

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA

LUANA FERREIRA HOHEMBERGER

**EFEITO DO GRAFENO, OBTIDO A PARTIR DA BIOMASSA *CAPIM ANNONI*,
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS**

**Alegrete
2024**

LUANA FERREIRA HOHEMBERGER

**EFEITO DO GRAFENO, OBTIDO A PARTIR DA BIOMASSA *CAPIM ANNONI*,
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS**

Dissertação apresentada ao curso de Programa de Pós-graduação em Engenharia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Orientador: Prof. Dr. Luis Enrique Gomez Armas

**Alegrete
2024**

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais).

H926e Hohemberger, Luana Ferreira
Efeito do Grafeno, Obtido A Partir da Biomassa Capim Annoni
Nas Propriedades Mecânicas de Argamassas / Luana Ferreira
Hohemberger.
92 p.

Dissertação (Mestrado)-- Universidade Federal do Pampa,
MESTRADO EM ENGENHARIA, 2024.
"Orientação: Luis Enrique Gomez Armas".

1. Grafeno. 2. Biomassa. 3. Argamassas. 4. Capim Annoni. 5.
Ensaio. I. Título.

LUANA FERREIRA HOHEMBERGER

**EFEITO DO GRAFENO, OBTIDO A PARTIR DA BIOMASSA CAPIM ANNONI,
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Engenharia da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia.

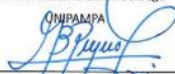
Dissertação defendida e aprovada em: 20 / 06 / 2024

Banca examinadora:

Prof. Dr. Luis Enrique Gomez Armas
Orientador
UNIPAMPA

Prof. Dr. Luis Eduardo Koteski
UNIPAMPA

Prof. dra. Adriana Gindri Salbego



Prof. Dr. Lizandro Baldomero Reyna Zegarra
Universidad Nacional del Santa - UNS, Chimbote- Perú



Assinado eletronicamente por LUIS ENRIQUE GOMEZ ARMAS, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 01/07/2024, às 09:36, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por ADRIANA GINDRI SALBEGO, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 17/07/2024, às 11:43, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por LUIS EDUARDO KOTESKI, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 17/07/2024, às 14:03, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador 1477637 e o código CRC F9572B1C.

Dedico este trabalho ao meu esposo Rumenigue, e às minhas filhas, Manuela e Mariana. É tudo por vocês!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me abençoar e guiar meus passos e iluminar meus caminhos.

Aos meus pais adotivos Ruth e Saul, gratidão pelo amor, apoio e pelo incentivo.

A minha família, meu esposo Rumenigue, e minhas filhas Manuela e Mariana, por todo amor, paciência e principalmente pelo apoio.

Aos meus irmãos por todo carinho.

Ao meu orientador, professor Dr Luis Armas, por todo conhecimento compartilhado, pela compreensão e paciência, gratidão por poder trilhar essa pesquisa com esse pesquisador que tanto admiro.

A professora Dr^a Simone, por todo incentivo, apoio e acompanhamento durante a elaboração desta pesquisa.

Aos técnicos dos Laboratório de química Rafaela Dorneles, Filipe.

Aos técnicos do laboratório de Metalografia, Milene Nogueira, Clarissa e Dieison.

A minha amiga Bruna, pela ajuda e incentivo durante o desenvolvimento da pesquisa.

Aos amigos Marcelo, Alisson, pelo incentivo de sempre, e por compartilharem valiosas informações.

Aos colegas do grupo de pesquisa, Roberta, Juliane, Taynná, Fernanda, Maria Eduarda, agradeço pelo companheirismo, pelas discussões e pelas ajudas durante o mestrado.

À empresa Pórtico Engenharia, na pessoa da amiga querida Rita Moura, pela doação do Cimento para realização desta pesquisa.

Ao Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear – CDTN, Belo Horizonte, do estado de Minas Gerais, onde foram realizadas as análises DRX e EDS.

Ao meu grupo de pesquisa de Óptica e Micro e Nanofabricação de dispositivos-GOMNDI, meu reconhecimento e gratidão.

Por fim, agradeço a todos que de alguma forma contribuíram diretamente ou indiretamente no desenvolvimento e na concretização deste trabalho.

“Há homens que lutam um dia e são bons, há outros que lutam um ano e são melhores, há os que lutam muitos anos e são muito bons, porém há os que lutam toda a vida, esses são os imprescindíveis”. Bertolt Brecht”.

RESUMO

O grafeno é considerado um dos materiais mais versáteis e promissores da atualidade, apresentando características como alta resistência, boa condutividade e elevada impermeabilidade. Existem diversas técnicas para produção do grafeno, como a partir de biomassas, fator este que poderá difundir ainda mais com a sua utilização a médio e longo prazo. A presente pesquisa objetivou produzir grafeno, a partir da biomassa *capim annoni* (CA), abundante na região de estudo - município de Alegrete/ RS, para uso como aditivo de argamassas. O estudo analisou o efeito da adição do grafeno obtido a partir da biomassa CA, nas propriedades mecânicas de argamassas, como resistência a compressão e tração na flexão, densidade de massa, teor de ar incorporado e consistência no estado plástico. Para tanto, as análises foram realizadas com proporções variadas do produto. A metodologia da pesquisa foi delineada em quatro fases distintas. Na primeira fase foi produzida a cinza da biomassa CA, posteriormente, para a produção do grafeno, a cinza de *capim annoni* (CCA) foi misturada com o reagente químico hidróxido de potássio (KOH), na proporção 1:4, respectivamente, na temperatura e tempo de 850°C/60 min. Na segunda fase foi realizada a caracterização do grafeno usando as seguintes técnicas: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), RAMAN confocal, difração de raios X (DRX), espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), com a finalidade de analisar a morfologia e a estrutura do material produzido. Na terceira fase foi feita a dispersão do grafeno e definido a composição dos traços de argamassa, sendo uma amostra de referência sem adição de grafeno (A0), e outras cinco amostras com proporções diferenciadas de grafeno em relação ao peso do cimento: 0,02% (A1), 0,03% (A2), 0,05% (A3), 0,07% (A4) e 0,1% (A5), moldando assim os corpos de prova. Na fase quatro foi determinado o índice de consistência, a resistência a compressão e a resistência a tração, nos estados fresco e endurecido. No ensaio de índice de consistência observou-se que ao aumentar o teor de grafeno na mistura, ocorre uma diminuição progressiva da consistência. Com relação a resistência a compressão verificou-se que houve um pico máximo de resistência em 27,47 MPa na argamassa A2, composta com o teor de 0,03% de grafeno. Com relação à resistência a tração na flexão, a amostra de argamassa A2 atingiu 6,10 MPa, representando um incremento de 25,26%, em comparação a argamassa de referência A0, ou seja, a argamassa A2

