

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE ENGENHARIAS, CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS
MATERIAIS

TAYNAH ALMEIDA DE JESUS

INFLUÊNCIA DOS MÉTODOS DE DISPERSÃO E SURFACTANTES NA
ESTABILIDADE DE SUSPENSÕES AQUOSAS DE NANOTUBOS DE CARBONO,
ÓXIDO DE GRAFENO E GRAFITE PARA APLICAÇÃO EM COMPÓSITOS DE
CIMENTO PORTLAND

PONTA GROSSA
2025

TAYNAH ALMEIDA DE JESUS

INFLUÊNCIA DOS MÉTODOS DE DISPERSÃO E SURFACTANTES NA
ESTABILIDADE DE SUSPENSÕES AQUOSAS DE NANOTUBOS DE CARBONO,
ÓXIDO DE GRAFENO E GRAFITE PARA APLICAÇÃO EM COMPÓSITOS DE
CIMENTO PORTLAND

Dissertação apresentada como requisito principal para obtenção de título de mestre na área de desenvolvimento e caracterização de materiais do programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Pereira

PONTA GROSSA

2025

J58 Jesus, Taynah Almeida de
Influência dos métodos de dispersão e surfactantes na estabilidade de suspensões aquosas de nanotubos de carbono, óxido de grafeno e grafite para aplicação em compósitos de cimento Portland / Taynah Almeida de Jesus. Ponta Grossa, 2025.
124 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Pereira.

1. Dispersão. 2. Nanopartículas. 3. Surfactantes. 4. Cimento portland. I. Pereira, Eduardo. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. III.T.

CDD: 620.11

TAYNAH ALMEIDA DE JESUS

ESTABILIDADE DAS SUSPENSÕES AQUOSAS NO PROCESSO DE DISPERSÃO
DE NANOTUBOS DE CARBONO, ÓXIDO DE GRAFENO E GRAFITE PARA A
PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS DE CIMENTO PORTLAND

Dissertação apresentada como requisito principal para obtenção de título de mestre na área de desenvolvimento e caracterização de materiais do programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Ponta Grossa, 26 de fevereiro de 2025

Prof. Dr. Eduardo Pereira

Departamento de Engenharia Civil – UEPG

Prof. Dr. Benjamim de Melo Carvalho

Departamento de Engenharia de Materiais – UEPG

Prof. Dr. Marcelo Henrique Farias de Medeiros

Departamento de Engenharia Civil – UFPR

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus e a Nossa Senhora por iluminarem meu caminho com tantas dádivas. Obrigada, meu Pai, por tudo o que sou e pelo bem que tenho em minha vida. Estendo minha gratidão aos santos e anjos, que sempre me protegem e intercedem por mim nos momentos necessários.

Ao meu orientador, professor Dr. Eduardo Pereira, registro minha mais sincera gratidão pelos conhecimentos compartilhados, pelas contribuições valiosas e pela orientação constante ao longo deste percurso. Seu apoio, tanto técnico quanto emocional, foi indispensável para que eu enfrentasse e superasse os desafios encontrados durante esta jornada.

Aos meus colegas de laboratório e grandes amigos, Matheus Valenga e Adriana Fiori, agradeço pela ajuda técnica e pelos momentos de leveza que tornaram o ambiente de trabalho mais produtivo e agradável.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) pelo suporte e pela infraestrutura disponibilizada, pelo Laboratório de Materiais de Construção Civil e pelo Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-labmu). Agradeço também à CAPES pelo financiamento da bolsa de estudos, que foi essencial para a realização deste trabalho.

À minha família, dedico um agradecimento especial: à minha mãe, Sandra Mara do Carmo de Jesus, por sempre lutar para que eu tivesse as melhores oportunidades; ao meu pai, George Marcelo Almeida Silva; aos meus avós, Maria Helena do Carmo de Jesus, Wiley Oliveira de Jesus e Irani Almeida Silva, pelo carinho e suporte constantes; aos meus tios Marcio Giorgio do Carmo de Jesus e Marcelo Wiley do Carmo de Jesus; e à minha madrinha Joanita Correa.

Por fim, meu agradecimento ao meu namorado, Ruan da Silva de Lima, por seu apoio nos momentos mais difíceis e por sua compreensão diante das exigências e desafios desta jornada.

RESUMO

A incorporação de nanopartículas em compostos cimentícios constitui uma das áreas de investigação científica mais intensamente exploradas na atualidade. No entanto, a adição direta dessas nanopartículas à pasta de cimento Portland frequentemente resulta em aglomerados, comprometendo a distribuição uniforme e a eficácia das adições. Métodos de mistura tradicionais podem levar a uma dispersão inadequada, gerando áreas de fragilidade na matriz cimentícia e contrariando o objetivo de melhorar o desempenho do compósito. Esta pesquisa buscou investigar o processo de dispersão de nanotubos de carbono, óxido de grafeno e grafite em compósitos cimentícios, focando na avaliação das suspensões aquosas com a adição de surfactantes e a análise dos efeitos do ultrassom e da agitação mecânica. As dispersões foram analisadas previamente, e somente após identificar a configuração mais adequada, elas foram aplicadas nas pastas cimentícias. Métodos de dispersão, como ultrassom e agitação mecânica, foram utilizados em conjunto com análises por espectroscopia UV-vis, potencial zeta e microscopia óptica para avaliar a estabilidade das suspensões e o tamanho das partículas. As concentrações ideais de surfactantes foram definidas como 10% m/m para grafite, 20% para OG e 30% para NTC, parâmetros que podem variar conforme a aplicação, devido ao impacto direto na trabalhabilidade, resistência e absorção das pastas. Os resultados mostraram que as técnicas de dispersão aplicadas reduziram significativamente o tamanho das partículas, embora alguns aglomerados ainda persistissem, especialmente para o grafite. A aplicação das dispersões às pastas cimentícias mostrou resultados promissores, com aumento da resistência mecânica e redução da capilaridade, indicando a viabilidade das nanopartículas como adições para o desenvolvimento de compósitos cimentícios mais eficientes.

Palavras-chave: Dispersão; Nanopartículas; Surfactantes; Cimento Portland

ABSTRACT

The incorporation of nanoparticles into cementitious compounds is one of the most intensively explored areas of scientific research today. However, the direct addition of these nanoparticles to Portland cement paste often results in agglomerates, compromising the uniform distribution and effectiveness of the additions. Traditional mixing methods can lead to inadequate dispersion, generating areas of fragility in the cement matrix and contradicting the objective of improving the performance of the composite. This research sought to investigate the dispersion process of carbon nanotubes, graphene oxide and graphite in cementitious composites, focusing on the evaluation of aqueous suspensions with the addition of surfactants and the analysis of the effects of ultrasound and mechanical agitation. The dispersions were analyzed beforehand, and only after identifying the most suitable configuration were they applied to the cement pastes. Dispersion methods such as ultrasound and mechanical agitation were used in conjunction with analysis by UV-vis spectroscopy, zeta potential and optical microscopy to assess the stability of the suspensions and the size of the particles. The ideal surfactant concentrations were defined as 10% w/w for graphite, 20% for OG and 30% for NTC, parameters that can vary according to the application, due to the direct impact on the workability, resistance and absorption of the pastes. The results showed that the dispersion techniques applied significantly reduced particle size, although some agglomerates still persisted, especially for graphite. The application of the dispersions to cement pastes showed promising results, with an increase in mechanical strength and a reduction in capillarity, indicating the viability of nanoparticles as additions for the development of more efficient cement composites.

Keywords: Dispersion; Nanoparticles; Surfactants; Portland cement

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aglomerados CNF em uma seção transversal de pasta de cimento. (a) imagem de microscópio óptico (b) imagem eletrônica de retroespalhamento MEV (c) EDS para carbono.....	13
Figura 2 - Métodos de preparação de nanopartículas.....	16
Figura 3 - Aplicações da nanotecnologia	18
Figura 4 - Modelo estrutural do grafeno	21
Figura 5 - Estrutura em camadas do grafite dispostas em uma hibridização sp ² fundida, formando configurações hexagonais.....	22
Figura 6 - Laminação da camada de grafite em NTCs de parede simples e de parede múltipla.....	23
Figura 7 - Ilustração do comportamento de uma partícula Browniana após efetuar 10 ³ passos aleatórios.	25
Figura 8 - Aglomeração de moléculas apolares na água	26
Figura 9 - Representação das moléculas de água e suas pontes de hidrogênio.	27
Figura 10 - Distribuição das cargas elétricas nas nanopartículas em solução	29
Figura 11 - Amostra de pasta fresca mostrando aglomerações de NTCs.....	32
Figura 12 - Esquema de dispositivos para aproveitamento de ondas ultrassônicas empregados em laboratórios. (A) Banho de ultrassom. (B) Homogeneizador ultrassônico (disruptor de células). 1. piezocerâmicas; 2. tanque; 3. gerador; 4. transdutor; 5. Transmissor (probe).....	34
Figura 13 - Exemplos dos surfactantes mais usuais	36
Figura 14 - NTC encapsulado em uma micela surfactante cilíndrica (vista transversal e lateral)	36
Figura 15 - Microscopia eletrônica de varredura do cimento Portland	38
Figura 16 - Gráfico esquemático da evolução térmica do cimento.....	39
Figura 17 - Modelo conceitual da hidratação de produtos cimentícios contendo: a) OPC, b) OPC com nano-TiO ₂ (não pozolânico), c) OPC com nano-SiO ₂	43
Figura 18 - Suspensão de Grafite com Surfactante e Água.	48
Figura 19 - Preparo das suspensões	49
Figura 20 - Fluxograma de preparo das suspensões	49
Figura 21 - Fluxograma do procedimento experimental	51
Figura 22 – A - Dispersor mecânico Ultra Turrax T18 – Ika e B - Ultrassom de banho 40Khz	53
Figura 24 - Esquema do funcionamento do Dynamic Light Scattering.....	55
Figura 25 - Esquema da aplicação de potencial elétrico na célula para obtenção do potencial zeta	56
Figura 26 - Moldes dos corpos de prova de pasta de cimento	57
Figura 27 - Comparação entre 30g de cada NP.....	60
Figura 28 - granulometria a laser do grafite, óxido de grafeno e nanotubos de carbono	61
Figura 29 - Espectro FTIR do grafite, óxido de grafeno e nanotubo de carbono.....	61
Figura 30 - Espectro Raman do agente antiespuma e do Pluronic F-127.....	63
Figura 31 - Microscopia eletrônica de varredura do Grafite	64
Figura 32 - Microscopia eletrônica de varredura do Óxido de grafeno.....	64
Figura 33 - Microscopia eletrônica de varredura dos NTC	65
Figura 34 - Absorbância das soluções do grafite com diferentes concentrações de surfactante.....	68

Figura 35 - Absorbância das soluções do OG com diferentes concentrações de surfactante.....	68
Figura 36 - Absorbância das soluções de NTC com diferentes concentrações de surfactante.....	69
Figura 37 - Microscopia ótica da dispersão do Grafite com diferentes concentrações de surfactante.....	71
Figura 38 - Microscopia ótica da dispersão do Óxido de Grafeno com diferentes concentrações de surfactante.	71
Figura 39 - Microscopia ótica da dispersão do Nanotubos de Carbono com diferentes concentrações de surfactante.	71
Figura 40 - Dispersão do Nanotubos de Carbono com diferentes concentrações de surfactante com 3 horas e 1 semana após a dispersão.	72
Figura 41 - Absorbância das dispersões de grafite com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.	73
Figura 42 - Absorbância das dispersões de óxido de grafeno com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.....	73
Figura 43 - Absorbância das dispersões de nanotubos de carbono com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.	74
Figura 44 - Absorbancia x Tamanho médio das partículas	78
Figura 45 - Microscopia ótica das dispersões com diferentes métodos de mistura...	79
Figura 46 - Estabilidade das suspensões 3 horas e 1 semana após dispersão.	80
Figura 47 - Resistência à compressão com variação da concentração do Surfactante.	83
Figura 48 -Resistência à compressão variando os métodos de dispersão.	84
Figura 49 -Resistência à compressão variando as concentrações das adições	85
Figura 50 - Análise de DRX contendo adição de Grafite.....	86
Figura 51 - Análise de DRX contendo adição de Óxido de Grafeno.	87
Figura 52 - Análise de DRX contendo adição de Nanotubos de Carbono.....	88
Figura 53 - MEV das pastas de cimento Portland com adições	90
Figura 54 - Capilaridade para pastas contendo Grafite.....	92
Figura 55 - Capilaridade para pastas contendo Óxido de Grafeno.	93
Figura 56 - Capilaridade para pastas contendo Nanotubos de Carbono.....	94
Figura 57 - Método de dispersão utilizado	95

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Efeitos de adições de NPs em matrizes cimentícias relatados experimentalmente.....	41
Quadro 2 - Metodologia desenvolvida para dispersão de nanopartículas para aplicação em matrizes cimentícias.....	99

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Planejamento dos testes de dispersão e quantitativos de materiais.	52
Tabela 2- Massa específica obtida pela picnometria a Hélio de cada adição	59
Tabela 3 - Potencial Zeta e tamanho médio das partículas pela concentração de surfactante.....	67
Tabela 4 - Picos encontrados na análise de UV-vis em suspensões de nanopartículas à base de carbono.....	70
Tabela 5 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de grafite com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.....	75
Tabela 6 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de OG com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.....	76
Tabela 7 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de NTC com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.....	77
Tabela 8 - Resultado do espalhamento no Flow Table.	82

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	OBJETIVOS	14
1.1.1	Objetivo geral	14
1.1.2	Objetivos específicos	14
1.2	JUSTIFICATIVA	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1	NANOPARTÍCULAS	17
2.2	CLASSIFICAÇÃO.....	19
2.3	NANOPARTÍCULAS A BASE DE CARBONO	20
2.3.1	Óxido de Grafeno	20
2.3.2	Grafite	21
2.3.3	Nanotubo de Carbono	23
2.4	INTERAÇÕES INTERMOLECULARES	24
2.4.1	Movimento Browniano	24
2.4.2	Umedecimento de partículas.....	25
2.4.3	Força de Van der Waals.....	27
2.4.4	Dupla camada elétrica.....	28
2.4.5	DLVO	29
2.5	DISPERSÃO DE NANOPARTÍCULAS.....	30
2.5.1	Aglomeração	30
2.5.2	Métodos físicos	33
2.5.3	Surfactante	35
2.6	PASTA DE CIMENTO PORTLAND.....	37
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	44
3.1	MATERIAIS	45
3.2	DISPERSÃO DE NANOMATERIAIS.....	47
3.2.1	UV-Vis	53
3.2.2	Condutividade elétrica e pH da dispersão.....	54
3.2.3	DLS e Potencial Zeta	54
3.3	PASTAS DE CIMENTO PORTLAND	56
3.3.1	Resistência à compressão e absorção de água.....	57
3.3.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	58
3.3.3	Difração de Raios-X (DRX)	58
4	RESULTADOS	59
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS	59
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS SUSPENSÕES	65
4.2.1	Conclusão das caracterizações das suspensões.....	80
4.3	CARACTERIZAÇÕES DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND	81
4.3.1	Comportamento observado das nanopartículas.....	95
5	CONCLUSÃO	98

5.1	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	99
	REFERÊNCIAS.....	101
	APÊNDICE A - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE GRAFITE COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO.....	113
	APÊNDICE B - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE ÓXIDO DE GRAFENO COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO.....	115
	APÊNDICE C - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE NANOTUBOS DE CARBONO COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO.....	117
	APÊNDICE D - DISPERSÕES COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO COM 3 HORAS E 1 SEMANA APÓS MISTURA.	119
	APÊNDICE E – TABLE FLOW COM AS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND	122

1 INTRODUÇÃO

O Cimento Portland é o agente aglutinante mais utilizado na construção civil. Materiais cimentícios ou compósitos à base de cimento apresentam propriedades mecânicas favoráveis, embora frequentemente apresentem limitações em relação à resistência à tração. A estrutura hierárquica ou multi-escala dos compósitos cimentícios, composta por produtos de hidratação em escala micron e submicron e constituintes em escala milimétrica como a areia, requer soluções de reforço que também abordem essa multi-escala. Nas últimas décadas tem-se realizado pesquisas para incorporação de diversos tipos de materiais no compósito cimentício em escalas cada vez menores, visando aprimorar ainda mais seu desempenho, sobretudo em termos de resistência, trabalhabilidade e durabilidade¹.

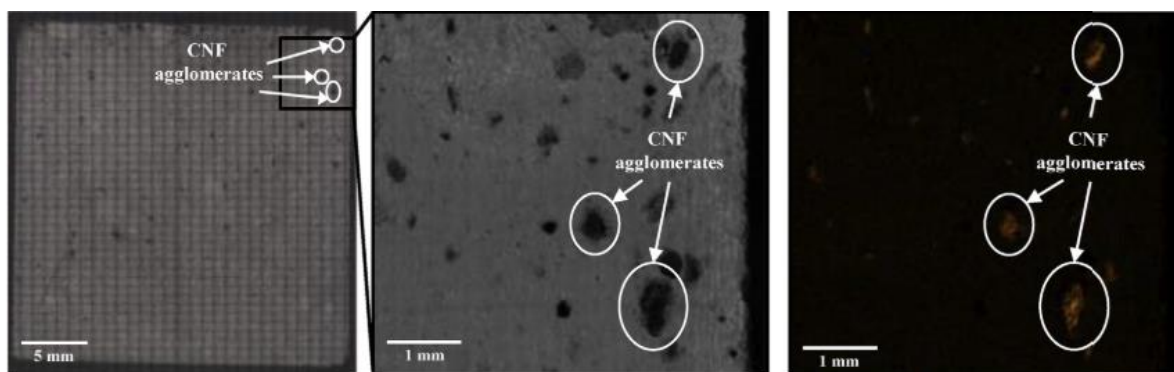
Neste contexto, as nanopartículas surgem como uma alternativa promissora para melhorar as propriedades do concreto, uma vez que sua elevada área superficial proporciona uma grande reatividade química, resultando em melhorias significativas em termos de resistência mecânica e durabilidade². Por exemplo, algumas nanopartículas, como a Nano-sílica (SiO_2), podem demonstrar elevada reatividade pozolânica, levando à geração de produtos de hidratação suplementares dentro do cimento, resultando numa melhoria da resistência mecânica do material. Além disso, outras nanopartículas têm a capacidade de facilitar a sua hidratação, promover a densificação da matriz cimentícia e até melhorar sua condutividade térmica³.

Entre as nanopartículas estudadas para aplicação no concreto, estão as nanopartículas à base de carbono, como os nanotubos de carbono, grafite e óxido de grafeno. Esses materiais apresentam excelentes propriedades mecânicas, alta condutividade elétrica e térmica, características que são ambicionadas em matrizes cimentícias, para aplicações específicas. O objetivo principal da integração dessas nanopartículas é produzir compósitos com propriedades físicas aprimoradas e atributos inteligentes, como a capacidade de autocura e autodetecção de danos, aumentando assim sua adaptabilidade e durabilidade para atender às demandas da engenharia civil moderna⁴.

Durante os esforços para integrar nanomateriais à matriz cimentícia, uma série de estudos observou a tendência à formação de aglomerados dessas nanopartículas (Figura 1)⁵. A incorporação direta de nanopartículas na pasta de cimento durante a mistura não é viável devido ao espessamento da pasta começar

dentro de um curto período após a adição de água. O processo de mistura usando um misturador mecânico, comumente utilizado para preparar pastas de argamassa, não pode garantir a dispersão adequada dos nanomateriais dentro da matriz cimentícia⁶. Esses aglomerados, geralmente com dimensões entre 1 e 100 μm , interferem na distribuição uniforme das partículas na estrutura, resultando na subutilização de suas propriedades⁷⁻⁹. Em consequência, também podem surgir áreas de fragilidade na matriz, o que vai de encontro ao propósito inicial de melhorar o desempenho do compósito cimentício¹⁰.

Figura 1 - Aglomerados CNF em uma seção transversal de pasta de cimento. (a) imagem de microscópio óptico (b) imagem eletrônica de retroespalhamento MEV (c) EDS para carbono.



Fonte: Stephens, Brown, Sanchez ⁵

Visto esta problemática, estudos recentes tentam aprimorar essa dispersão antes de incorporar as partículas ao compósito. Diversos métodos estão sendo avaliados, entre eles pode-se citar o uso do misturador mecânico ¹¹, o uso da água com o ultrassom ⁴ e a sonicação alinhada ao surfactante ¹². No entanto, em grande parte dos casos, os estudos sobre dispersão se limitam a reproduções experimentais e testes visuais para verificar se há ou não uma boa dispersão.

Esses métodos podem fornecer resultados rápidos e visíveis, mas não necessariamente permitem entender o que causa as aglomerações e como efetivamente melhorar a dispersão. Além disso, a falta de compreensão sobre os mecanismos que regem a dispersão das nanopartículas pode levar a resultados inconsistentes e imprevisíveis, comprometendo a confiabilidade e a escalabilidade dos materiais cimentícios modificados com nanopartículas de carbono.

Portanto, avaliar a dispersão e estabilidade das suspensões aquosas com a adição de nanopartículas à base de carbono é de extrema importância para a sua aplicação eficaz em compósitos cimentícios. Este estudo visa contribuir para o avanço

nessa área, oferecendo uma compreensão mais profunda dos mecanismos que regem a dispersão das nanopartículas e desenvolvendo métodos mais eficazes para sua incorporação em matrizes cimentícias. Nesse sentido, a pesquisa explorou diferentes técnicas de dispersão e caracterização, a fim de otimizar a interação com a matriz cimentícia.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Investigar o processo de dispersão de nanotubos de carbono, óxido de grafeno e grafite para a produção de compósitos cimentícios, avaliando as suspensões aquosas para sua aplicação eficiente.

1.1.2 Objetivos específicos

- Avaliar a influência do teor do surfactante na dispersão das adições;
- Analisar o impacto do tipo e tempo de mistura das suspensões na estabilidade das dispersões;
- Identificar e otimizar os principais fatores influenciadores para alcançar uma dispersão eficaz para cada tipo de adição;
- Comparar os resultados obtidos nesta pesquisa com estudos prévios da literatura para avaliar a viabilidade e eficácia das dispersões de adições de carbono como agentes de reforço em compósitos cimentícios.

1.2 JUSTIFICATIVA

Os compósitos cimentícios enfrentam desafios, quando comparado com outros materiais, como menor capacidade de resistir à tração, baixo desempenho quanto à capacidade de deformação e alta porosidade, além de contribuírem com uma parcela considerável das emissões globais de dióxido de carbono. A incorporação de nanomateriais apresenta-se como uma alternativa para mitigar alguns desses problemas e desenvolver uma nova geração de cimentos multifuncionais e de alto

desempenho. No entanto, a eficácia dessa abordagem depende da dispersão eficiente das nanopartículas na matriz cimentícia. Mesmo com a dispersão prévia na água de amassamento, as suspensões aquosas continuam a apresentar certo grau de aglomeração, comprometendo o desempenho do composto¹³.

A investigação do processo de dispersão desses nanomateriais é necessária para superar as limitações existentes e maximizar os benefícios de sua incorporação em compósitos cimentícios ¹⁴. Desse modo evita-se a subutilização desses materiais, otimizando assim sua interação com a matriz cimentícia. Além disso, uma dispersão adequada contribui para evitar a formação de zonas de fragilidade na matriz, promovendo a uniformidade das propriedades do compósito e potencializando seu desempenho.

A melhoria das propriedades dos materiais de construção com a aplicação eficiente de nanopartículas pode reduzir os custos de manutenção e reparo das estruturas, prolongar sua vida útil e aumentar sua resistência a condições adversas. Ademais, o desenvolvimento de compósitos cimentícios mais duráveis e sustentáveis pode contribuir para a redução do consumo de recursos naturais e dos impactos ambientais associados à construção civil, resultando em economias a longo prazo¹⁵.

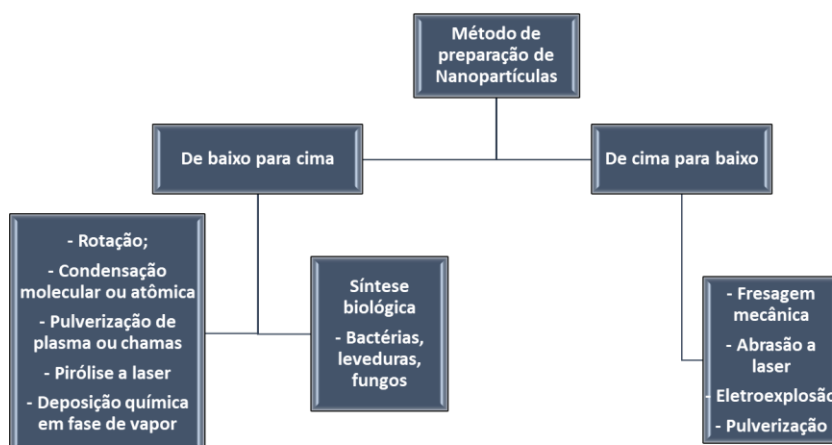
Ao entender os desafios e oportunidades associados à dispersão desses materiais, será possível identificar soluções inovadoras e eficazes para otimizar sua aplicação em escala industrial. Além do mais, o desenvolvimento de compósitos cimentícios avançados e tecnológicos pode abrir novas oportunidades de mercado e fortalecer a competitividade das empresas do setor².

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O conceito de nanotecnologia foi proposto pela primeira vez pelo famoso físico Richard Feynman em 1959, através do seu discurso "There's plenty of room at the bottom" numa conferência na Sociedade de Física da Caltech. Durante a conferência, ele abordou a viabilidade de empregar átomos como componentes fundamentais na produção de produtos em nanoescala ¹⁶.

Somente ao longo dos anos é que a implementação prática desse conceito tornou-se viável, especialmente por meio da abordagem nanométrica conhecida como "top-down" (de cima para baixo), proposta por Taniguchi. Nesse método, os materiais são reduzidos gradualmente até alcançarem a nanoescala, frequentemente por meio de técnicas de fatiamento sucessivo, sem manipulação atômica direta ². Mais de uma década depois, Drexler contribuiu para o desenvolvimento da abordagem oposta, denominada "bottom-up" (de baixo para cima), ou seja, a nanotecnologia molecular (Figura 2)¹⁷. Nessa perspectiva, os materiais são concebidos a partir de átomos ou componentes moleculares, utilizando um processo de montagem preciso. Essa estratégia oferece uma visão alternativa e complementar à abordagem "bottom-up," ampliando as possibilidades de manipulação e construção em nível nanométrico¹⁸.

Figura 2 - Métodos de preparação de nanopartículas



Fonte: adaptado de Khan; Saeed; Khan ¹⁷

De modo geral, existem três principais estratégias para a produção de nanopartículas: química, física e biológica. As técnicas físicas demandam máquinas

avançadas, operando em condições de alta pressão e temperatura, muitas das quais são complexas e dispendiosas. Por outro lado, procedimentos químicos, ao utilizarem materiais químicos como agentes redutores, levantam preocupações ambientais e de segurança para os trabalhadores. Recentemente, os métodos biológicos, conhecidos como processos verdes, surgiram como uma abordagem inovadora, sendo considerados essenciais, simples e econômicos^{19, 20}.

Os nanomateriais não são exclusivamente produzidos por métodos artificiais, mas também são encontrados em sistemas biológicos. A presença de nanomateriais na natureza remonta milhões de anos. Como destacado por Dickson²¹, é possível interpretar a própria vida como um sistema nanofásico. Um exemplo disso é observado em diversas espécies de bactérias aquáticas que utilizam o campo magnético terrestre para se orientar. Essas bactérias possuem cadeias de partículas nanométricas de magnetita de domínio único (Fe_3O_4), permitindo-lhes direcionar seus movimentos. Ao estabelecerem essa orientação, elas conseguem navegar em direção aos nutrientes e se afastar de condições letais, como altas concentrações de oxigênio.

2.1 NANOPARTÍCULAS

As Nanopartículas (NPs) são uma ampla classe de materiais que incluem substâncias particuladas que têm pelo menos uma dimensão menor que 100 nm. Devido à alta razão superfície-volume, esses materiais exibem uma reatividade diferenciada, influenciando profundamente suas propriedades químicas. A capacidade de manipular átomos e moléculas nesse nível permite a personalização precisa das propriedades químicas para atender a aplicações específicas²².

A transição das dimensões de um material do macro para o nano resulta em mudanças substanciais em suas propriedades, impulsionadas pela organização mais eficiente de seus átomos, aumento significativo da área superficial e a influência do efeito de tunelamento quântico. Essas características distintas conferem aos nanomateriais propriedades únicas, possibilitando a produção de produtos com elevada sensibilidade, efeitos superficiais marcantes, alta densidade funcional, propriedades catalíticas aprimoradas e resistência mecânica excepcional. Essa gama de propriedades distintivas tem contribuído para a extensa aplicação dos nanomateriais em diversos setores, destacando-se como materiais inovadores com

vasto potencial em aplicações tecnológicas e científicas²³ como demonstrado na Figura 3 .

Figura 3 - Aplicações da nanotecnologia



Fonte: o autor.

Sob uma perspectiva ambiental, a nanotecnologia se destaca como uma ferramenta promissora para aprimorar o tratamento de ar e água, desempenhando um papel significativo tanto na purificação desses recursos como no monitoramento de sua qualidade. No contexto dos cosméticos, observa-se uma progressiva aplicação da nanotecnologia na indústria, destacando-se benefícios como a prolongação da eficácia dos produtos e a melhoria de sua aparência, além de contribuir para a aderência do produto à pele ²⁴.

Na saúde, a nanotecnologia desempenha um papel crucial, estendendo-se desde o desenvolvimento de equipamentos até a formulação de medicamentos inovadores. Essa abordagem inovadora não apenas aprimora a eficiência dos tratamentos, mas também oferece potenciais avanços no campo da oncologia, possibilitando contribuições significativas para o tratamento de tumores. O uso estratégico da nanotecnologia na medicina exemplifica seu impacto e sua capacidade de revolucionar abordagens terapêuticas convencionais^{25, 26}.

No contexto da construção civil, a integração de nanopartículas com materiais de construção convencionais oferece oportunidades para obter propriedades que

facilitam a construção de estruturas com vãos mais extensos e edifícios de maior altura. Essa abordagem não apenas permite aprimorar a resistência mecânica dos materiais, mas também contribui para a redução do consumo de recursos naturais e da energia necessária durante o processo construtivo. Além disso, as nanopartículas auxiliam na otimização da durabilidade e eficiência das construções, prolongando sua vida útil e minimizando a necessidade de manutenção constante²⁷.

2.2 CLASSIFICAÇÃO

A categorização das nanopartículas pode ser dada de diversas maneiras, dependendo da sua morfologia, dimensão e propriedades químicas. Quanto a sua dimensão, as nanopartículas de dimensão zero (0D) possuem todas as suas dimensões em nanoescala, como a nano-SiO₂, ZnO e nano-CaCO₃; unidimensionais (1D) possuem duas dimensões em nanoescala, como os nanotubos de carbono (NTC) e haloisitas; e as bidimensionais (2D) possuem apenas uma dimensão em nanoescala, como nanoargila, nanocelulose fibrilada e óxido de grafeno¹⁴. Outra caracterização bastante utilizada é quanto a sua composição, podendo ser, nanopartículas metálicas, cerâmicas, poliméricas, semicondutoras, baseadas em carbono e lipídios¹⁷.

Sob a perspectiva da construção civil, é pertinente compreender as adições no cimento Portland. No Brasil a NBR 11172 (1990)²⁸ define adições como produtos minerais adicionados ao cimento, argamassas e concretos com a finalidade de alterar as suas características. A comunidade internacional não faz distinção entre aditivos e adições, sendo ambas denominadas de “admixtures”. Na literatura especializada não há um consenso acerca da classificação das adições minerais. Mehta e Monteiro²⁹, por exemplo, classificam as adições em dois grandes grupos: materiais naturais e materiais de subprodutos. Enquanto, a classificação mais difundida e aceita, classifica as adições minerais em três grupos distintos de acordo com o seu mecanismo de reação: pozolanas, cimentantes e inertes.³⁰

Por serem consideradas adições, as nanopartículas são classificadas do mesmo modo. As cimentantes desempenham a função de facilitar a hidratação do Cimento Portland, com a capacidade de gerar silicatos e aluminatos hidratados, como a Nano-alumina (Al₂O₃), Nano-titânio (TiO₂) e o Nano-óxido de Ferro (Fe₂O₃). Enquanto as pozolanas manifestam uma grande atividade pozolânica, promovendo a

produção de CSH em detrimento da portlandita, como a Nano-sílica (SiO_2) e as Nano-argilas. Quanto aos fillers, estas nanopartículas estabelecem baixa reatividade com o concreto, por isso sendo consideradas como substâncias quimicamente inertes, estas desempenham como principal função preencher os vazios entre partículas de maior dimensão, promovendo a densificação da pasta de cimento. Entretanto, por se tratar de um composto tão complexo quanto a matriz cimentícia, o mesmo tipo de nanopartícula pode desempenhar diferentes funções³.

2.3 NANOPARTÍCULAS A BASE DE CARBONO

Nanopartículas à base de carbono têm despertado considerável interesse na indústria da construção civil, com destaque para os nanotubos de carbono, grafite e óxido de grafeno. Vários estudos têm demonstrado resultados promissores ao adicionar as NPs a base de carbono à matriz cimentícia, observando melhorias significativas em sua resistência à compressão ³¹⁻³³, resistência à tração ^{31, 32, 33} e módulo de elasticidade ^{33, 37}. Além disso, podem melhorar a condutividade térmica ³⁸, condutividade elétrica³⁹ e a durabilidade do compósito principalmente reduzindo a porosidade da matriz cimentícia⁴⁰.

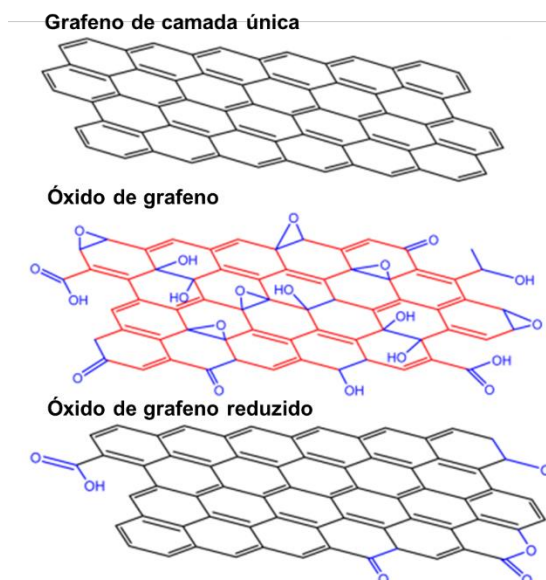
2.3.1 Óxido de Grafeno

O grafeno é constituído por uma folha de carbono com espessura de apenas um átomo e é frequentemente descrita como um favo de mel devido ao seu arranjo hexagonal de átomos de carbono. Cada átomo de carbono está ligado covalentemente a três outros átomos de carbono, formando fortes ligações hibridizadas sp^2 . Essa configuração de ligação resulta em uma folha plana com ligações carbono-carbono muito fortes, proporcionando excelentes propriedades mecânicas, elétricas e térmicas, além da estabilidade ao material⁴¹.

Contudo, devido à dificuldade em isolar camadas únicas de grafeno, ele é frequentemente comercializado em formas com poucas camadas (2 a 5 camadas), multicamadas (2 a 10 camadas), como óxido de grafeno ou óxido de grafeno reduzido (Figura 4). Devido à sua estabilidade e facilidade de obtenção, o óxido de grafeno, dentre os diversos nanomateriais derivados do grafeno, destaca-se como o mais

utilizado. Similarmente aos outros nanomateriais à base de carbono, o óxido de grafeno apresenta excelente condutividade térmica e elétrica⁴².

Figura 4 - Modelo estrutural do grafeno



Fonte: traduzido de Zhao *et al.*⁴²

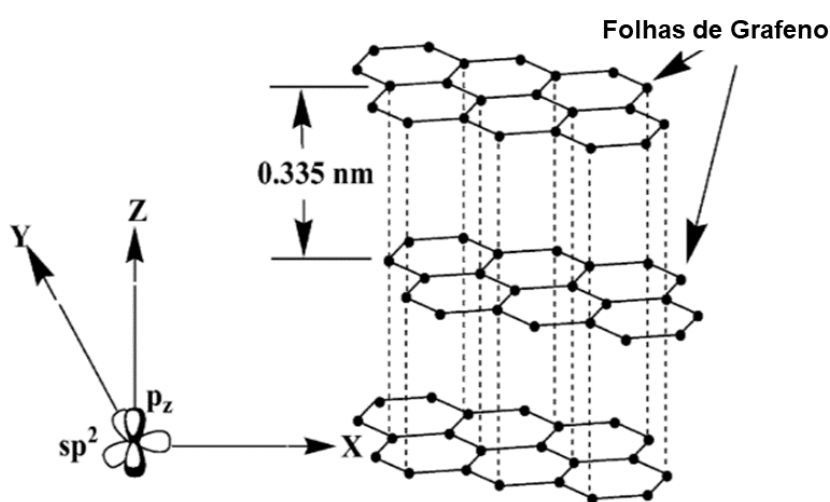
Como um derivado de grafeno, o óxido de grafeno (GO) é composto por uma rede de carbono hexagonal que possui grupos funcionais hidroxila, epóxido, carboxila e carbonila. Esses grupos contendo oxigênio tornam as folhas de GO hidrofílicas e altamente dispersíveis em água, oferecendo uma área de superfície maior para a nucleação de C-S-H do que os nanotubos de carbono (NTCs) amplamente pesquisados. No entanto, a funcionalização pode degradar as propriedades mecânicas do grafeno quando os grupos funcionais são enxertados e por isso as folhas de GO apresentam um módulo de elasticidade e resistência à tração inferiores ao grafeno. O módulo de elasticidade médio de 32 GPa e a resistência à tração de 130 MPa ainda são superiores ao cimento Portland.⁴³

2.3.2 Grafite

O grafite é a principal forma alotrópica de carbono, serve como um precursor econômico e de fácil acesso para estruturas baseadas em grafeno⁴⁴. Ele é uma substância natural cristalina composta predominantemente de carbono puro, organizada em uma estrutura cristalina hexagonal em camadas. Cada camada é

formada por átomos de carbono ligados fortemente em um padrão hexagonal plano, e as camadas são mantidas juntas em uma estrutura tridimensional por forças de Van der Waals, mais fracas (Figura 5)⁴⁵. Devido à natureza dessas interações interlaminares, as camadas de grafite podem deslizar facilmente umas sobre as outras, o que lhe confere propriedades de lubrificação. Além disso, o grafite é um bom condutor de eletricidade e calor devido ao movimento livre de elétrons dentro de suas camadas ⁴⁶.

Figura 5 - Estrutura em camadas do grafite dispostas em uma hibridização sp^2 fundida, formando configurações hexagonais.



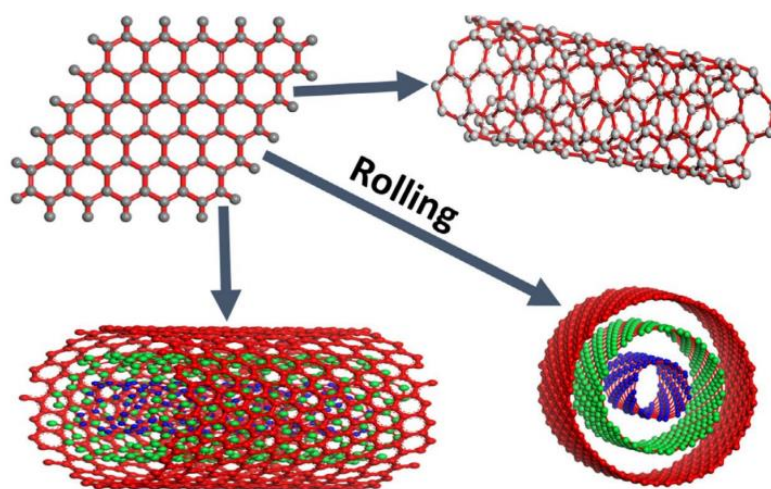
Fonte: Traduzido de Sengupta⁴⁵.

