

MACHUNO, L. G. B.; OLIVEIRA, A. R.; FURLAN, R. H.; et al. Multilayer graphene films obtained by dip coating technique. **Materials Research**, v. 18, n. 4, p. 775–780, 2015.

MANDAL, P.; MANDAL, T. Anion water in gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) and hemihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$). **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 313–316, 2002.

MARION, B.; NASSER, H. Grafeno: Inovações, aplicações e sua comercialização. **Interfaces Científicas**, v. 2, p. 29–40, 2016.

MARSHALL, W. L.; SLUSHER, R. Thermodynamics of Calcium Sulfate Dihydrate in Aqueous Sodium Chloride Solutions, 0-110°C. **The Journal of Physical Chemistry**, v. 70, n. 12, p. 4015–4027, 1966. American Chemical Society. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/j100884a044>>.

MATTIOLI, R.; GIULIETTI, M. Fosfogesso: Geração, destino e desafios. In: F. R. C. Fernandes; A. B. da Luz; Z. C. Castilhos (Eds.); **Agrominerais para o Brasil**. p.125–144, 2010. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral. Disponível em: <<http://www.cetem.gov.br/agrominerais/novolivro/cap7.pdf>>.

MELO, D, C, P. **Processo de calcinação da gipsita/resíduo em um forno rotativo contínuo para a produção de gesso beta reciclável**, 2012. Universidade Federal de Pernambuco.

MME - MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. **Perfil da grafita**, 2009.

MORRIS, M. C.; MCMURDIE, H. F.; EVANS, E. H.; PARETZKIN, B. Standard X-ray diffraction powder patterns. In: C. R. Hubbard; S. J. Carmel (Eds.); **National Bureau of Standards Monograph 25**. p.16–17, 1980. Washington: NBS PUBLICATIONS.

NOGUEIRA, J. C. DO A. **Melhoria das propriedades do gesso com aditivo sintético e com látex de euphorbia tirucalli e de hevea brasiliensis para uso na construção de habitações de interesse social**, 2012. Universidade Federal da Paraíba. Disponível em: <<https://repositorio.ufpb.br/jspui/bitstream/123456789/11695/1/Arquivototal.pdf>>.

NOVOSELOV, K.; GEIM, A.; MOROZOV, S.; et al. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. **Nat. Mater.**, v. 6, 2004.

NOVOSELOV, K. S.; FAL'KO, V. I.; COLOMBO, L.; et al. A roadmap for graphene. **Nature**, v. 490, n. 7419, p. 192–200, 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.1038/nature11458>>.

OLIVEIRA, N. N. C. **A importância da adoção de medidas preventivas (projeto/execução) na redução da ocorrência de manifestações patológicas em sistemas de revestimento**, 2014. Universidade de Minas Gerais.

PEREIRA, E. B. **Perfil analítico da gipsita**. Rio de Janeiro: Departamento Nacional da Produção Mineral., 1973.

PERES, L.; BENACHOUR, M.; SANTOS, V. A. **O Gesso: Produção e Utilização na Construção Civil**. Recife, 2001.

PEYTON, FLOYD A.. CRAIG, R. G. **Materiales Dentales Restauradores**. Buenos Aires, 1974.

PHILLIPS, R. W. **Materiais Dentários de Skinner**. 8th ed. Rio de Janeiro, 1986.

PINHEIRO, S, M, M. **Gesso reciclado: Avaliação de propriedades para uso em componentes**, 2011. Universidade Estadual de Campinas.

RAMAN, R. K.; BANERJEE, P. C.; LOBO, D. E.; et al. Protecting copper from electrochemical degradation by graphene coating. **Carbon**, v. 50, p. 4040–4045, 2012.

RAMOS, F. J. H. T. V.; MENDES, L. C. Recycled high-density polyethylene/gypsum composites: evaluation of the microscopic thermal, flammability, and mechanical properties. **Green chemistry letters and reviews**, v. 7, p. 199–208, 2014.

ROUXINOL, F.; GELAMO, R.; AMICI, R.; RODRIGUES VAZ, A.; MOSHKALEV, S. Low contact resistivity and strain in suspended multilayer graphene. **Applied Physics Letters**, v. 97, p. 253104, 2010.

SANTANA, D. M. DE F. **Estudo de obtenção de água do processo de desidratação da gipsita na produção do gesso**, 2008. Universidade Federal de Pernambuco.

SCHMITZ, I. B. T.; TAVARES, Y. V. P. Estudo do desempenho da pasta de gesso com adição de seu resíduo como revestimento interno de PAREDES. **VIII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas**, 2009. Curitiba.

SILVA, M, M, A. **Estudo de viabilidade do uso de grafeno como aditivo para melhora de propriedades mecânicas do gesso**, 2003. Universidade de São Paulo.

SILVA, R. A.; CASTRO GUETTI, P. DE; LUZ, M. S. DA; ROUXINOL, F.; GELAMO, R. V. Enhanced properties of cement mortars with multilayer graphene nanoparticles. **Construction and Building Materials**, v. 149, p. 378–385, 2017. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.146>>.

SOUSA, A, A; RIBEIRO, T, C, S; CONCEIÇÃO, G; SANTOS, P, R, A; FREITAS, W, A. Análise de custo de viabilidade do sistema drywall como alvenaria interna na construção civil. **Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC**, 2021

VIEIRA, G.; TROVÃO, A.; TELES, C. **Perspective of environmental sustainability**

with waste recycling plaster in construction, 2017. Federal University of Espírito Santo

VIEIRA SEGUNDO, J. E. D.; VILAR, E. O. Grafeno: uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 11, n. 2, p. 54–57, 2016. Disponível em: <<http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/viewFile/493/387>>.

WANG, T.; XU, J.; MENG, B.; PENG, G. Experimental study on the effect of carbon nanofiber content on the durability of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 250, p. 118891, 2020. Elsevier Ltd. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118891>>.

WEI, D.; KIVIOJA, J. Graphene for energy solutions and its industrialization. **Nanoscale**, v. 5, n. 21, p. 10108–10126, 2013. The Royal Society of Chemistry. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1039/C3NR03312K>>.