apresentou melhor comportamento mecânico. Os resultados obtidos mostram que a utilização de nanomateriais, como o grafeno obtido a partir da biomassa CA, contribui com a eficiência e durabilidade dos materiais de construção, bem como com os princípios de sustentabilidade e responsabilidade ambiental.

Palavras-chave: Grafeno, Biomassa, *Capim Annoni*, Ensaio, Argamassa.

ABSTRACT

Graphene is considered to be one of the most versatile and promising materials today, with characteristics such as high resistance, good conductivity and high impermeability. There are various techniques for producing graphene, such as from biomass, a factor which could become even more widespread with its use in the medium and long term. The aim of this research was to produce graphene from annoni grass (AC) biomass, which is abundant in the region of the region of Alegrete, RS, for use as a mortar additive. The study analyzed the effect of adding graphene obtained from CA, on the mechanical properties of mortars, such as resistance to compression and tensile strength, bulk density, incorporated air content and plastic state consistency plastic stat. To this end, the analyses were carried out with varying proportions of the product proportions of the product. The research methodology was divided into four distinct phases. In the first phase, CA biomass ash was produced, then, for the production of graphene, the annoni grass ash (CCA) was mixed with the chemical reagent potassium hydroxide (KOH). potassium hydroxide (KOH), in a 1:4 ratio, respectively, at a temperature and time of 850°C/60 min. In the second phase, the graphene was characterized using the following techniques the following techniques: Scanning Electron Microscopy (SEM), confocal RAMAN, X-ray diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), in order to analyze the morphology and structure of the material produced. In the third phase, the graphene was dispersed and the composition of the mortar mixes was defined, with a reference sample with no graphene added (A0), and five other samples with different proportions of graphene in relation to the weight of the cement: 0.02% (A1), 0.03% (A2), 0.05% (A3), 0.07% (A4) and 0.1% (A5), thus shaping the specimens. In phase four, the consistency index, compressive strength and tensile strength in the fresh and hardened states were determined. The consistency index test showed that as the graphene content in the mixture increased, there was a progressive decrease in consistency. With regard to compressive strength, it was found that there was a maximum peak of strength at 27.47 MPa in mortar A2, composed with 0.03% graphene. With regard to flexural tensile strength, the A2 mortar sample reached 6.10 MPa, representing an increase of 25.26% compared to the A0 reference mortar, i.e. the A2 mortar showed better mechanical behavior. The results obtained in this research show that the use of nanomaterials, such as graphene obtained from CA

biomass, contributes to the efficiency and durability of building materials, as well as to the principles of sustainability and environmental responsibility.

Keywords: Graphene, Biomass, Annoni Grass, Test, Mortar.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Produtos provenientes do carbono.....	20
Figura 2 – Estrutura do Grafeno.....	21
Figura 3 – Propriedades do grafeno.....	22
Figura 4 – Processo de Esfoliação mecânica do grafeno	23
Figura 5 – Método de Esfoliação na Fase Líquida	24
Figura 6 – Método de Deposição Química a vapor	25
Figura 7 – Touceiras de Capim Annoni	28
Figura 8 – Áreas infestadas pelo Capim Annoni	29
Figura 9 –Requisitos classificatórios e informativos de argamassas NBR 13281.....	32
Figura 10 –Tempo de cura para diferentes tipos de argamassa – NBR 13281.....	33
Figura 11 –Etapas realizadas para o desenvolvimento da pesquisa.....	36
Figura 12 –Produção das cinzas do capim annoni: (a) Coleta; (b) Corte; (c) Lavagem; (d) estufa	37
Figura 13 – Obtenção da CCA a 400 °C/ 60 min. a) escolha da folha seca; b) folhas secas dentro das forminhas; c) CCA após a queima; d) moagem da CCA	38
Figura 14 – Cinzas do capim annoni após queima em 400°C/ 60 minutos	39
Figura 15 – Reagente químico KOH para ativar o grafeno.....	39
Figura 16 –Síntetização do grafeno a partir da CCA. a) cinza da biomassa, b) dosagem aditivo, c) cadinho preparado para ser levar ao forno, d) agitação magnética.....	41
Figura 17 – Espectroscopia MEV	42
Figura 18 – Espectroscopia RAMAN de matéria gráfitico (grafite)	43
Figura 19 – Espectroscopia MEV da amostra de grafeno sintetizada (A) GR1-120 (MAG. 50 kx) e (B) GR2-6.....	44
Figura 20 – Padrões de DRX do grafite: (a) casca de coco; (b) casca de arroz; (c) bagaço antes da dessilicação; e os padrões XRD do GO: (d) casca de coco; (e) casca de arroz e (f) bagaço antes da dessilicação.....	45
Figura 21– Caracterização do agregado miúdo: (a) série de peneiras; (b): realização do ensaio.....	47
Figura 22 – Curva granulométrica do agregado miúdo.....	48
Figura 23 – Ensaio de Chapman: (a) pesagem material; (b) Frasco de Chapman; (c) realização do ensaio.....	49
Figura 24 – <i>Ensaio de Le Chatelier: (a) pesagem do cimento no frasco com querosene; (b) análise do resultado devido à diferença na graduação do frasco</i>	51
Figura 25 – Curva granulométrica do cimento CP-V ARI	52
Figura 26 – Corpos de prova de argamassa de referência A0 com as relações do fator a/c testadas na pesquisa	