A nível nanométrico, as nano-plaquetas de grafite são versões pequenas de grafite, que mantêm suas propriedades distintivas em escala reduzida. Eles podem variar de algumas camadas até uma centena de camadas de grafeno, com cada camada tendo uma espessura na casa dos nanômetros. Os NGPs oferecem uma combinação de alta superfície específica, condutividade térmica e elétrica notável, e uma excelente resistência mecânica. O método de produção envolve a intercalação de grafite com íons metálicos ou tratamento ácido, seguida de uma esfoliação, processo esse que pode ser assistido por tratamento térmico, ultrassom ou agentes químicos. Assim como os nanotubos de carbono e o grafeno, essa estrutura também apresenta excelentes condutividade elétrica e térmica⁴⁷.

2.3.3 Nanotubo de Carbono

Os nanotubos de carbono (NTCs) são estruturas cilíndricas formadas por folhas de grafeno, uma variante bidimensional do carbono organizada em hexágonos. Estas folhas laminadas podem apresentar paredes únicas, duplas ou múltiplas, conforme a Figura 6. Existem fundamentalmente dois tipos de nanotubos de carbono: os de parede simples (SWNTs) e os de parede múltipla (MWNTs). Os SWNTs são formados por uma única folha de grafeno enrolada, enquanto os MWNTs são compostos por várias camadas concêntricas de nanotubos de carbono. A síntese dos NTCs é comumente realizada por meio da deposição de precursores de carbono, notadamente carbonos atômicos, que são vaporizados a partir de grafite por laser ou arco elétrico em partículas metálicas. Atualmente, a técnica de deposição química de vapor também é empregada para a síntese dessas estruturas ⁴⁸.

Figura 6 - Laminação da camada de grafite em NTCs de parede simples e de parede múltipla.



Fonte: Khan et al. ¹⁷

A alta condutividade elétrica dos NTCs, atribuída à sua composição à base de carbono, os torna extremamente úteis no setor eletrônico devido à sua alta condutividade elétrica. Esses nanotubos são amplamente empregados em dispositivos eletrônicos avançados, desempenhando funções essenciais em transistores e sensores. A versatilidade e as propriedades intrínsecas dos NTCs continuam a permitir avanços significativos em várias áreas tecnológicas. Isso fortalece sua posição como materiais inovadores e altamente funcionais na indústria

em geral. O NTC puro pode possuir um módulo de elasticidade próximo à 1 TPa e resistência à tração de 11–63 GPa.⁴⁹

2.4 INTERAÇÕES INTERMOLECULARES

Devido à sua elevada área de superfície e energia, as nanopartículas apresentam uma propensão significativamente maior a interações superficiais, sendo mais suscetíveis à aglomeração por forças intermoleculares¹⁰. A autoagregação propicia a formação de bolsões sem reação, resultando na concentração de tensões e, conseqüentemente, na diminuição substancial dos benefícios de sua aplicação². Além de poder desencadear uma série de implicações ambientais e toxicológicas⁵⁰.

Isto sugere que as NPs devem ser bem dispersas antes da sua aplicação, já que diversos estudos documentam a ineficácia ao aplica-la diretamente numa matriz cerâmica. Algumas nanopartículas inclusive já são comercializadas pré-dispersas em meio aquoso, não sendo dispersas apenas em água. No entanto, os métodos de dispersão química e física são normalmente exclusivos do fabricante, dificultando a reprodutibilidade dos resultados³.

À medida que a dimensão de uma partícula é reduzida, uma proporção mais significativa dos átomos que a compõem passa a existir em sua superfície. Em decorrência desse fenômeno, ocorre uma modificação na estrutura eletrônica, no comportamento da carga superficial e na reatividade da superfície da partícula⁵¹.

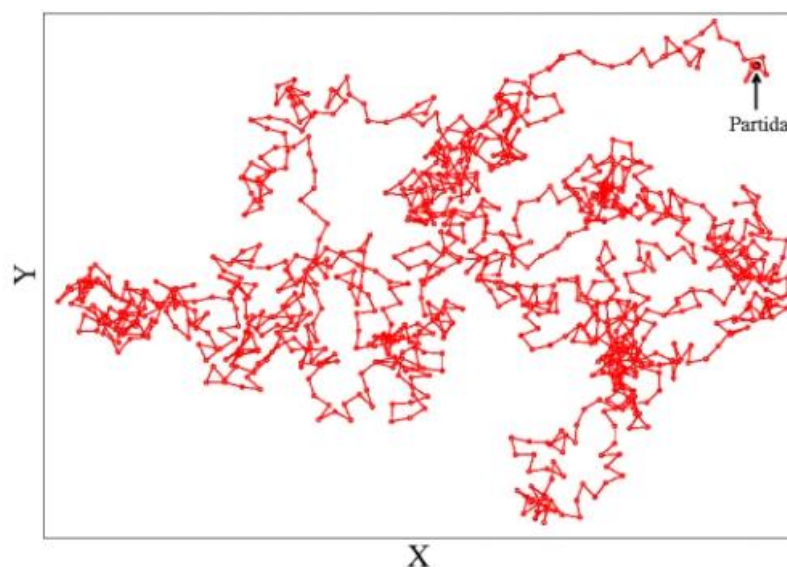
2.4.1 Movimento Browniano

O movimento Browniano recebeu esse nome devido às pesquisas do biólogo escocês Robert Brown (1773-1858), conhecido por suas contribuições significativas em botânica. Brown observou que partículas do tamanho de grãos de pólen, ou menores, quando colocadas em um fluido, se moviam de forma aparentemente aleatória. Inicialmente, ele suspeitou que fossem organismos vivos. No entanto, ao substituir as partículas orgânicas por partículas inorgânicas, Brown observou o mesmo tipo de comportamento. O fenômeno foi posteriormente explicado por Einstein como resultado dos choques das moléculas do fluido com as partículas em suspensão⁵².

O movimento Browniano é o movimento de um corpo de massa m (geralmente muito pequeno) na superfície de um fluido a uma temperatura T , devido à agitação

térmica. A partícula sofre colisões aleatórias com as moléculas do fluido, transferindo momento para a partícula, que se move de forma aparentemente aleatória na superfície do fluido. O movimento da partícula pode ser descrito usando a segunda lei de Newton ⁵³. Um exemplo do comportamento aleatório de uma partícula na superfície de um fluido realizando um movimento Browniano pode ser visto na Figura 7.

Figura 7 - Ilustração do comportamento de uma partícula Browniana após efetuar 10^3 passos aleatórios.



Fonte: Leone⁵².

2.4.2 Umedecimento de partículas

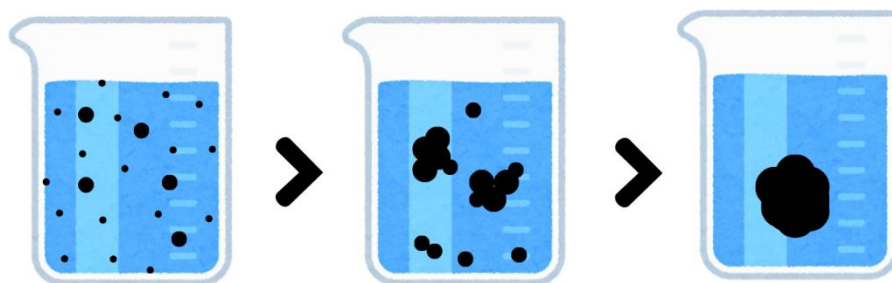
A água, devido à sua polaridade, tem a capacidade de estabelecer interações eletrostáticas com outras moléculas polares e íons, com base em suas cargas. As extremidades positivas e negativas da água atraem moléculas e íons polares. Em situações em que há uma alta proporção de moléculas de água para moléculas de soluto, como em uma solução aquosa, essas interações resultam na criação de um agrupamento tridimensional de moléculas de água conhecido como camada de solvatação, que envolve o soluto. E então, as partículas de soluto podem ser uniformemente dispersas na água graças a essas camadas de solvatação ^{54, 55}.

Porém, quando as moléculas do soluto são apolares, várias ligações de hidrogênio sofrem uma quebra descompensada devido à ausência de ligações de hidrogênio entre a água e as moléculas apolares. Lembrando que essa ruptura também é observada quando um soluto polar encontra água; no entanto, nesse

cenário, as ligações de hidrogênio são compensadas pela interação entre as moléculas de água e as moléculas de soluto. O objetivo é maximizar a formação de ligações de hidrogênio, fazendo com que as moléculas de água se posicionem próximas à substância apolar, envolvendo-a. Consequentemente, surge uma estrutura de ligações de hidrogênio circundando um soluto apolar⁵⁶.

Essa interconexão de ligações de hidrogênio significa uma redução na entropia do sistema, indicando um estado energético desfavorável. Quando várias moléculas apolares interagem com a água, elas tendem a se aglomerar para aumentar a entropia do sistema, conforme esquema na Figura 8⁵⁷. Essencialmente, em vez de estabelecer redes de ligações de hidrogênio em torno de moléculas não polares individuais - um processo que reduz a entropia e, portanto, é energeticamente desfavorecido - as moléculas de água obrigam essas moléculas não polares a se agregarem, esse processo é denominado de solvatação hidrofóbica. Assim, a interface entre soluto e água diminui, levando a uma diminuição na rede estabelecida por ligações de hidrogênio. Portanto, a redução na entropia é minimizada quando moléculas não polares se agregam^{54, 58}.

Figura 8 - Aglomeração de moléculas apolares na água

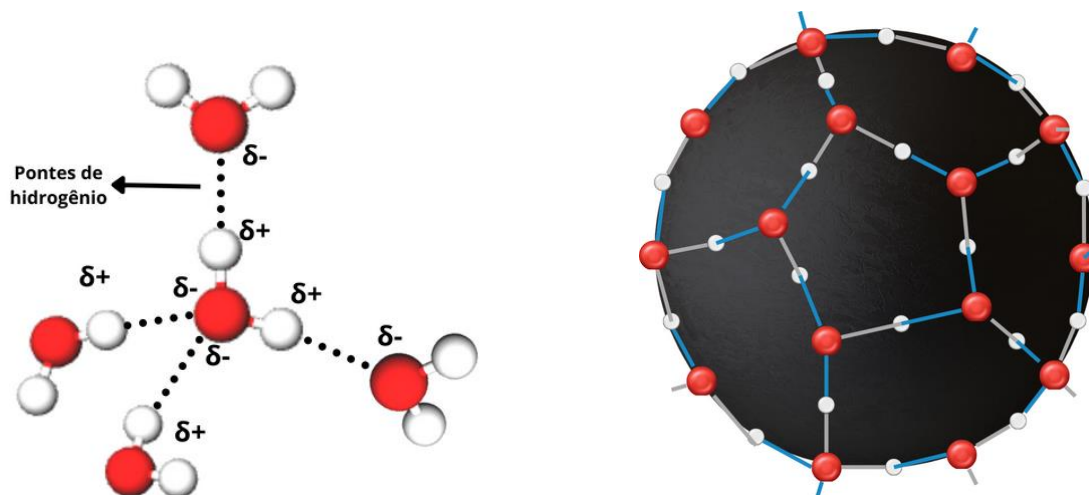


Fonte: Adaptado de Okuno *et al.* ⁵⁷

Após a introdução das moléculas não polares na água e a formação dos aglomerados, o sistema passa por um processo de relaxamento até atingir um estado de equilíbrio estável. Durante esse processo, as moléculas de água se organizam de maneira a minimizar suas interações com as moléculas não polares, esse processo pode ser visto na Figura 9. A mudança na energia livre padrão da solvatação hidrofóbica é frequentemente caracterizada por fenômenos de compensação de entalpia-entropia, onde as contribuições de entalpia e entropia se equilibram até certo ponto. Esta compensação reflete a complexa interação entre energia e entropia no

processo de solvatação e desse modo favorecendo a dispersão das moléculas apolares na água^{56, 59}.

Figura 9 - Representação das moléculas de água e suas pontes de hidrogênio.



Fonte: Adaptado de Okuno *et al.*⁵⁷

2.4.3 Força de Van der Waals

O conceito de "força de Van der Waals" é empregado na físico-química para caracterizar três modalidades de interações entre moléculas: a primeira ocorre entre duas moléculas que possuem dipolos permanentes (denominada Força de Keesom); a segunda se manifesta entre um dipolo permanente e um dipolo induzido correspondente em uma molécula adjacente (conhecida como Força de Debye); e a terceira surge entre dois dipolos induzidos de forma instantânea (identificada como Força de Dispersão de London). Na comunidade voltada para a matéria condensada, o termo "força de Van der Waals" é aplicado especificamente à última dessas interações⁶⁰.

As interações de London, responsáveis pelas energias de atração de van der Waals em sistemas dispersos, surgem devido à flutuação de carga provocada pelo movimento eletrostático dos elétrons em moléculas apolares. Além disso, é possível reduzir essas forças de atração por meio da formação de camadas de adsorção de tensoativos ou macromoléculas na interface sólido/líquido⁵³.

A força de van der Waals é essencial na compreensão de vários fenômenos, como adesão, tensão superficial, adsorção física, umedecimento e propriedades de

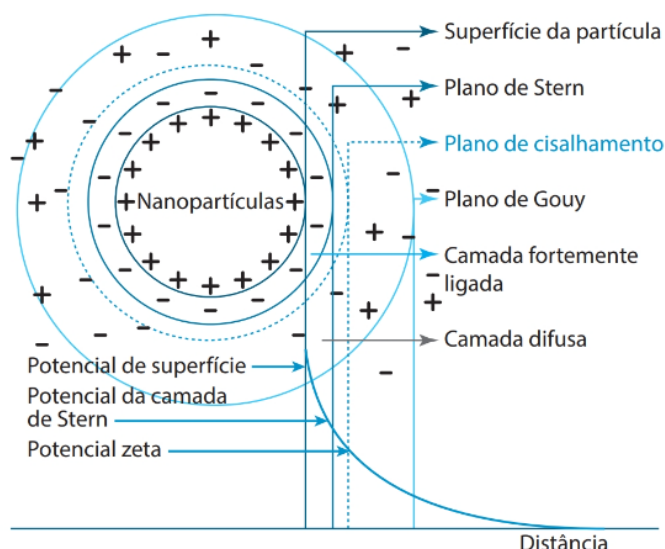
gases, líquidos e sólidos. Ela influencia significativamente o comportamento e as propriedades de moléculas e materiais em nível molecular, sendo a intensidade dessa força determinada por fatores como o tamanho e a forma das moléculas, a distância entre elas e sua polarizabilidade⁶¹.

2.4.4 Dupla camada elétrica

A força de van der Waals, que é sempre atrativa entre partículas semelhantes em um meio, poderia, teoricamente, fazer com que todas as partículas dissolvidas se unissem imediatamente e precipitassem da solução como um material sólido. Contudo, esse cenário não se concretiza devido à presença de forças eletrostáticas repulsivas, especialmente em meios líquidos com alta constante dielétrica, como a água.⁵⁶

Quando uma superfície sólida é colocada em um líquido, a superfície pode ficar carregada devido a vários mecanismos, como adsorção de íons, dissociação de grupos de superfície ou reações de oxirredução. Independentemente do mecanismo de carga, a carga superficial das partículas é equilibrada por uma região de contra-íons com carga oposta. Parte desses contra-íons forma uma camada estável na superfície das partículas, chamada camada de Stern, enquanto outros constituem uma atmosfera de íons em movimento térmico próximo à superfície, chamada camada difusa⁶². Essas duas regiões formam a chamada dupla camada elétrica e estão representadas na Figura 10⁶³.

Figura 10 - Distribuição das cargas elétricas nas nanopartículas em solução



Fonte: Toma ⁶³.

A camada Stern é responsável por influenciar o comportamento da superfície carregada. Esta região é composta por íons fortemente atraídos pela superfície carregada, que possuem pouca liberdade de movimento em relação à superfície. A principal característica desta camada é a alta concentração de íons em comparação com a camada difusa, gerando um ambiente diferente para esses íons. Sua presença afeta a distribuição de cargas próximas à superfície e influencia o comportamento da dupla camada elétrica como um todo. A sua espessura é normalmente da ordem de alguns angstroms e é determinada pelo tamanho dos grupos de superfície carregados e pelos contra-íons transitoriamente ligados⁶³.

2.4.5 DLVO

A teoria DLVO é frequentemente uma boa estimativa para forças entre superfícies para separações de até cerca de 5 nm. A variação na força iônica da suspensão controla o alcance da interação de dupla camada, enquanto as forças de van der Waals são insensíveis à força iônica. A combinação da atração de van der Waals e da repulsão eletrostática dá a energia de interação total em uma distância de separação específica ⁶⁴.

Em uma solução, a carga das nanopartículas é neutralizada pela adsorção de íons de carga oposta, formando uma camada iônica fortemente ligada à partícula

(camada de Stern). Esta camada move-se com a partícula, gerando um plano de cisalhamento da outra camada iônica, camada difusa, que determina o potencial elétrico efetivo na superfície da dupla camada, medido em mV (milivolts), conhecido como potencial zeta. Com o aumento da distância, as camadas tornam-se mais difusas até se misturarem com a solução circundante ⁶³.

Os resultados previstos pela teoria DLVO podem ser determinados por esse potencial. Quanto maior o valor em módulo deste potencial, mais estável é o colóide porque as forças repulsivas da bicamada superam as forças atrativas de van der Waals. Valores Zeta próximos a zero tornam os colóides menos estáveis e mais propensos a causar coagulação, floculação ou precipitação de suas dispersões, pois isso pode ocorrer se as forças atrativas superarem as forças repulsivas⁶⁵.

2.5 DISPERSÃO DE NANOPARTÍCULAS

A distribuição de nanomateriais dentro de matrizes ou solventes é denominada dispersão. Esse processo pode acontecer devido à quebra abrupta de aglomerados em pequenos fragmentos sob alta tensão (ruptura) ou à liberação contínua de pequenos fragmentos sob uma tensão comparativamente menor (erosão). O comportamento de dispersão dos nanomateriais é influenciado por vários fatores críticos, como comprimento dos nanomateriais, densidade de emaranhamento, fração volumétrica, viscosidade da matriz e forças atrativas. Diversas abordagens químicas têm sido exploradas para obter uma dispersão homogênea de nanomateriais em água. Isso inclui o uso de solventes, surfactantes, funcionalização com ácidos, aminas, fluores, plasma, micro-ondas, funcionalização não covalente e a utilização de polímeros em bloco, entre outras técnicas⁶.

A técnica física mais empregada para a dispersão de nanomateriais é a ultrassom, a qual é comumente complementada pelos métodos mencionados anteriormente, com destaque para a aplicação predominante de um agente tensoativo³.

2.5.1 Aglomeração

A principal força atrativa que atua entre nanopartículas apolares é atribuída às forças de Van der Waals, cuja significância é ampliada em decorrência das

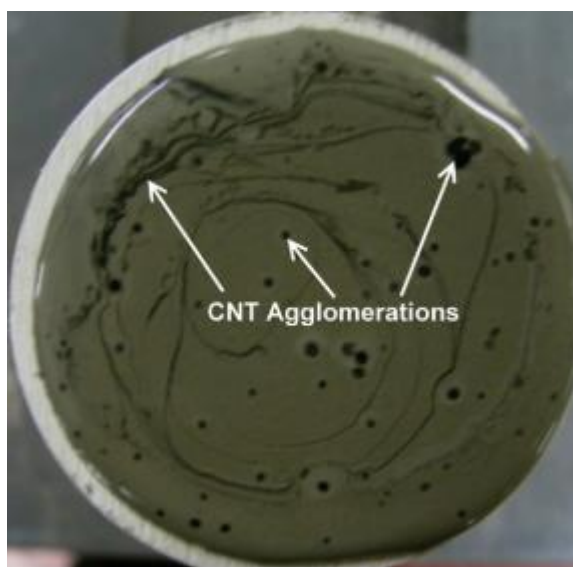
dimensões extremamente reduzidas e da elevada relação entre a superfície e o volume desses materiais nanoestruturados. Essa forma de interação fundamenta-se nos dipolos magnéticos que emergem em virtude do fenômeno de polarização inerente às nanopartículas ⁶⁶.

As forças de hidratação também influenciam na agregação, considerando a interação das partículas com a água, sendo hidrofílicas, geram uma repulsão entre as mesmas, porém, quando hidrofóbicas, têm uma interação atrativa, como ocorre com a maioria das nanopartículas⁶⁷.

Outro fator a ser considerado é o ambiente no qual a nanopartícula será incorporada; o pH e a quantidade de água disponível também exercem influência na sua dispersão. Na construção civil, a água influencia significativamente as propriedades mecânicas dos materiais cimentícios. Uma quantidade excessiva de água leva ao aumento dos poros capilares, resultando na formação de defeitos microestruturais. Para concreto armado é essencial manter a relação água/cimento abaixo de 0,65 para preservar as propriedades do concreto endurecido e dependendo do local da aplicação esse valor pode diminuir à 0,45 segundo a NBR 12655 (2022)⁶⁸ e NBR 6118 (2023)⁶⁹.

Assim sendo, a quantidade de água utilizada na dispersão deve ser controlada. Ademais, é importante que a água utilizada no processo esteja em temperatura ambiente ou inferior, evitando assim o processamento térmico da solução para não comprometer a hidratação do cimento. Esses aspectos são de extrema relevância para garantir a eficácia e durabilidade do material utilizado na construção⁷⁰. A dispersão de NTC no cimento é ainda mais difícil quando comparada às matrizes poliméricas, como pode ser visto na Figura 11⁷¹. Uma das razões para a má dispersão que alguns estudos apontam é devido ao tamanho dos grãos de cimento⁶.

Figura 11 - Amostra de pasta fresca mostrando aglomerações de NTCs



Fonte: Collins *et al.*⁷¹

Diversos autores documentam que a aplicação de nanopartículas não transcorreu conforme expectativas devido à sua dispersão ineficaz. Conforme observado por Li *et al.* (2017)⁷², Collins *et al.* (2012)⁷¹ e Najigivi *et al.* (2013)¹¹ a má dispersão exerceu ainda uma influência negativa, uma vez que as aglomerações concentradas de nanopartículas resultaram na formação de uma região enfraquecida na estrutura.

Embora haja um amplo conhecimento atual sobre nanopartículas, ainda não foi estabelecido um método definitivo para melhorar sua dispersão, sendo que cada autor aborda o experimento de maneira distinta. Cota *et al.* (2012)⁷³, por exemplo, realizou a mistura de todos os materiais juntos com um misturador mecânico, o que não resultou numa boa dispersão. Sargam e Wang (2021)¹² conduziram um estudo sobre o impacto de diversos tipos de surfactantes em um tipo específico de nanopartícula, utilizando o ultrassom. Gao *et al.*, (2020)⁷⁴ realizaram a mistura do surfactante com a água e, posteriormente, adicionaram as nanopartículas. Em seguida, realizaram agitação manual do béquer, acrescentaram os agregados e misturaram por mais um minuto antes de incorporar o restante dos materiais para a produção do concreto.

Du e Pang (2018)⁷⁵ empregaram ultrassom em modo pulsado ao longo de 1 hora e 15% de surfactante. Em contraste, Sikora *et al.* (2018)⁷⁰ realizaram ultrassom por 45 minutos, acompanhado de agitação mecânica em alta velocidade, sem a

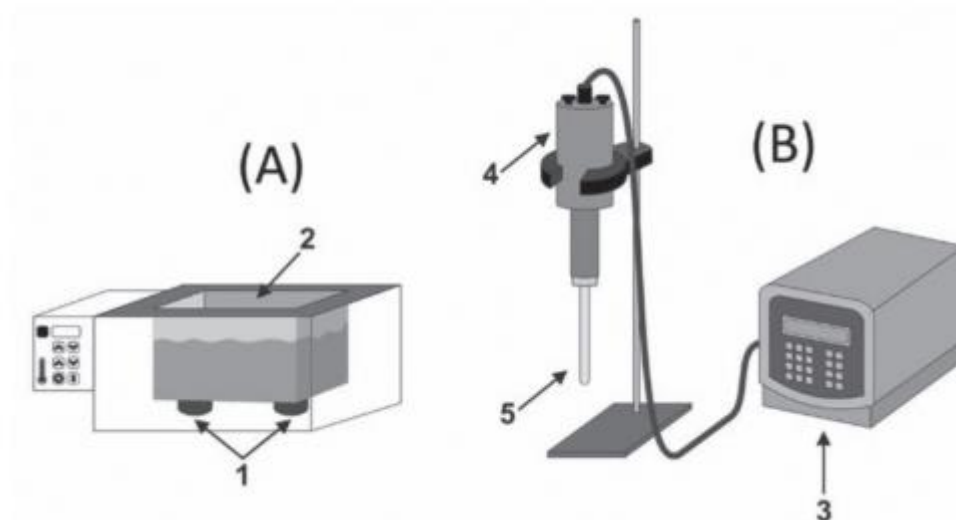
utilização de outros dispersantes. Por sua vez, Mendes, *et al.* (2023)⁷⁶ seguiram a metodologia do Parveen *et al.* (2017)⁷⁷, iniciando com a mistura de água e nanopartículas por meio de um agitador magnético, seguido de repouso da suspensão. Após dois dias, adicionaram o surfactante com agitação magnética, seguido de novo período de armazenamento, antes de aplicar o ultrassom.

2.5.2 Métodos físicos

Há basicamente dois métodos físicos para a dispersão de nanopartículas: por meio de agitação ou ultrassom. Dentre os agitadores estão o magnético e o mecânico. Os Agitadores Magnéticos são equipamentos destinados a agitar líquidos ou soluções por meio de uma pequena barra magnética impulsionada e movimentada por um campo magnético rotativo. São recomendados para misturas que exigem maior tempo de agitação, mas não para líquidos de maior viscosidade ou se a mistura for heterogênea com grande quantidade de sólidos dispersos. Os Agitadores Mecânicos ou Agitadores de Hélice são mais utilizados para misturas viscosas ou semi-viscosas em diversos volumes em períodos mais curtos. A haste ou hélice de agitação fica imersa na amostra e promove uma maior homogeneidade da mistura através do movimento de rotação em baixa ou alta velocidade⁷⁸.

Atualmente, um método físico amplamente utilizado para a dispersão de nanopartículas (NPs) é a sonicação, que envolve o uso de energia ultrassônica. A sonicação refere-se à aplicação de energia sonora em frequências amplamente inaudíveis ao ouvido humano, geralmente acima de 20 kHz, com o objetivo de facilitar a quebra de aglomerados de partículas por meio de um processo conhecido como cavitação. Essas ondas ultrassônicas podem ser geradas de duas maneiras principais: pela imersão de uma sonda de ultrassom na suspensão líquida, chamado sonificador de ponteira, ou introduzindo o recipiente da amostra em um líquido que propaga as ondas ultrassônicas, chamado de ultrassom de banho ⁷⁹. Estas técnicas são esquematicamente mostradas na Figura 12⁸⁰.

Figura 12 - Esquema de dispositivos para aproveitamento de ondas ultrassônicas empregados em laboratórios. (A) Banho de ultrassom. (B) Homogeneizador ultrassônico (disruptor de células). 1. piezocerâmicas; 2. tanque; 3. gerador; 4. transdutor; 5. Transmissor (probe).



Fonte: Korn *et al.*⁸⁰

A desagregação por ultrassom é mais eficiente em termos de energia e pode alcançar um maior grau de fragmentação de pós, em comparação com outras técnicas de dispersão convencionais. Existem vários tipos de sonicação disponíveis, cada um com diferentes configurações de intensidade e potência de saída, muitas vezes adaptados com um tipo específico de sonotrodo para atender a requisitos ou processos específicos⁸¹.

Embora a sonicação de ponteira seja conhecido por ter um desempenho melhor do que a sonicação de banho devido à alta intensidade localizada ⁸², a aplicação inconsistente do tratamento ultrassônico entre laboratórios e entre operadores individuais, combinada com a falta de padronização do processo, contribuiu para a variabilidade nos resultados observados⁷⁹.

A sonicação de banho também é frequentemente preferida à ponteira para a preparação de suspensões de testes toxicológicos devido ao possível risco de contaminação através da ponta por causa da erosão da ponta da sonda de titânio após uso prolongado e discrepâncias de profundidade de imersão da sonda. Além disso, vários frascos podem ser sonicados ao mesmo tempo e com a mesma intensidade no ultrassom de banho. Isto não só economiza tempo, mas garante que todas as amostras sejam tratadas igualmente, o que torna os resultados entre amostras mais confiáveis e comparáveis⁸³.

Mesmo que seja possível atingir um maior grau de dispersão aumentando a energia ultrassônica, é importante notar que esse processo pode causar danos à estrutura das partículas. Esses danos incluem a formação de carbono amorfo nos nanotubos de carbono (NTCs) e o encurtamento dos mesmos, resultando na diminuição de sua proporção de aspecto. Além disso, a coesão entre os tubos e a matriz hospedeira pode ser interrompida⁷¹. Diante disso, é necessário estabelecer uma energia de sonicação ideal, que equilibre a dispersão desejada com os danos induzidos mínimos. Essa energia ideal depende de fatores como a concentração, diâmetro, comprimento e o meio solvente da nanopartícula⁸⁴.

2.5.3 Surfactante

Um surfactante é um agente tensoativo com uma estrutura anfipática, o que significa que possui uma parte hidrofóbica, que se dissolve em materiais apolares e que geralmente consiste em uma longa cauda de hidrocarbonetos, e um grupo principal hidrofílico, que se dissolve em um solvente polar. Essa estrutura permite que os surfactantes sejam eficazes em reduzir a tensão superficial entre duas fases imiscíveis, como é o caso do detergente ou sabão. O modo como um surfactante age em um detergente é dissolvendo-se tanto na fase aquosa quanto na fase hidrocarboneto, permitindo que suas superfícies entrem em contato. Isso resulta na solubilização da fase hidrocarboneto, tornando possível ser removida pela água⁸⁵.

Dependendo das cargas presentes em suas porções tensoativas, os surfactantes podem ser classificados como aniônicos, catiônicos, zwitteriônicos ou não iônicos. Os surfactantes aniônicos possuem uma carga negativa em sua cabeça polar e são atraídos por superfícies carregadas positivamente, como as bordas de argila em rochas. Os surfactantes catiônicos, por outro lado, possuem uma carga positiva em sua cabeça polar e são atraídos por superfícies carregadas negativamente. Os surfactantes zwitteriônicos possuem tanto cargas positivas quanto negativas em suas moléculas e são capazes de se ligar a uma variedade de superfícies. Por fim, os surfactantes não iônicos não possuem carga em sua cabeça polar e geralmente atuam por meio de interações de ligação de hidrogênio⁸⁶. Na Figura 13⁶³**Erro! Fonte de referência não encontrada.** estão listados alguns exemplos de surfactantes mais utilizados.

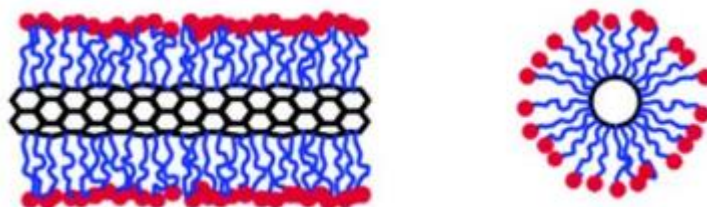
Figura 13 - Exemplos dos surfactantes mais usuais

Tipo de surfactante	Nome	Fórmula
Surfactantes aniônicos	estearato de sódio	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}^- \text{Na}^+$
	dodecilsulfato de sódio (SDS)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_4^- \text{Na}^+$
	dodecilbenzenossulfonato de sódio	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_3^- \text{Na}^+$
Surfactantes catiônicos	brometo de hexadeciltrimetilamônio ou brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}^+(\text{CH}_3)_3 \text{Br}^-$
	cloreto de dodecilpiridínio	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{Py}^+ \text{Cl}^-$
	cloreto de dodecilamônio	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_3^+ \text{Cl}^-$
Surfactantes não iônicos	Brij [®] (ICI América)	$\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m\text{H}$
	Triton X [®] (Union Carbide)	$\text{C}_8\text{H}_{17}-\text{C}_6\text{H}_4-(\text{OC}_2\text{H}_4)_{9,5}\text{OH}$
	Tergitol [®] (Union Carbide)	dialquildipolióxido de etileno
	Pluronic [®] (BASF)	copolímero de polióxidos de etileno e propileno

Fonte: Toma⁶³.

Em baixas concentrações, as moléculas de surfactante são adsorvidas nas superfícies ou interfaces do sistema, onde podem reduzir significativamente a tensão interfacial, facilitando a dispersão e estabilização de nanopartículas¹². Essa redução na tensão gera uma repulsão interpartículas que funciona por meio de efeitos estéricos, eletrônicos e eletrostáticos e alguns pesquisadores unem esses elementos com o intuito de otimizar a sua dispersão⁶⁷. A Figura 14 é uma representação do mecanismo pelo qual os surfactantes ajudam a dispersar o NTC.

Figura 14 - NTC encapsulado em uma micela surfactante cilíndrica (vista transversal e lateral)



Fonte: Vaisman *et al.*⁶⁷.

No entanto, a aplicação de surfactantes específicos pode levar a resultados indesejados, especialmente em situações específicas como o da utilização no cimento, onde podem surgir problemas na hidratação do material. A retenção de ar na

pasta de cimento e a interação negativa com aditivos redutores de água estão entre esses problemas. Yazdanbakhsh *et al.*⁸⁷ afirmam que o uso de Pluronic F98 e dodecilbenzeno sulfonato de sódio na pasta de cimento aumenta a retenção de ar significativamente. No caso do Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio, a retenção de ar é até cinco vezes maior do que na pasta de cimento sem aditivos, além de atrasar a pega inicial em até 24 horas.

Embora a goma arábica, seja eficaz na dispersão de nanotubos de carbono em água, quando combinada com superplastificantes à base de policarboxilato, Bandyopadhyaya *et al.*⁸⁸ afirmam que a mesma tende a ocasionar reaglomeração das fibras, transformando a dispersão em gel. Apesar de existirem dispersões estáveis de nanocompósitos em meio aquoso disponíveis comercialmente é importante notar que podem exercer efeitos adversos na hidratação do cimento, retardando as reações de hidratação e diminuindo a resistência à compressão da pasta de cimento endurecida.

2.6 PASTA DE CIMENTO PORTLAND

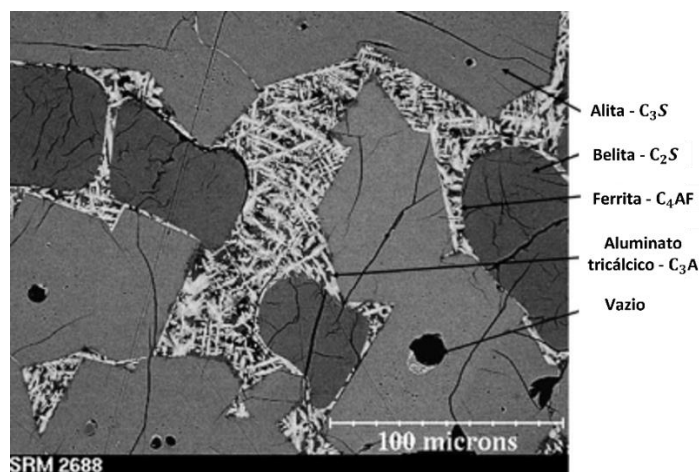
O cimento Portland é o aglomerante mais utilizado na construção civil. Atualmente, a fabricação do cimento é um processo produtivo que envolve um alto custo econômico e ambiental, a sua produção começa com a extração e britagem das matérias-primas, principalmente calcário e argila. Os materiais triturados são então moídos até formar um pó fino, conhecido como “farinha”, essa farinha é formada principalmente pelo óxido de cálcio (CaO), a Sílica (SiO₂), a Alumina (Al₂O₃), Óxido de Ferro (Fe₂O₃), e pequenas porcentagens de magnésia (MgO). Este pó é então adicionado a um forno rotativo, onde é aquecido a temperaturas que chegam a cerca de 1450°C.

Após esse processo, conhecido por clínquerização, é adicionada a gipsita, para retardar o tempo de pega do produto. Também podem ser adicionados outros materiais como o calcário, a pozolana e a escória, dependendo da composição desejada do cimento⁸⁹. O clínquer é formado majoritariamente pelos seguintes compostos anidros (Figura 15)⁹⁰:

- Silicato tricálcico (3CaO · SiO₂), denominado de C₃S ou Alita, é o maior responsável pela resistência em todas as idades, especialmente até o fim do primeiro mês de cura.

- Silicato bicálcico ($2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$), denominado de C_2S ou belita, adquire maior importância no processo de endurecimento em idades mais avançadas, sendo largamente responsável pelo ganho de resistência a um ano ou mais;
- Aluminato tricálcico ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), denominado de C_3A , é o responsável pela rapidez da pega, também é o componente que mais libera calor e que torna possível o uso de menores temperaturas no forno para a produção do clínquer.
- Ferro aluminato tetracálcico ($4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$), denominado de C_4AF , possui grandes vazios estruturais responsáveis pela reatividade elevada e a sua pega ocorre em poucos minutos.⁹¹

Figura 15 - Microscopia eletrônica de varredura do cimento Portland



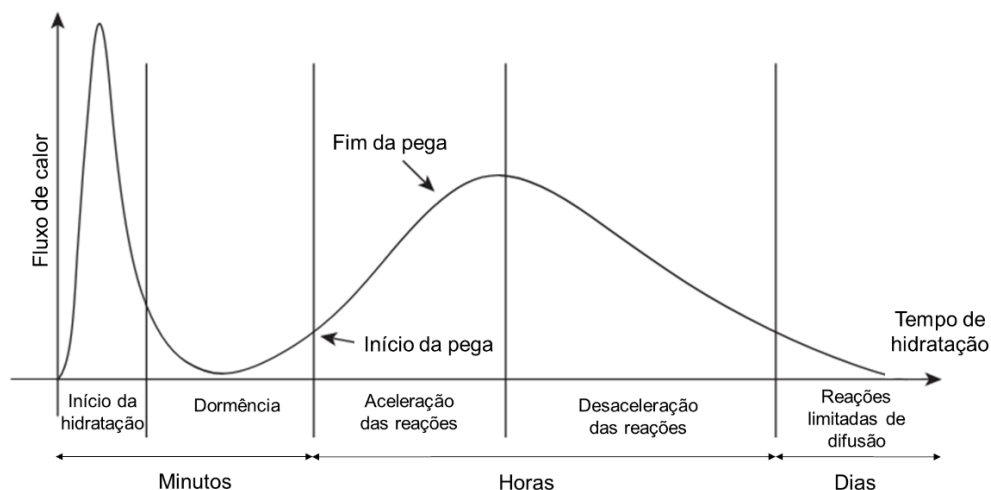
Fonte: Adaptado de Stutzman⁹⁰.

A hidratação do cimento Portland envolve as reações dos seus compostos anidros com a água formando novos compostos, como silicatos de cálcio hidratados (CSH), hidróxidos de cálcio (CH), etringita e monossulfoaluminatos. O processo ocorre naturalmente e é associado com a liberação de calor. O tempo de endurecimento e a quantidade de calor liberada irá depender de diversos fatores incluindo a composição e granulometria do cimento, a relação a/c, a temperatura de cura e a presença de misturas e/ou aditivos pasta⁹².

Esses produtos de hidratação, especialmente o C-S-H, formam uma rede microestrutural coesiva que se desenvolve e se fortalece com o passar do tempo, conferindo resistência e durabilidade ao concreto. As alterações nas reações de hidratação do cimento podem ser observadas já nos primeiros instantes após a

mistura com a água, influenciando diretamente as propriedades de argamassas e concretos no estado fresco e endurecido. A Figura 16⁹³ representa o comportamento esperado da liberação do calor do cimento durante sua hidratação.

Figura 16 - Gráfico esquemático da evolução térmica do cimento.



Fonte: Adaptado de Vazquez⁹³

O estudo das características da pasta de cimento estabilizada é essencial para entender a composição e a funcionalidade de argamassas e concreto. A pasta de cimento confere fluidez e coesão à argamassa, com suas propriedades reológicas diretamente influenciadas pelas características da pasta. Vários fatores têm o potencial de impactar as propriedades reológicas da pasta de cimento, como a relação água-cimento; propriedades do cimento como finura, área superficial, composição e processo de hidratação; as características das adições químicas e minerais integradas à mistura; a metodologia de mistura aplicada durante sua criação; e a idade da pasta.

As condições de teste e o ambiente durante as avaliações, como temperatura e umidade, também podem exercer influência no comportamento das pastas de cimento fresca, na progressão da cura e nas características finais de endurecimento⁹⁴.

Investigações anteriores mostram que a incorporação de nanomateriais na pasta de cimento pode levar a uma diminuição nas propriedades reológicas, incluindo viscosidade e limite de fluxo. Esse fenômeno é atribuído à elevada área superficial específica dos nanomateriais, necessitando de uma quantidade significativa de água para molhar adequadamente suas superfícies, diminuindo consequentemente o conteúdo de água disponível para a lubrificação⁹⁵.

Apesar dos desafios encontrados ao incorporar as nanopartículas em matrizes cimentícias, já é consolidado que as nanopartículas podem melhorar as propriedades das matrizes cimentícias (Quadro 1).

A aceleração do processo de hidratação causado pela adição de alguns nanomateriais contribui para a melhoria das propriedades físicas e mecânicas do material, especialmente durante as fases iniciais de cura. A formação e o crescimento rápido dos cristais de C-S-H auxiliam na ocupação dos poros e na diminuição da permeabilidade da matriz cimentícia, devido ao seu maior volume em comparação com os grãos de silicato de cálcio (C_2S e C_3S). Além disso, esses cristais reforçam a resistência mecânica do material, o que pode resultar em redução do tempo necessário para a remoção das fôrmas em componentes de concreto. ⁹⁶

Quadro 1 - Efeitos de adições de NPs em matrizes cimentícias relatados experimentalmente.

Ano	Autor	NP	Efeitos da adição de NPs
2013	Zapata <i>et al.</i> ⁹⁷	NS	Aumento da Coesão
2015	Aggarwal <i>et al.</i> ⁹⁸	NS	
2004	Li, G ⁹⁹	NS	Aumento na resistência a compressão
2005	Li Gy, Wang Pm, Zhao X ¹⁰⁰	NTC	
2007	Qing <i>et. Al</i> ¹⁰¹	NS	
2009	J. Gaitero, W. Zhu, I. Campillo ¹⁰²	NS	
2009	Musso S <i>et al.</i> ¹⁰³	NTC	
2009	Luo J, Duan Z, Li H ¹⁰⁴	NTC	
2012	Sobolkina <i>et al.</i> ¹⁰⁵	NTC	
2018	Reches <i>et al.</i> ¹⁰⁶	NS/TiO ₂ / Al ₂ O ₃ / Fe ₂ O ₃ /nano-argilas	
2021	Karakouzian <i>et al.</i> ³⁴	NTC e NS	
2023	Mendes <i>et al.</i> ⁷⁶	CNF	
2023	Ashwini <i>et al.</i> ¹⁰⁷	NTC/CNF/NS/ TiO ₂ / Al ₂ O ₃ /	
2013	Hou <i>et al.</i> ¹⁰⁸	NS	
2005	Li Gy, Wang Pm, Zhao X ¹⁰⁰	NTC	Aumento na resistência a flexão
2009	Musso S <i>et al.</i> ¹⁰³	NTC	
2009	Luo J, Duan Z, Li H ¹⁰⁴	NTC	
2010	Konsta-Gdoutos <i>et al.</i> ¹⁰⁹	NTC	
2021	Karakouzian <i>et al.</i> ³⁴	NTC e NS	
2004	Li <i>et al.</i> ¹¹⁰	NS/ Fe ₂ O ₃	
2010	Givi <i>et al.</i> ¹¹¹	NS	
2012	Ibrahim <i>et al.</i> ⁴⁸	NS	
2017	Salman <i>et. al.</i> ¹¹²	TiO ₂	
2023	Mendes <i>et al.</i>	CNF	
2023	Ashwini <i>et al.</i> ¹⁰⁷	NTC/CNF/NS/ TiO ₂ / Al ₂ O ₃	
2010	Konsta-Gdoutos <i>et al.</i> ¹⁰⁹	NTC	Aumento no módulo de elasticidade
2018	Reches <i>et al.</i> ¹⁰⁶	NS/ TiO ₂ / Al ₂ O ₃ / Fe ₂ O ₃ /nano-argilas	
2023	Mendes <i>et al.</i> ⁷⁶	CNF	
2008	Gaitero <i>et al.</i> ¹¹³	NS e nanoCaCO ₃	Redução da trabalhabilidade
2011	Atahan H.N., Dikme D. ¹¹⁴	NS	
2012	Bentz <i>et al.</i> ⁹	CaCO ₃	
2015	Aggarwal <i>et al.</i> ⁹⁸	NS	
2016	Barkoula <i>et. al.</i> ¹¹⁵	NS	
2022	Ribeiro <i>et al.</i> ¹¹⁶	NTC	
2013	Zapata <i>et al.</i> ⁹⁷	NS	Redução do ar aprisionado no concreto
2014	Kim <i>et al.</i> ¹¹⁷	NS	
2022	Ribeiro <i>et al.</i> ¹¹⁶	NTC	

Fonte: o autor.

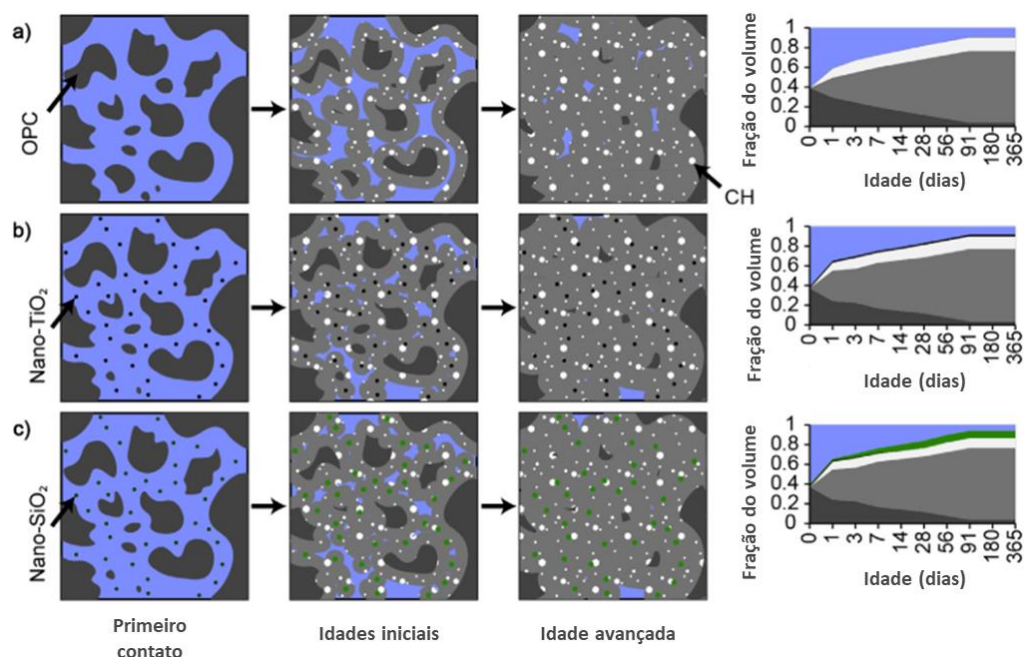
A principal influência das nanopartículas é aumentar a taxa de hidratação, mas as nanofibras 1D e as nanofolhas 2D também reforçam a matriz de cimento

devido às suas altas razões de aspecto. Devido ao pequeno espaçamento entre os nanoreforços individuais, eles se distribuem de maneira mais fina em comparação com fibras tradicionais, permitindo ajustar as propriedades dos nanocompósitos com uma quantidade extremamente baixa de nanomaterial⁴³.

Esses nanomateriais são projetados para interagir com o cimento em nível nanoscópico, com o diâmetro médio do C–S–H estimado em 5 nm. O cimento obtém sua força da alta área de superfície específica e, conseqüentemente, a propriedade adesiva dos C–S–H em escala nanométrica. Por exemplo, a nanosílica, devido à sua grande superfície silicosa, consome o óxido de cálcio livre rapidamente, especialmente nas fases iniciais. Com um tamanho médio de partícula de 12 nm, a nanosílica acelera a hidratação do cimento mais efetivamente do que a sílica ativa com 150 nm de diâmetro. Uma maior área de superfície específica ou uma dosagem extra reduz o tempo inicial de pega das pastas de cimento, resultado da rápida atividade pozolânica que transforma o C–S–H em sua forma estável. No entanto, a hidratação desacelera após 7 dias devido à adsorção de água pela nanosílica. Evidências adicionais mostram que a nanosílica reduz o tempo de pega, acelera o pico de calor de hidratação e aumenta a produção de CH em fases iniciais ¹¹⁸.

A Figura 17 mostra um esquema do processo de hidratação para um produto que usa apenas cimento Portland (OPC) como ligante. A microestrutura da hidratação desde o estágio inicial até o estágio final e a evolução temporal da fração volumétrica das várias fases cimentícias são mostradas na figura, quando o OPC (cinza escuro) é hidratado para C-S-H (cinza claro) e CH (branco), o conteúdo total e o tamanho dos poros (azul) diminuem. A modificação nanométrica da hidratação é apresentada para materiais não pozolânicos (nano-TiO₂) e pozolânicos (NS). NPs, sejam pozolânicas ou não pozolânicas, servem como núcleos para a precipitação de hidratos de clínquer e misturas, enquanto as NPs pozolânicas geram CSH adicional (verde claro) por reação com CH³.

Figura 17 - Modelo conceitual da hidratação de produtos cimentícios contendo: a) OPC, b) OPC com nano-TiO₂ (não pozolânico), c) OPC com nano-SiO₂



Fonte: traduzido de Reches ³.

Para os NTCs, foi observado que eles aceleram o crescimento dos produtos de hidratação por meio de pontos de nucleação para produtos de hidratação do C₃S, sendo rapidamente revestidos com C-S-H, ocasionando melhorias na dureza até 14 dias¹¹⁹. O óxido de grafeno (GO) também acelera a taxa de hidratação. O cimento com GO aumenta o teor de água não evaporável em 9% e de CH em 6%. Essa disparidade nos teores de água e CH é consistentemente em uma proporção maior do que o cimento Portland comum em todas as idades. O aumento nas propriedades mecânicas observados na literatura com a utilização de grafite, grafeno e nanotubos de carbono, são atribuídos tanto às elevadas resistências mecânicas intrínsecas dessas adições quanto à otimização da formação de C-S-H¹¹⁸.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Com o objetivo de aprimorar o processo de dispersão de nanotubos de carbono, óxido de grafeno e grafite para a produção de compósitos cimentícios, é necessário considerar uma série de fatores influentes. Assim, o planejamento experimental desta pesquisa foi estruturado para aprofundar o entendimento dos mecanismos envolvidos na cinética de uma dispersão eficaz de nanopartículas de carbono em solução e posterior aplicação em matriz de cimento Portland. Foram exploradas técnicas específicas para avaliar a dispersão das nanopartículas em meios aquosos, além dos métodos utilizados para assegurar a eficiência do processo de dispersão e sua aplicação adequada em matrizes cimentícias.

Para análise da dispersão dos nanomateriais, foi desenvolvido o planejamento experimental, que contemplou as variáveis dependentes e independentes, e a sequência de atividades a serem desenvolvidas.

As variáveis independentes são:

- Concentração de nanopartículas: A quantidade de nanopartículas adicionada pode variar e afetar a dispersão e as propriedades do compósito;
- Teor do Surfactante: a quantidade de surfactante ideal para uma dispersão efetiva;
- Técnicas de dispersão: ultrassom e agitação mecânica;
- Tempo: O tempo de sonicação e agitação;

Enquanto as variáveis dependentes são:

- Estabilidade das suspensões aquosas durante os experimentos;
- Eficiência da dispersão das nanopartículas;

Após definição das melhores condicionantes de dispersão, pastas de cimento Portland foram moldadas para avaliação dos efeitos das adições nas matrizes cimentícias.

3.1 MATERIAIS

Inicialmente, foram conduzidas caracterizações das adições de grafite, óxido de grafeno e nanotubos de carbono, com o objetivo de determinar o nível de pureza, detecção de defeitos microestruturais, identificação de óxidos e grupos funcionais, bem como a avaliação do potencial de interface.

O grafite utilizado foi fornecido pela Grafite do Brasil, sendo escolhido o produto C99/325 devido à sua alta pureza de carbono e condutividade elétrica, conforme recomendação do fabricante. O óxido de grafeno foi fornecido pela Amazonas Grafeno, localizada no estado de Tocantins, sendo selecionado o produto GP1 do catálogo da empresa. Os nanotubos de carbono são da empresa belga Nanocyl, sendo escolhido o produto NC7000TM, que consiste em nanotubos de carbono de paredes múltiplas.

Para dispersão das nanopartículas foram utilizados aditivos surfactantes e agente antiespumante. O surfactante Pluronic® F-127 em pó, da Sigma-Aldrich, foi escolhido com base em resultados promissores de pesquisas anteriores. O Pluronic F-127 é um surfactante copolímero que apresenta uma cadeia hidrofóbica de óxido de polipropileno em seu núcleo, com duas cadeias hidrofílicas de óxido de polietileno em ambos os lados. Sua natureza não iônica não altera as características ópticas, elétricas e mecânicas intrínsecas das nanopartículas. Devido à sua estrutura anfifílica, o Pluronic F-127 tem sido comprovadamente eficaz na dispersão de nanopartículas e é compatível com compósitos cimentícios¹.

Já o agente desincorporador de ar foi utilizado para evitar a formação de espuma nas suspensões, o mesmo foi recomendado pelo próprio fabricante. Por questões de sigilo industrial neste trabalho o produto será tratado somente como agente desincorporador de ar ou agente antiespuma.

Para avaliação do efeito das adições em matrizes cimentícias foram produzidas pastas de cimento Portland. O cimento utilizado foi o CP V RS, pois contém uma menor quantidade de adições, está disponível no mercado regional e permite uma melhor avaliação da influência das adições de carbono.

Para a caracterização dos materiais foram aplicadas as técnicas de picnometria à Hélio, espectroscopia Raman e FTIR.

Inicialmente, realizou-se o ensaio de picnometria a hélio para determinar a massa específica de cada adição, permitindo a realização do ensaio com base na

porcentagem de substituição em relação ao volume do cimento. Embora a maioria das pesquisas nessa área considere a substituição em peso devido à baixa quantidade envolvida, devido à natureza da adição, optou-se por considerar o volume. O picnômetro de gás hélio é uma técnica utilizada para determinar o volume real de um sólido, mesmo que poroso, por meio da variação da pressão de gás em uma câmara de volume conhecido. O hélio é o gás comumente utilizado devido à sua natureza inerte e à sua capacidade de penetrar facilmente nos poros acessíveis da amostra, possibilitando uma medição precisa do volume do sólido de interesse. O equipamento consiste em duas câmaras de volumes conhecidos - a câmara que contém a amostra e a câmara de expansão - ligadas por uma válvula de expansão.

Antes da análise, a amostra é submetida a um processo de desgaseificação, que envolve repetidas purgas com hélio para remover impurezas e umidade. No entanto, se a amostra estiver saturada ou contiver um determinado teor de umidade, a purga não é realizada. Após ajustar todo o sistema à pressão atmosférica, a câmara que contém a amostra é isolada fechando-se a válvula de expansão, e então é pressurizada até atingir uma pressão inicial, P_1 . Em seguida, a válvula de expansão é aberta, causando uma diminuição na pressão para um novo valor, P_2 ¹²⁰. Assumindo o comportamento ideal do hélio, o volume do sólido pode ser calculado utilizando uma equação específica.

$$P_1(V_a - V_s) = P_2(V_a - V_s + V_E) \quad (1)$$

A massa específica é calculada automaticamente pelo equipamento, utilizando a relação entre a massa do sólido (inserida como entrada) e o volume determinado pela equação. O ensaio foi repetido três vezes para cada tipo de nanopartícula, utilizando amostras diferentes em cada repetição para garantir a precisão dos resultados.

A técnica Raman é um método de espectroscopia que envolve a dispersão inelástica da luz por moléculas e materiais. Ela permite a análise de estados de vibração e rotação em moléculas, fornecendo informações sobre a composição química e estrutura de materiais¹²¹. O ensaio de espectroscopia Raman foi conduzido no Pluronic e no agente antiespuma para identificar a presença de grupos funcionais. A análise foi realizada utilizando um espectrômetro Raman dispersivo, equipado com

um microscópio Bruker Senterra e três grades de difração. Os parâmetros empregados incluíram um laser verde de 532 nm, uma abertura de 50 μm e a medição em 5 pontos distintos.

A Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi empregada para identificar grupos funcionais na superfície das amostras. Nessa técnica, um espectrômetro FTIR é acoplado a um microscópio óptico, e a transmissão da luz infravermelha através da amostra ou a reflexão da sua superfície é medida em função do comprimento de onda. Os microscópios de FTIR convencionais têm a capacidade de coletar imagens microscópicas químicas com uma resolução espacial típica de cerca de 5-10 μm ^{122, 123}. A análise foi conduzida nas adições de carbono utilizando um espectrômetro IRPrestige-21, com refletância difusa da marca Shimadzu, modelo DRS-8000, operado pelo Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-Labmu). O espectrômetro operou no modo de transmitância, abrangendo uma faixa espectral de 4000 a 550 cm^{-1} , com uma resolução de 4 cm^{-1} e utilizando 32 varreduras.

As distribuições granulométricas das adições foram definidas por granulometria a laser em um granulômetro modelo Bettersizer 2600 (Wet), com faixa de medição de 0,02-2600 μm com um dispersante a base de álcool isopropílico.

3.2 DISPERSÃO DE NANOMATERIAIS

Dado a ausência de métodos padronizados para a dispersão de nanopartículas, foi necessário realizar testes preliminares para determinar os parâmetros para uma boa dispersão, com base na revisão da literatura. Estes testes envolveram a fixação de todas as variáveis independentes que seriam estudadas, visando investigar a influência da ordem dos fatores (se a adição da NP ou do surfactante primeiro à água), o tempo de umectação (30 minutos, 1 hora, 12 horas, 1 dia, 2 dias, 3 dias) e o método de mistura ao ser adicionado à solução (agitação manual do béquer, mistura com a espátula, ou utilização do agitador mecânico).

A avaliação visual e microscópica das dispersões demonstrou que aquelas preparadas com a adição prévia de surfactante e antiespuma, seguidas de um tempo de repouso de 2 dias antes da incorporação das nanopartículas e mais 2 dias após, apresentaram maior estabilidade e menor formação de aglomerados. Observou-se também que o método que consistiu na agitação manual do béquer, seguido do uso

do misturador e do ultrassom apenas ao final, promoveu resultados superiores em termos de estabilidade.

Os testes preliminares indicaram a necessidade de utilizar um agente desincorporador de ar, devido à tendência do surfactante de gerar espuma (Figura 18), o que poderia resultar na formação excessiva de poros no composto, tornando-o inadequado para aplicação em matrizes cimentícias. Resultados similares foram relatados por outros autores^{1, 37}.

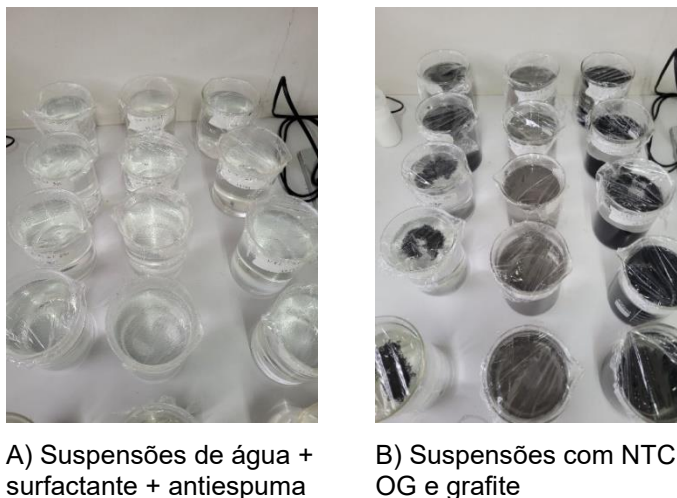
Desse modo, optou-se por iniciar o processo colocando o agente desincorporador de ar no béquer, seguido pela adição da água e do surfactante, procedendo com a agitação manual do béquer por 1 minuto. Posteriormente, a suspensão foi deixada em repouso por dois dias, coberta com plástico filme e mantida à temperatura ambiente (Figura 19a). Após esse período, as nanopartículas foram adicionadas, seguido de nova agitação manual do béquer por um minuto, e mais um período de repouso de 2 dias (Figura 19b). Somente então as suspensões foram encaminhadas para o misturador mecânico ou ultrassom, dando continuidade à pesquisa. O fluxograma dos processos pode ser observado na Figura 20.

Figura 18 - Suspensão de Grafite com Surfactante e Água.



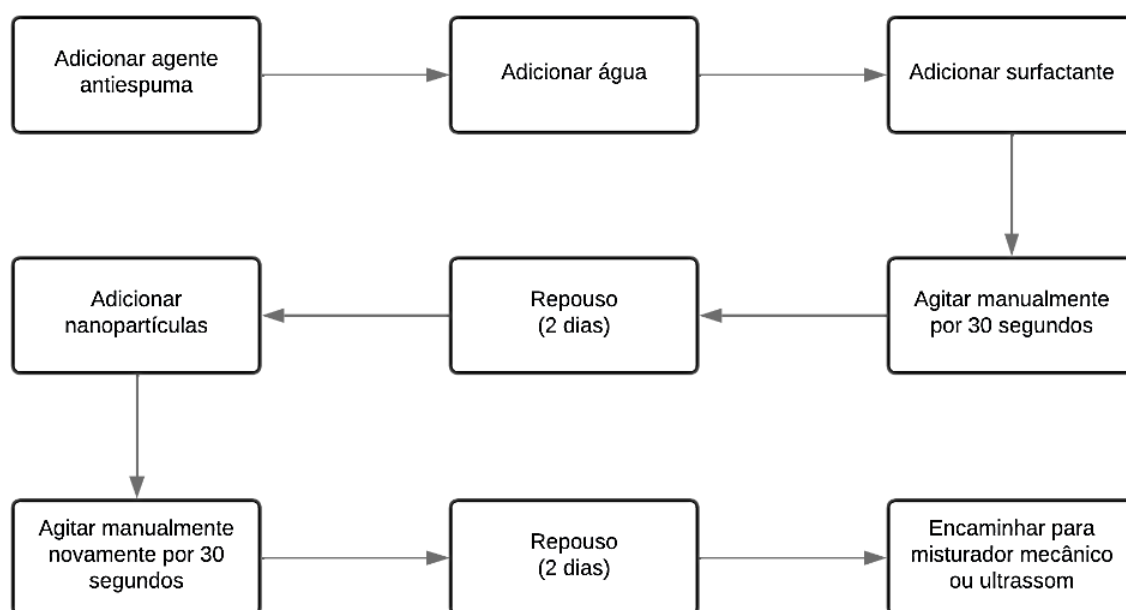
Fonte: o autor.

Figura 19 - Preparo das suspensões



Fonte: o autor.

Figura 20 - Fluxograma de preparo das suspensões



Fonte: o autor.

Conforme mencionado anteriormente, a quantidade de água na dispersão é restrita devido à relação água/cimento, que não pode ser elevada, uma vez que um aumento nessa relação resulta em uma redução na resistência do material. Apesar do foco inicial estar na dispersão aquosa, foi estabelecida uma relação água/cimento de 0,5 para determinar os quantitativos de cada material.

Em seguida, para investigar minuciosamente o impacto de cada variável na dispersão, foi necessário fixar determinados parâmetros, permitindo a análise isolada da influência de cada um.

Inicialmente, a dosagem do surfactante foi examinada nos percentuais de 0%; 10%; 20%; 30% e 40% em relação ao peso da nanopartícula, mantendo a concentração da NP em 0,05% do volume do cimento e o tempo de ultrassom em 30 minutos, com temperatura constante. As amostras foram então analisadas após 1 hora.

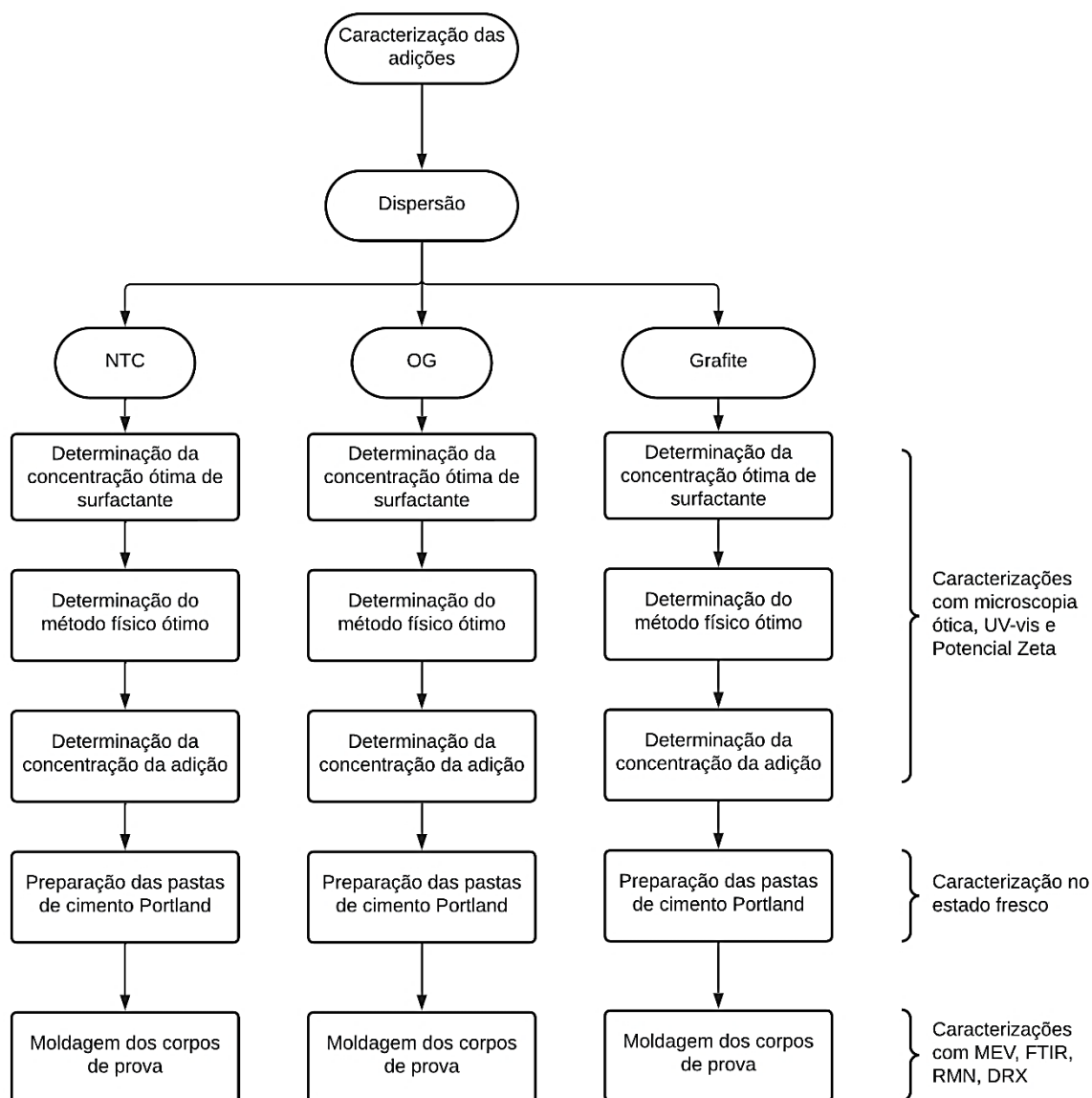
Após identificar a concentração ótima de surfactante (denominada como S) para cada nanopartícula, investigou-se o tempo de ultrassom, em 0, 15, 30, 45, 60 e 120 min, com temperatura fixa. A agitação promovida por um misturador mecânico também foi realizada em intervalos de 0, 2, 5 e 10 minutos, separadamente do ultrassom e após, também foi verificada a utilização dos 2 métodos de dispersão associados, primeiro passando pelo misturador e depois pelo ultrassom.

Por fim, examinou-se a porcentagem de dosagem das NPS em relação ao peso de cimento, variando de 0; 0,01; 0,03 0,05; 0,1%, considerando a composição única de cada nanopartícula. Cada NP foi testada individualmente, sem a fixação dos mesmos valores de dosagem para todas. Para cada suspensão realizada, foram feitas caracterizações por meio de microscopia ótica, UV-vis e potencial Zeta.

Os métodos de análise foram selecionados com base em estudos anteriores, que demonstraram que a espectrofotometria UV-Vis pode ser associada ao tamanho das partículas na dispersão, facilitando a avaliação de sua eficácia. Além disso, o potencial zeta, determinado pelo valor obtido a partir do cisalhamento da dupla camada elétrica, é útil para avaliar a estabilidade da suspensão coloidal. A microscopia ótica foi empregada para proporcionar uma comparação visual mais detalhada entre as diferentes suspensões.

Na Figura 21 estão apresentadas as etapas do planejamento experimental e no Tabela 1 as quantidades utilizadas para execução das análises.

Figura 21 - Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: o autor.

Tabela 1 - Planejamento dos testes de dispersão e quantitativos de materiais.

	SIGLA	CONC. (%)	NP (g)	ÁGUA (ml)	SURFACTANTE (g)	DENSIL (g)	DENSIL (ml)	TEMP. (°C)	AGITAÇÃO (min)	
									US	MEC
Fase 1	XXX-SF	0,0625%	0,2	160	0	0	0	30	30	0
	XXX-SF	0,0625%	0,2	159,99	0,02	0,01	0,0112	30	30	0
	XXX-SF	0,0625%	0,2	159,98	0,04	0,02	0,0224	30	30	0
	XXX-SF	0,0625%	0,2	159,97	0,06	0,03	0,0336	30	30	0
	XXX-SF	0,0625%	0,2	159,96	0,08	0,04	0,0448	30	30	0
Fase 2	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	0	0
	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	15	0
	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	30	0
	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	45	0
	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	60	0
Fase 3	XXX-US	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	120	0
	XXX-MT	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	0	2
	XXX-MT	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	0	5
	XXX-MT	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	0	10
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	15	2
Fase 4	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	15	5
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	15	10
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	30	2
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	30	5
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	30	10
Fase 5	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	45	2
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	45	5
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	45	10
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	60	2
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	60	5
Fase 6	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	60	10
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	120	2
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	120	5
	XXX-UM	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	120	10
Fase 7	XXX-CN	0,0000%	0	A	S	Dg	Dml	30	Us	M
	XXX-CN	0,0156%	0,05	A	S	Dg	Dml	30	Us	M
	XXX-CN	0,0313%	0,1	A	S	Dg	Dml	30	Us	M
	XXX-CN	0,0625%	0,2	A	S	Dg	Dml	30	Us	M
Fase 8	XXX-UM	C	M	A	S	Dg	Dml	30	Us	M
	XXX-UM	C	M	A	S	Dg	Dml	45	Us	M
	XXX-UM	C	M	A	S	Dg	Dml	60	Us	M

Fonte: o autor.

As letras representam os melhores resultados obtidos do estudo anterior. Para a substituição da quantidade de água em ml adequada, foi realizado o ensaio de massa específica do antiespuma.

Para realizar a homogeneização das suspensões, foi utilizado o misturador mecânico Ultra Turrax T18 da marca Ika com um grau de agitação de 10.000 rotações por minuto e o ultrassom de banho da Dubesser de 6 L com 40Khz (Figura 22). Trata-se de um modelo de misturador mecânico com um rotor que facilita ainda mais a dispersão.

Figura 22 – A - Dispensor mecânico Ultra Turrax T18 – Ika e B - Ultrassom de banho 40Khz



Fonte: o autor.

As dispersões foram avaliadas quanto a sua eficiência por meio das técnicas de Condutividade elétrica e pH da dispersão, UV-Vis, DLS e Potencial Zeta e imagens por microscopia ótica realizada através de um microscópio digital USB modelo x4 com o auxílio dos softwares HiView para captura de imagem e calibração e ImageJ para inserção da escala e tratamento de imagem.

3.2.1 UV-Vis

A espectroscopia UV-vis, técnica analítica que envolve a medição da absorção de luz na faixa de comprimentos de onda ultravioleta visível foi aplicada nas dispersões. Essa técnica foi correlacionada com os tamanhos das partículas por Yu

*et al.*¹²⁴ e tem sido bastante utilizada para determinar a concentração de uma dispersão. As medidas espectrofotométricas foram conduzidas utilizando uma cubeta de quartzo e um espectrofotômetro UV-VIS NIR VARIAN CARY 50, operado pelo Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-Labmu). Os dados espectrais foram registrados na faixa de 190 a 800 nm, com uma resolução de 1 nm.

3.2.2 Condutividade elétrica e pH da dispersão

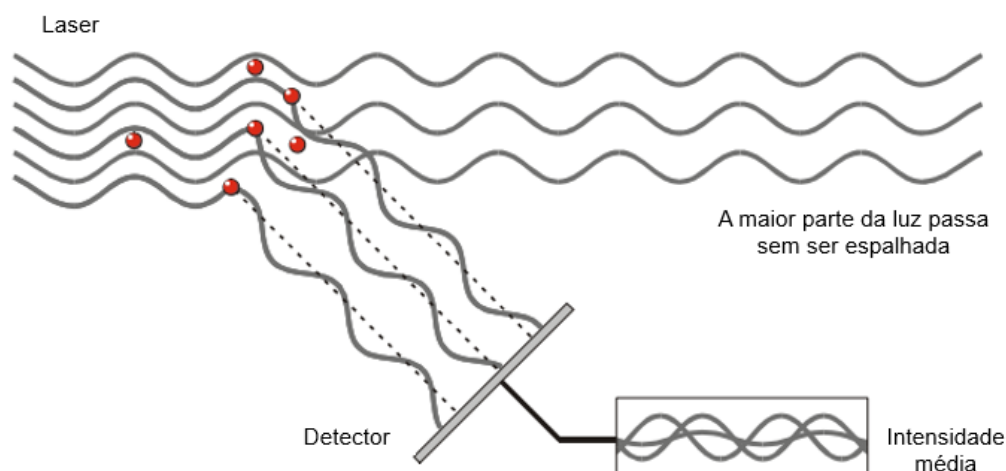
Para realizar o ensaio de condutividade elétrica, foi utilizado um condutivímetro, onde dois eletrodos são imersos na solução e a condutividade elétrica da dispersão é registrada. Esse processo envolve a medição da resistência elétrica entre os eletrodos e sua conversão em condutividade. Os dados obtidos foram então analisados para interpretar a condutividade elétrica da dispersão em relação à sua composição e concentração de íons. Para o ensaio de pH em dispersões, o eletrodo de pH foi mergulhado na dispersão, e aguardou-se até que a leitura se estabilizasse. Em seguida, o valor de pH foi registrado. Os dados obtidos foram analisados para interpretar o pH da dispersão em relação à sua acidez ou basicidade.

3.2.3 DLS e Potencial Zeta

Foi utilizado o equipamento Zetasizer Nano ZS90 para analisar a distribuição de tamanho de partículas (DLS - Dynamic Light Scattering) e o potencial zeta (PZ) das nanopartículas dispersas na solução. O espalhamento dinâmico de luz com um ângulo de 90 graus é empregado para medir os tamanhos de partículas, analisando a difusão das partículas em movimento Browniano e convertendo esses dados utilizando a relação de Stokes-Einstein¹².

O DLS contém um laser que é usado para iluminar as partículas da amostra dentro de uma célula. A maior parte do feixe de laser passa diretamente pela amostra, mas uma parte é espalhada pelas partículas presentes nela. Um detector então é utilizado para medir a intensidade da luz dispersa, como pode ser visto no esquema da Figura 23¹²⁵. Como uma partícula espalha luz em todas as direções, é possível, em teoria, posicionar o detector em qualquer lugar e ele ainda detectará a dispersão, no caso do aparelho utilizado, será medida em um ângulo de 90°.

Figura 23 - Esquema do funcionamento do Dynamic Light Scattering

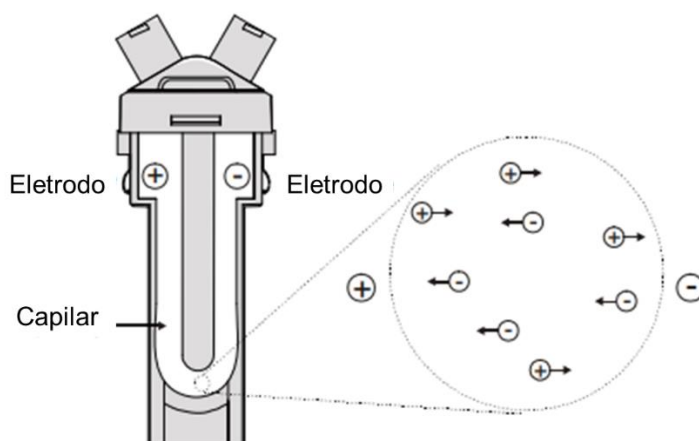


Fonte: traduzido de Malvern Instruments¹²⁵.

O sinal de intensidade de dispersão para o detector é enviado para uma placa de processamento de sinal digital chamada correlator. O correlator compara a intensidade de dispersão em intervalos de tempo sucessivos para determinar a taxa de variação da intensidade. Essas informações do correlator são então enviadas para um computador, onde o software analisa os dados e obtém informações sobre o tamanho médio das partículas.

Para medir o potencial zeta, foi utilizado o micro-eletoforese de Laser Doppler. Nesta técnica, um campo elétrico é aplicado à dispersão (Figura 24), e a velocidade das partículas em resposta a esse campo é medida utilizando um interferômetro a laser chamado M3 PALS (Phase Analysis Light Scattering), de forma similar ao DLS. A partir dessa velocidade, é possível calcular com precisão a mobilidade eletroforética, e consequentemente, o potencial zeta das amostras. O Zetasizer Nano ZS90 possui uma faixa operacional que vai de 0,3 nm a 5 µm, emitindo um feixe de laser com comprimento de onda de 632 nm e coletando sinais com uma configuração de retroespalhamento em um ângulo de 90°. Para a análise de DLS e PZ foi utilizada uma amostra de aproximadamente 5 µl da solução, e o experimento foi repetido três vezes para assegurar a consistência dos resultados.

Figura 24 - Esquema da aplicação de potencial elétrico na célula para obtenção do potencial zeta



Fonte: traduzido de Malvern Instruments ¹²⁵.