.....	53
Figura 27– Proporções de grafeno utilizadas na pesquisa.....	54
Figura 28 – Moldagem da argamassa de referência A0: (a) areia, (b) cimento, (c) água, (d) amassamento, (e) medição do espalhamento em três direções moldagem do traço A0	
.....	55
Figura 29 – Moldagem dos corpos de prova: (a) dispersão mecânica do grafeno na mistura seca; (b) amassamento na argamassadeira; (c) argamassadeira, (d) aplicação de desmoldante na forma prismática; (e) selando a forma; (f), formas moldadas	
.....	56
Figura 30 – Argamassas na câmara de cura: (a) argamassas A0, A1 e A2; (b) argamassas A3, A4 e A5	
.....	57
Figura 31 – Ensaio de espalhamento das argamassas: (a) referência A0: (0% de grafeno); (b) A1: 0,02% de grafeno; (c) A2: 0,03% de grafeno; (d) A3: 0,05% de grafeno, (e) A4: 0,07% de grafeno e (f) A5: 0,1% de grafeno	
.....	58
Figura 32 – ensaio de determinação da densidade de massa e teor de ar incorporado. (a) Calibração do recipiente, (b) preenchimento com o material a ser ensaiado, argamassa (A0).....	60
Figura 33 – ensaio compressão axial - amostra da argamassa A5.....	61
Figura 34 – dispositivo de carga típico para realização de ensaios de resistência à compressão axial	
.....	62
Figura 35 – Ensaio de resistência a tração na flexão - amostra de argamassa A2...	63
Figura 36 – dispositivo de carga típico para realização de ensaios de resistência à tração na flexão	
.....	64
Figura 37 – <i>Imagem óptica da CCA (a) e do grafeno produzido a partir da CCA (b)</i>	65
Figura 38 – Valores médios dos espectros Raman da CCA (a) e do grafeno (b)	
.....	66
Figura 39 – Caracterização MEV das amostras: (a) equipamento e (b) amostras	
.....	67
Figura 40 – Imagens MEV da CCA (a) e do grafeno produzido a partir da CCA (b)	
.....	68
Figura 41 – Valor médio do espectro DRX do grafeno obtido a partir da biomassa CA	
.....	69

Figura 42 – Valor médio do espectro FTIR do grafeno produzido a partir da CCA.....	70
Figura 43 – (a) Valor médio das medidas de EDS do grafeno produzido, mostrando os elementos presentes na amostra; (b) imagem MEV de uma das regiões onde foi tirada a medida EDS.....	71
Figura 44 – Ensaio de compressão axial da amostra A5 com 0,1% de grafeno.....	74
Figura 45 – Análise de variância e gráfico de barras para a resistência à compressão axial.....	76
Figura 46 – Argamassa A5 sob ensaio de tração a flexão.....	77
Figura 47 – Análise de variância e gráfico de barras para a resistência à tração na flexão.....	78
Figura 48 – Resultado da análise da função desejabilidade e viabilidade dos resultados.....	79
Figura 49 –(a) Vazios na amostra A5 com 0,1% de grafeno, (b) Pontes de fissuras na microestrutura da argamassa com maior teor de nanomaterial - referência na literatura.....	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Estudos anteriores para obtenção de grafeno a partir de biomassas.....	27
Tabela 2 – Características da planta invasiva <i>capim annoni</i>	29
Tabela 3 – Propriedades mecânicas de compósitos cimentícios com nanomateriais à base de carbono	30
Tabela 4 – Propriedades de argamassas nos estados: fresco e endurecido	33
Tabela 5 – Classificação de argamassas.....	35
Tabela 6 – Classes de cimento comercialmente disponíveis	50
Tabela 7 – Limites de composição do cimento Portland (porcentagem de massa).	50
Tabela 8 – Traços de argamassa para relação a/c 0,74	53
Tabela 9 – Resultado das consistências por espalhamento das argamassas	72
Tabela 10 – Resultado da densidade de massa e do teor de ar incorporado nas amostras estudadas nessa pesquisa	73
Tabela 11 – Médias e desvios padrões dos ensaios mecânicos realizados nas argamassas com diferentes porcentagens de grafeno: A0 (0,00%); A1 (0,02%); A2 (0,03%); A3 (0,05%); A4 (0,07%); A5 (0,1%)	75
Tabela 12 – Médias e desvios padrões dos ensaios mecânicos realizados nas argamassas com diferentes porcentagens de grafeno (%): A0 (0,00%); A1 (0,02%); A2 (0,03%); A3 (0,05%); A4 (0,07%); A5 (0,1%).....	78

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT - Associação Brasileira de Norma Técnica

a/c - Relação água cimento

CA - Capim Annoni.