3.3 PASTAS DE CIMENTO PORTLAND

Para avaliar o impacto das dispersões dos nanomateriais foram moldadas pastas de cimento Portland com as nanopartículas dispersas em solução. Para este estudo, pastas de cimento Portland com a relação água/aglomerante fixo de 0,5 foram produzidas. O cimento utilizado foi o CP V RS.

As adições de grafite, OG (óxido de grafeno) e NTC (nanotubos de carbono) substituíram parte do volume do cimento Portland. Estas condições foram estabelecidas para que as pastas fossem caracterizadas aos 28 dias de idade. As dispersões, que foram preparadas previamente, que apresentaram os melhores resultados obtidos pelas análises de UV-Vis e potencial zeta foram escolhidas para serem usadas nas pastas de cimento Portland.

Foi realizado um estudo de trabalhabilidade de pastas de cimento com adições de carbono para a etapa de produção dos corpos de prova, com o objetivo de determinar como as adições de grafite, OG e NTC afetam a consistência das pastas de cimento. O ensaio foi adaptado da NBR 7215 (2019)¹²⁶ devido à norma ser destinada a argamassas, onde o cone utilizado para o ensaio possui 85 mm de diâmetro na parte inferior e 45 mm de diâmetro na superior.

Os corpos de prova foram cilíndricos, conforme Figura 25, com 21 mm de diâmetro e 42 mm de altura. Após a moldagem, os corpos de prova foram desmoldados e submetidos à cura em água saturada de cal até os 28 dias. Isso

garante condições para a avaliação das propriedades mecânicas e microestruturais das pastas de cimento modificadas.

Figura 25 - Moldes dos corpos de prova de pasta de cimento



Fonte: o autor.

As amostras foram caracterizadas quanto a resistência à compressão e absorção por imersão. Após a ruptura à compressão, os corpos de prova foram moídos até que se obteve um pó fino, passante na peneira de malha de 0,075 mm para poder ser utilizado nas técnicas de difração de raios X (DRX) e espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Para obtenção de imagens microscópicas as amostras foram preparadas pela redução dos corpos de prova de pastas com serra de precisão para que obtivesse o tamanho menor do que 4 mm em cada direção.

3.3.1 Resistência à compressão e absorção de água

O ensaio de resistência à compressão foi realizado de acordo com a NBR 7215:2019¹²⁶, e consistiu em aplicar uma carga gradual e uniforme sobre um corpo de prova cilíndrico de concreto até sua ruptura. Havendo uma adaptação dos ensaios em relação às dimensões dos corpos de prova, que foram confeccionados com 21mm de diâmetro e 42 mm de altura.

Para avaliar a influência dessas adições na porosidade das pastas de cimento Portland hidratado, foram realizados dois ensaios. O ensaio de absorção por imersão seguiu a adaptação da NBR 16917:2021¹²⁷, com corpos de prova fragmentados em aproximadamente 2 cm. Enquanto o ensaio de absorção por capilaridade, foi

adaptado da NBR 9779:2012¹²⁸, que utilizou os próprios corpos de prova cilíndricos moldados.

3.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica de imagem que utiliza um feixe de elétrons que é varrido sobre a superfície da amostra, gerando sinais detectados e transformados em imagens digitais. Ele é útil para análise de falhas em materiais, estudo de nanoestruturas, caracterização de superfícies e estudo de microorganismos¹²⁹. Foram aplicadas análises por MEV para investigar a morfologia das fases formadas e compostos químicos na pasta de cimento. As imagens em microscopia foram obtidas com o uso de um microscópio FEG SEM, Tescan, Mira 3, com detectores SE, BSE e microsonda analítica de raios-X Oxford X-Maxⁿ 50 (EDS), com metalização superficial das amostras. As amostras foram preparadas pela redução de amostras dos corpos de prova de pastas com serra de precisão e, em seguida, foram metalizadas superficialmente com ouro.

3.3.3 Difração de Raios-X (DRX)

A técnica de Difração de Raios-X funciona pela incidência de raios-X sobre uma amostra de material cristalino. Quando os raios-X atingem a amostra, eles são espalhados pelos átomos do material de maneira a interferir construtiva e destrutivamente, criando um padrão de difração específico que é característico da estrutura cristalina da amostra. Esse padrão é então registrado e analisado para determinar as distâncias interatômicas e outras propriedades estruturais do material¹³⁰.

As amostras foram preparadas na forma de pó prensado em pastilhas e foram submetidas a um difratômetro modelo PANalytical EMPYREAN. Onde foi aplicada uma varredura contínua na faixa de 2θ entre 5 a 75°, com um tempo de passo de 1 segundo. A análise das fases detectadas no difratograma foi realizada utilizando o software Crystallographica Search-Match da Oxford Cryosystems, que identifica as fases por meio da comparação com padrões do International Center for Diffraction Data (ICDD).

4 RESULTADOS

Nesta seção, serão apresentados os resultados obtidos no estudo sobre a dispersão de nanopartículas em matrizes cimentícias. A pesquisa concentra-se na eficácia de diferentes métodos de dispersão e nas propriedades das matrizes modificadas com nanopartículas. Os parâmetros analisados incluem a uniformidade da distribuição de nanopartículas, a influência na microestrutura de pastas de cimento hidratada e o impacto nas propriedades mecânicas das pastas.

Foram realizadas as etapas de caracterização dos materiais, incluindo a dispersão das partículas e a subsequente análise dessas dispersões utilizando técnicas de UV-Vis, potencial zeta, DLS e microscopia óptica. Esses resultados foram comparados para avaliar a eficácia dos métodos de dispersão empregados.

Em seguida, foram realizadas análises nas pastas de cimento, incluindo testes de trabalhabilidade, resistência à compressão, absorção por imersão e capilaridade. Além disso, foram realizadas análises microestruturais detalhadas por MEV, DRX e FTIR. Esses testes foram realizados com o intuito de avaliar o impacto das nanopartículas na melhoria das propriedades das pastas de cimento, complementando e reforçando as conclusões de outros autores.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS

Os resultados da picnometria a hélio, apresentados na Tabela 2, indicam uma pequena variação na massa específica das adições, possivelmente devido à umidade do ambiente. As amostras foram colocadas por 24 horas antes da realização do ensaio na estufa em temperatura de 60°C, para preservar suas propriedades.

Tabela 2- Massa específica obtida pela picnometria a Hélio de cada adição

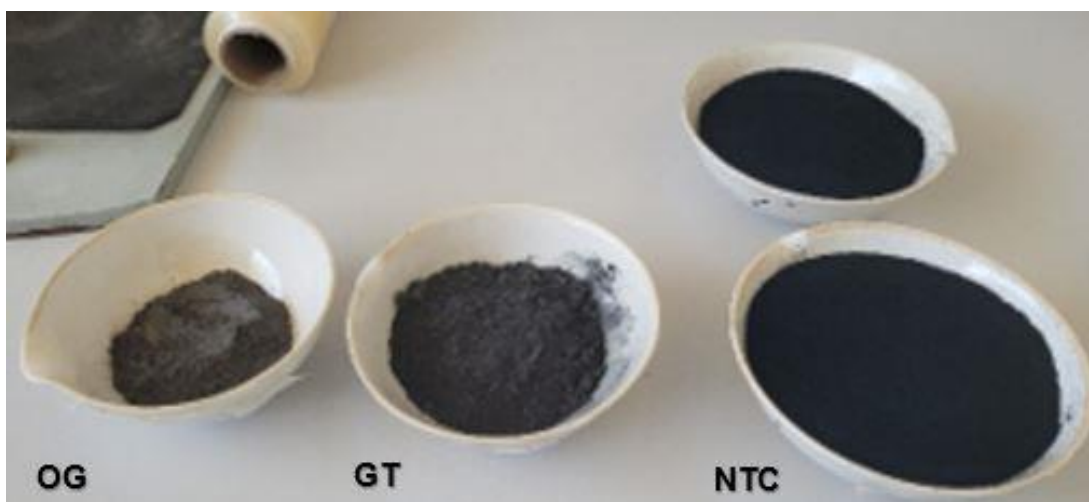
Nanopartícula	Massa específica (g/cm ³)	Densidade aparente (g/cm ³)
NTC	2,5219	0,0367
OG	2,6074	0,3732
Grafite	2,3353	0,1807

Fonte: o autor.

Como podemos notar pela densidade aparente, há diferenças no volume das adições ao medir a mesma massa de cada uma, conforme ilustrado na Figura 26, as

massas específicas reais são relativamente próximas. Isso ocorre porque o maior volume dos nanotubos de carbono (NTCs) resulta de seu formato cilíndrico, que impede a ocupação dos vazios. Como o hélio consegue penetrar nesses cilindros, os resultados de massa específica tendem a ser mais próximos.

Figura 26 - Comparação entre 30g de cada NP.

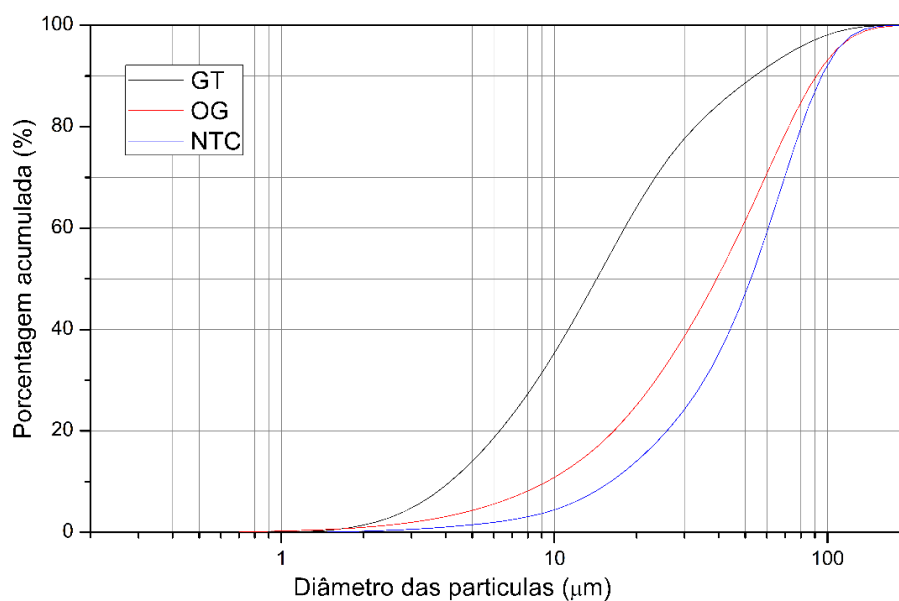


Fonte: o autor.

O resultado da granulometria a laser das partículas pode ser visualizado na Figura 27. Considerando a escala logarítmica, a maior porcentagem granulométrica é localizada entre 10 e 20 μm para o grafite, entre 20 e 45 μm para o OG e entre 45 a 75 μm para NTC. Apesar dos materiais estudados serem classificados como nanomateriais, os resultados indicam que as partículas detectadas estão predominantemente em faixas micrométricas, o que pode ser atribuído à formação de aglomerados durante a preparação das amostras.

A técnica de granulometria a laser mede o tamanho de aglomerados de partículas e não das partículas individuais, principalmente em materiais de dimensões nanométricas que possuem alta tendência ao agrupamento devido a interações de Van der Waals e forças eletrostáticas. Ou seja, os resultados não refletem o tamanho primário das partículas individuais, mas sim o tamanho médio dos aglomerados formados.

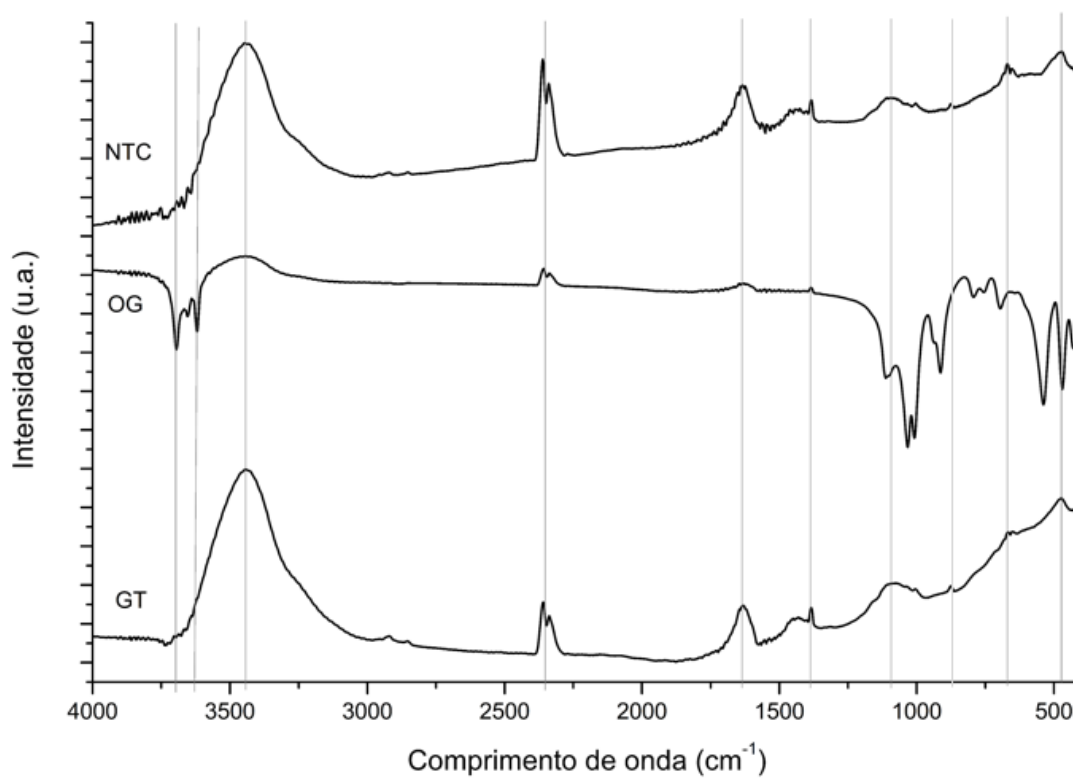
Figura 27 - granulometria a laser do grafite, óxido de grafeno e nanotubos de carbono



Fonte: o autor.

Os resultados obtidos pela análise do FTIR das nanopartículas são apresentados na Figura 28.

Figura 28 - Espectro FTIR do grafite, óxido de grafeno e nanotubo de carbono



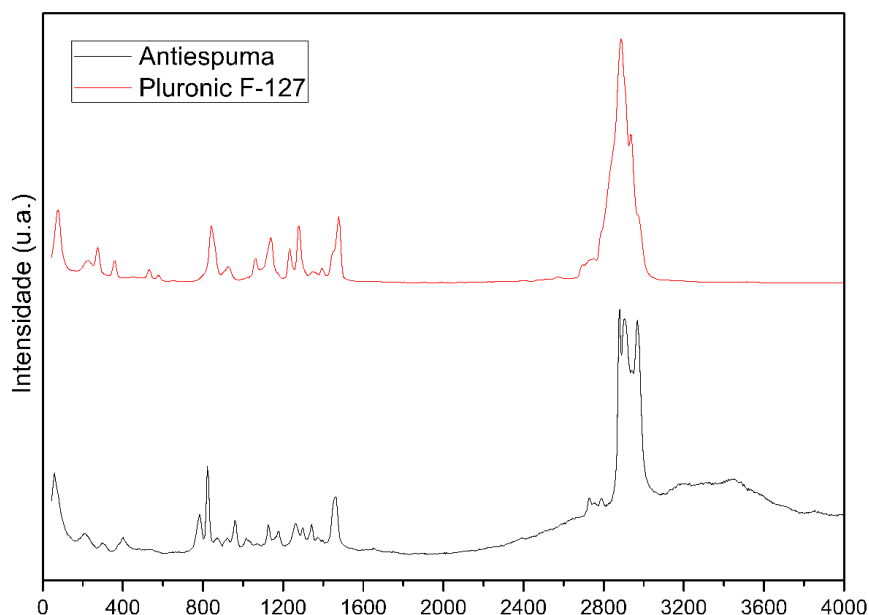
Fonte: o autor.

Nas amostras de óxido de grafeno, nanotubos de carbono (NTCs) e grafite, foram observadas bandas características na região de 3667 cm^{-1} e 3403 cm^{-1} , associadas aos estiramentos vibracionais das ligações O-H. Estas bandas indicam a presença de grupos hidroxila, que podem ter origem em moléculas de água ou álcool adsorvidas na superfície dos materiais, sendo mais proeminentes no óxido de grafeno devido à funcionalização das superfícies com grupos oxigenados durante o processo de oxidação.¹³¹

Além disso, picos na região de 2400 a 2459 cm^{-1} foram detectados nas três amostras, correspondendo aos estiramentos vibracionais das ligações C-H¹³². As bandas em 1630 cm^{-1} e 1433 cm^{-1} indicam a presença de grupos funcionais oxigenados, como carbonila (C=O) e hidroxila (C-OH), sugerindo que os materiais, incluindo óxido de grafeno e NTCs, possuem grupos carboxila e alcoóis ou fenóis em suas superfícies. Adicionalmente, bandas em 1078 cm^{-1} , 825 cm^{-1} e 495 cm^{-1} foram atribuídas a estiramentos C-O, C=C fora do plano, e deformações de anéis aromáticos, respectivamente, o que implica que a estrutura aromática desses materiais foi preservada, apesar das modificações químicas.^{133, 134}

O Pluronic F-127 é um surfactante não iônico que contém segmentos hidrofóbicos de PPO – poli(óxido de propileno) e hidrofílicos de PEO – poli(óxido de etileno). Os segmentos de PPO interagem com a superfície hidrofóbica das adições de carbono enquanto os grupos PEO se estendem na água. A separação das adições individuais (ou pequenos aglomerados) e a estabilização das mesmas separadas ocorrem devido ao impedimento estérico induzido pela longa cadeia dos grupos PEO. Ou seja, a dispersão das adições é altamente dependente do peso molecular do PEO.¹³⁵ O espectro Raman do Pluronic F-127 e do agente antiespuma podem ser vistos na Figura 29.

Figura 29 - Espectro Raman do agente antiespuma e do Pluronic F-127



Fonte: o autor.

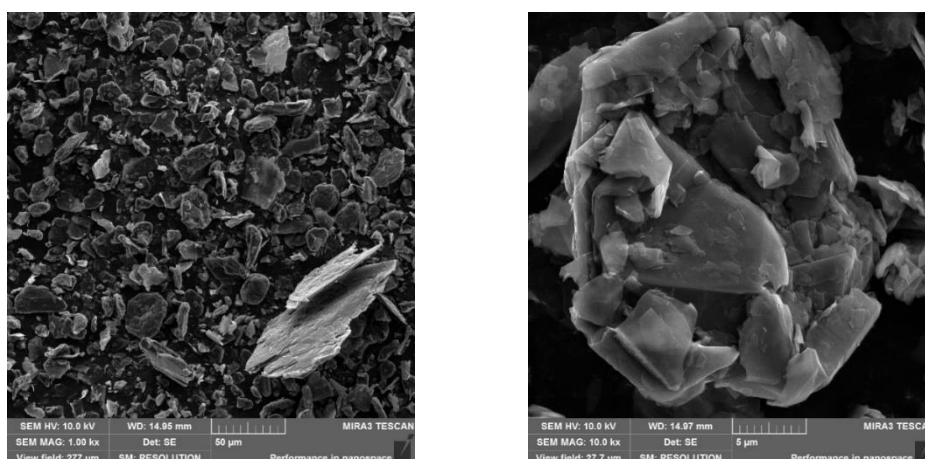
A espectroscopia Raman do Pluronic F127 revelou picos característicos que permitem uma análise comparativa com dados obtidos em outros estudos por FTIR¹³⁶. Especificamente, foram identificados picos em 2880 cm^{-1} e em 1143 cm^{-1} . A presença dessas bandas em ambos os espectros confirma a consistência na identificação dos grupos funcionais presentes na estrutura do Pluronic F127. As bandas de estiramento C-H em 2880 cm^{-1} são indicativas das ligações C-H em grupos metila e metileno, refletindo a estrutura alifática do copolímero. Já a banda de C-O a 1143 cm^{-1} é atribuída às ligações carbono-oxigênio, típicas de éteres presentes na composição do Pluronic F127. A identificação destas bandas confirma a composição do Pluronic F-127, uma vez que a estrutura alifática é uma característica definidora deste copolímero.

Devido à natureza confidencial do agente antiespuma, o processo de análise por comparação direta com dados específicos da literatura foi limitado, por isso foi necessário utilizar o banco de dados do PublicSpectra¹³⁷, que permitiu realizar uma comparação com outros materiais conhecidos. Os dados obtidos do espectro Raman do agente antiespuma mostraram uma correspondência de 76,7% com o espectro do etanol, sugerindo similaridades estruturais. A partir dessa comparação e de uma análise mais detalhada dos picos Raman, foram identificadas as seguintes características: A banda em 820 cm^{-1} origina-se da vibração de ligações C-C,

sugerindo a presença de cadeias carbonadas na estrutura do agente antiespuma, a banda em 1020 cm^{-1} é atribuída a vibrações de estiramento C-O, indicando a presença de ligações carbono-oxigênio,

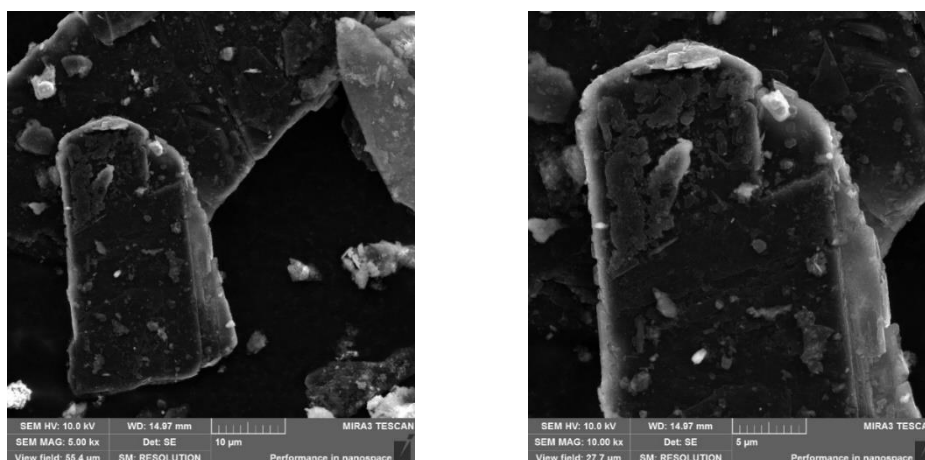
A banda em 1459 cm^{-1} implica na presença de grupos metila na estrutura do agente antiespuma. Picos próximos a 2880 cm^{-1} são atribuídas as ligações CH_2 e CH_3 , indicando a presença de ligações C-H em grupos metila e metileno. A borda ascendente próxima a 3100 cm^{-1} é causada pelas vibrações de alongamento das moléculas de água, indicando a possível presença de água ou grupos hidroxila associados ao agente antiespuma^{138, 139}.

Figura 30 - Microscopia eletrônica de varredura do Grafite



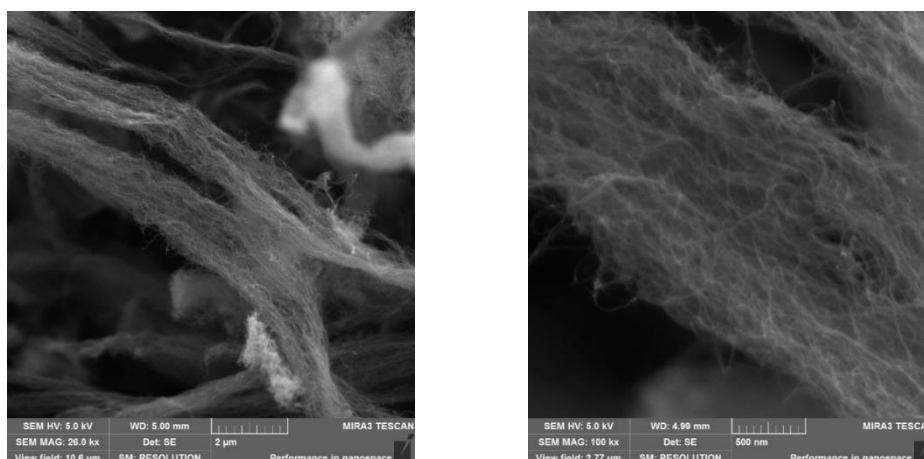
Fonte: o autor.

Figura 31 - Microscopia eletrônica de varredura do Óxido de grafeno



Fonte: o autor.

Figura 32 - Microscopia eletrônica de varredura dos NTC



Fonte: o autor.

A Figura 30 evidencia que as partículas de grafite são compostas por aglomerados de folhas de grafeno. Esse arranjo é identificado pelo aspecto escamoso observado na superfície das partículas, com lamelas fragmentadas e bordas irregulares.

Observa-se na Figura 31, no óxido de grafeno, a presença de estruturas lamelares características, com bordas irregulares e superfícies rugosas, que indicam a funcionalização do material devido ao processo de síntese. Além disso, a amostra apresenta fragmentos menores dispersos, sugerindo uma distribuição heterogênea de tamanhos, com partículas variando de micrômetros a dimensões nanométricas. Esses defeitos estruturais e porosidades são consistentes com o tratamento químico, evidenciando uma alta área de superfície específica.

A Figura 32 mostra redes entrelaçadas de nanotubos de carbono, exibindo alta flexibilidade e formação de uma estrutura tridimensional, essa configuração contribui para a dificuldade em obter uma dispersão eficiente desse material, já que os nanotubos tendem a se aglomerar devido à sua grande área superficial e ao entrelaçamento das estruturas tubulares.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS SUSPENSÕES

Como mencionado anteriormente, diferentes estudos abordam a dispersão de nanopartículas de maneiras distintas. Alguns utilizam uma mistura inicial com um misturador mecânico seguida de ultrassom, enquanto outros esperam algumas horas

ou até dias para realizar a dispersão, dependendo do tipo de nanopartícula. Em alguns, as nanopartículas são deixadas em contato com a água por dois dias para umectação antes da adição do surfactante.^{1, 76, 77} No entanto, os mesmos autores que adotaram esse método para a celulose nanofibrilada utilizaram um procedimento diferente para as nanopartículas de carbono¹⁴⁰. Isso ocorre porque a umectação da nanocelulose fibrilada se comporta de maneira diferente em comparação com as nanopartículas de carbono.

Nos testes preliminares realizados nesta pesquisa (Item 3.2) com nanopartículas de carbono, verificou-se que deixá-las em contato com a água, mesmo sem a presença de agentes tensoativos, facilita a dispersão. Acredita-se que isso ocorra devido ao rearranjo das moléculas de água ao redor dos aglomerados de nanopartículas, embora não foi identificada nenhuma referência que explique exatamente o motivo desse fenômeno. Apesar disso, os testes de estabilidade e microscopia ótica demonstraram que esse método foi eficaz, sendo possível constatar visualmente a diferença.

Inicialmente, os testes foram realizados sem o uso de antiespuma, e essa abordagem se mostrou eficaz. No entanto, quando foi necessário adicionar um agente antiespuma, verificou-se que a umectação prévia das nanopartículas não foi significativa. Com base em estudos prévios e por compreender melhor as interações entre o surfactante, o antiespuma e a água, decidiu-se deixar a solução em repouso primeiro e adicionar as nanopartículas apenas após dois dias.

Após a preparação das amostras em ultrassom, foram realizados testes de potencial zeta e espectrofotometria UV-Vis. Os resultados, mostrados na Tabela 3, revelam que o tamanho médio das partículas diminuiu com o aumento da concentração do surfactante. No entanto, o potencial zeta não seguiu a mesma tendência.

Tabela 3 - Potencial Zeta e tamanho médio das partículas pela concentração de surfactante

	Concentração do Surfactante	Tamanho médio (nm)	ZP (mV)	Cond (mS/cm)
Grafite	0%	3326	-17,9	0,25
	10%	2165	-10,6	0,11
	20%	2193	-10,3	0,11
	30%	2020	-10,3	0,12
	40%	1963	-11,5	0,12
NTC	0%	3634	-16,2	0,13
	10%	1406	-8,5	0,11
	20%	1785	-7,9	0,12
	30%	1152	-8,0	0,12
	40%	760	-8,2	0,13
OG	0%	1404	-16,3	0,12
	10%	463	-15,8	0,12
	20%	450	-13,5	0,11
	30%	545	-14,5	0,11
	40%	578	-14,2	0,11

Fonte: o autor.

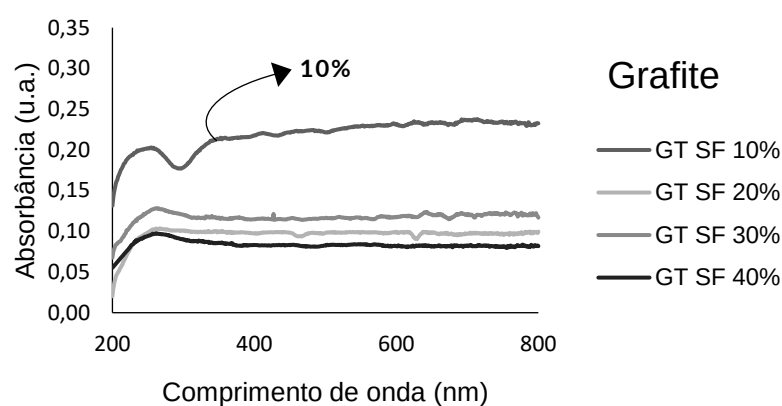
A estabilidade das suspensões coloidais é frequentemente avaliada pelo potencial zeta, que serve como um indicador da força das interações eletrostáticas entre as partículas coloidais. Partículas com um potencial zeta superior em módulo a 15 mV são consideradas estáveis devido a essas interações, dependendo se o surfactante é aniônico ou catiônico. Entretanto, suspensões com potenciais zeta entre +15 e -15 mV também podem ser estáveis dependendo de fatores como o surfactante, modo de estabilização utilizado, pH e temperatura. ^{4, 141}

Em alguns estudos, observou-se que o aumento do pH favorece o aumento do potencial zeta ^{141, 142}. Considerando que nas pastas de cimento o pH tende a ser elevado, há uma expectativa de que o potencial zeta possa ser melhorado sob essas condições. As amostras foram então submetidas à medição de pH utilizando um pHmetro. Todas as soluções apresentaram um pH de 7,5. Este valor de pH será mantido ao longo dos experimentos para minimizar a variação das condições experimentais e focar na análise de outras variáveis. A decisão de manter o pH original baseia-se na necessidade de reduzir a quantidade de variáveis neste estágio da pesquisa. Quanto a condutividade elétrica, as suspensões apresentaram valores relativamente próximos com exceção do grafite sem uso do surfactante que apresentou a maior condutividade elétrica. Nos demais casos o uso do surfactante não influenciou significativamente na sua condutividade.

Os nanotubos de carbono exibiram os valores de potencial zeta mais baixos, em alguns casos, próximos a zero. Tanto o óxido de grafeno quanto o grafite apresentaram valores de potencial zeta em módulo abaixo de 15 mV, sendo que as medições indicaram uma faixa entre 14 e 15 mV para o óxido de grafeno e entre 10 e 11 mV para o grafite, indicando uma melhor estabilidade.

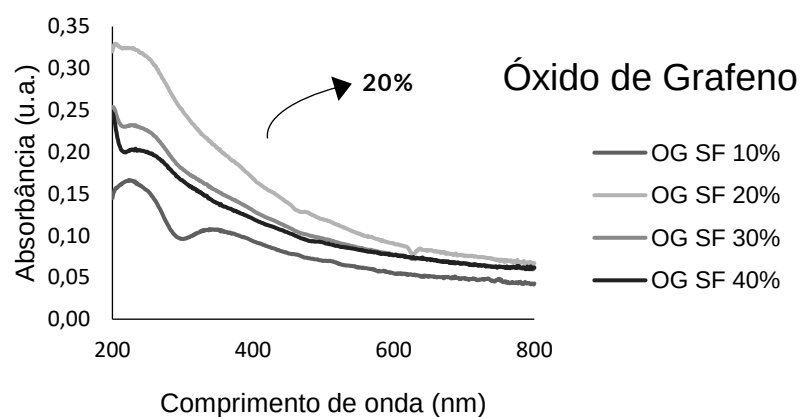
Na Figura 33, Figura 34 e Figura 35 são apresentados os resultados de absorbância obtidos por meio do UV-vis.

Figura 33 - Absorbância das soluções do grafite com diferentes concentrações de surfactante



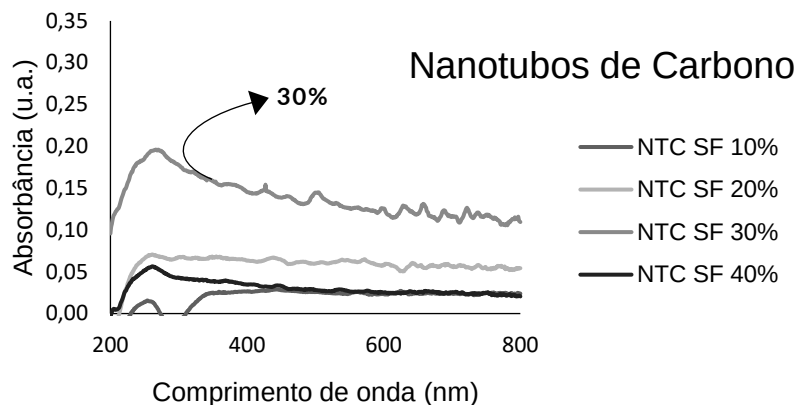
Fonte: o autor.

Figura 34 - Absorbância das soluções do OG com diferentes concentrações de surfactante



Fonte: o autor.

Figura 35 - Absorbância das soluções de NTC com diferentes concentrações de surfactante



Fonte: o autor.

A espectroscopia UV-vis mostra que nanotubos de carbono individuais têm atividade na faixa UV-visível, exibindo bandas características devido às singularidades unidimensionais de Van Hove¹, pontos específicos na estrutura eletrônica dos CNTs onde a densidade de estados eletrônicos é muito elevada. Essas singularidades são responsáveis por diferentes picos no espectro de absorção UV-vis^{140, 143}.

Nanotubos de carbono agrupados apresentam pouca ou nenhuma atividade na faixa de comprimento de onda entre 200 e 1200 nm. Isso ocorre por causa da fotoluminescência suprimida, provavelmente devido aos elétrons poderem se mover entre os nanotubos aglomerados, impedindo a emissão de luz característica dos nanotubos individuais. Assim, pode-se correlacionar a quantidade de nanotubos de carbono individualmente dispersos em solução com a intensidade do espectro de absorção correspondente⁴. Isso também é assumido para as demais nanopartículas à base de carbono, embora muitos estudos não mencionem esse aspecto de forma direta.

Diversas suspensões foram preparadas previamente para ajustar a espectrofotometria UV-Vis, pois os resultados iniciais apresentavam muito ruído. Valores de absorbância acima de 1,0 comprometem a qualidade dos dados, aumentando a chance de erro. No entanto, mesmo com os ruídos, já se observa uma evolução significativa na caracterização dessas suspensões. Também foram

¹ A singularidade de Van Hove ocorre na densidade de estados (DOS) de sistemas quânticos, onde picos surgem devido a transições eletrônicas entre bandas de energia. Esses picos influenciam as propriedades eletrônicas e ópticas dos materiais, como a absorção de luz e a condutividade elétrica. A posição das singularidades é determinada pela estrutura de bandas e a geometria do material.¹⁴³

realizados testes sem a adição do antiespuma, mas os resultados mostraram-se mais reprodutíveis e estáveis com o uso do mesmo. A amostra de referência, nomeada “branco” foi preparado utilizando a solução de surfactante com o agente antiespuma em cada concentração, para evitar que os picos desses compostos fossem confundidos com os das adições.

A concentração ideal de surfactante variou conforme o material: 30% para os nanotubos de carbono, 20% para o óxido de grafeno e 10% para o grafite. No entanto, é possível observar muito ruído nos resultados de 10% de surfactante para o grafite e nos nanotubos de carbono, indicando que os resultados podem não ser precisos. As dispersões de nanotubos de carbono apresentaram picos próximos a 273 nm, o óxido de grafeno a 230 nm e o grafite a 260 nm, corroborando com a literatura conforme indicado na Tabela 4.

Tabela 4 - Picos encontrados na análise de UV-vis em suspensões de nanopartículas à base de carbono

Material	Pico encontrado (nm)	Valor de referência (nm)	Referência
OG	230	230 a 300	144–146
Grafite	260	255	147
		271	148
		275	149
NTC	273	253	141
		260	150
		263	151
		270	152
		273	153, 154

Fonte: o autor.

A variação nos picos encontrados no espectro UV-visível das adições de carbono depende do modo de preparo das nanopartículas e das suspensões, incluindo o tempo de sonicação, que pode ocasionar uma redução nas nanopartículas, afetando suas propriedades e estabilidade. Apesar dessa variação, os valores dos picos são sempre próximos, pois tratam-se de composições similares ¹⁴⁷.

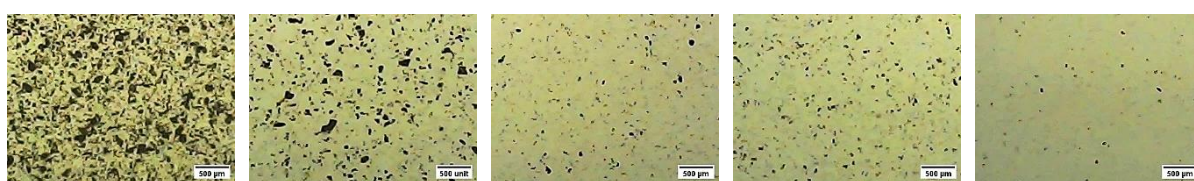
As imagens de microscopia ótica constam nas Figura 36, Figura 37 e Figura 38. As mesmas mostraram melhorias significativas nos tamanhos dos aglomerados, alinhando-se com os resultados do DLS para todos os materiais, onde os tamanhos dos aglomerados diminuíram consideravelmente à medida que a concentração de surfactante aumentou.

Figura 36 - Microscopia ótica da dispersão do Grafite com diferentes concentrações de surfactante.



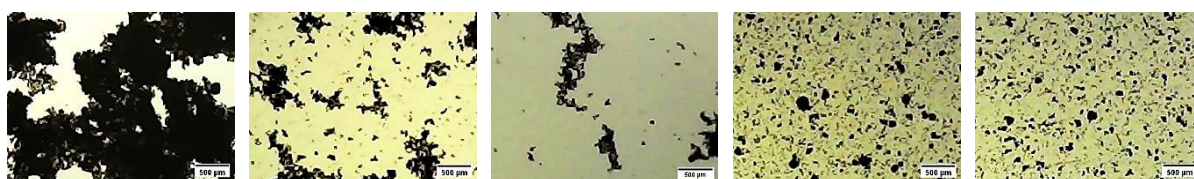
Fonte: o autor.

Figura 37 - Microscopia ótica da dispersão do Óxido de Grafeno com diferentes concentrações de surfactante.



Fonte: o autor.

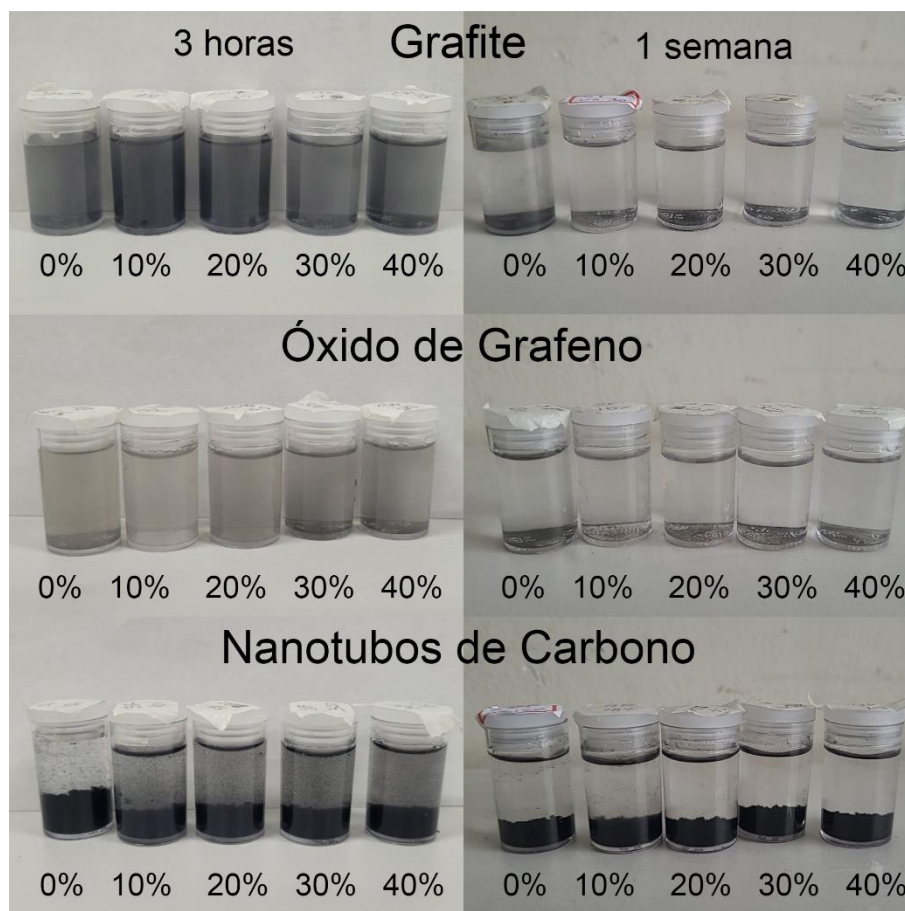
Figura 38 - Microscopia ótica da dispersão do Nanotubos de Carbono com diferentes concentrações de surfactante.



Fonte: o autor..

Analisando a estabilidade das suspensões com diferentes concentrações de surfactante três horas e 1 semana após a dispersão (Figura 39), observou-se decantação nos nanotubos de carbono e uma melhor estabilidade no óxido de grafeno e grafite nas primeiras horas, porém ao serem comparados com as suspensões após uma semana em repouso, em todos os casos houve grande decantação

Figura 39 - Dispersão do Nanotubos de Carbono com diferentes concentrações de surfactante com 3 horas e 1 semana após a dispersão.



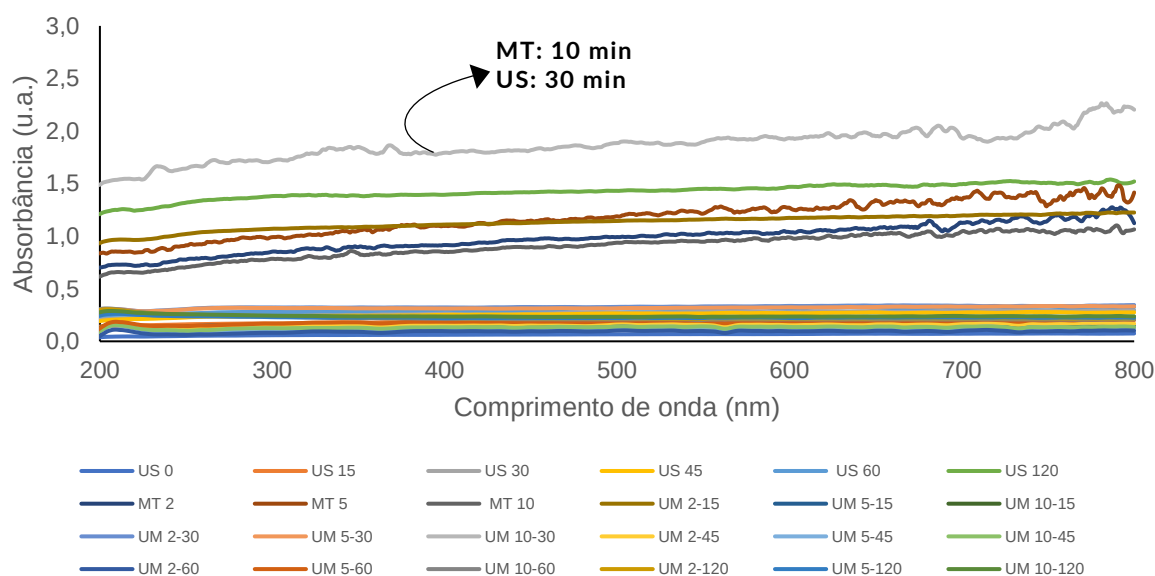
Fonte: o autor.

Embora os resultados de UV-vis e Zeta não corroborarem entre si será adotado inicialmente o valor de maior absorbância, conforme feito em outros estudos. Este parâmetro será utilizado para prosseguir com a pesquisa. Foram preparados corpos de prova para avaliar a aplicação em pasta de cimento, verificando as propriedades mecânicas. Dessa forma, sendo possível determinar a concentração ideal para a aplicação pretendida.

Foram testados diferentes tempos de dispersão utilizando misturador mecânico e ultrassom, e os resultados de absorbância obtidos por espectroscopia UV-vis são apresentados nas Figura 40, Figura 41 e Figura 42 para grafite (GT), óxido de grafeno (OG) e nanotubos de carbono (NTC), respectivamente. Para facilitar a interpretação dos dados, foram adotadas siglas específicas para cada suspensão. As suspensões submetidas apenas ao ultrassom foram designadas como "US", aquelas submetidas ao misturador mecânico como "MT", e as que passaram por ambas as técnicas foram denominadas "UM", seguidas pelos tempos (em minutos) de aplicação

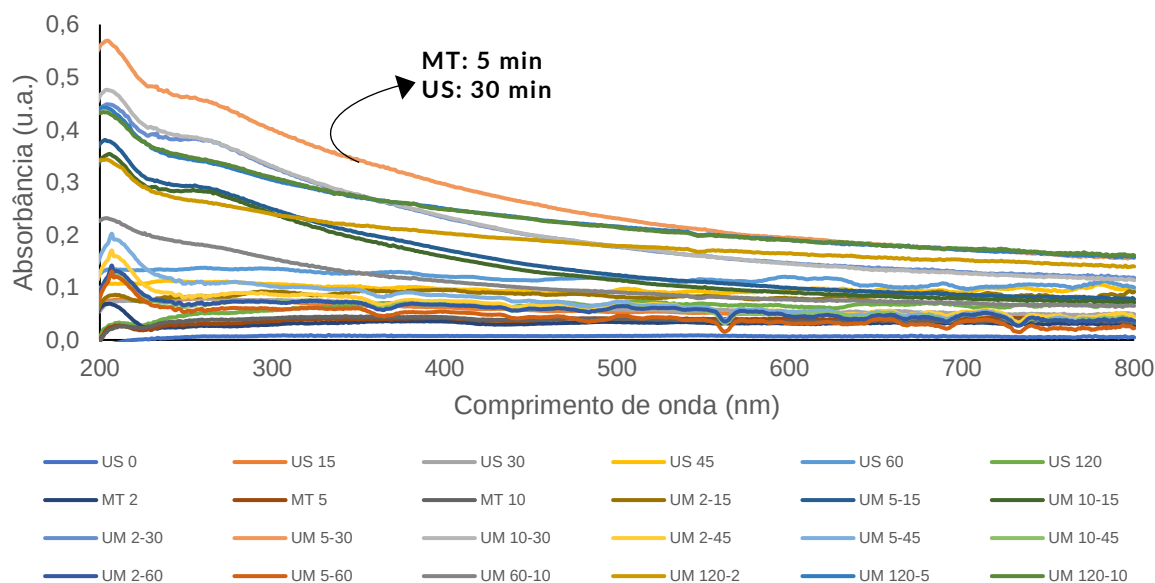
do misturador mecânico e do ultrassom. No caso do GT UM 5-30, por exemplo, significa que a adição utilizada foi o grafite, e passou por um tempo de mistura de 5 minutos no misturador mecânico e 30 minutos no ultrassom, para o NTC 2-120 a adição utilizada foram os nanotubos de carbono que passou por um tempo de 2 minutos no misturador e 120 minutos no ultrassom.

Figura 40 - Absorbância das dispersões de grafite com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.



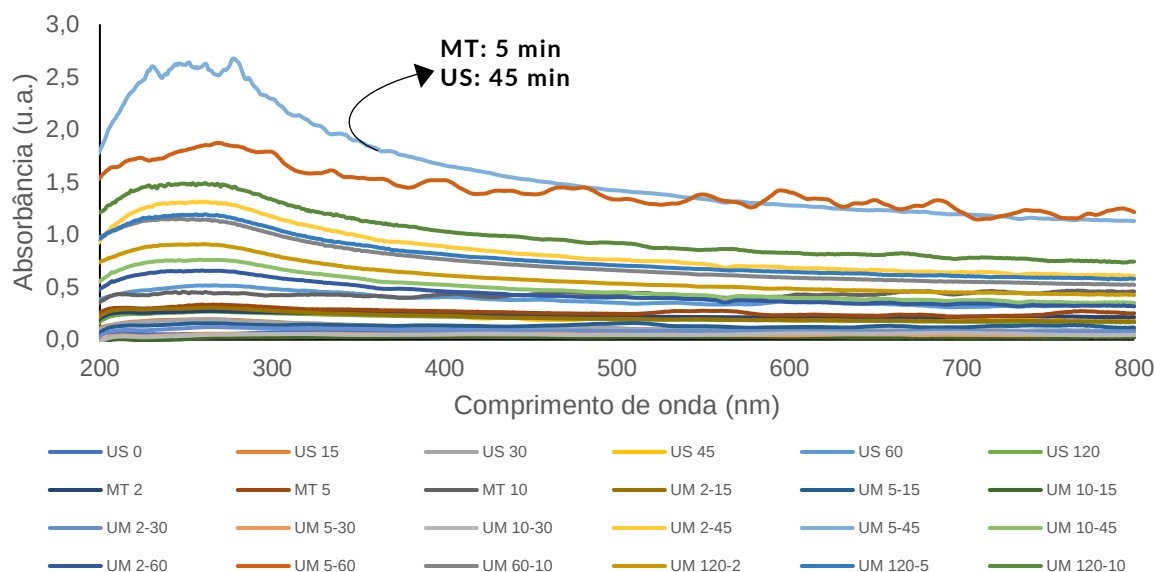
Fonte: o autor.

Figura 41 - Absorbância das dispersões de óxido de grafeno com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.



Fonte: o autor.

Figura 42 - Absorbância das dispersões de nanotubos de carbono com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.



Fonte: o autor.

No caso do óxido de grafeno e dos nanotubos de carbono, considerando apenas o uso do ultrassom, observou-se que um tempo de ultrassom de 60 minutos foi mais eficaz em termos de absorbância para o óxido de grafeno e os nanotubos de carbono, corroborando com estudos prévios na literatura^{84, 155}. Entretanto, para o grafite, o tempo de 120 minutos de ultrassom demonstrou maior eficácia.

Quando se utilizou apenas o misturador mecânico, o tempo de 5 minutos proporcionou a melhor absorbância para o grafite e o óxido de grafeno, enquanto para os nanotubos de carbono o tempo de 10 minutos resultou no melhor desempenho.

Contudo, os melhores resultados foram obtidos ao combinar as duas técnicas de dispersão. No caso do grafite, a melhor combinação foi 10 minutos no misturador mecânico seguido por 30 minutos no ultrassom. Para o óxido de grafeno, a combinação ideal foi 5 minutos no misturador mecânico seguidos por 30 minutos no ultrassom, enquanto para os nanotubos de carbono, a combinação que apresentou maior eficácia foi 5 minutos no misturador mecânico seguidos por 45 minutos no ultrassom. Esses resultados indicam que a combinação das técnicas de dispersão altera significativa e positivamente os resultados obtidos.

A diferença nos valores de absorbância entre o óxido de grafeno, nanotubos de carbono e grafite pode ser explicada pelas características estruturais e de

dispersão de cada nanopartícula. O óxido de grafeno, com grupos oxigenados em sua superfície, tende a apresentar menor absorção devido à sua maior dispersão, enquanto o grafite e os nanotubos de carbono, com estruturas mais conjugadas e planas, exibem maior absorção, resultando em valores de absorbância mais elevados.

Os valores de Potencial Zeta e DLS que contém o tamanho médio das partículas das suspensões submetidas a diferentes tempos de ultrassom e agitação mecânica são apresentados nas Tabela 5, Tabela 6 e Tabela 7. Observa-se uma redução significativa no tamanho médio das partículas após a aplicação das duas técnicas de dispersão em todos os casos estudados.

Tabela 5 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de grafite com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.

GT	Tempo de misturador	Tempo de Ultrassom	Tamanho médio (nm)	ZP (mV)	Cond (mS/cm)
Parte 1	0	0	19170	-11,0	0,11
	0	15	5031	-11,4	0,12
	0	30	3936	-11,0	0,13
	0	45	5227	-12,5	0,14
	0	60	3313	-11,9	0,14
Parte 2	0	120	1453	-10,8	0,13
	2	0	2823	-12,5	0,14
	5	0	2685	-12,3	0,15
	10	0	2851	-11,6	0,14
	2	15	1641,0	-11,3	0,14
Parte 3	5	15	1546	-9,3	0,12
	10	15	1348	-10,6	0,11
	2	30	1278	-9,2	0,12
	5	30	1392	-9,6	0,12
	10	30	988	-9,7	0,12
Parte 4	2	45	855,0	-10,9	0,11
	5	45	989,9	-7,2	0,10
	10	45	1426,0	-10,9	0,12
	2	60	2863,0	-10,3	0,11
	5	60	894,7	-12,5	0,11
Parte 5	10	60	2820,0	-11,1	0,11
	2	120	1041,0	-11,0	0,10
	5	120	5489,0	-10,1	0,11
	10	120	2460,0	-10,9	0,11

Fonte: o autor.

Tabela 6 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de OG com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.

OG	Tempo de misturador	Tempo de Ultrassom	Tamanho médio (nm)	ZP (mV)	Cond (mS/cm)
Parte 1	0	0	12100	-17,1	0,14
	0	15	1381	-14,1	0,12
	0	30	1223	-14,3	0,12
	0	45	1259	-13,3	0,12
	0	60	1158	-13,8	0,12
Parte 2	0	120	1606	-13,9	0,15
	2	0	3516	-15,1	0,14
	5	0	1376	-15,5	0,15
	10	0	1746	-10,4	0,14
	2	15	2043	-0,4	0,31
Parte 3	5	15	1155	-14,1	0,12
	10	15	727,6	-14,9	0,13
	2	30	936,6	-14,9	0,15
	5	30	797,1	-15,7	0,11
	10	30	802,2	-15,1	0,11
Parte 4	2	45	625,0	-9,6	0,13
	5	45	397,9	-12,6	0,13
	10	45	579,8	-13,2	0,12
	2	60	564,1	-14,4	0,12
	5	60	567,4	-13,0	0,11
Parte 5	10	60	2036,0	-11,8	0,10
	2	120	887,4	-13,5	0,10
	5	120	1397,0	-10,9	0,11
	10	120	2127,0	-10,7	0,10

Fonte: o autor.

Tabela 7 - Potencial Zeta e DLS das dispersões de NTC com diferentes tempos de ultrassom e misturador mecânico.

NTC	Tempo de misturador	Tempo de Ultrassom	Tamanho médio (nm)	ZP (mV)	Cond (mS/cm)
Parte 1	0	0	9309	-10,9	0,12
	0	15	1221	-7,3	0,11
	0	30	1303	-7,4	0,12
	0	45	1624	-6,5	0,12
	0	60	1319	-7,8	0,13
Parte 2	0	120	1594	-8,2	0,15
	2	0	1767	-9,2	0,13
	5	0	2510	-7,4	0,14
	10	0	3410	-7,8	0,14
	2	15	965,5	-9,9	0,12
Parte 3	5	15	2168	-8,5	0,11
	10	15	2129	-10,6	0,12
	2	30	747	-7,9	0,11
	5	30	352,2	-9,8	0,13
	10	30	2052	-6,4	0,12
Parte 4	2	45	324,3	-7,56	0,11
	5	45	353,6	-7,17	0,11
	10	45	426,8	-9,11	0,12
	2	60	342,2	-8,73	0,14
	5	60	307,4	-8,81	0,12
Parte 5	10	60	12820,0	-11,1	0,11
	2	120	1041,0	-11,0	0,10
	5	120	5489,0	-10,1	0,11
	10	120	12460,0	-10,9	0,11

Fonte: o autor.

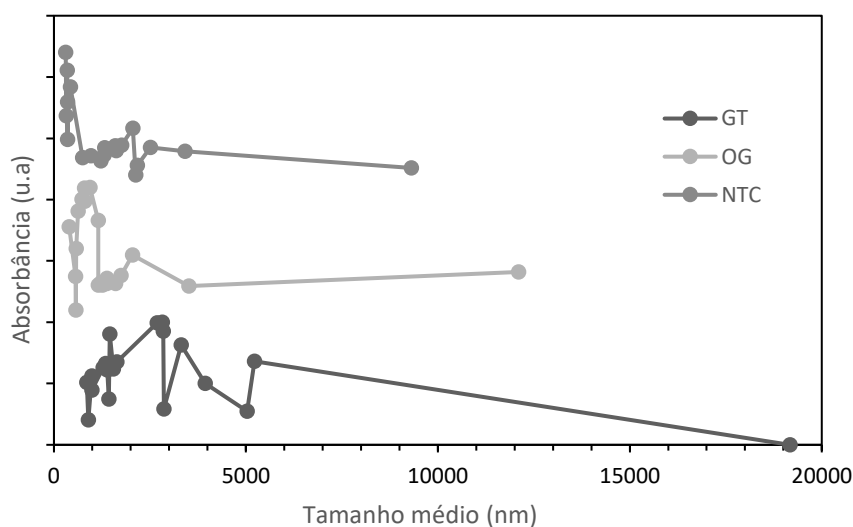
Inicialmente, o grafite apresentou um maior grau de aglomeração, resultando no maior tamanho de partícula entre as três nanopartículas. Embora a aplicação das técnicas de dispersão tenha sido eficaz na redução do tamanho das partículas, o Potencial Zeta permaneceu abaixo do módulo de 15 mV tanto para os nanotubos de carbono (NTC) quanto para o grafite, o que pode indicar uma estabilidade limitada das suspensões, enquanto no caso do óxido de grafeno, o Potencial Zeta manteve-se próximo a esse valor.

Essa limitação na estabilidade pode ser atribuída à heterogeneidade das suspensões, mesmo após a realização dos experimentos em triplicata. A dispersão incompleta ou a presença de aglomerados remanescentes pode ter contribuído para

a variabilidade nos resultados de Potencial Zeta, indicando que, apesar da redução no tamanho das partículas, a estabilidade coloidal ainda requer otimização.

Ao comparar os valores obtidos pela técnica de DLS com os dados de absorvância, observa-se uma tendência de aumento da absorvância à medida que o tamanho das partículas diminui, até certo limite, nas suspensões de óxido de grafeno (OG) e nanotubos de carbono (NTC). Esse comportamento sugere uma relação entre a eficiência da dispersão e a melhoria na estabilidade coloidal dessas suspensões, conforme ilustrado na Figura 43. No entanto, os resultados para o grafite apresentam um comportamento mais complexo e menos linear, tornando a interpretação dos dados menos evidente. A heterogeneidade das suspensões de grafite pode contribuir para essa variabilidade, indicando a necessidade de otimizações adicionais para melhorar a dispersão.

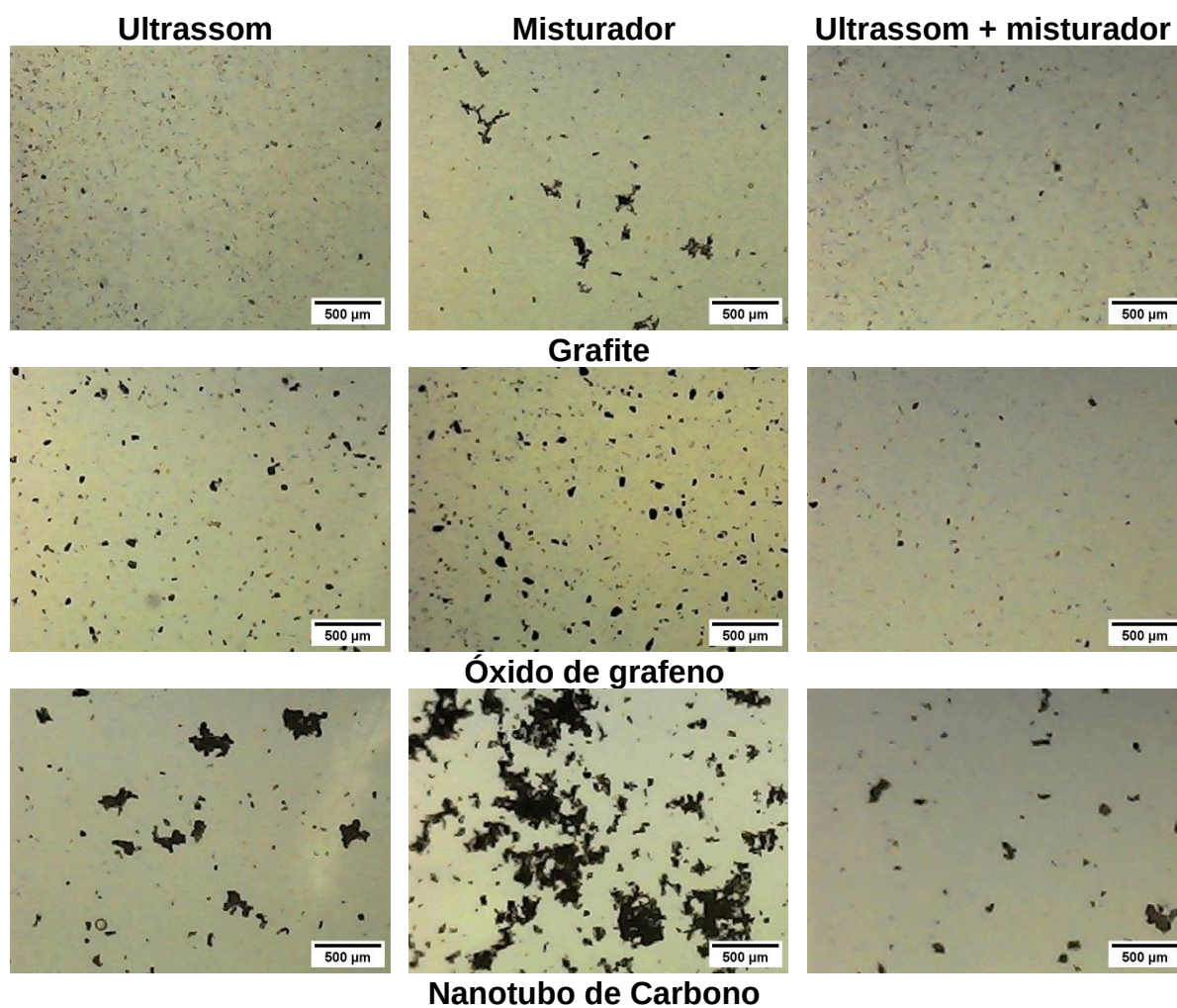
Figura 43 - Absorvância x Tamanho médio das partículas



Fonte: o autor.

As imagens por microscopia ótica podem ser visualizadas na Figura 44. Observa-se que, para as três nanopartículas estudadas, o tamanho médio das mesmas diminuiu com o uso do ultrassom, e essa redução foi ainda mais acentuada quando a técnica de ultrassom foi combinada com o uso do misturador mecânico, confirmando a tendência observada nos dados de DLS. Todas as imagens de microscopia podem ser encontradas no Apêndice, permitindo uma análise detalhada da morfologia e distribuição das partículas após cada método de dispersão.

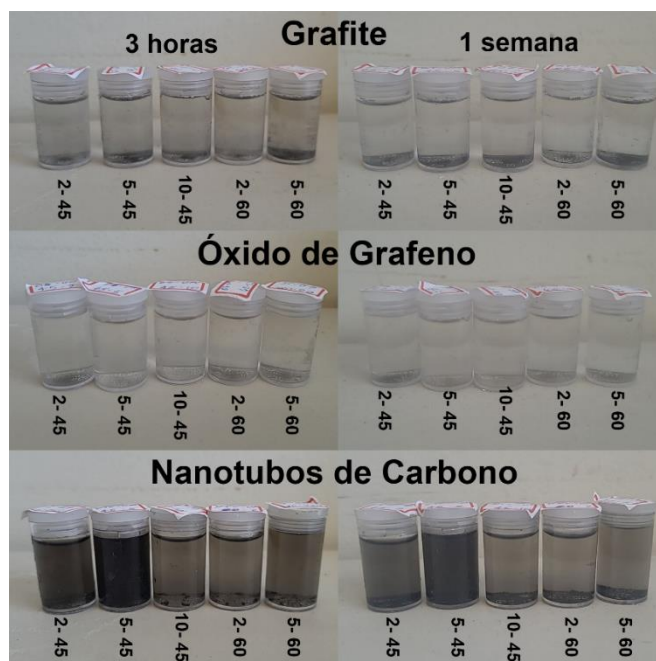
Figura 44 - Microscopia ótica das dispersões com diferentes métodos de mistura



Fonte: o autor.

A estabilidade das suspensões com diferentes tempos de mistura três horas e 1 semana após a dispersão pode ser observada na Figura 45 e as demais figuras no Apêndice.

Figura 45 - Estabilidade das suspensões 3 horas e 1 semana após dispersão.



Fonte: o autor.

O grafite apresentou uma boa dispersão inicial, porém sofreu uma decantação moderada após uma semana de repouso. O óxido de grafeno (OG) demonstrou maior estabilidade, mantendo uma dispersão uniforme nas primeiras horas e apresentando uma decantação menos acentuada ao longo do tempo. Em contraste, os nanotubos de carbono (NTCs) exibiram baixa estabilidade desde o início, caracterizada por aglomeração e decantação significativa, condizente com os valores de potencial zeta próximos a zero, mas combinando os métodos de dispersão física, o mesmo apresentou uma boa estabilidade nas imagens. Ao comparar o uso isolado do misturador mecânico, do ultrassom ou a combinação de ambos por curtos períodos, nota-se uma diferença significativa visual na decantação das suspensões.

4.2.1 Conclusão das caracterizações das suspensões

Esta fase do estudo avaliou a dispersão adequada de nanopartículas de carbono em suspensões coloidais, visando minimizar a formação de aglomerados e otimizar suas propriedades para aplicações práticas. A investigação concentrou-se na influência da concentração de surfactantes e na análise da estabilidade e dispersão das partículas utilizando diferentes técnicas de caracterização.

Os resultados obtidos pelo UV-vis demonstraram que a dispersão de nanotubos de carbono individuais é mais eficiente em concentrações mais altas de surfactante (30%), enquanto 20% foi ideal para o óxido de grafeno e 10% para o grafite. As imagens obtidas por microscopia ótica confirmaram melhorias na dispersão dos aglomerados, com redução significativa do tamanho médio das partículas à medida que a concentração de surfactante aumentava. Os resultados do DLS corroboraram com essas observações, evidenciando diminuição no tamanho dos aglomerados de nanopartículas com o aumento da concentração de surfactante.

A estabilidade das suspensões foi avaliada com base no potencial zeta, que reflete a força das interações eletrostáticas entre as partículas coloidais, e por análise visual após o repouso das suspensões. O óxido de grafeno apresentou valores de potencial zeta entre -14 e -15 mV, indicando maior estabilidade em comparação ao grafite, que exibiu valores entre -10 e -11 mV. Já os nanotubos de carbono apresentaram potenciais zeta próximos a zero, o que sugere baixa estabilidade. Apesar disso, a análise visual mostrou que o óxido de grafeno e o grafite apresentaram melhor estabilidade nas primeiras horas após a dispersão, embora tenha ocorrido decantação significativa em todas as suspensões após uma semana.

O estudo também revelou que o método de umectação e repouso das nanopartículas foi eficaz na desaglomeração das mesmas. As técnicas empregadas também confirmaram a influência direta da concentração de surfactante na redução dos aglomerados e na melhoria da estabilidade das suspensões. Apesar de diferenças entre os resultados obtidos por UV-vis e potencial zeta, optou-se por adotar o parâmetro de maior absorbância como referência para as etapas subsequentes.

4.3 CARACTERIZAÇÕES DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND

Após a determinação das melhores dispersões para cada nanopartícula, foram analisadas as suspensões aplicadas ao cimento Portland para verificar a sua influência no mesmo. Inicialmente as pastas foram preparadas e realizado o teste do Flow Table para verificar seu espalhamento. Os resultados do espalhamento podem ser visualizados nas imagens do Apêndice E e na Tabela 8.

Conforme esperado, a variação na concentração do surfactante impactou o espalhamento das pastas de cimento, dependendo da nanopartícula utilizada. No caso do grafite, o aumento da concentração resultou em maior fluidez, atingindo 220

mm com Surfactante 40, enquanto o OG apresentou uma redução no espalhamento para 200 mm, possivelmente devido a interações específicas entre o surfactante e a nanopartícula. Para os NTC, o surfactante melhorou moderadamente o espalhamento, chegando a 205 mm.

Tabela 8 - Resultado do espalhamento no Flow Table.

Adições e aditivos	Grafite (mm)	OG (mm)	NTC (mm)
Surfactante 0%	200	220	195
Surfactante M	215	200	205
Surfactante 40%	220	200	205
Sem surfactante com dispersão	205	215	200
Surfactante e dispersão	220	205	210
Surfactante e sem dispersão	225	225	225
Adição 0,00%	215	225	225
Adição 0,01%	210	210	200
Adição 0,03%	210	210	195

Fonte: o autor.

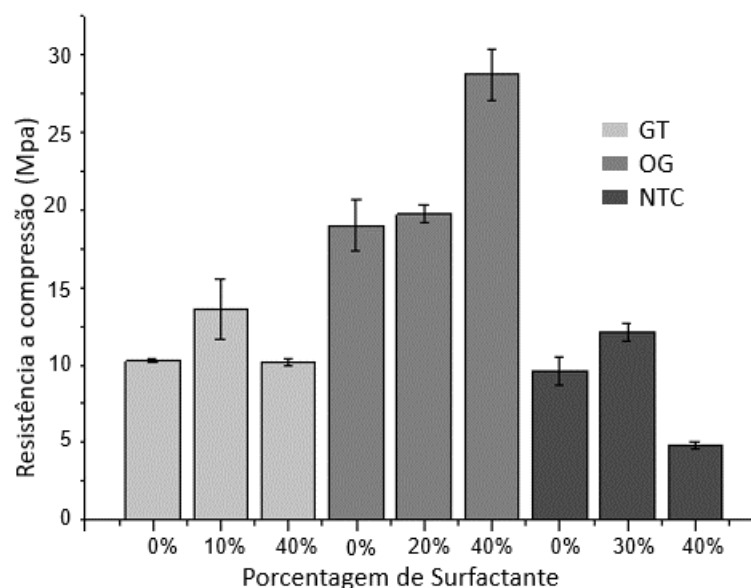
Para o grafite e os NTC, a combinação de dispersão mecânica e surfactante aumentou o espalhamento para 220 mm e 210 mm, respectivamente, enquanto o uso isolado de dispersão resultou em menor fluidez. Enquanto o OG apresentou comportamento inverso, com espalhamento reduzido quando ambas as técnicas foram usadas. O maior valor, de 225 mm, foi alcançado com surfactante sem dispersão para todas as nanopartículas.

O aumento da concentração de nanopartículas reduziu o espalhamento, indicando menor fluidez da pasta. Para o grafite e o OG, o espalhamento caiu de 215 mm e 225 mm para 210 mm em concentrações de 0,01% e 0,03%. Já os NTC apresentaram a maior queda, atingindo 195 mm na concentração de 0,03%.

Os resultados evidenciam que tanto o uso de surfactantes quanto o método de dispersão influenciam na fluidez da pasta de cimento. No entanto, a eficácia desses métodos está ligada às características específicas de cada tipo de nanopartícula, destacando a importância de uma abordagem individualizada na escolha e aplicação desses métodos. Além disso, a concentração das nanopartículas demonstrou impacto direto na fluidez, indicando que níveis mais elevados podem aumentar a coesão da pasta e comprometer significativamente sua trabalhabilidade.

Na Figura 46 é apresentada a resistência à compressão das pastas variando a concentração de surfactante.

Figura 46 - Resistência à compressão com variação da concentração do Surfactante.



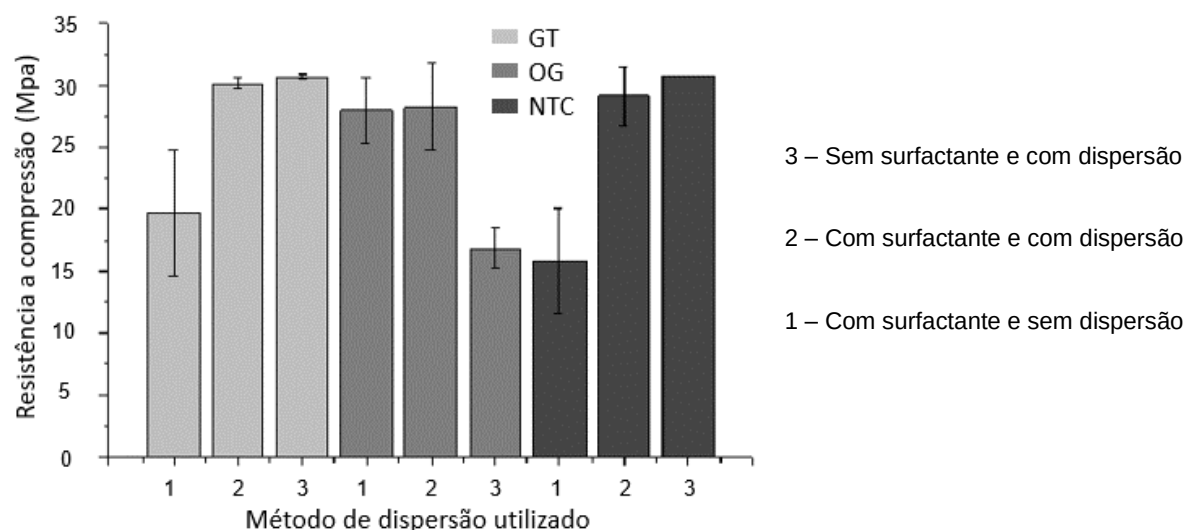
Fonte: o autor.

As amostras contendo grafite apresentaram um aumento inicial na resistência à compressão com a adição de surfactantes. Na concentração de 10%, a resistência se mostrou maior evidenciando uma melhora significativa em relação à ausência de surfactante. Contudo, com o aumento da concentração para 40%, observou-se uma redução nos valores de resistência, ficando próximos aos níveis iniciais.

As amostras contendo óxido de grafeno exibiram o melhor desempenho em termos de resistência à compressão. O aumento na concentração de surfactantes resultou em uma elevação progressiva da resistência, alcançando seu pico com 40% de surfactante, cerca de 30 MPa. Esse comportamento indica que o óxido de grafeno, quando bem disperso, interage de forma eficaz com a matriz cimentícia, promovendo melhorias significativas devido à sua alta área superficial e propriedades mecânicas.

As amostras com nanotubos de carbono também demonstraram um aumento inicial na resistência à compressão com o uso de surfactantes. Na concentração de 30%, foi registrada uma resistência de aproximadamente 15 MPa, evidenciando um incremento significativo em relação à ausência de surfactantes (0%). Entretanto, ao elevar a concentração de surfactantes para 40%, houve uma redução na resistência, retornando a valores próximos aos iniciais. Assim como o grafite, esse comportamento sugere que concentrações excessivas de surfactantes podem prejudicar a dispersão ou a interação dos nanotubos com a matriz.

Figura 47 -Resistência à compressão variando os métodos de dispersão.



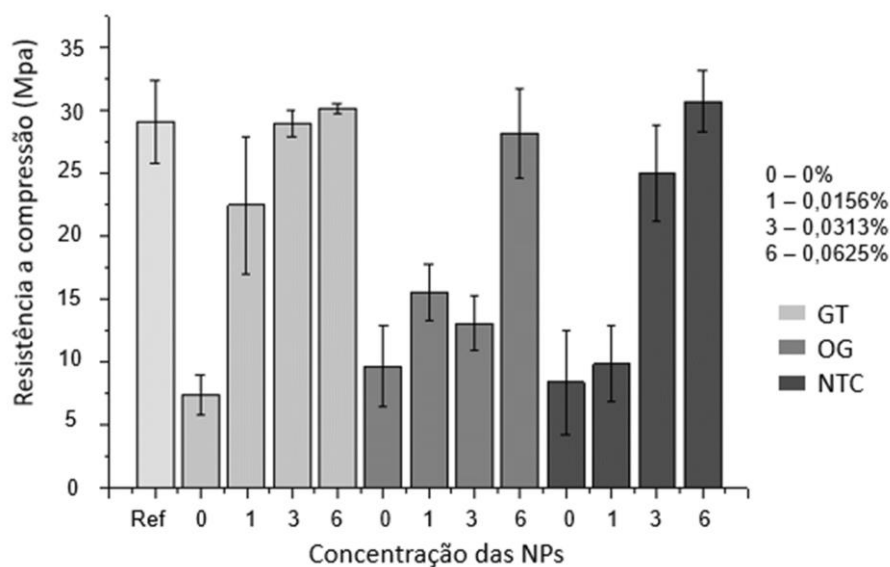
Fonte: o autor.

Na Figura 47, são apresentadas as resistências variando o método de dispersão. As amostras contendo grafite apresentaram um aumento expressivo na resistência à compressão quando submetidas a métodos de dispersão, independentemente da presença de surfactantes. Esse comportamento evidencia que a dispersão eficiente é um fator que potencializa as propriedades mecânicas do material, enquanto o uso de surfactantes desempenha um papel secundário nesse contexto.

As amostras contendo óxido de grafeno exibiram resultados consistentes, com as maiores resistências à compressão sendo registradas nos métodos 2 e 3, indicando, que o surfactante desempenha um papel ainda mais relevante na dispersão do óxido de grafeno, especialmente em condições que combinam surfactantes com técnicas de dispersão.

Já as amostras com nanotubos de carbono apresentaram comportamento semelhante ao grafite, com a dispersão sendo o fator determinante para o aumento da resistência à compressão. No entanto, o impacto dos surfactantes foi menos pronunciado, reforçando que sua contribuição é limitada quando comparada à eficácia das técnicas de dispersão. Esses resultados destacam a importância de priorizar a dispersão eficiente como estratégia principal para melhorar as propriedades mecânicas das matrizes cimentícias reforçadas com nanotubos de carbono.