CCPA - Cinza do Capim Annoni

g - Gramas

KOH - Hidróxido de Potássio

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

DRX - Difratorômetro de Raios X

RAMAN - Espectroscopia Raman

CORSAN - Companhia Riograndense de Saneamento

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

SUMÁRIO

RESUMO.....	9
CAPÍTULO 1.....	18
1 INTRODUÇÃO	18
1.1 <i>Objetivos</i>	19
1.1.1 <i>Objetivo geral</i>	19
1.1.2 <i>Objetivos específicos.....</i>	19
CAPÍTULO 2.....	20
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 <i>Nanotecnologia.....</i>	20
2.2 <i>Grafeno.....</i>	21
2.3 <i>Propriedades do grafeno</i>	22
2.4 <i>Métodos de produção do grafeno</i>	23
2.4.1 <i>Método de esfoliação micromecânica</i>	23
2.4.2 <i>Esfoliação em fase líquida</i>	23
2.4.3 <i>Método de deposição química a vapor.....</i>	24
2.5 <i>Produção de grafeno a partir de biomassa.....</i>	25
2.6 <i>Capimannoni (CA)</i>	27
2.7 <i>Método de dispersão do grafeno.....</i>	30
2.8 <i>Argamassas</i>	31
2.8.1 <i>Argamassas de revestimento.....</i>	31
2.8.2 <i>Propriedades das argamassas</i>	34
CAPÍTULO 3.....	36
3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	36
3.1 <i>Materiais</i>	37
3.1.1 <i>Produção das cinzas de CA.....</i>	37
3.1.2 <i>Sintetização do grafeno a partir da Cinza de capimannoni (CCA)</i>	40
3.2 <i>Técnicas de caracterização do grafeno.....</i>	42
3.2.1 <i>Espectroscopia RAMAN.....</i>	42
3.2.2 <i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	43
3.2.3 <i>Espectroscopia de Difração de Raios X (DRX)</i>	44
3.2.4 <i>Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	46
3.2.5 <i>Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS)</i>	46

3.3 Produção das argamassas	46
3.3.1 Areia.....	46
3.3.2 Cimento Portland	49
3.3.3 Água.....	52
3.3.4 Moldagens das argamassas	52
3.4 Medidas de Consistência	57
3.5 Densidade de massa e teor de ar incorporado	58
3.6 Ensaio de resistência a compressão axial	60
3.7 Ensaio de resistência à tração na flexão.....	62
CAPÍTULO 4.....	65
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	65
4.1 Caracterizações.....	65
4.1.2 Caracterização por espectroscopia Raman.....	65
4.1.2 Caracterização por MEV	66
4.1.3 Caracterização por DRX	68
4.1.4 Caracterização por FTIR	69
4.1.5 Caracterização por EDS.....	70
4.2 Consistência por Espalhamento	71
4.3 Densidade de massa e teor de ar incorporado	72
4.4 Resistência a compressão axial.....	73
4.5 Resistência à tração na flexão	76
CAPÍTULO 5.....	82
5.1 Conclusões.....	82
5.2 Sugestões para trabalhos futuros.....	83
REFERÊNCIAS	84

CAPÍTULO 1

1 INTRODUÇÃO

Devido às excepcionais propriedades e à aplicabilidade potencial em diversos setores, como o da construção civil, desde 2004 o grafeno vem ganhando notoriedade, bem como interesse de pesquisas que otimizem o processo de sintetização a partir de biomassas. Por meio dele, é possível obter uma produção eficiente, economicamente viável e em conformidade com as normas.

Segundo Medeiros (2007), o Bioma Pampa conta com a infestação do *capimannoni* (*Eragrostis Plana Nees*) há aproximadamente 70 (setenta) anos, degradando as terras e trazendo diversos prejuízos – outros biomas no país já possuem focos de infestação, porém se desconhece os estágios. O autor afirma que essa planta tem a capacidade de alterar a diversidade vegetal local, pois detêm o poder de dominar onde se instala devido às características de germinação elevada. De acordo com Boldrini (2010), o Bioma Pampa representa 62,20% do território do Rio Grande do Sul (RS), ou seja, 2/3 (dois terços) do Estado, o que gera um alerta sobre a ação devastadora da planta *capimannoni* (CA) no ecossistema local.

Tendo em vista os fatores conferidos ao *capimannoni*, além da presença abundante no município de Alegrete - RS, esta foi a biomassa base escolhida para a elaboração desta pesquisa, uma vez que apresenta muitas vantagens relacionadas à morfologia e germinação, com produção estimada 4.000 sementes por pé ou por planta. Em suma, caracteriza-se como uma matéria prima de baixo custo e ciclo de vida rápido.

Com o grafeno obtido a partir desta biomassa, foram moldados corpos de prova de argamassas, com teores variados de grafeno, para verificar o incremento em resistência conferido às amostras estudadas.

Esta Dissertação se divide em cinco capítulos. No primeiro capítulo, são contempladas as considerações iniciais da pesquisa, a justificativa da importância de seu desenvolvimento e os objetivos geral e específicos. No segundo capítulo, é apresentada a revisão bibliográfica. No terceiro capítulo, é descrita a metodologia, especificando todas as fases dos ensaios laboratoriais. No quarto capítulo, são sumarizados os resultados que foram analisados e que serviram de base para as discussões. Por fim, no quinto capítulo 5, são feitas as considerações finais.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo geral

O presente trabalho tem por objetivo geral avaliar o efeito do grafeno obtido a partir da biomassa *capimannoni*, nas propriedades mecânicas de argamassas.

1.1.2 Objetivos específicos

Como objetivos específicos, são elencados:

- produzir cinza da biomassa *capimannoni* (CA);
- produzir grafeno, a partir das cinzas da biomassa *capimannoni* (CCA);
- caracterizar o grafeno produzido a partir da CCA;
- moldar corpos de prova de argamassas com Cimento Portland, tendo uma amostra de referência sem grafeno e outras com diferentes teores; e
- analisar as propriedades físicas (densidade de massa, teor de ar incorporado e consistência) e as propriedades mecânicas (resistência à compressão axial e tração à flexão) das amostras de argamassa.