Figura 48 - Resistência à compressão variando as concentrações das adições

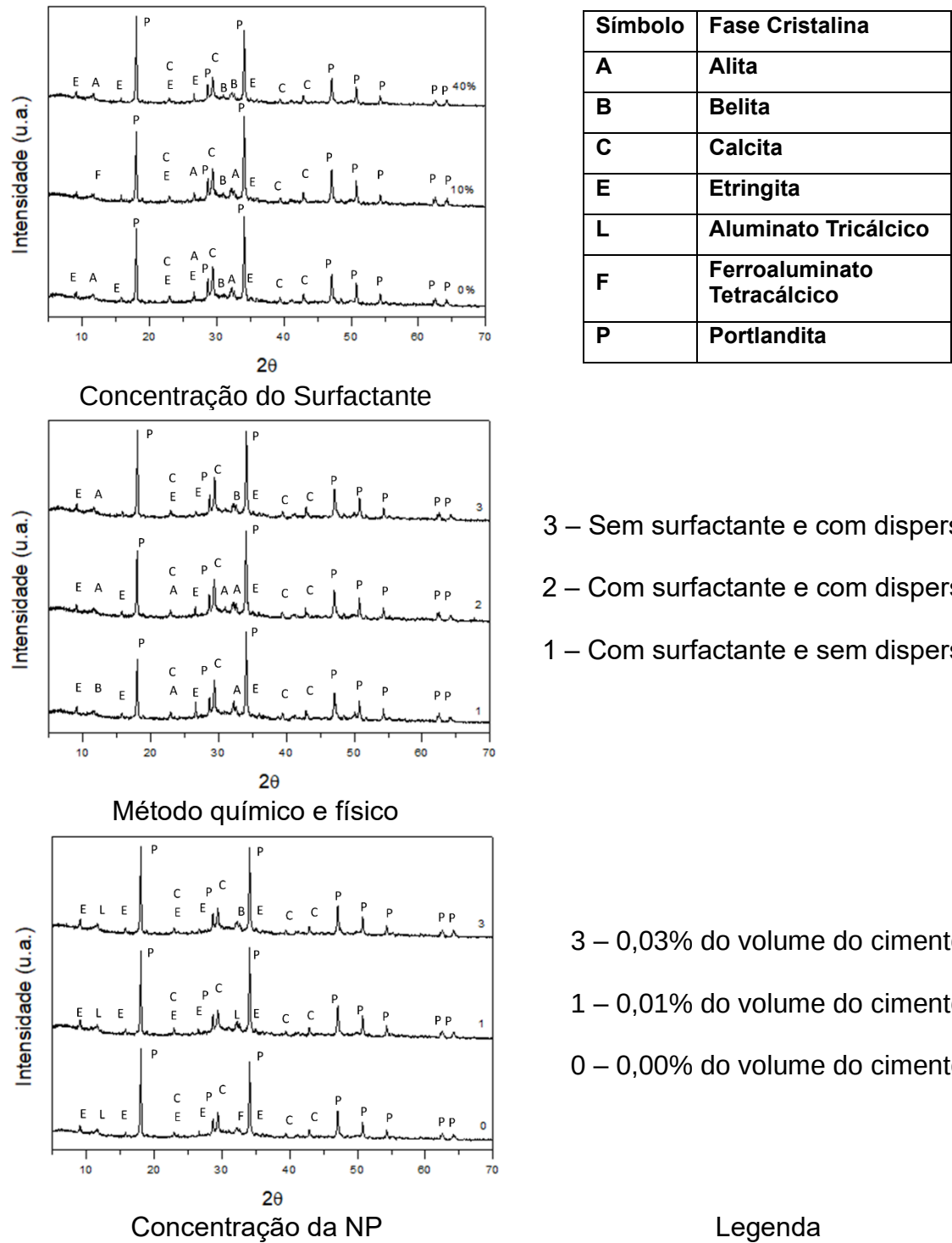


Fonte: o autor.

Na Figura 48, pode-se observar que a resistência aumentou com a concentração, atingindo seu maior valor em 0,0625%, sugerindo que, nessa proporção, a dispersão foi mais eficiente e contribuiu para a melhoria das propriedades mecânicas da matriz cimentícia, principalmente quanto aos NTCs. Isso sugere que para utilizar outras concentrações de nanopartículas, porcentagem de surfactante e antiespuma precisam ser ajustadas.

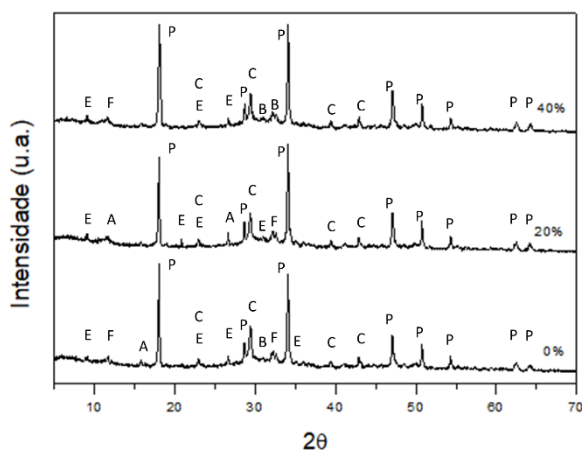
A seguir nas Figura 49, Figura 50 e Figura 51, são apresentados os resultados obtidos pela análise de difração de raios X (DRX), organizados de acordo com o tipo de nanopartícula avaliada. Essa abordagem permite identificar e discutir os efeitos específicos de cada nanopartícula na hidratação do cimento, considerando as diferentes variáveis do estudo.

Figura 49 - Análise de DRX contendo adição de Grafite.

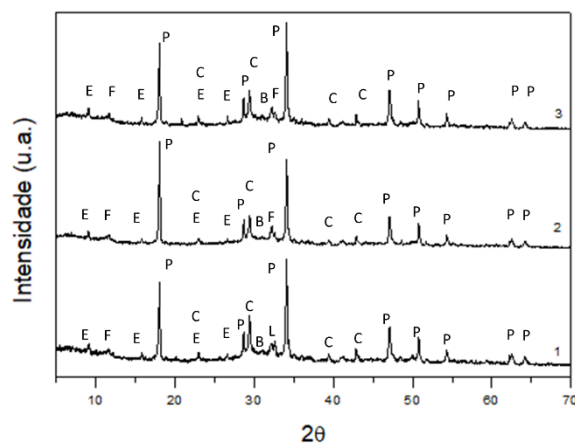


Fonte: o autor.

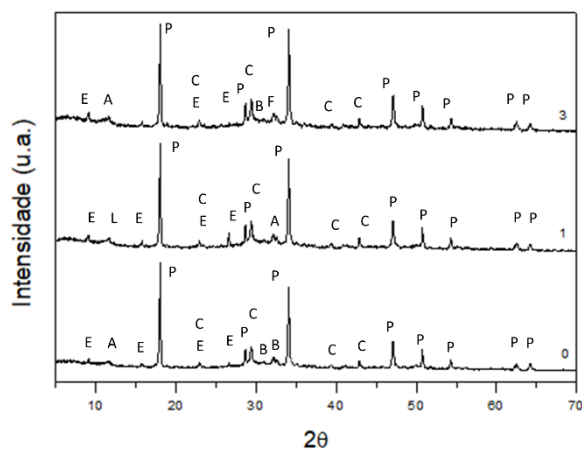
Figura 50 - Análise de DRX contendo adição de Óxido de Grafeno.



Concentração do Surfactante



Método químico e físico



Concentração da NP

Símbolo	Fase Cristalina
A	Alita
B	Belita
C	Calcita
E	Etringita
L	Aluminato Tricálcico
F	Ferroaluminato Tetracálcico
P	Portlandita

3 – Sem surfactante e com dispersão

2 – Com surfactante e com dispersão

1 – Com surfactante e sem dispersão

3 – 0,03% do volume do cimento

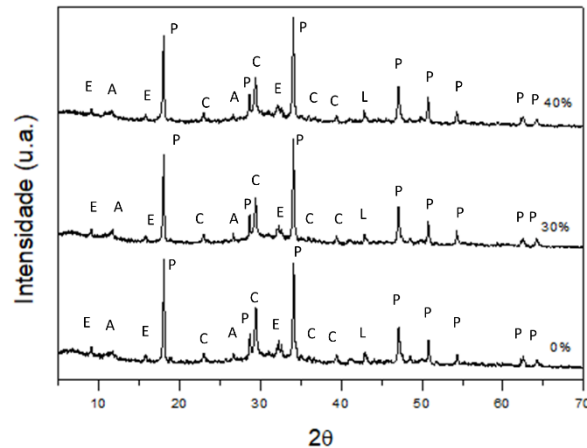
1 – 0,01% do volume do cimento

0 – 0,00% do volume do cimento

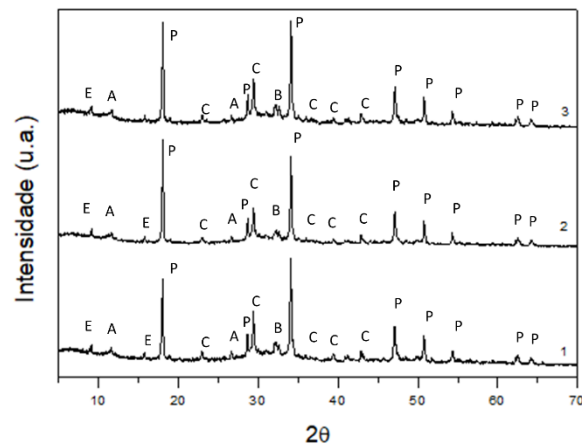
Legenda

Fonte: o autor.

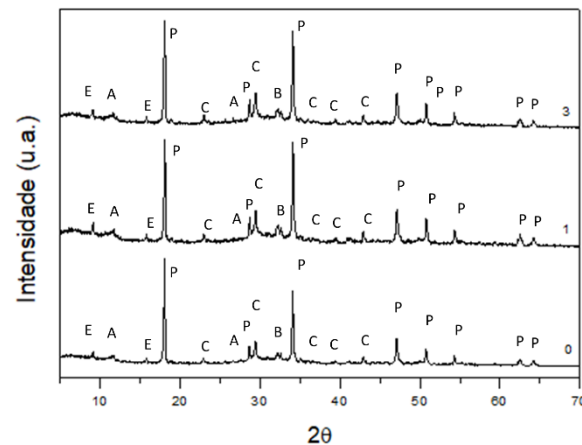
Figura 51 - Análise de DRX contendo adição de Nanotubos de Carbono.



Concentração do Surfactante



Métodos químico e físico



Concentração NP

Símbolo	Fase Cristalina
A	Alita
B	Belita
C	Calcita
E	Etringita
L	Aluminato Tricálcico
F	Ferroaluminato Tetracálcico
P	Portlandita

3 – Sem surfactante e com dispersão

2 – Com surfactante e com dispersão

1 – Com surfactante e sem dispersão

3 – 0,03% do volume do cimento

1 – 0,01% do volume do cimento

0 – 0,00% do volume do cimento

Legenda

Fonte: o autor.

As análises de difração de raios X (DRX) das amostras revelaram a presença das fases cristalinas do processo de hidratação e formação da matriz cimentícia. Entre as fases identificadas, destacam-se a etringita ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$), um produto de hidratação inicial formado pela reação do aluminato tricálcico com sulfatos,

essencial para a resistência inicial e estabilidade dimensional; a portlandita (Ca(OH)_2), que resulta da hidratação dos silicatos e contribui para o controle do pH e a proteção contra a corrosão; e as fases primárias como alita e belita, que são os principais componentes responsáveis pelo ganho de resistência mecânica a curto e longo prazo.

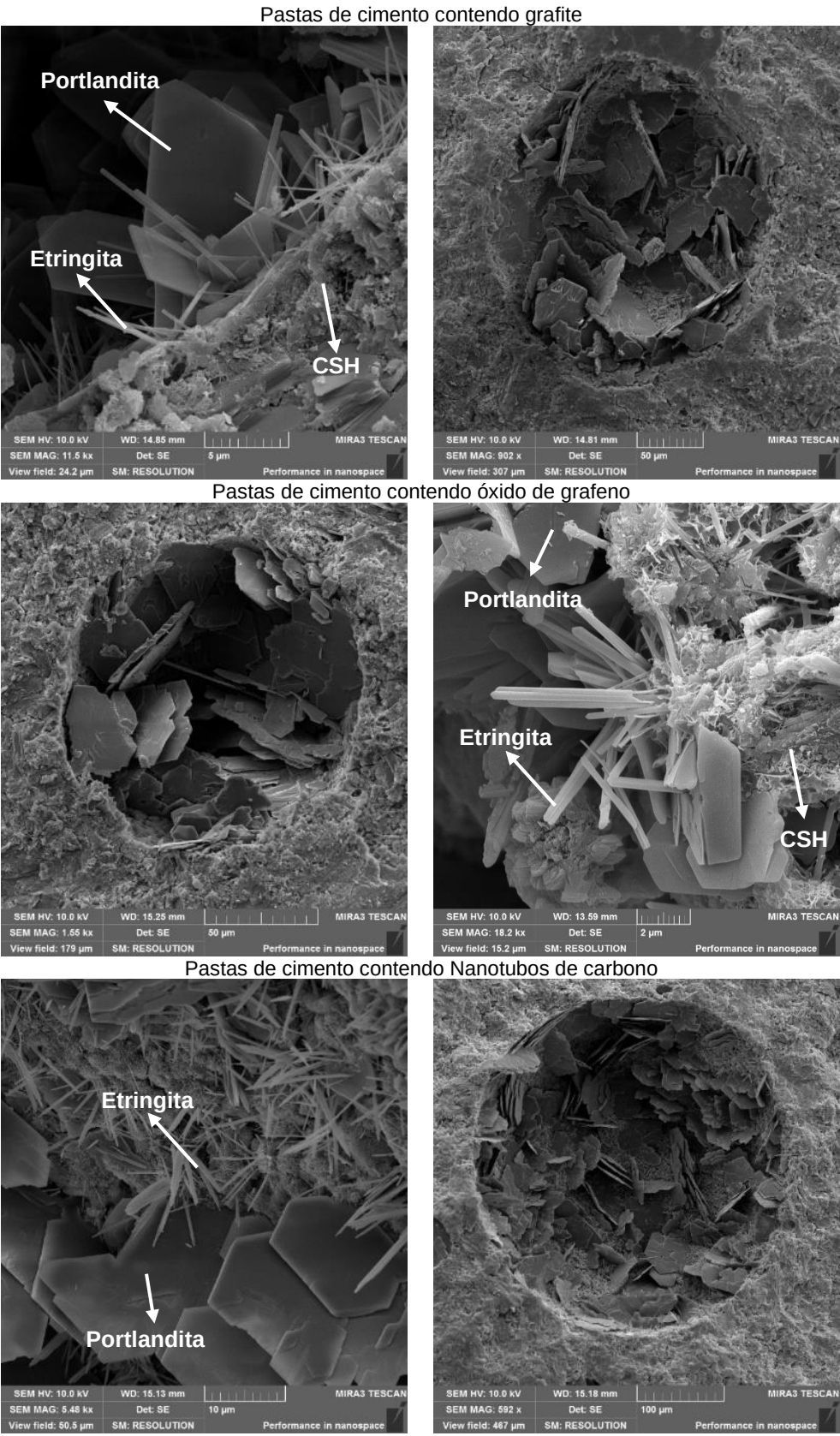
O uso de surfactantes nas pastas com grafite (Figura 49) revelou um possível impacto na hidratação do cimento, especialmente nas fases secundárias. Foi observado que as fases principais, como alita, belita e calcita, mantiveram comportamento relativamente estável, enquanto produtos como etringita e portlandita apresentaram alterações leves dependendo do método de dispersão e da concentração de nanopartículas. A dispersão física favoreceu maior formação de portlandita, enquanto a físico-química promoveu maior equilíbrio entre as fases secundárias.

Para o óxido de grafeno (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**), o aumento na concentração de surfactantes resultou em menor formação de produtos secundários de hidratação, como etringita e portlandita, sem alterar significativamente as fases alita, belita e calcita. O método físico-químico foi o que mais interferiu na formação de etringita, mostrando uma maior influência sobre os produtos secundários.

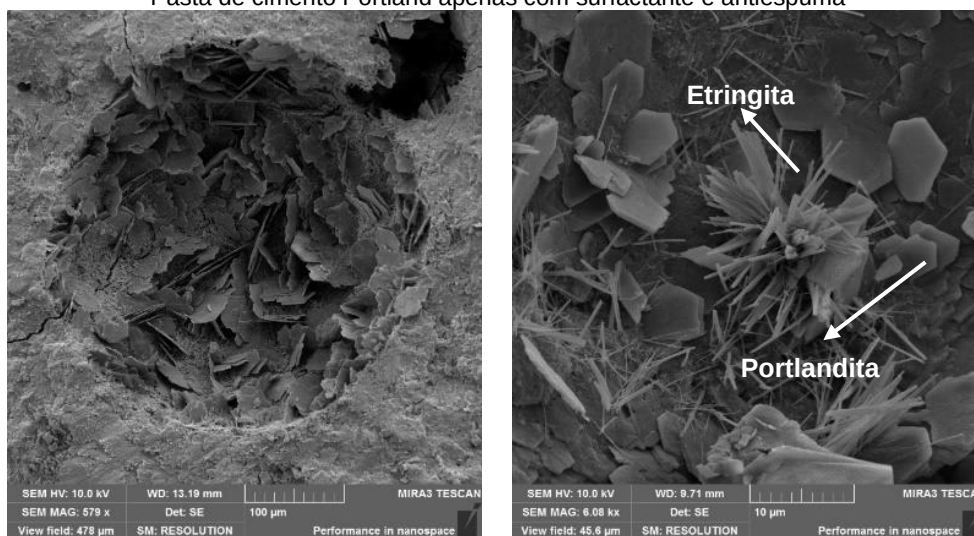
Nas pastas contendo NTC (Figura 51), o impacto do surfactante foi mais pronunciado na etringita, cuja formação dos picos foi reduzida. As fases principais, como belita, portlandita e calcita, mostraram-se estáveis em relação à presença do surfactante, mas a intensidade dos picos no espectro variou levemente com o aumento da concentração de NTC.

As análises de MEV realizadas nas pastas de cimento (Figura 52) revelaram que os poros contêm predominantemente portlandita e, em menor quantidade, etringita, com características morfológicas que confirmam os resultados das análises de DRX. A portlandita aparece em abundância, com sua estrutura hexagonal típica, enquanto a etringita é identificada em menor proporção, com morfologia acicular. A inclusão dos aditivos não alterou os principais produtos de hidratação, mas influenciou a microestrutura e a porosidade da matriz cimentícia.

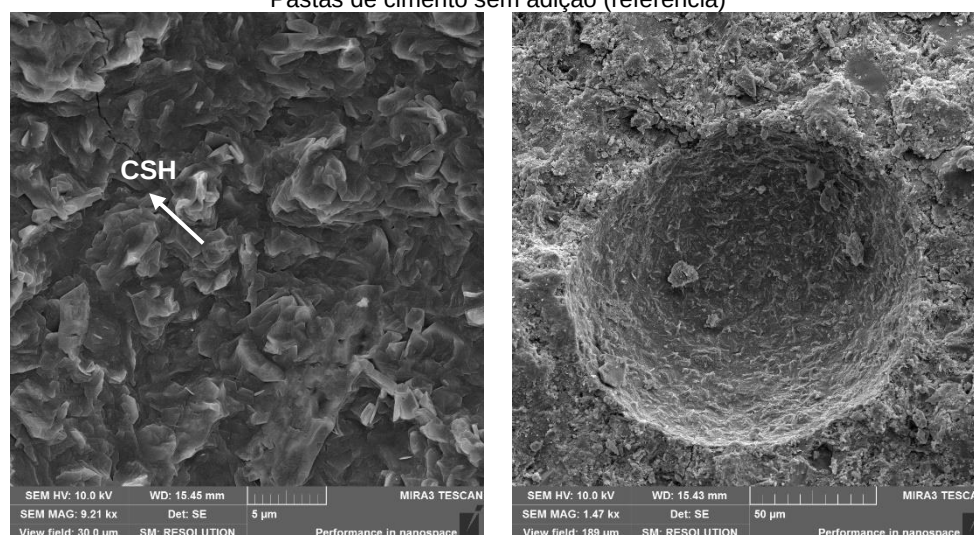
Figura 52 - MEV das pastas de cimento Portland com adições



Pasta de cimento Portland apenas com surfactante e antiespuma



Pastas de cimento sem adição (referência)



Fonte: o autor.

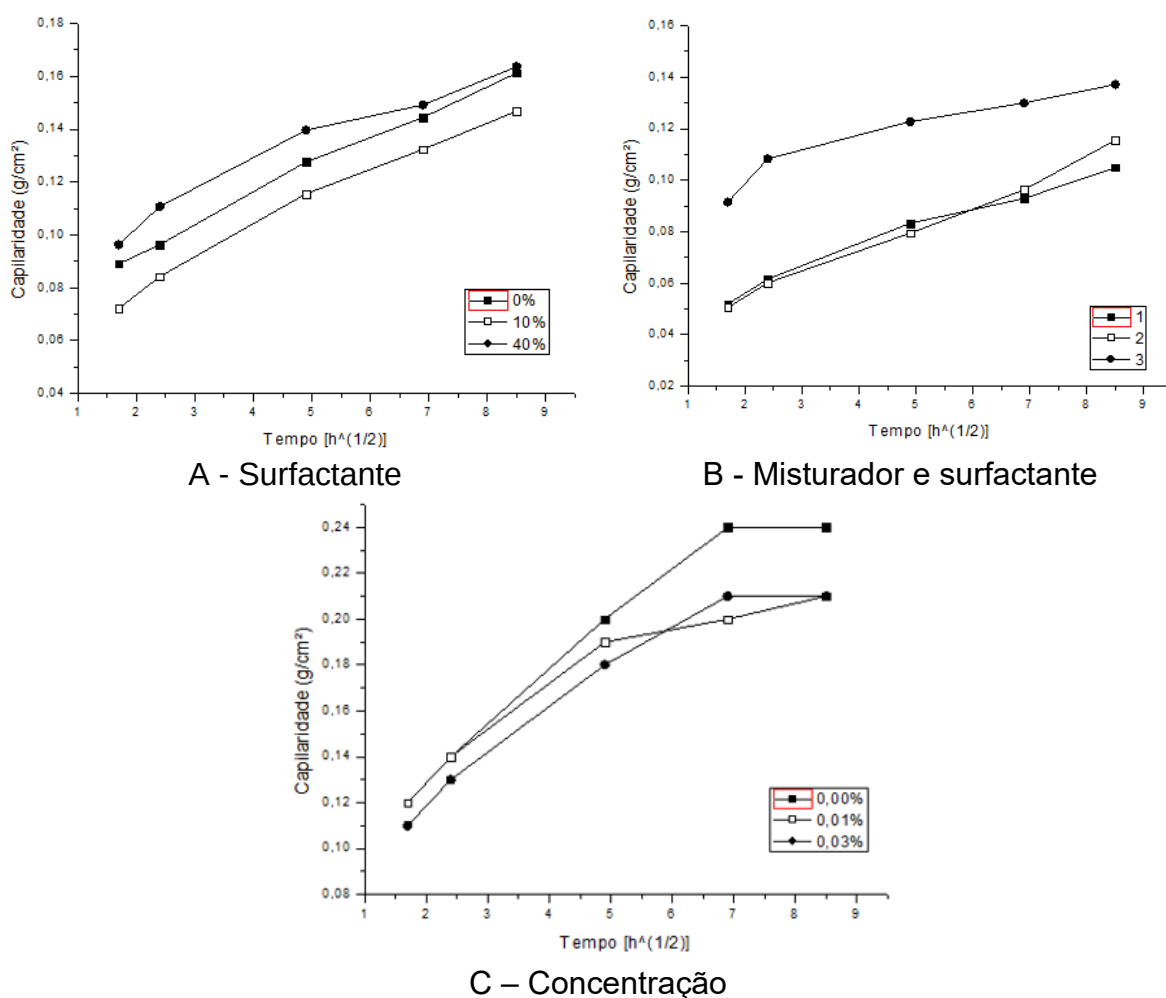
As imagens não evidenciaram a presença de aglomerados das nanopartículas nas amostras analisadas. Apesar da magnificação utilizada ser menor daquelas registradas em estudos anteriores^{4, 156} conduzidos sob condições similares, naqueles foi possível observar aglomerações dessas nanopartículas com relativa facilidade. A ausência de aglomerados nas imagens obtidas sugere uma dispersão mais uniforme dos aditivos na matriz cimentícia, possivelmente devido a um melhor método de incorporação ou preparação das amostras. Também é possível notar que somente o uso do surfactante já impactou na formação de cristais nos poros da pasta de cimento, mostrando que houve uma densificação.

Os gráficos nas Figura 53 a Figura 55 apresentam os resultados dos testes de capilaridade realizado nas pastas de cimento adaptado da NBR 9779 (2012)¹²⁸. O

eixo x representa a raiz quadrada do tempo ($\sqrt{h}$), enquanto o eixo y quantifica a capilaridade em g/cm², que indica a quantidade de água absorvida pelas pastas ao longo do tempo.

A Figura 53 mostra os resultados de capilaridade para as pastas contendo grafite.

Figura 53 - Capilaridade para pastas contendo Grafite.

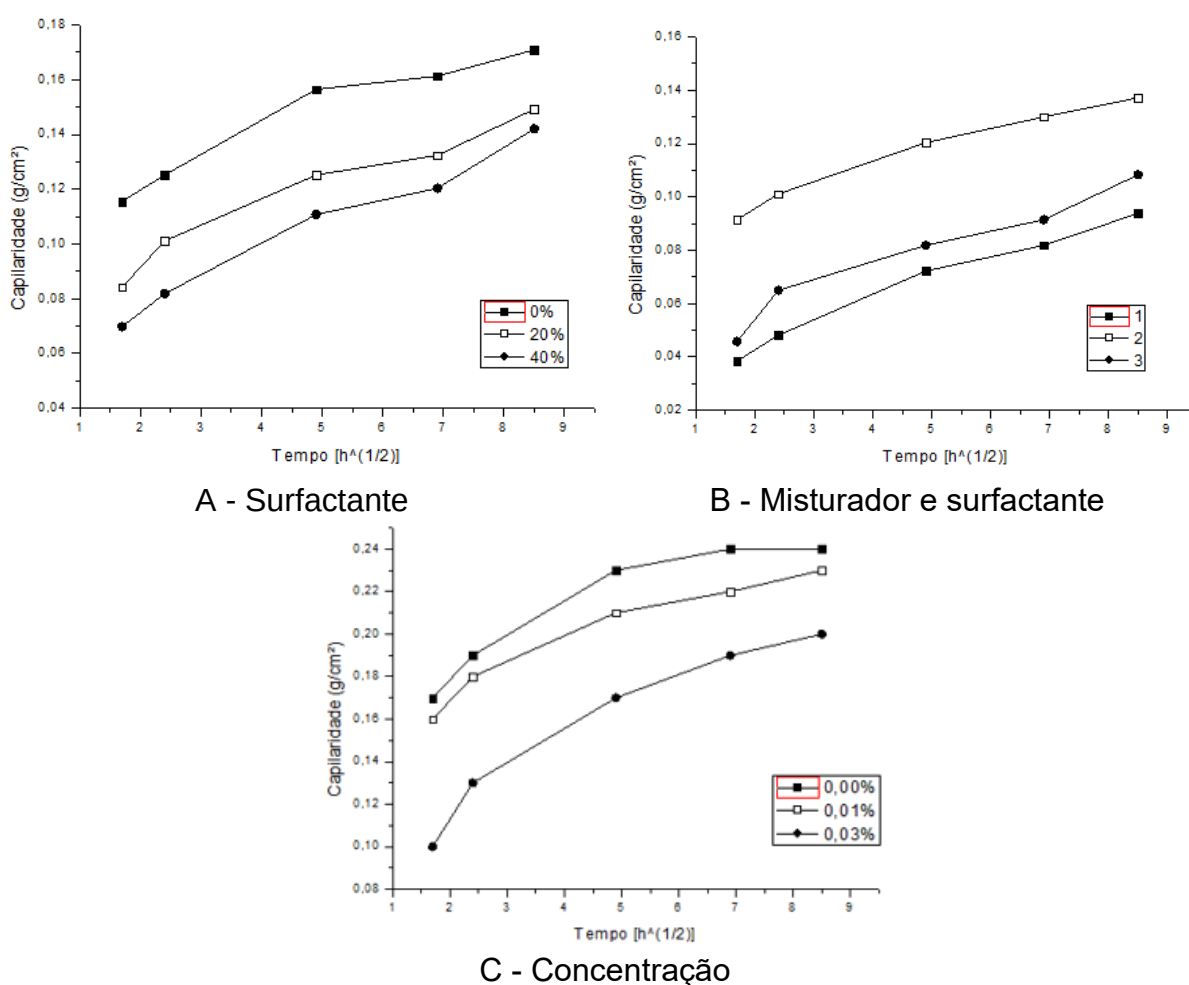


Fonte: o autor.

Na Figura 53-A, observa-se que a maior absorção de água ocorreu nas pastas contendo 40% de surfactante. Enquanto a menor absorção foi registrada nas pastas com 10% de surfactante, que também apresentaram a melhor dispersão. Esse padrão sugere que a concentração ideal de surfactante pode exercer um efeito estabilizador ou limitante sobre a absorção de água, possivelmente devido à modificação na estrutura da pasta de cimento, o que restringe a penetração da água.

Na Figura 53-B, nota-se que o emprego de técnicas químicas de dispersão teve um impacto mais significativo na capilaridade do que o uso das físicas. Quando ambos os métodos de dispersão (químico e físico) foram utilizados, os valores de capilaridade se mantiveram próximos, enquanto a ausência da técnica química resultou em um aumento na capilaridade. Na Figura 53-C, observa-se que a variação na concentração de grafite também influenciou a capilaridade, sendo que sua adição levou à redução nos valores dessa propriedade.

Figura 54 - Capilaridade para pastas contendo Óxido de Grafeno.

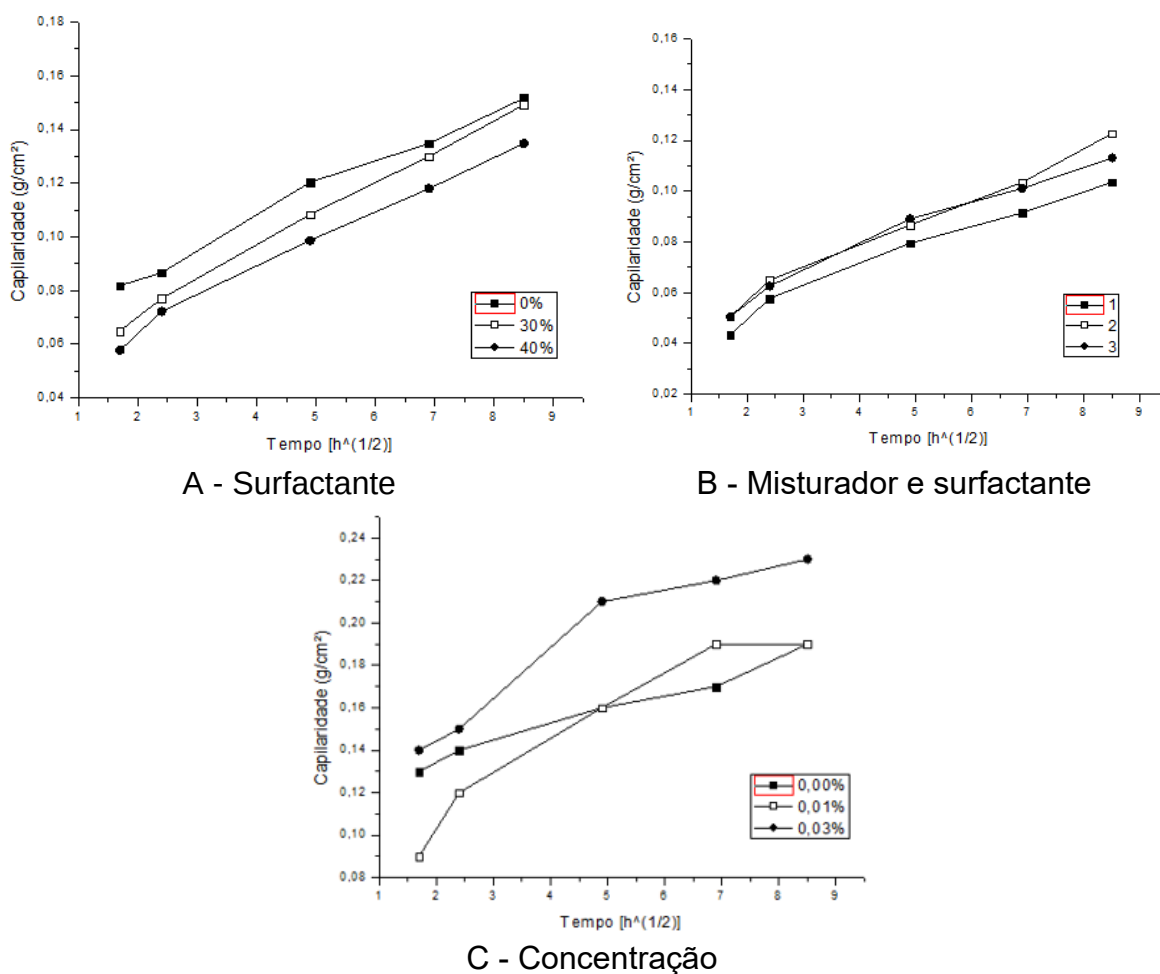


Fonte: o autor.

Para o óxido de grafeno, os resultados da Figura 54-A indicaram que as pastas com 0% de surfactante tiveram a maior capilaridade, enquanto aquelas com 40% apresentaram os menores valores. Esse comportamento reflete a capacidade do surfactante em melhorar a dispersão do OG e promover maior compactação da matriz, reduzindo a penetração de água por capilaridade.

Na Figura 54-B, ao contrário do grafite, a maior capilaridade foi observada quando os métodos físico e químico foram usados em conjunto, sugerindo que a combinação não foi tão eficiente para dispersar o OG de forma homogênea. Na Figura 54-A, a adição de OG levou a uma redução significativa da capilaridade em relação às pastas sem nanopartículas, confirmando seu papel na densificação da matriz, assim como observado para o grafite.

Figura 55 - Capilaridade para pastas contendo Nanotubos de Carbono.



Fonte: o autor.

Os resultados para os NTCs mostraram menor variação na capilaridade entre as condições testadas. Na Figura 55-A, a maior capilaridade foi registrada nas pastas sem surfactante (0%), enquanto as com 40% de surfactante apresentaram os menores valores, confirmando o efeito positivo do surfactante na dispersão dos NTCs e na redução da porosidade conectada. Na Figura 55-B, a capilaridade foi similar quando os métodos físico e químico foram combinados ou quando apenas a dispersão física foi utilizada, mas o uso isolado de surfactante apresentou uma leve vantagem

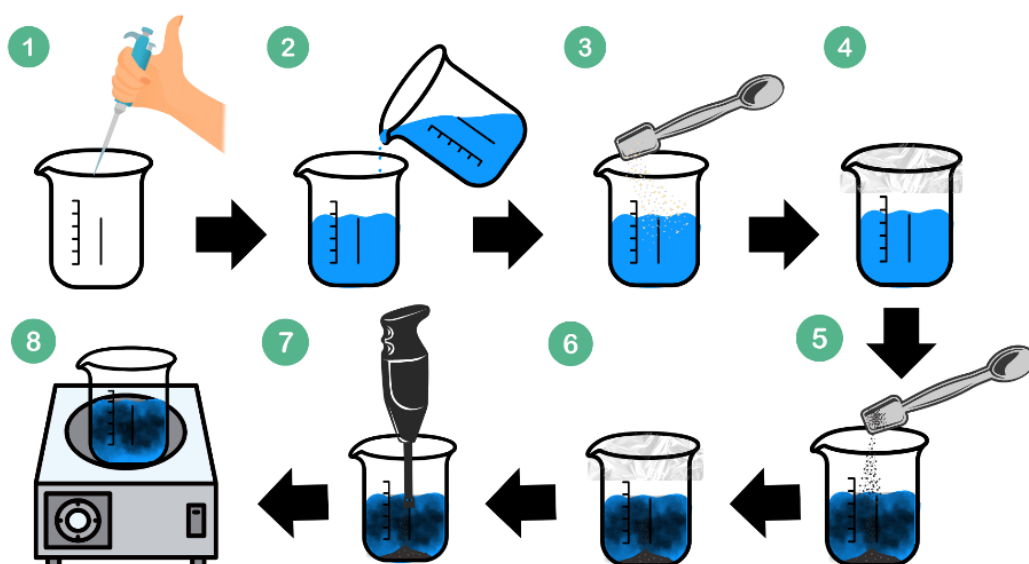
na redução da capilaridade. Na Figura 55-C, a pasta com 0,03% de NTC mostrou a maior capilaridade, indicando maior porosidade conectada devido à formação de aglomerações. A concentração de 0,01% apresentou os melhores resultados, reduzindo significativamente a capilaridade em relação às pastas sem NTC, enquanto as pastas com 0% apresentaram valores intermediários, mas ainda superiores aos de 0,01%.

Os resultados confirmaram que as técnicas de dispersão, especialmente a combinação de misturador mecânico e ultrassom, foram eficazes na redução do tamanho das partículas, com destaque para a importância do surfactante na estabilidade das dispersões. Os testes de propriedades das pastas cimentícias indicaram melhorias na fluidez, resistência e na redução da absorção de água, sugerindo um potencial significativo para a aplicação das nanopartículas.

4.3.1 Comportamento observado das nanopartículas

Na Figura 56 é possível visualizar uma representação do processo passo a passo na dispersão de nanopartículas e a sua explicação.

Figura 56 - Método de dispersão utilizado



Fonte: o autor.

O processo iniciou-se com a mistura de água, surfactante e antiespuma em proporções definidas. A água atuou como meio dispersante, o surfactante reduziu a tensão superficial para melhorar a dispersão das partículas, e o antiespuma evitou a formação de bolhas durante o processo de mistura e tratamento. O surfactante, composto de moléculas anfifílicas, orientou-se na interface água-ar, promovendo a estabilização da suspensão. O antiespuma se acumulou na interface da bolha, enfraquecendo a força que mantém a bolha estável, fazendo com que as bolhas colapsem mais rapidamente e interrompeu a coalescência de bolhas ao modificar a tensão superficial local.

A mistura manual promoveu a homogeneização inicial dos componentes. Durante este processo, o surfactante distribuiu-se na água, formando micelas acima de sua concentração crítica. Estas micelas encapsularam pequenas partículas hidrofóbicas e estabilizaram o sistema.

O repouso por 2 dias permitiu que o sistema atingisse um equilíbrio termodinâmico. Durante este período, o surfactante organizou-se eficientemente na interface das partículas ou nas micelas, enquanto o antiespuma atuou sobre qualquer formação residual de bolhas, assegurando que a solução estivesse pronta para receber as nanopartículas.

As nanopartículas, que apresentam alta área superficial e uma tendência natural à aglomeração devido às forças de van der Waals, foram adicionadas manualmente após o repouso inicial. A introdução lenta garantiu que o impacto mecânico inicial fosse minimizado, evitando aglomerações excessivas.

O contato prolongado das nanopartículas com a água promoveu o processo de umectação. A água, através de suas moléculas polares, interagiu com a superfície das nanopartículas. Este processo reduziu a energia interfacial entre as partículas e o meio, permitindo que as moléculas de água se reorganizassem para formar uma camada de hidratação ao redor das partículas. A umectação contribuiu para a redução de aglomerados, pois as forças capilares e a interação com o surfactante ajudaram a solubilizar as partículas em escala nanométrica.

Durante o repouso, ocorreu uma redução gradativa das forças coesivas que mantinham os aglomerados unidos. O surfactante adsorveu-se nas superfícies das partículas, criando barreiras estéricas e eletrostáticas que evitaram a reaglomeração. Este período foi necessário para estabilizar as partículas antes dos tratamentos mecânicos.

A suspensão foi submetida então a um misturador mecânico, que aplicou forças de cisalhamento ao sistema. Estas forças geraram gradientes de velocidade dentro da suspensão, provocando a separação dos aglomerados de nanopartículas em sub-aglomerados menores. Este processo foi auxiliado pelo surfactante, que atuou como um agente dispersante, reduzindo a tensão interfacial e facilitando a redistribuição uniforme das nanopartículas.

O tratamento ultrassônico utilizou ondas sonoras de alta frequência para gerar fenômenos de cavitação na suspensão, processo de formação, crescimento e colapso de microbolhas no líquido devido à alternância rápida de pressões altas e baixas induzidas pelas ondas sonoras. Quando as microbolhas colapsaram, liberaram energia localizada em forma de jatos líquidos e ondas de choque, criando intensas forças de cisalhamento. Estes eventos romperam aglomerados resistentes de nanopartículas, reduzindo-os a partículas isoladas ou muito menores.

O ultrassom também promoveu a dispersão uniforme das partículas devido à energia cinética gerada na suspensão, enquanto o surfactante auxiliou na estabilização da nova distribuição. O resultado do tratamento ultrassônico foi uma suspensão mais homogênea, onde as nanopartículas estavam mais dispersas e prontas para serem incorporadas a matriz cimentícia.

Após o tratamento, a suspensão contendo nanopartículas foi incorporada ao cimento Portland e durante este processo, as nanopartículas dispersas foram distribuídas uniformemente na matriz. Embora a incorporação de nanopartículas normalmente reduza a fluidez das pastas de cimento, neste caso, o uso de surfactantes e métodos de dispersão, como ultrassom e agitação mecânica, melhorou significativamente a trabalhabilidade. Esses fatores evitaram a aglomeração das partículas e garantiram uma distribuição mais homogênea, favorecendo a fluidez do sistema.

A distribuição uniforme das nanopartículas melhorou as propriedades mecânicas de resistência à compressão devido ao preenchimento de poros e reforço estrutural em escala nanométrica. As nanopartículas também contribuíram para a redução da capilaridade nas pastas de cimento Portland, o que evidenciou uma diminuição na quantidade de poros conectados e, conseqüentemente, na permeabilidade do material. Essa redução sugere uma melhoria significativa na resistência do cimento à penetração de fluidos.

5 CONCLUSÃO

Esta pesquisa teve como objetivo investigar o processo de dispersão de nanotubos de carbono (NTC), óxido de grafeno (OG) e grafite em suspensões aquosas, buscando otimizar sua aplicação em compósitos cimentícios. A análise do impacto de diferentes concentrações de surfactantes, métodos de mistura e concentrações das nanopartículas permitiu avaliar a eficácia das dispersões e suas implicações nas propriedades das pastas de cimento Portland.

Os principais resultados demonstraram que as técnicas de dispersão aplicadas foram eficazes na redução do tamanho dos aglomerados, com destaque para o método que combinou misturador mecânico e ultrassom, embora a estabilidade coloidal, especialmente para o grafite, ainda exija otimizações. A presença do surfactante foi determinante para o sucesso das dispersões, e as concentrações ideais foram estabelecidas em 10% para grafite, 20% para óxido de grafeno e 30% para nanotubos de carbono através da análise do UV-vis. Esses achados não apenas alinham-se às teorias da literatura existente, mas também avançam ao fornecer diretrizes práticas para aplicações específicas.

Os testes realizados, como os de Flow Table, resistência à compressão, DRX e capilaridade, evidenciaram que o ajuste das variáveis de dispersão pode melhorar significativamente propriedades como fluidez, resistência mecânica e absorção. A redução na absorção de água nas pastas com surfactante e dispersão física indica uma menor porosidade conectada, o que reforça a viabilidade dessas adições para a produção de compósitos cimentícios mais duráveis e com melhor desempenho mecânico.

Com base nos resultados obtidos, foi desenvolvida uma metodologia de dispersão otimizada, estabelecida considerando as variáveis analisadas durante esta pesquisa. A metodologia segue as etapas descritas no Quadro 2 **Erro! Fonte de referência não encontrada..**

Quadro 2 - Metodologia desenvolvida para dispersão de nanopartículas para aplicação em matrizes cimentícias

Etapa	Grafite	Óxido de Grafeno	Nanotubos de Carbono
Adição de antiespuma, água e surfactante	Antiespuma: 1/2 do surfactante Surfactante: 10%	Antiespuma: 1/2 do surfactante Surfactante: 20%	Antiespuma: 1/2 do surfactante Surfactante: 30%
Agitação manual e repouso (1ª etapa)	Repouso: 2 dias	Repouso: 2 dias	Repouso: 2 dias
Adição de nanopartículas, agitação manual e repouso (2ª etapa)	Adicionar grafite Repouso: 2 dias	Adicionar OG Repouso: 2 dias	Adicionar NTC Repouso: 2 dias
Misturador mecânico	10 minutos	5 minutos	5 minutos
Ultrassom	30 minutos	30 minutos	45 minutos

Fonte: o autor.

Essa metodologia foi desenvolvida e estabelecida com base nos testes realizados ao longo desta pesquisa, garantindo uma dispersão eficiente e uma aplicação otimizada das nanopartículas nas matrizes cimentícias. Este protocolo representa uma contribuição prática para a área, além de fornecer uma base para estudos futuros.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, algumas sugestões para futuras pesquisas são propostas com o objetivo de ampliar e aprofundar o conhecimento sobre a dispersão de nanopartículas em matrizes cimentícias:

- Investigar métodos de redispersão das suspensões previamente preparadas, visando ampliar sua aplicabilidade em diferentes contextos e condições de uso.
- Explorar o comportamento de outros surfactantes e técnicas de dispersão, além das abordadas neste estudo, para verificar se métodos alternativos podem melhorar a estabilidade coloidal, especialmente no caso do grafite.
- Investigar a aplicação das dispersões desenvolvidas em argamassas e concretos em vez de apenas pastas cimentícias, considerando a influência dos agregados na estabilidade das suspensões e nas propriedades mecânicas e reológicas.

- Realizar estudos de longo prazo para avaliar a durabilidade e as propriedades mecânicas das matrizes cimentícias reforçadas com nanopartículas, considerando fatores como exposição a diferentes ambientes, ciclos de umidade e temperatura, e ataques químicos.

REFERÊNCIAS

- 1 ALSHAGHEL, A. *et al.* Effect of multiscale reinforcement on the mechanical properties and microstructure of microcrystalline cellulose-carbon nanotube reinforced cementitious composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 149, p. 122–134, set. 2018.
- 2 SANCHEZ, F.; SOBOLEV, K. Nanotechnology in concrete – A review. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 11, p. 2060–2071, nov. 2010.
- 3 RECHES, Y. Nanoparticles as concrete additives: Review and perspectives. **Construction and Building Materials**, v. 175, p. 483–495, jun. 2018.
- 4 ABEDI, M. *et al.* Evaluation of CNT/GNP's synergic effects on the Mechanical, Microstructural, and durability properties of a cementitious composite by the novel dispersion method. **Construction and Building Materials**, v. 260, p. 120486, nov. 2020.
- 5 STEPHENS, C.; BROWN, L.; SANCHEZ, F. Quantification of the re-agglomeration of carbon nanofiber aqueous dispersion in cement pastes and effect on the early age flexural response. **Carbon**, v. 107, p. 482–500, out. 2016.
- 6 PARVEEN, S.; RANA, S.; FANGUEIRO, R. A Review on Nanomaterial Dispersion, Microstructure, and Mechanical Properties of Carbon Nanotube and Nanofiber Reinforced Cementitious Composites. **Journal of Nanomaterials**, v. 2013, p. 1–19, 2013.
- 7 LU, J.-X.; POON, C. S. Improvement of early-age properties for glass-cement mortar by adding nanosilica. **Cement and Concrete Composites**, v. 89, p. 18–30, maio 2018.
- 8 MONASTERIO, M. *et al.* Effect of addition of silica- and amine functionalized silica-nanoparticles on the microstructure of calcium silicate hydrate (C–S–H) gel. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 450, p. 109–118, jul. 2015.
- 9 BENTZ, D. P. *et al.* Fine limestone additions to regulate setting in high volume fly ash mixtures. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 1, p. 11–17, jan. 2012.
- 10 KAWASHIMA, S. *et al.* Dispersion of CaCO₃ nanoparticles by sonication and surfactant treatment for application in fly ash–cement systems. **Materials and Structures**, v. 47, n. 6, p. 1011–1023, jun. 2014.
- 11 NAJIGIVI, A. *et al.* Investigating the effects of using different types of SiO₂ nanoparticles on the mechanical properties of binary blended concrete. **Composites Part B: Engineering**, v. 54, p. 52–58, nov. 2013.
- 12 SARGAM, Y.; WANG, K. Influence of dispersants and dispersion on properties of nanosilica modified cement-based materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 118, p. 103969, abr. 2021.

- 13 METAXA, Z. S. *et al.* Nanomaterials in Cementitious Composites: An Update. **Molecules**, v. 26, n. 5, p. 1430, 6 mar. 2021.
- 14 KORAYEM, A. H. *et al.* A review of dispersion of nanoparticles in cementitious matrices: Nanoparticle geometry perspective. **Construction and Building Materials**, v. 153, p. 346–357, out. 2017.
- 15 SILVESTRE, J.; SILVESTRE, N.; DE BRITO, J. Review on concrete nanotechnology. **European Journal of Environmental and Civil Engineering**, v. 20, n. 4, p. 455–485, 2015.
- 16 FEYNMAN, R. There's plenty of room at the bottom. *In*: AMERICAN PHYSICAL SOCIETY, 1960, Caltech, California. Caltech, California: Engineering and science, 1960.
- 17 KHAN, I.; SAEED, K.; KHAN, I. Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 12, n. 7, p. 908–931, nov. 2019.
- 18 DREXLER, K. E.; PETERSON, C.; PERGAMIT, G. **Unbounding the future: the nanotechnology revolution**. 2. print ed. New York: Morrow, 1991.
- 19 RAHIMZADEH, C. Y. *et al.* Green synthesis of SiO₂ nanoparticles from *Rhus coriaria* L. extract: Comparison with chemically synthesized SiO₂ nanoparticles. **PLOS ONE**, v. 17, n. 8, p. e0268184, 5 ago. 2022.
- 20 SHARMA, P. *et al.* A novel and facile green synthesis of SiO₂ nanoparticles for removal of toxic water pollutants. **Applied Nanoscience**, v. 13, n. 1, p. 735–747, jan. 2023.
- 21 DICKSON, D. P. E. Biological nanomaterials. Em: EDELSTEIN, A. S.; CAMMARATA, R. C. (Eds.). . **Nanomaterials: synthesis, properties and applications**. Paperback ed., Repr ed. Bristol: Institute of Physics Pub, 1996. p. 459–476.
- 22 QUINTEN, M. **Optical Properties of Nanoparticle Systems: Mie and beyond**. 1. ed. [s.l.] Wiley, 2011.
- 23 YANG, G.; PARK, S.-J. Deformation of Single Crystals, Polycrystalline Materials, and Thin Films: A Review. **Materials**, v. 12, n. 12, p. 2003, 22 jun. 2019.
- 24 GUPTA, V. *et al.* Nanotechnology in Cosmetics and Cosmeceuticals—A Review of Latest Advancements. **Gels**, v. 8, n. 3, p. 173, 10 mar. 2022.
- 25 MISHRA, S. Nanotechnology in medicine. **Indian Heart Journal**, v. 68, n. 3, p. 437–439, maio 2016.
- 26 SIEMER, S. *et al.* Nano Meets Micro-Translational Nanotechnology in Medicine: Nano-Based Applications for Early Tumor Detection and Therapy. **Nanomaterials**, v. 10, n. 2, p. 383, 22 fev. 2020.
- 27 TIWARI, A. K.; CHOWDHURY, S. An Overview of Application of Nanotechnology in Construction Materials. *In*: CHAKRABORTY, S.; BHATTACHARYA, G. (Eds.). .

Proceedings of the International Symposium on Engineering under Uncertainty: Safety Assessment and Management (ISEUSAM - 2012). India: Springer India, 2013. p. 483–492.

28 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 11172 - Aglomerantes de origem mineral.** Rio de Janeiro, RJ: Abnt, 1990.

29 MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais.** 3. ed. São Paulo: Pini, 2008.

30 DAL MOLIN, D. C. C. Adições minerais para concreto estrutural. In: ISAIA, G. C. (Ed.). **Concreto: ensino, pesquisas e realizações.** São Paulo, Brasil: IBRACON, 2005.

31 HU, Y. *et al.* Fracture toughness enhancement of cement paste with multi-walled carbon nanotubes. **Construction and Building Materials**, v. 70, p. 332–338, nov. 2014.

32 JUNG, M. *et al.* Carbon nanotubes (CNTs) in ultra-high performance concrete (UHPC): Dispersion, mechanical properties, and electromagnetic interference (EMI) shielding effectiveness (SE). **Cement and Concrete Research**, v. 131, p. 106017, maio 2020.

33 PAN, Z. *et al.* Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide–cement composite. **Cement and Concrete Composites**, v. 58, p. 140–147, abr. 2015.

34 KARAKOUZIAN, M. *et al.* Mechanical Characteristics of Cement Paste in the Presence of Carbon Nanotubes and Silica Oxide Nanoparticles: An Experimental Study. **Materials**, v. 14, n. 6, p. 1347, 11 mar. 2021.

35 SINDU, B. S.; SASMAL, S. Properties of carbon nanotube reinforced cement composite synthesized using different types of surfactants. **Construction and Building Materials**, v. 155, p. 389–399, nov. 2017.

36 SONG, X. *et al.* Multi-walled carbon nanotube reinforced mortar-aggregate interfacial properties. **Construction and Building Materials**, v. 133, p. 57–64, fev. 2017.

37 PARVEEN, S. *et al.* Microstructure and mechanical properties of carbon nanotube reinforced cementitious composites developed using a novel dispersion technique. **Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 215–227, jul. 2015.

38 BATISTON, E. *et al.* Effect of Carbon Nanotubes (CNTs) aspect ratio on the rheology, thermal conductivity and mechanical performance of Portland cement paste. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 14, n. 5, p. e14510, 2021.

39 JANG, S.-H. *et al.* Experiments and micromechanical modeling of electrical conductivity of carbon nanotube/cement composites with moisture. **Cement and Concrete Composites**, v. 77, p. 49–59, mar. 2017.

- 40 RODRIGUEZ, B. *et al.* Carbonation study in a cement matrix with carbon nanotubes. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1247, n. 1, p. 012024, 1 jun. 2019.
- 41 RAO, C. N. R.; MAITRA, U.; MATTE, H. S. S. R. Synthesis, Characterization, and Selected Properties of Graphene. In: RAO, C. N. R.; SOOD, A. K. (Eds.). **Graphene**. 1. ed. [s.l.] Wiley, 2012. p. 1–47.
- 42 ZHAO, J. *et al.* Graphene in the Aquatic Environment: Adsorption, Dispersion, Toxicity and Transformation. **Environmental Science & Technology**, v. 48, n. 17, p. 9995–10009, 2 set. 2014.
- 43 CHUAH, S. *et al.* Nano reinforced cement and concrete composites and new perspective from graphene oxide. **Construction and Building Materials**, v. 73, p. 113–124, dez. 2014.
- 44 BABAK, F. *et al.* Preparation and Mechanical Properties of Graphene Oxide: Cement Nanocomposites. **The Scientific World Journal**, v. 2014, p. 1–10, 2014.
- 45 SENGUPTA, R. *et al.* A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite reinforced polymer composites. **Progress in Polymer Science**, v. 36, n. 5, p. 638–670, maio 2011.
- 46 CUI, X. *et al.* Mechanical, thermal and electromagnetic properties of nanographite platelets modified cementitious composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 93, p. 49–58, fev. 2017.
- 47 CHANDRASEKARAN, S.; SEIDEL, C.; SCHULTE, K. Preparation and characterization of graphite nano-platelet (GNP)/epoxy nano-composite: Mechanical, electrical and thermal properties. **European Polymer Journal**, v. 49, n. 12, p. 3878–3888, dez. 2013.
- 48 IBRAHIM, K. S. Carbon nanotubes-properties and applications: a review. **Carbon letters**, v. 14, n. 3, p. 131–144, 31 jul. 2013.
- 49 SAEED, K.; KHAN, I. Preparation and properties of single-walled carbon nanotubes/poly(butylene terephthalate) nanocomposites. **Iranian Polymer Journal**, v. 23, n. 1, p. 53–58, jan. 2014.
- 50 HOTZE, E. M.; PHENRAT, T.; LOWRY, G. V. Nanoparticle Aggregation: Challenges to Understanding Transport and Reactivity in the Environment. **Journal of Environmental Quality**, v. 39, n. 6, p. 1909–1924, nov. 2010.
- 51 HE, Y. T.; WAN, J.; TOKUNAGA, T. Kinetic stability of hematite nanoparticles: the effect of particle sizes. **Journal of Nanoparticle Research**, v. 10, n. 2, p. 321–332, fev. 2008.
- 52 LEONEL, E. D. **Fundamentos da Física Estatística**. São Paulo: Blucher, 2015.
- 53 BERNHARDT, C. **Particle Size Analysis**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1994.

- 54 CHABAN, V. V.; FILETI, E. E. Atomically precise understanding of nanofluids: nanodiamonds and carbon nanotubes in ionic liquids. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 18, n. 38, p. 26865–26872, 2016.
- 55 CHANG, R.; GOLDSBY, K. A. **Química**. 11. ed. Porto Alegre: Amgh, 2013.
- 56 ISRAELACHVILI, J. N. Unifying Concepts in Intermolecular and Interparticle Forces. In: **Intermolecular and Interparticle Forces**. Santa Barbara: Elsevier, 2011.
- 57 OKUNO, E.; CALDAS, I. L. **Física para ciencias biológicas e biomedicas**. São Paulo (SP): HARBRA, 1986.
- 58 NELSON, DAVID. L.; COX, M. M. **Princípios de bioquímica de Lehninger**. 7. ed. [s.l.] Artmed, 2018.
- 59 HVIDT, A. Interactions of Water with Nonpolar Solutes. **Annual Review of Biophysics and Bioengineering**, v. 12, n. 1, p. 1–20, jun. 1983.
- 60 BERLAND, K. *et al.* van der Waals forces in density functional theory: a review of the vdW-DF method. **Reports on Progress in Physics**, v. 78, n. 6, p. 066501, 1 jun. 2015.
- 61 ISRAELACHVILI, J. N. Van der Waals Forces. In: **Intermolecular and Surface Forces**. [s.l.] Elsevier, 2011. p. 107–132.
- 62 HAO, T. Mechanisms of the electrorheological effect. In: **Studies in Interface Science**. [s.l.] Elsevier, 2005. v. 22p. 475–517.
- 63 TOMA, H. E. **Nanotecnologia molecular, materiais e dispositivos**. [s.l.] Editora Edgard Blucher, 2022.
- 64 ADAIR, J. H.; SUVACI, E.; SINDEL, J. Surface and Colloid Chemistry. In: **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**. [s.l.] Elsevier, 2001. p. 1–10.
- 65 DALBERTO, B. T. *et al.* **Físico-química**. Porto Alegre: Sagah, 2022.
- 66 SHRESTHA, S.; WANG, B.; DUTTA, P. Nanoparticle processing: Understanding and controlling aggregation. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 279, p. 102162, maio 2020.
- 67 VAISMAN, L.; WAGNER, H. D.; MAROM, G. The role of surfactants in dispersion of carbon nanotubes. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 128–130, p. 37–46, dez. 2006.
- 68 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 12655 - Concreto de cimento Portland - Preparo, controle, recebimento e aceitação - Procedimento**. 4. ed. Rio de Janeiro, RJ: Abnt, 2022.
- 69 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMASTÉCNICAS. **ABNT NBR 6118 - Projeto de estruturas de concreto**. 4. ed. Rio de Janeiro, RJ: Abnt, 2023.

- 70 SIKORA, P. *et al.* Antimicrobial Activity of Al₂O₃, CuO, Fe₃O₄, and ZnO Nanoparticles in Scope of Their Further Application in Cement-Based Building Materials. **Nanomaterials**, v. 8, n. 4, p. 212, 31 mar. 2018.
- 71 COLLINS, F.; LAMBERT, J.; DUAN, W. H. The influences of admixtures on the dispersion, workability, and strength of carbon nanotube–OPC paste mixtures. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 2, p. 201–207, fev. 2012.
- 72 LI, W. *et al.* Effects of nano-particles on failure process and microstructural properties of recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, v. 142, p. 42–50, jul. 2017.
- 73 COTA, F. D. P. *et al.* Full factorial design analysis of carbon nanotube polymer-cement composites. **Materials Research**, v. 15, n. 4, p. 573–580, 17 jul. 2012.
- 74 GAO, C. *et al.* Mechanical properties of recycled aggregate concrete modified by nano-particles. **Construction and Building Materials**, v. 241, p. 118030, abr. 2020.
- 75 DU, H.; PANG, S. D. Dispersion and stability of graphene nanoplatelet in water and its influence on cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 167, p. 403–413, abr. 2018.
- 76 MENDES, A. R.; VANDERLEI, R. D.; BASSO, M. A. Análise do processo de dispersão da nanocelulose cristalina para a produção de compósitos cimentícios. **Ambiente Construído**, v. 23, n. 1, p. 183–196, jan. 2023.
- 77 PARVEEN, S. *et al.* A novel approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with enhanced microstructure and mechanical performance. **Cement and Concrete Composites**, v. 78, p. 146–161, abr. 2017.
- 78 LOOS, M. Processing of Polymer Matrix Composites Containing CNTs. In: **Carbon Nanotube Reinforced Composites**. [s.l.] Elsevier, 2015. p. 171–188.
- 79 KAUR, I. *et al.* Dispersion of Nanomaterials in Aqueous Media: Towards Protocol Optimization. **Journal of Visualized Experiments**, n. 130, p. 56074, 25 dez. 2017.
- 80 KORN, M. *et al.* Ultrassons para o preparo de amostra. In: KRUG, F. J.; ROCHA, F. R. P. (Eds.). **Métodos de preparo de amostras para análise elementar**. [s.l.] Sbg, 2016.
- 81 TAUROZZI, J. S.; HACKLEY, V. A.; WIESNER, M. R. Ultrasonic dispersion of nanoparticles for environmental, health and safety assessment – issues and recommendations. **Nanotoxicology**, v. 5, n. 4, p. 711–729, dez. 2011.
- 82 JIANG, J.; OBERDÖRSTER, G.; BISWAS, P. Characterization of size, surface charge, and agglomeration state of nanoparticle dispersions for toxicological studies. **Journal of Nanoparticle Research**, v. 11, n. 1, p. 77–89, jan. 2009.
- 83 WU, W. *et al.* Dispersion Method for Safety Research on Manufactured Nanomaterials. **Industrial Health**, v. 52, n. 1, p. 54–65, 2014.

- 84 KORAYEM, A. H. *et al.* Optimizing the degree of carbon nanotube dispersion in a solvent for producing reinforced epoxy matrices. **Powder Technology**, v. 284, p. 541–550, nov. 2015.
- 85 ATKINS, P. **Físico-química: fundamentos**. 6. ed. [s.l.] Ltc-Livros Tecnicos E Cientificos Editora Lda, 2017.
- 86 KALAM, S. *et al.* Surfactant Adsorption Isotherms: A Review. **ACS Omega**, v. 6, n. 48, p. 32342–32348, 7 dez. 2021.
- 87 YAZDANBAKHS, A. *et al.* Carbon Nano Filaments in Cementitious Materials: Some Issues on Dispersion and Interfacial Bond. *In*: SP-267: NANOTECHNOLOGY OF CONCRETE: THE NEXT BIG THING IS SMALL, 2009, **SP-267: Nanotechnology of Concrete: The Next Big Thing is Small** [...] American Concrete Institute, 2009.
- 88 BANDYOPADHYAYA, R. *et al.* Stabilization of Individual Carbon Nanotubes in Aqueous Solutions. **Nano Letters**, v. 2, n. 1, p. 25–28, 1 jan. 2002.
- 89 NONAT, A. A hidratação dos cimentos. *In*: CASCUDO, O.; CARASEK, H. (Eds.). **Durabilidade do concreto: bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente**. [s.l.] Ibracon, 2014.
- 90 STUTZMAN, P. Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure. **Cement and Concrete Composites**, v. 26, n. 8, p. 957–966, nov. 2004.
- 91 BAUER, L. A. F. **Materiais De Construção-Novos Materiais Para Contrução Civil - Vol. 1**. 6. ed. RIO DE JANEIRO, RJ: Ltc-Livros Tecnicos E Cientificos Editora Lda, 2022.
- 92 ODLER, I. Hydration, Setting and Hardening of Portland Cement. *Em*: LEA, F. M.; HEWLETT, P. C. (Eds.). **Lea's chemistry of cement and concrete**. 4th edition ed. Amsterdam London Paris: Elsevier-Butterworth-Heinemann, 2004.
- 93 VAZQUEZ, A.; PIQUE, T. M. Biotech admixtures for enhancing portland cement hydration. *In*: **Biopolymers and Biotech Admixtures for Eco-Efficient Construction Materials**. [s.l.] Elsevier, 2016. p. 81–98.
- 94 CASTRO, A. L. D.; LIBORIO, J. B. L.; PANDOLFELLI, V. C. Reologia de concretos de alto desempenho aplicados na construção civil: revisão. **Cerâmica**, v. 57, n. 341, p. 63–75, mar. 2011.
- 95 HORTA, R. A. D. S. *et al.* Avaliação do comportamento reológico de pastas de cimento com adição de óxido de grafeno. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 3, p. e13013, 2021.
- 96 HORTA, R. A. D. S.; DE PAULA, J. N.; CALIXTO, J. M. F. Avaliação do perfil térmico e calor de hidratação de pastas de cimento com adição de óxido de grafeno. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 27, n. 3, p. e20220151, 2022.

- 97 ZAPATA, L. E. *et al.* Rheological performance and compressive strength of superplasticized cementitious mixtures with micro/nano-SiO₂ additions. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 708–716, abr. 2013.
- 98 AGGARWAL, P.; SINGH, R. P.; AGGARWAL, Y. Use of nano-silica in cement based materials—A review. **Cogent Engineering**, v. 2, n. 1, p. 1078018, 31 dez. 2015.
- 99 LI, G. Properties of high-volume fly ash concrete incorporating nano-SiO₂. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 6, p. 1043–1049, jun. 2004.
- 100 LI, G. Y.; WANG, P. M.; ZHAO, X. Mechanical behavior and microstructure of cement composites incorporating surface-treated multi-walled carbon nanotubes. **Carbon**, v. 43, n. 6, p. 1239–1245, maio 2005.
- 101 QING, Y. *et al.* Influence of nano-SiO₂ addition on properties of hardened cement paste as compared with silica fume. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 3, p. 539–545, mar. 2007.
- 102 GAITERO, J. J.; ZHU, W.; CAMPILLO, I. Multi-scale Study of Calcium Leaching in Cement Pastes with Silica Nanoparticles. In: BITTNAR, Z. *et al.* (Eds.). **Nanotechnology in Construction 3**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009. p. 193–198.
- 103 MUSSO, S. *et al.* Influence of carbon nanotubes structure on the mechanical behavior of cement composites. **Composites Science and Technology**, v. 69, n. 11–12, p. 1985–1990, 2009.
- 104 LUO, J.; DUAN, Z.; LI, H. The influence of surfactants on the processing of multi-walled carbon nanotubes in reinforced cement matrix composites. **physica status solidi (a)**, v. 206, n. 12, p. 2783–2790, dez. 2009.
- 105 SOBOLKINA, A. *et al.* Dispersion of carbon nanotubes and its influence on the mechanical properties of the cement matrix. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 10, p. 1104–1113, nov. 2012.
- 106 RECHES, Y. *et al.* Agglomeration and reactivity of nanoparticles of SiO₂, TiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, and clays in cement pastes and effects on compressive strength at ambient and elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 167, p. 860–873, abr. 2018.
- 107 ASHWINI, R. M. *et al.* Compressive and Flexural Strength of Concrete with Different Nanomaterials: A Critical Review. **Journal of Nanomaterials**, v. 2023, p. 1–15, 7 jan. 2023.
- 108 HOU, P. *et al.* Modification effects of colloidal nanoSiO₂ on cement hydration and its gel property. **Composites Part B: Engineering**, v. 45, n. 1, p. 440–448, fev. 2013.
- 109 KONSTA-GDOUTOS, M. S.; METAXA, Z. S.; SHAH, S. P. Multi-scale mechanical and fracture characteristics and early-age strain capacity of high performance carbon nanotube/cement nanocomposites. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 2, p. 110–115, fev. 2010.

- 110 LI, H.; XIAO, H.; OU, J. A study on mechanical and pressure-sensitive properties of cement mortar with nanophase materials. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 3, p. 435–438, mar. 2004.
- 111 GIVI, A. N. *et al.* Experimental investigation of the size effects of SiO₂ nanoparticles on the mechanical properties of binary blended concrete. **Composites Part B: Engineering**, v. 41, n. 8, p. 673–677, dez. 2010.
- 112 SALMAN, M. M.; EWEED, K. M.; HAMEED, A. M. Influence of partial replacement TiO₂ nanoparticles on the compressive and flexural strength of ordinary cement mortar. 2016.
- 113 GAITERO, J. J.; CAMPILLO, I.; GUERRERO, A. Reduction of the calcium leaching rate of cement paste by addition of silica nanoparticles. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 8–9, p. 1112–1118, ago. 2008.
- 114 ATAHAN, H. N.; DIKME, D. Use of mineral admixtures for enhanced resistance against sulfate attack. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 8, p. 3450–3457, ago. 2011.
- 115 BARKOULA, N.-M. *et al.* Optimization of nano-silica's addition in cement mortars and assessment of the failure process using acoustic emission monitoring. **Construction and Building Materials**, v. 125, p. 546–552, out. 2016.
- 116 RIBEIRO, A. V. S.; DA SILVA, J. M.; GLEIZE, P. J. P. Análise da dispersão de nanotubos de carbono de paredes múltiplas com diferentes aditivos dispersantes. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 27, n. 3, p. e20220063, 2022.
- 117 KIM, K.-M. *et al.* Effect of sodium silicate- and ethyl silicate-based nano-silica on pore structure of cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 49, p. 84–91, maio 2014.
- 118 MADANI, H.; BAGHERI, A.; PARHIZKAR, T. The pozzolanic reactivity of monodispersed nanosilica hydrosols and their influence on the hydration characteristics of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 42, n. 12, p. 1563–1570, dez. 2012.
- 119 MAKAR, J. M.; CHAN, G. W. Growth of Cement Hydration Products on Single-Walled Carbon Nanotubes. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 92, n. 6, p. 1303–1310, jun. 2009.
- 120 MOURA, M. J.; FIGUEIREDO, M. M. Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de. v. 10, 2002.
- 121 JONES, R. R. *et al.* Raman Techniques: Fundamentals and Frontiers. **Nanoscale Research Letters**, v. 14, n. 1, p. 231, dez. 2019.
- 122 FYLAKIS, A. *et al.* Reversible Data Hiding in FTIR Microspectroscopy Images with Tamper Indication and Payload Error Correction. **BioMed Research International**, v. 2017, p. 1–15, 2017.

- 123 ȚUCUREANU, V.; MATEI, A.; AVRAM, A. M. FTIR Spectroscopy for Carbon Family Study. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 46, n. 6, p. 502–520, nov. 2016.
- 124 YU, W. W. *et al.* Experimental Determination of the Extinction Coefficient of CdTe, CdSe, and CdS Nanocrystals. **Chemistry of Materials**, v. 15, n. 14, p. 2854–2860, 1 jul. 2003.
- 125 MALVERN INSTRUMENTS LTD. **Zetasizer Nano User Manual**, 2013.
- 126 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS. **ABNT NBR 7215 - Cimento Portland: determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos**. [s.l.] Abnt, 2019.
- 127 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS. **ABNT NBR 16917 - Agregado gráudo — Determinação da densidade e da absorção de água**. Rio de Janeiro, RJ: Abnt, 2021.
- 128 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS. **ABNT NBR 9779 - Argamassa e concreto endurecidos: determinação da absorção da água por capilaridade**. [s.l.] Abnt, 2012.
- 129 AGARWAL, A. *et al.* Secondary electron count imaging in SEM. **Ultramicroscopy**, v. 245, p. 113662, mar. 2023.
- 130 STUTZMAN, P. E.; FENG, P.; BULLARD, J. W. Phase Analysis of Portland Cement by Combined Quantitative X-Ray Powder Diffraction and Scanning Electron Microscopy. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**, v. 121, p. 47, abr. 2016.
- 131 CORSO, M. *et al.* Contribuição do uso de nanomateriais em matriz cimentícia por meio da manufatura aditiva visando uma construção sustentável. **Periódico Eletrônico Fórum Ambiental da Alta Paulista**, v. 19, n. 4, 25 out. 2023. Disponível em:
<https://publicacoes.amigosdanatureza.org.br/index.php/forum_ambiental/article/view/3647>. Acesso em: 13 ago. 2024
- 132 TAN, J. M. *et al.* Preparation, characterisation and biological evaluation of biopolymer-coated multi-walled carbon nanotubes for sustained-delivery of silibinin. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 16941, 9 out. 2020.
- 133 BERA, M. *et al.* Facile One-Pot Synthesis of Graphene Oxide by Sonication Assisted Mechanochemical Approach and Its Surface Chemistry. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 18, n. 2, p. 902–912, 1 fev. 2018.
- 134 GONG, Y. *et al.* Influence of graphene microstructures on electrochemical performance for supercapacitors. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 25, n. 5, p. 379–385, out. 2015.
- 135 MOORE, V. C. *et al.* Individually Suspended Single-Walled Carbon Nanotubes in Various Surfactants. **Nano Letters**, v. 3, n. 10, p. 1379–1382, 1 out. 2003.

136 LAYEK, R. K. *et al.* Noncovalent functionalization of reduced graphene oxide with pluronic F127 and its nanocomposites with gum arabic. **Composites Part B: Engineering**, v. 128, p. 155–163, nov. 2017.

137 ©PUBLICSPECTRA. **Spectral Search**, 2019. Disponível em: <<https://publicspectra.com/>>. Acesso em: 21 jun. 2024

138 SCHALK, R. *et al.* Non-contact Raman spectroscopy for in-line monitoring of glucose and ethanol during yeast fermentations. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 40, n. 10, p. 1519–1527, out. 2017.

139 IVERSEN, J. A.; BERG, R. W.; AHRING, B. K. Quantitative monitoring of yeast fermentation using Raman spectroscopy. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 406, n. 20, p. 4911–4919, ago. 2014.

140 PARVEEN, S. *et al.* Characterizing dispersion and long term stability of concentrated carbon nanotube aqueous suspensions for fabricating ductile cementitious composites. **Powder Technology**, v. 307, p. 1–9, fev. 2017.

141 JIANG, L.; GAO, L.; SUN, J. Production of aqueous colloidal dispersions of carbon nanotubes. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 260, n. 1, p. 89–94, abr. 2003.

142 MYPATI, S. *et al.* High concentration graphene nanoplatelet dispersions in water stabilized by graphene oxide. **Carbon**, v. 174, p. 581–593, abr. 2021.

143 POPOV, V. Carbon nanotubes: properties and application. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 43, n. 3, p. 61–102, 15 jan. 2004.

144 FAN, Z.-J. *et al.* Facile Synthesis of Graphene Nanosheets via Fe Reduction of Exfoliated Graphite Oxide. **ACS Nano**, v. 5, n. 1, p. 191–198, 25 jan. 2011.

145 BECERRA-PANIAGUA, D. K.; SOTELO-LERMA, M.; HU, H. Highly oxidized and exfoliated graphene using a modified Tour approach. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 30, n. 4, p. 3973–3983, fev. 2019.

146 FAUZI, F. *et al.* Synthesis and Characterisations of Reduced Graphene Oxide Prepared by Microwave Irradiation with Sonication. **Journal of Physical Science**, v. 32, n. 2, p. 1–13, 25 ago. 2021.

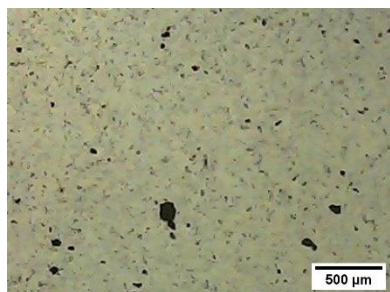
147 KHAN, A. *et al.* Extraction of excessively reduced graphene oxide from discarded dry cell batteries by anodic exfoliation method. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 34, n. 1, p. 62, jan. 2023.

148 SENTHIL, R. A. *et al.* A sensitive electrochemical detection of hydroquinone using newly synthesized α -Fe₂O₃-graphene oxide nanocomposite as an electrode material. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 28, n. 14, p. 10081–10091, jul. 2017.

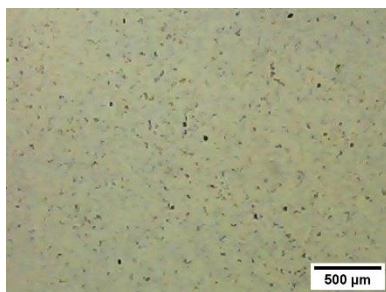
149 NIKOLAY, S.; VICTOR, K. Synthesis and Characteristics of Graphene–Graphene Oxide Material Obtained by an Underwater Impulse Direct Current Discharge. **Plasma Chemistry and Plasma Processing**, v. 43, n. 5, p. 1077–1092, set. 2023.

- 150 YU, J. *et al.* Controlling the dispersion of multi-wall carbon nanotubes in aqueous surfactant solution. 2007.
- 151 SAPALIDIS, A. *et al.* Fabrication of Antibacterial Poly(Vinyl Alcohol) Nanocomposite Films Containing Dendritic Polymer Functionalized Multi-Walled Carbon Nanotubes. **Frontiers in Materials**, v. 5, p. 11, 2 mar. 2018.
- 152 SANTOS-RAMOS, I. *et al.* Dispersion of Carbon Nanotubes Using Nonylphenol Commercial Surfactant. **Microscopy and Microanalysis**, v. 25, n. S2, p. 2412–2413, ago. 2019.
- 153 YANG, B. *et al.* The characterization of the concentration of the single-walled carbon nanotubes in aqueous dispersion by UV-Vis-NIR absorption spectroscopy. **The Analyst**, v. 138, n. 21, p. 6671, 2013.
- 154 ATTAL, S.; THIRUVENGADATHAN, R.; REGEV, O. Determination of the Concentration of Single-Walled Carbon Nanotubes in Aqueous Dispersions Using UV-Visible Absorption Spectroscopy. **Analytical Chemistry**, v. 78, n. 23, p. 8098–8104, 1 dez. 2006.
- 155 SIQUEIRA, J. E. L. D.; GLEIZE, P. J. P. Effect of carbon nanotubes sonication on mechanical properties of cement pastes. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 13, n. 2, p. 455–463, abr. 2020.
- 156 ADHIKARY, S. K.; RUDŽIONIS, Ž.; RAJAPRIYA, R. The Effect of Carbon Nanotubes on the Flowability, Mechanical, Microstructural and Durability Properties of Cementitious Composite: An Overview. **Sustainability**, v. 12, n. 20, p. 8362, 12 out. 2020.