CAPÍTULO 2

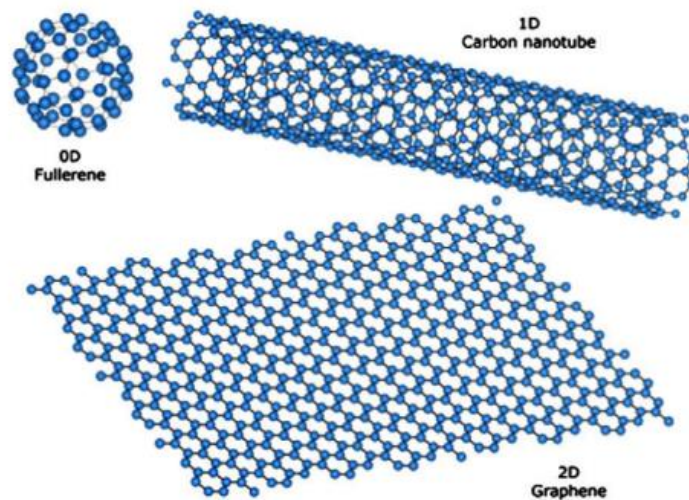
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Nanotecnologia

Segundo Barbosa (2015), a nanotecnologia tem sido muito estudada, pois, através da manipulação e do desenvolvimento, é possível produzir novos materiais de interesse em vários setores, que promoverão avanços significativos para a indústria. Na Figura 1, é possível visualizar os produtos provenientes do carbono em escala nanométrica, que pode ser definida como sendo $1\text{ nm}=1\times 10^{-9}$ e está atrelada à composição morfológica e à direção espacial, ou seja, podem apresentar:

- (0D) = como sendo partículas de dimensão zero;
- (1D) = como sendo fibras de uma dimensão; e
- (2D) = como sendo folhas bidimensionais.

Figura 1 - Produtos provenientes do carbono



Fonte: Mahmood (2010).

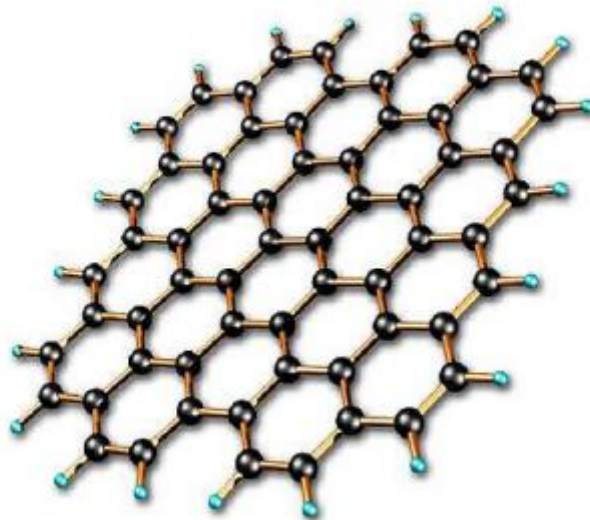
Para Martinez (2013), a nanotecnologia é de suma importância tanto em pesquisas quanto no desenvolvimento de vários de setores. Ainda segundo o autor, as características que definem o grafeno incluem flexibilidade, ao mesmo tempo em que apresenta dureza excepcional, sendo inclusive mais resistente que o diamante. Também detém a capacidade de absorver em torno de 2,3% de incidência solar,

atributos esses que tornam o grafeno base para estudo com grande ênfase e interesse.

2.2 Grafeno

Segundo Novoselov (2004), o grafeno pode ser descrito como uma estrutura bidimensional onde os átomos de carbono encontram-se organizados em camada única, formando uma estrutura hexagonal planar. O autor comenta que o grafeno recebeu essa denominação devido ao fato de ser originário do grafite, basicamente pela similaridade do arranjo atômico e por apresentar características únicas, como sua elevada resistência, entre outras que o destacam dos demais materiais. Na Figura 2, é possível visualizar a representação estrutural e hexagonal do grafeno.

Figura 2 - Estrutura do grafeno



Fonte: Lima (2012).

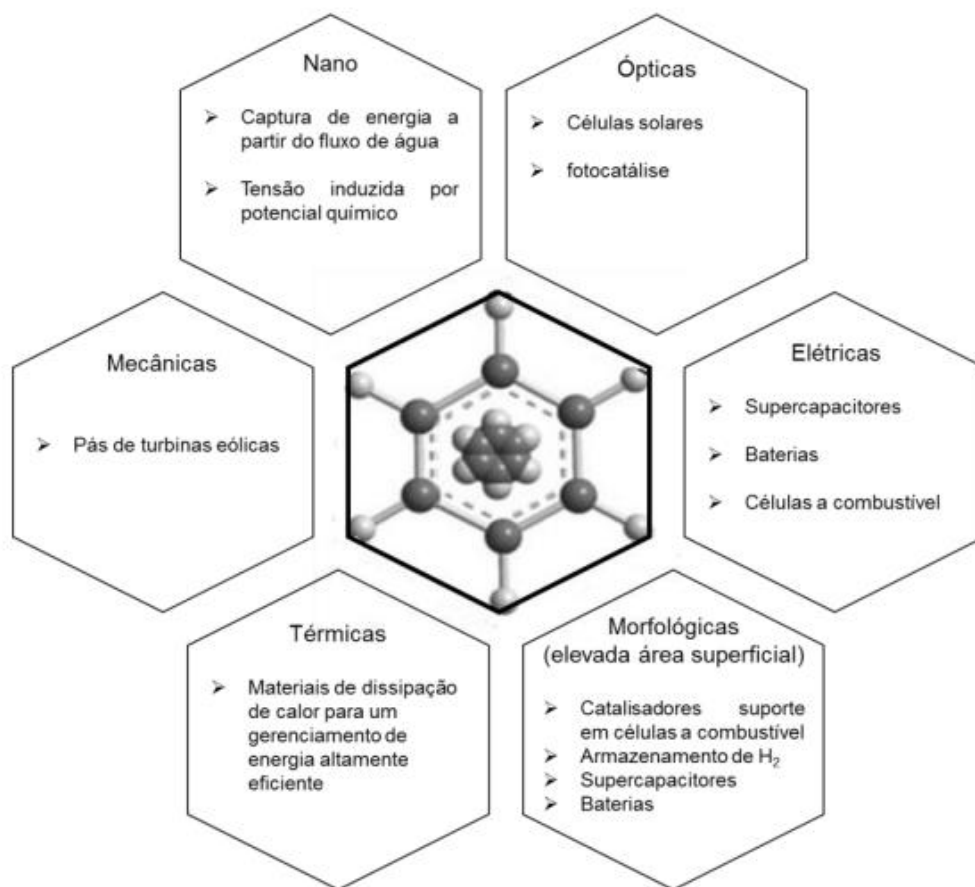
Para Lima (2012),

[o] que diferencia o grafeno em relação aos demais materiais descobertos até o momento, é que o mesmo pode ser considerado tanto semicondutor como condutor, pelo fato de que na sua estrutura de bandas eletrônicas, nos pontos de Dirac (K e K'), o grafeno apresenta gap nulo, ou seja, a banda de condução e a de valência se tocam e, em outros pontos o gap varia linearmente dependendo do momento k do elétron (LIMA, 2012).

2.3 Propriedades do grafeno

O grafeno vem despertando inúmeras pesquisas, pois possui características únicas, que envolvem capacidade de absorção solar, resistência, condutividade elétrica e relativa facilidade de produção. A médio e longo prazo, o grafeno poderá substituir alguns materiais já utilizados nos setores. Na Figura 3, é possível visualizar as propriedades do grafeno, bem como as áreas de aplicação.

Figura 3: Propriedades do grafeno



Fonte: Vieira (2019) apud Vilar (2017).

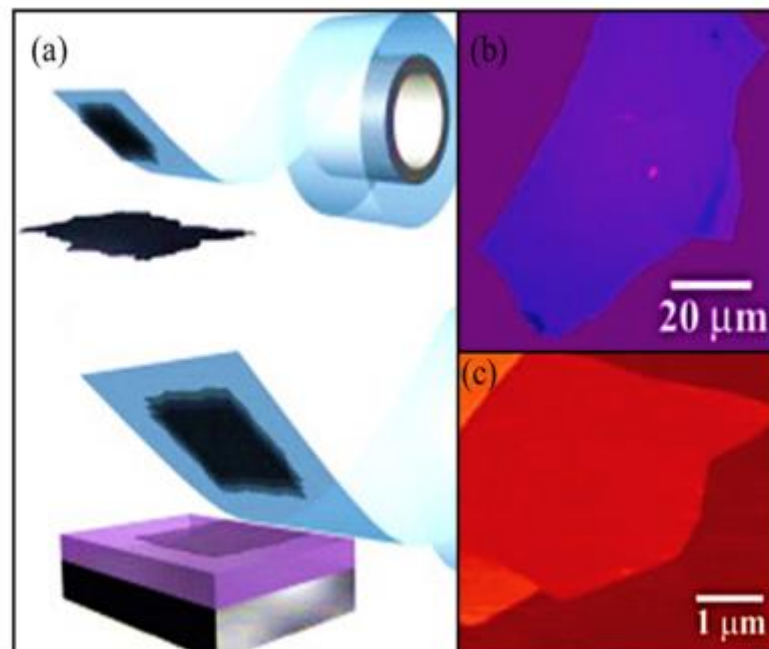
De acordo com Soldano (2010), existem estudos que visam comprovar as propriedades vantajosas do grafeno, em específico se atentam à possibilidade de produzir um produto único, com capacidade de utilização em setores industriais, aspirando potencializar e difundir a utilização do grafeno em larga escala.

2.4 Métodos de produção do grafeno

2.4.1 Método de esfoliação micromecânica

Segundo Mendoza (2018), o método de sintetização do grafeno através da esfoliação micromecânica é reconhecido como sendo um dos primeiros. Esse método de obtenção consiste na deposição do grafite sobre uma fita adesiva, sobre a qual será colocada outra fita. Esse processo continua até ficar a menor quantidade de planos de grafite sobre a última fita, a qual é colocada sobre o substrato de SiO_2 ou outros, conforme ilustrado na Figura 4.

Figura 4: Processo de esfoliação mecânica do grafeno



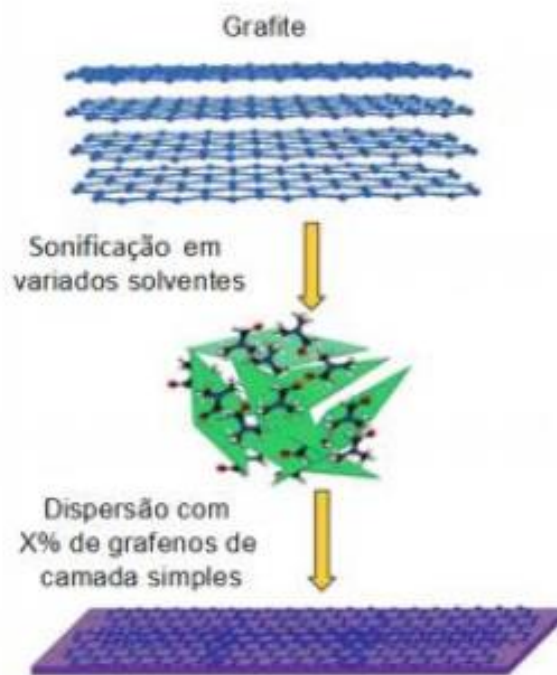
Fonte: Mendoza (2018).

2.4.2 Esfoliação em fase líquida

A esfoliação em fase líquida, método descrito por Nascimento (2013), abrange, primeiramente, a exposição do grafite e a esfoliação em solvente. Na sequência, a mistura recebe ondas ultrassônicas que promoverão a ruptura das forças de Van Der Waals. Na Figura 5, é mostrada a forma como ocorre a esfoliação na fase líquida, em que se produz o grafeno por meio da sonicação com auxílio de ultrassom. O processo ocorre em três etapas, conforme mostra a Figura 5. Na etapa

1, é feita a dispersão do grafite em meio a diversos solventes; na etapa 2, é possível visualizar a esfoliação necessária para que, na etapa 3, haja a purificação do material que se dá por meio da separação dos flocos que receberam a esfoliação dos que não foram esfoliados. Cabe salientar que o grafite recebe essa separação através da ultracentrifugação.