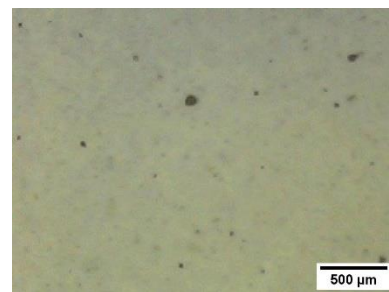
**APÊNDICE A - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE GRAFITE COM
DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO.**



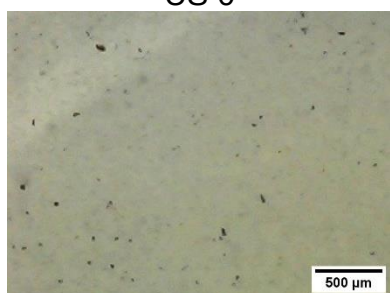
US 0



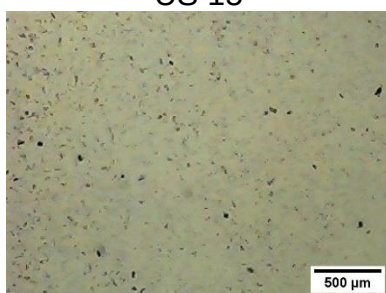
US 15



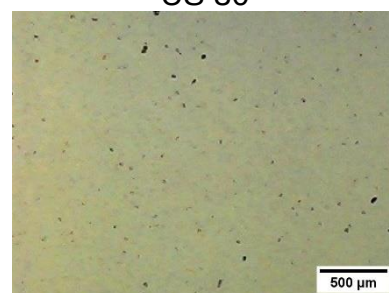
US 30



US 45



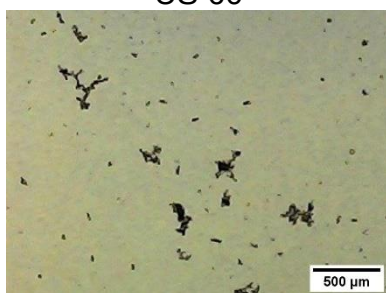
US 60



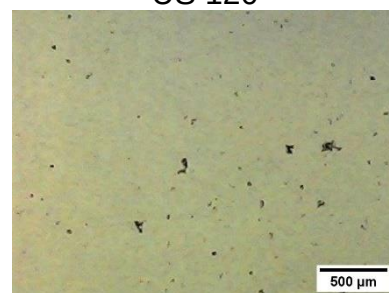
US 120



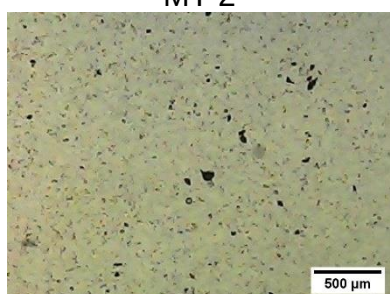
MT 2



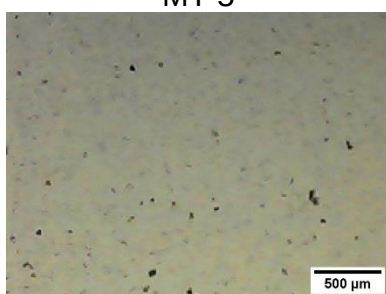
MT 5



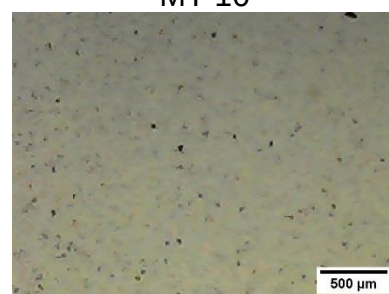
MT 10



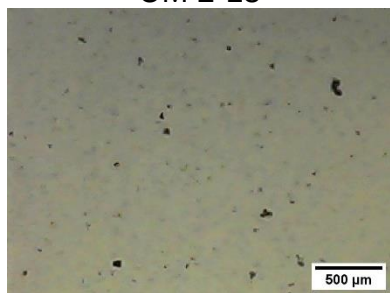
UM 2-15



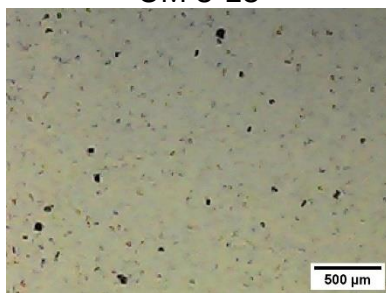
UM 5-15



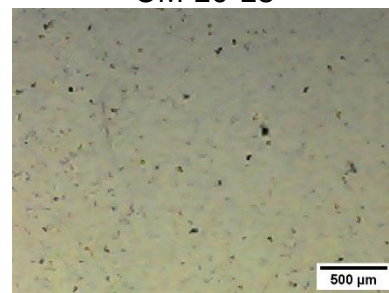
UM 10-15



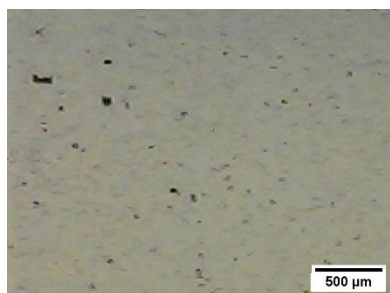
UM 2-30



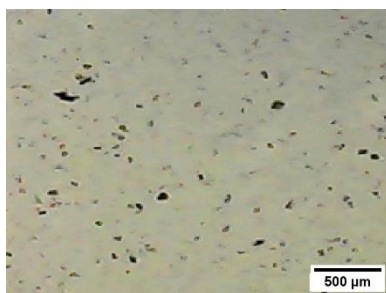
UM 5-30



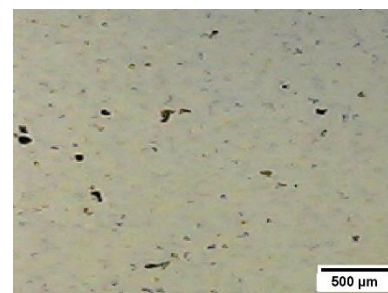
UM 10-30



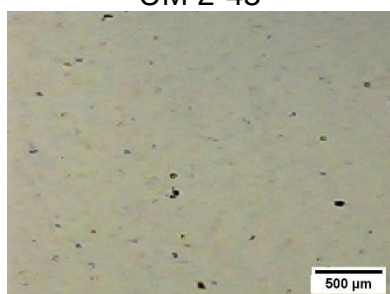
UM 2-45



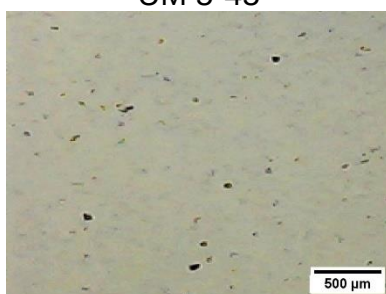
UM 5-45



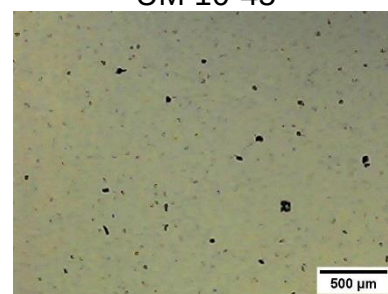
UM 10-45



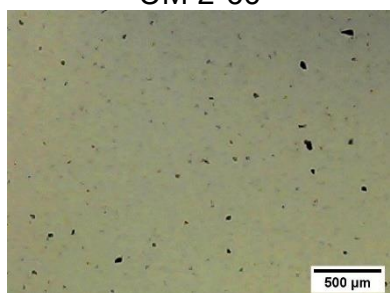
UM 2-60



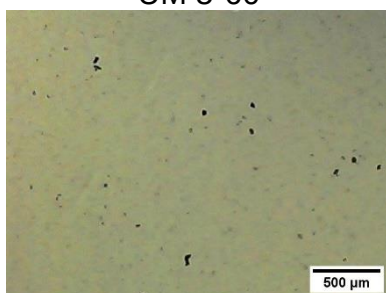
UM 5-60



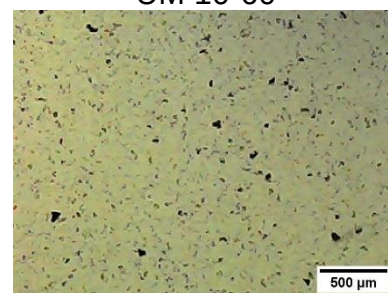
UM 10-60



UM 2-120



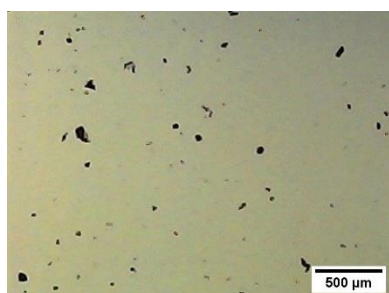
UM 5-120



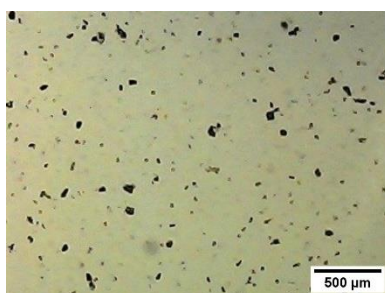
UM 10-120

Fonte: o autor

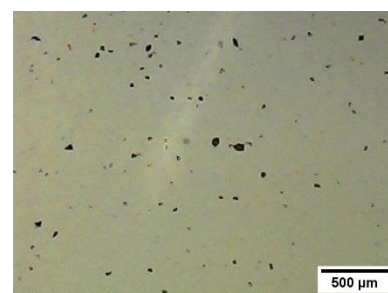
**APÊNDICE B - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE ÓXIDO DE
GRAFENO COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR
MECÂNICO.**



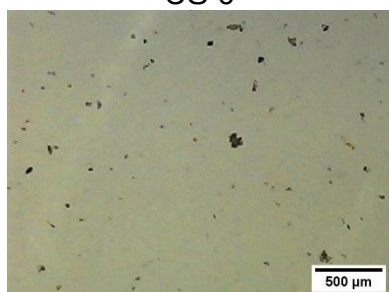
US 0



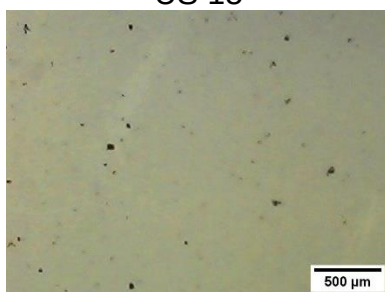
US 15



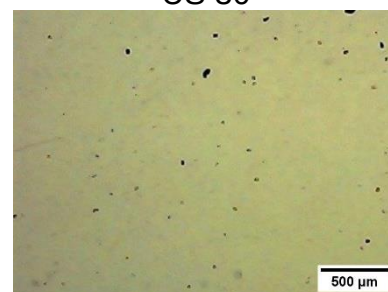
US 30



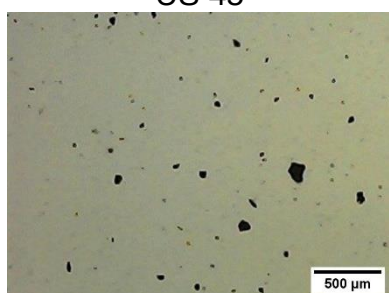
US 45



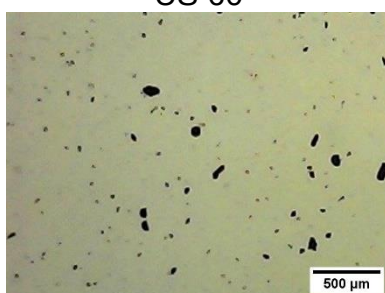
US 60



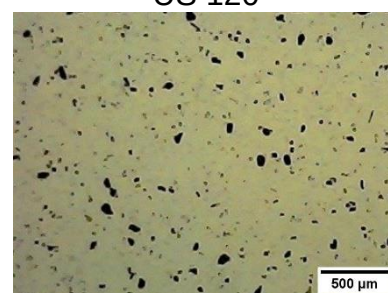
US 120



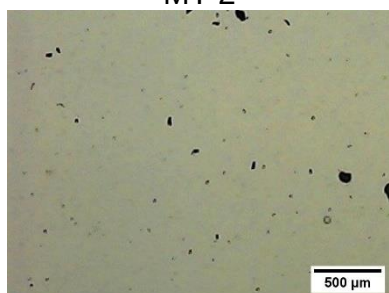
MT 2



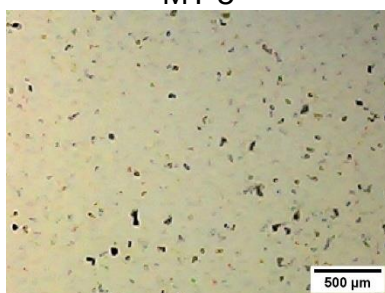
MT 5



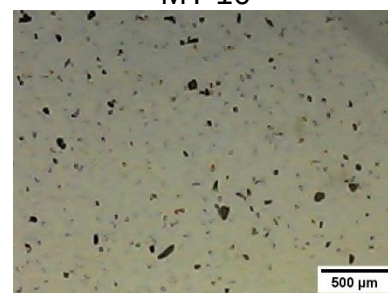
MT 10



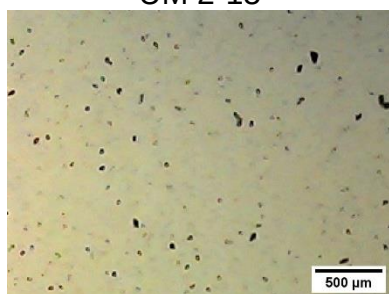
UM 2-15



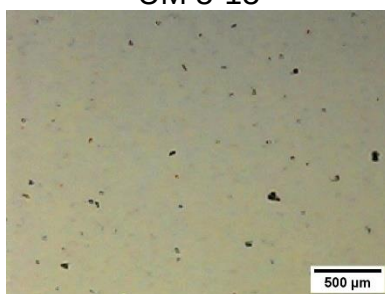
UM 5-15



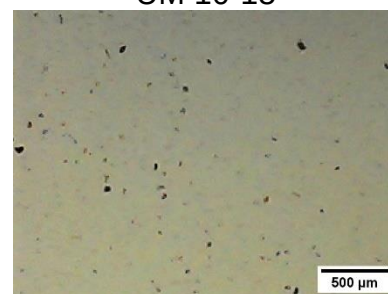
UM 10-15



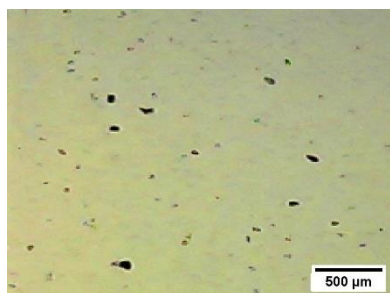
UM 2-30



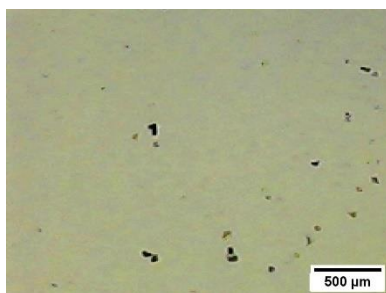
UM 5-30



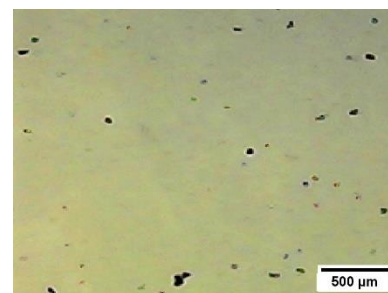
UM 10-30



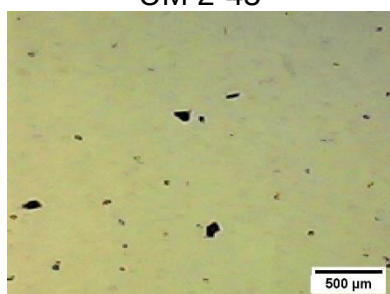
UM 2-45



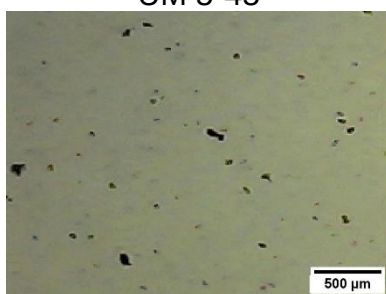
UM 5-45



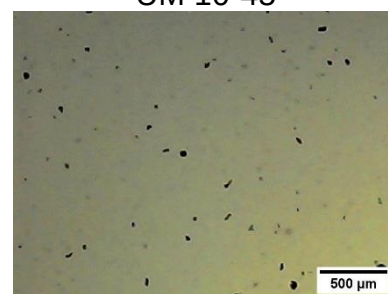
UM 10-45



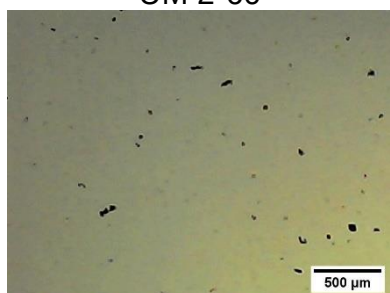
UM 2-60



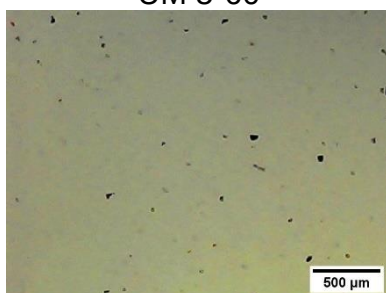
UM 5-60



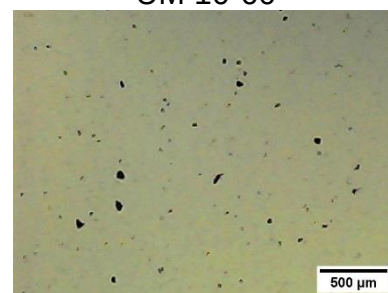
UM 10-60



UM 2-120



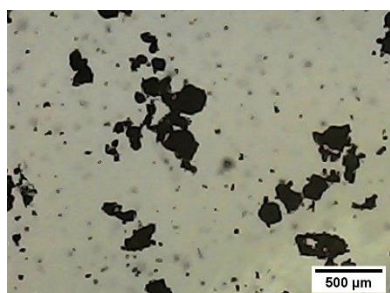
UM 5-120



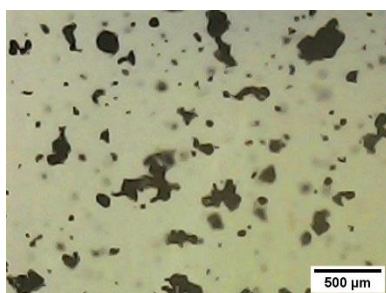
UM 10-120

Fonte: o autor

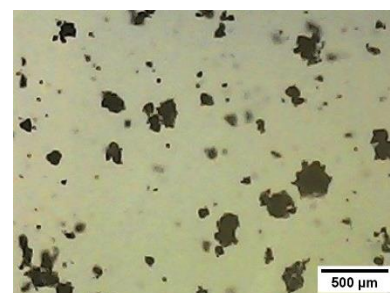
APÊNDICE C - MICROSCOPIA ÓTICA DAS DISPERSÕES DE NANOTUBOS DE CARBONO COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO.



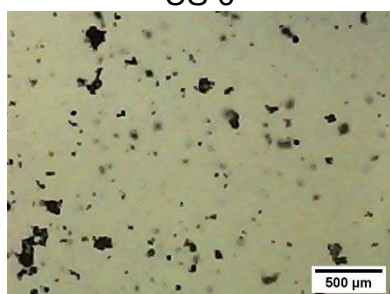
US 0



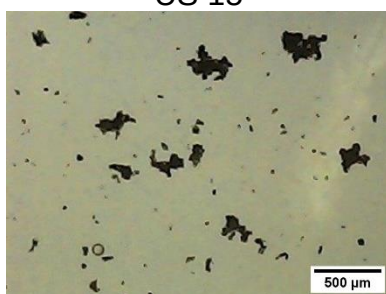
US 15



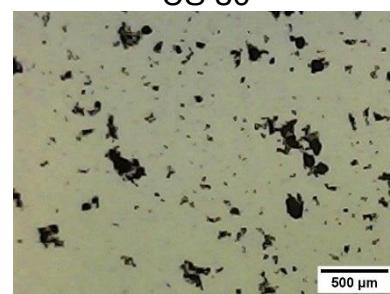
US 30



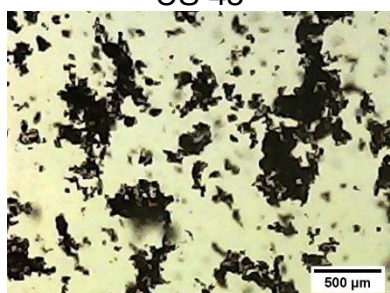
US 45



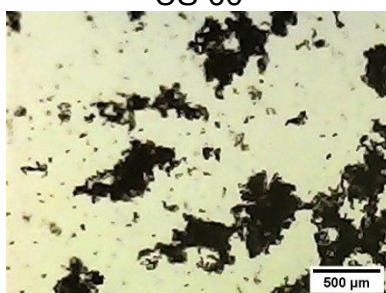
US 60



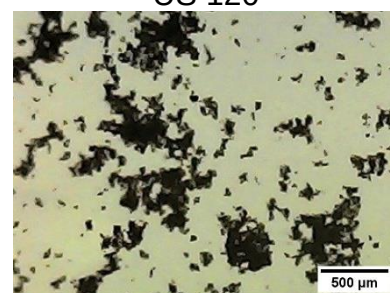
US 120



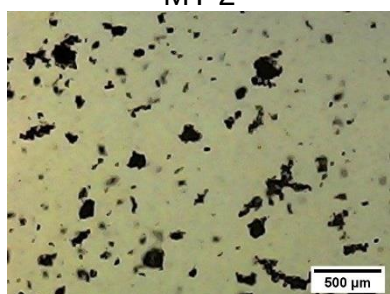
MT 2



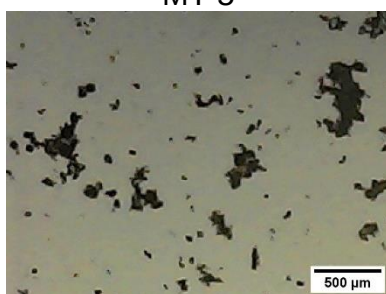
MT 5



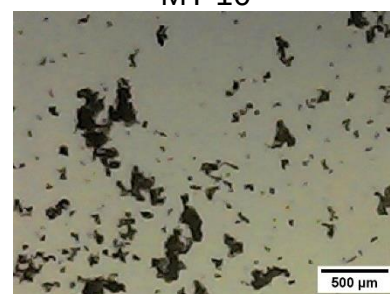
MT 10



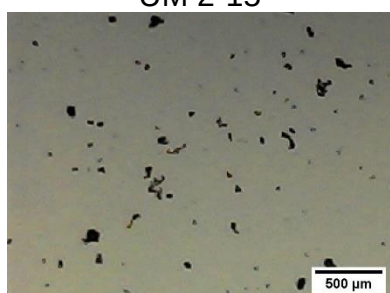
UM 2-15



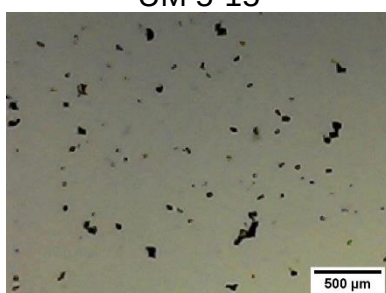
UM 5-15



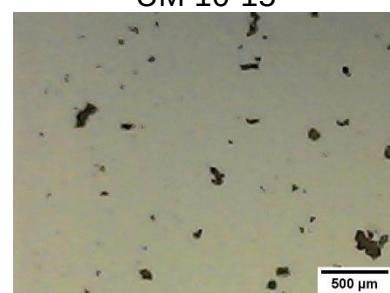
UM 10-15



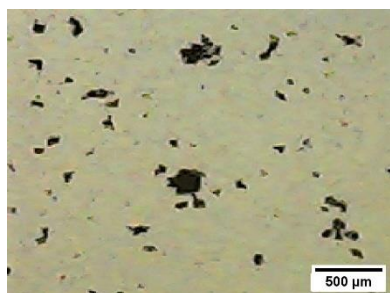
UM 2-30



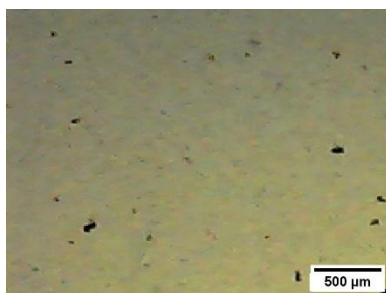
UM 5-30



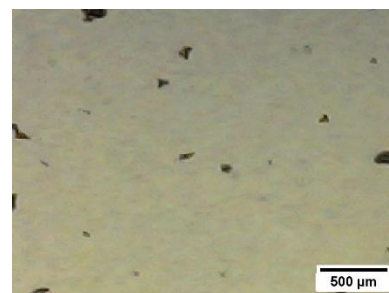
UM 10-30



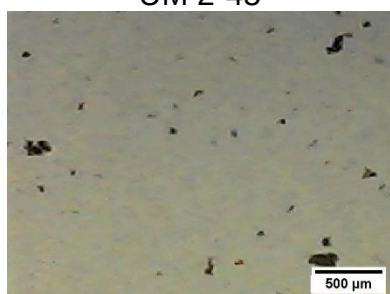
UM 2-45



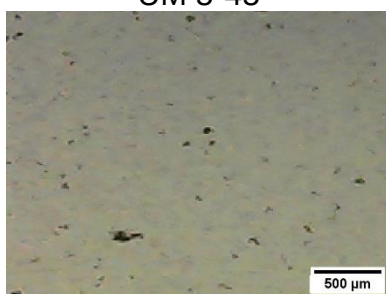
UM 5-45



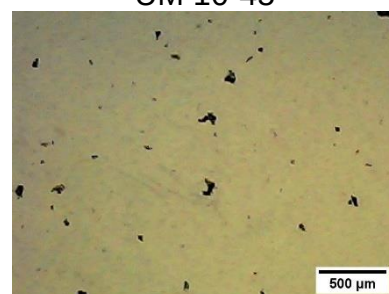
UM 10-45



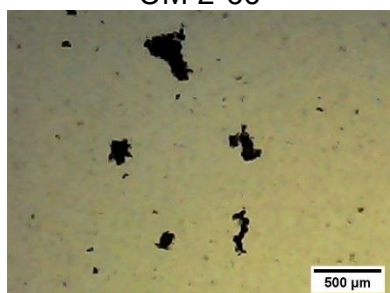
UM 2-60



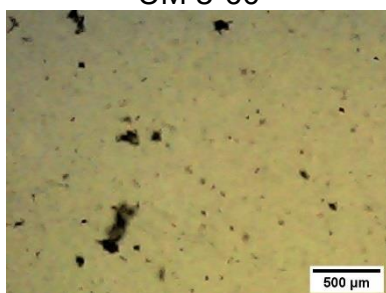
UM 5-60



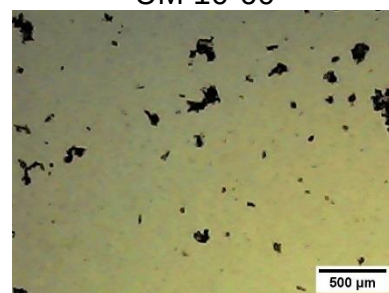
UM 10-60



UM 2-120



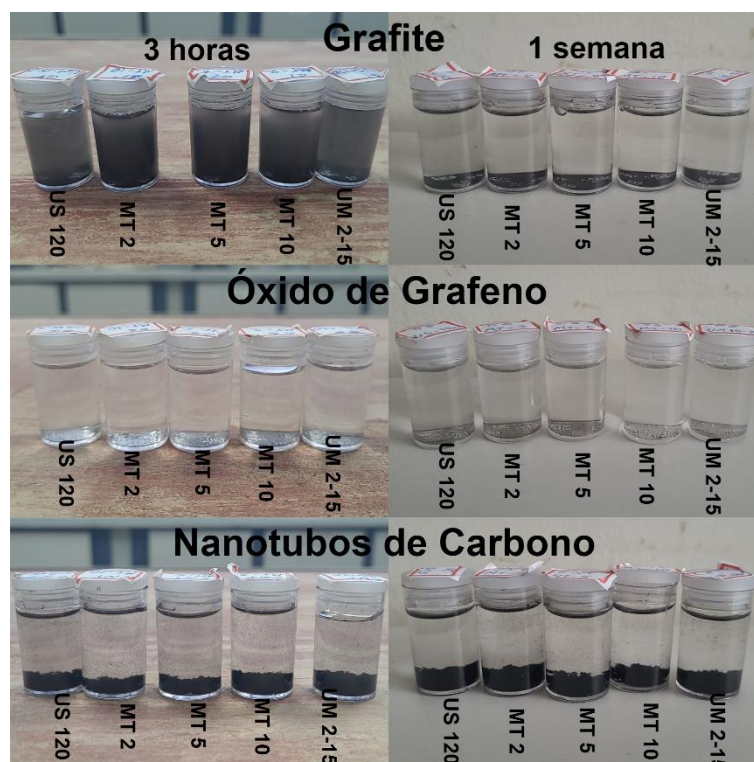
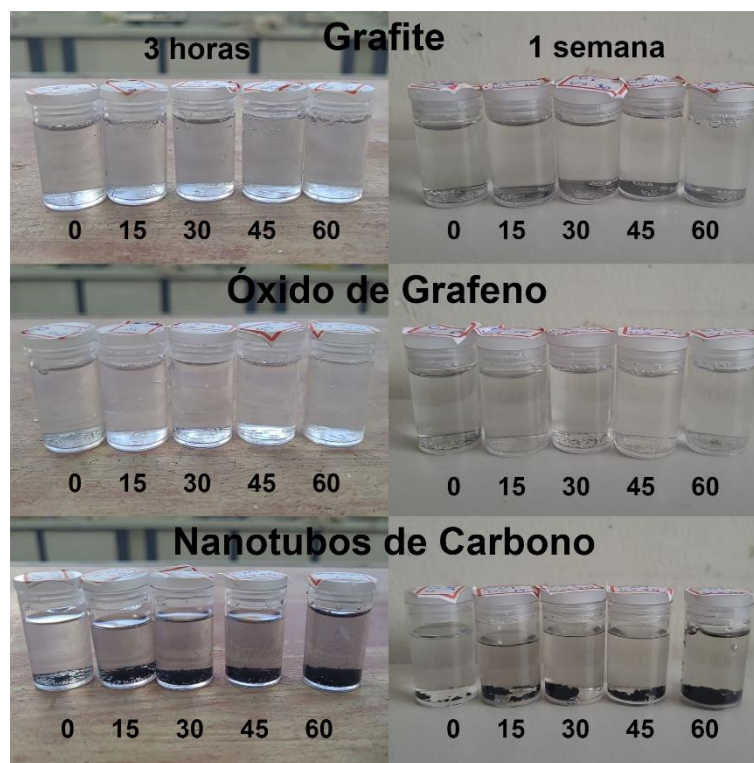
UM 5-120

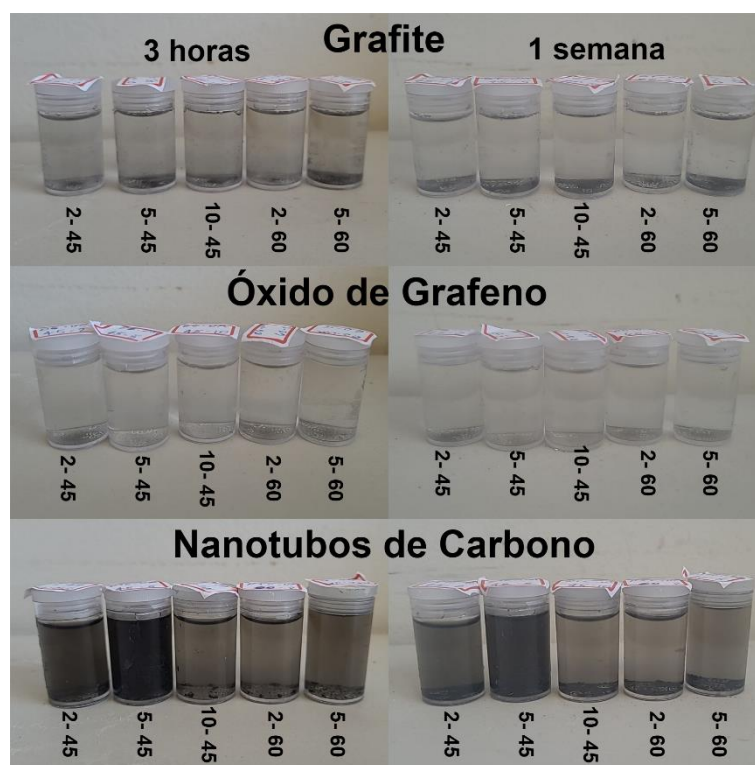
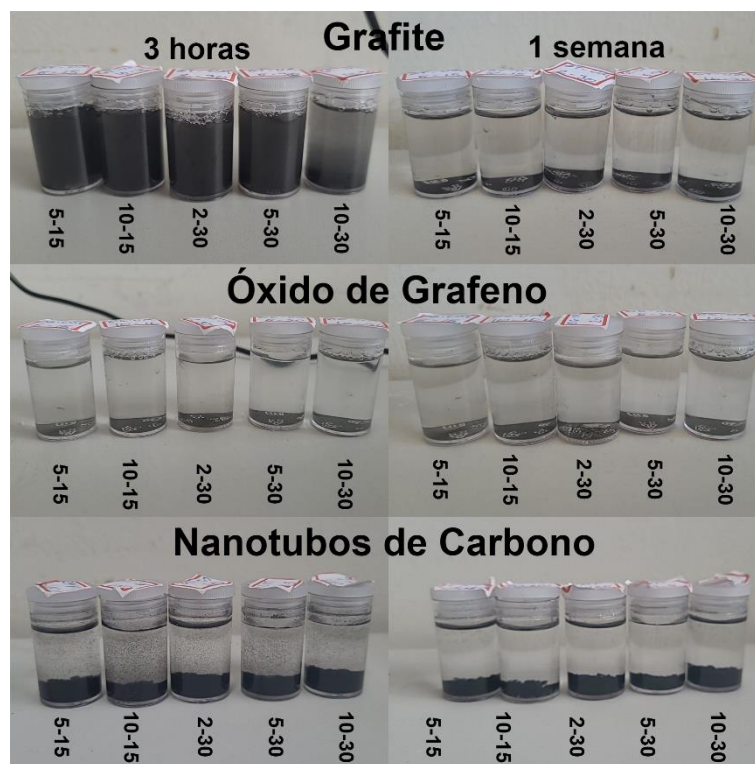


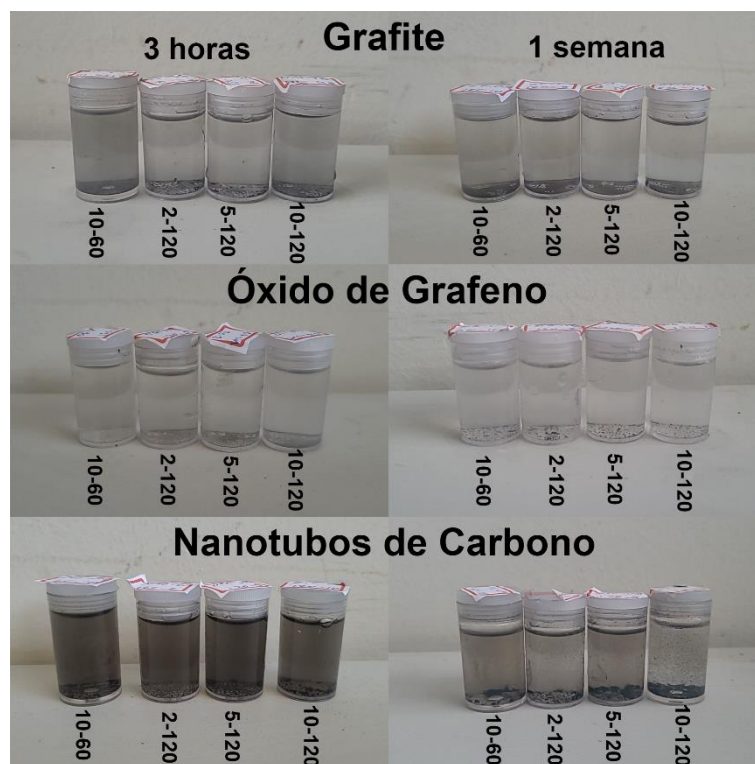
UM 10-120

Fonte: o autor

APÊNDICE D - DISPERSÕES COM DIFERENTES TEMPOS DE ULTRASSOM E MISTURADOR MECÂNICO COM 3 HORAS E 1 SEMANA APÓS MISTURA.



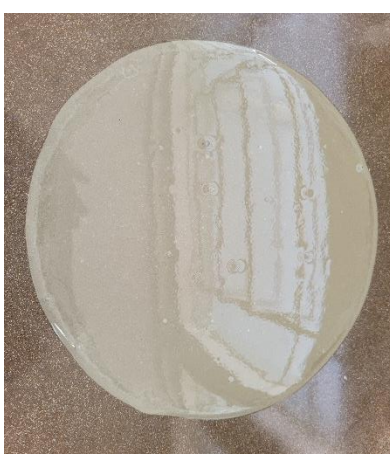




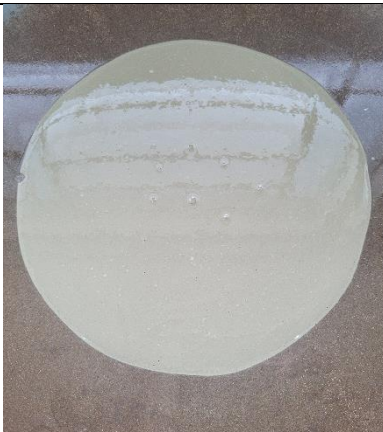
Fonte: o autor

APÊNDICE E – TABLE FLOW COM AS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND

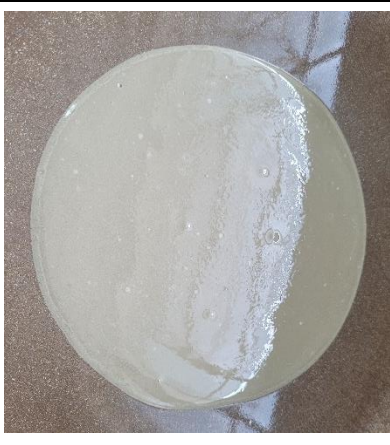
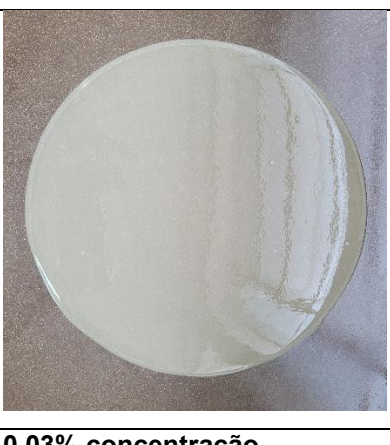
Grafite

		
0% Surfactante	10% Surfactante	40% Surfactante
		
Sem surfactante com dispersão	Com surfactante com dispersão	Com surfactante sem dispersão
		
0,00% concentração	0,01% concentração	0,03% concentração

Óxido de Grafeno

		
0% Surfactante	10% Surfactante	40% Surfactante
		
Sem surfactante com dispersão	Com surfactante com dispersão	Com surfactante sem dispersão
		
0,00% concentração	0,01% concentração	0,03% concentração

Nanotubos de Carbono

		
0% Surfactante	10% Surfactante	40% Surfactante
		
Sem surfactante com dispersão	Com surfactante com dispersão	Com surfactante sem dispersão
		
0,00% concentração	0,01% concentração	0,03% concentração

Fonte: o autor