Figura 5: Método de esfoliação na fase líquida

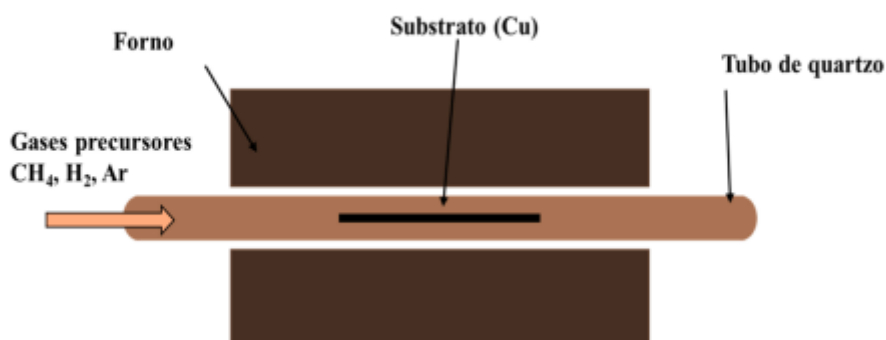


Fonte: Nascimento (2013).

2.4.3 Método de deposição química a vapor

Segundo Mendoza (2018), o método de deposição química a vapor é descrito como sendo um processo que modifica, através de reações químicas, as moléculas precursoras, as quais são depositadas no substrato. Na Figura 6, é possível visualizar que o substrato metálico recebe a introdução de gases e, após, as reações químicas necessárias. Esses materiais que originariamente apresentavam-se na forma fina e, ao mesmo tempo, cristalina dão origem ao grafeno no final do processo.

Figura 6: Método de deposição química a vapor



Fonte: Mendoza (2018).

2.5 Produção de grafeno a partir de biomassa

Conforme citado no presente estudo, existem diversas técnicas para produção de grafeno, sendo importante considerar para a escolha do método os seguintes aspectos: o tempo de produção, a quantidade produzida e, principalmente, o custo envolvido no processo.

Uma alternativa que vem ganhando espaço e destaque em pesquisas da comunidade científica é a produção de grafeno a partir de biomassas. Dependendo do tipo da biomassa, é possível maximizar a quantidade de produção aliada a um baixo custo.

Existem pesquisas, ainda, que utilizam rejeitos de produção, como resíduos da indústria madeireira, porém tais técnicas necessitam de um processo produtivo para que haja o resíduo para a produção do grafeno.

Na presente pesquisa, a biomassa escolhida é a planta invasiva *Capim Annoni*, a qual não necessita de implementação de um processo para produção do grafeno, ou seja, está disponível em 62,5% do Bioma Pampa e se autoproduz devido a sua morfologia, sendo classificada como única, visto que possui um banco de sementes própria, enquadrando-se como abundante.

É importante destacar que o grafeno pode ser obtido de várias fontes. Autores como Yan et al. (2020) discutiram a produção de grafeno a partir de grafite, destacando a versatilidade desta matéria-prima. Essa diversificação de fontes é

essencial para garantir a disponibilidade contínua deste importante material. A produção de grafeno a partir de biomassas (Safian et al., 2020), como o *capim annoni*, emerge como uma alternativa sustentável e eficaz, reduzindo a dependência de solventes químicos e aproveitando recursos naturais de maneira eficiente.

Adicionalmente, a visão da economia circular, promovida por organizações como a Circular Economy Foundation (Mochalova, 2021) e a Ellen MacArthur Foundation Macarthur (2017), destaca a importância de minimizar resíduos e maximizar a reutilização de recursos. Neste sentido, utilizar o *capim annoni* como biomassa para a produção de grafeno alinha-se a esses princípios, não apenas oferecendo uma solução avançada em termos de materiais, mas também estabelecendo um paradigma para inovações futuras em conformidade com práticas sustentáveis e, principalmente, contribuindo para que o bioma pampa não sofra com a crescente infestação do *capim annoni*.

A colaboração entre setores é fundamental para uma transição eficaz da pesquisa para a aplicação prática. Autores, como Bheel, Mohammed and Liew (2023) e Asim et al. (2022) oferecem perspectivas valiosas sobre os desafios e as oportunidades associados à incorporação de grafeno em materiais de construção.

Essa sinergia entre a pesquisa acadêmica e a aplicação industrial é vital para a viabilidade e escalabilidade dessas inovações, garantindo que avanços significativos na produção de grafeno possam ser implementados de maneira eficaz em diversas aplicações do mundo real.

É importante destacar que a produção verde de grafeno vem sendo amplamente pesquisada, com foco em uma fonte renovável no processo de conversão da biomassa em si para o grafeno, que pode ser tanto animal quanto vegetal, envolvendo plantas, cascas de frutas, cascas de palmeira, entre outras possibilidades (Safian, 2020). Devido ao fato da biomassa apresentar aproximadamente 55% de teor em carbono, ainda assim contém impurezas em sua estrutura e, para potencializar o aumento de carbono, é necessário agregar um processo de tratamento térmico. A escolha do método para potencializar a carbonização vai depender da biomassa escolhida, segundo Xie e Goodell (2014).

A Tabela 1, a seguir, apresenta uma listagem de estudos realizados para a obtenção de grafeno a partir de diversos tipos de biomassa.

Tabela 1: Estudos realizados para obtenção de grafeno a partir de biomassas

Autor (a)	Ano	Biomassa
Akhavan et. al.	2014	bagaço de cana
Muramatsu et. Al	2014	casca de arroz
Ye et. al.	2017	folhas de cânfora
Kusuma et. al.	2018	casca de côco
Santos, E. A.R	2018	negro de fumo
Silva, S,L.	2020	serragem de madeira
Fathy et al.	2019	folhas de dendezeiro
Fathy et al.	2017	palha de arroz
Chen et al.	2016	palha de trigo
Ding et al.	2020	resíduos de lignina
Ayuma et al.	2017	fibra de palma
Nasir et al.	2017	casca de palmeira

Fonte: Autoria própria.

2.6 Capimannoni (CA)

A infestação do *capimannoni* (*Eragrostis Plana* Ness) assola o Estado do RS, interferindo diretamente no setor agropecuário. Essa planta invasiva, com características únicas, foi inserida no Estado em meados da década de 1950. Inicialmente, foi trazida como uma opção de forrageira para alimento bovino e, após sua instalação no Bioma Pampa, conseguiu rapidamente alastrar-se, trazendo consigo prejuízos de ordem econômicas e ambientais (REIS, 1993). Sabe-se que as razões pelas quais a planta não pôde ser utilizada como alimento animal devem-se ao seu aspecto demasiado fibroso, além do baixo valor nutricional. Dessa forma, foi descartada como opção de forrageira para trato animal, alastrando-se de maneira descontrolada.

Essa infestação não apenas degradou o ecossistema local, como também se espalhou para outros biomas no país. Matei and Filippi (2012) complementam que o Bioma Pampa representa uma parte significativa do território do RS, tornando a

infestação do *capimannoni* uma ameaça substancial à biodiversidade local e à estabilidade do ecossistema.

A morfologia do *capimannoni* propicia muitas sementes, devido ao vigoroso e alto poder de germinação (COELHO, 1983). Na Figura 7, é possível visualizar touceiras de *capimannoni* utilizadas nesta pesquisa.

Figura 7: Touceiras do *capimannoni* utilizado na pesquisa

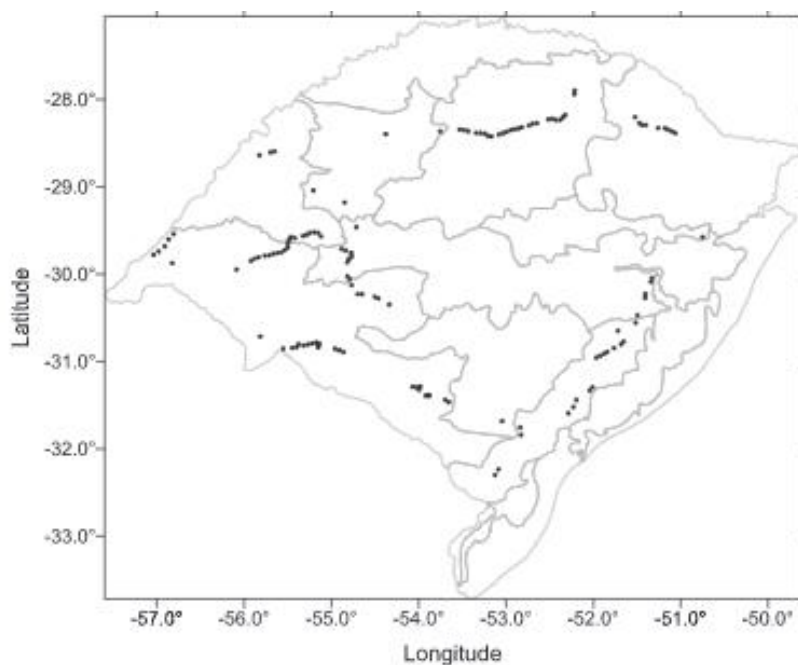


Fonte: Autoria própria.

Para Ziller (2011), o grau de infestação pela gramínea exótica CA no Bioma Pampa pode ser classificado como altamente crítico, devido à ocorrência, classificando, assim, sua infestação como perigo eminente à biodiversidade local. Na Figura 8, é possível visualizar áreas de infestação da espécie invasora *capimannoni* no Estado do RS.

De acordo com a EMBRAPA (1993), a produção de sementes da invasora é da ordem de 232 kg/ha, conforme pode ser visualizado na Tabela 2. Devido a sua morfologia, o CA apresenta-se com ótima capacidade de germinação.

Figura 8: Áreas infestadas por *capimannoni* no Rio Grande do Sul



Fonte: Medeiros et al. (2004b).

Tabela 2: Características da planta invasiva *capimannoni*

Característica	Quantidade
Plantas/ m ²	40
Plantas florescidas /m ²	11
Número panículas/ plantas	12
Número panículas/ m ²	132
Número espiguetas/ panícula	146
Tamanho da panícula (cm)	17,5
Número sementes / panícula	863
Produção de sementes (kg/ha)	232
Número de sementes/ kg	4.926.108
Peso 1000 sementes (g)	0,203
Número sementes/ ha	1.142.857.056

Fonte: Coelho (1993).

2.7 Método de dispersão do grafeno

O grafeno apresenta a característica de ser hidrofóbico. Dessa forma, para que não ocorra danos na trabalhabilidade da argamassa, a dispersão deve ser bem homogênea dentro dos corpos de prova.

Na Tabela 3, são apresentadas pesquisas realizadas com teores variados de nanomaterial agregado, respectivo método de dispersão em diferentes matrizes cimentícias, bem como o efeito nas propriedades mecânicas. No presente estudo, a dispersão será feita mecanicamente, ou seja, direto na mistura seca dos agregados.

Tabela 3: Propriedades mecânicas de compósitos cimentícios com nanomateriais à base de carbono

Matriz	Nanomaterial Ac (%)	Método de dispersão	*Resultados
Pasta cimentícia	OG (0,04/ 0,06)	sonificação	**RF: 67% (com 0,04%) ***RC: 59% (com 0,06%)
Pasta cimentícia	OG (0,08)	sonificação com sílica e centrifugação	RF: 30% RC: 12%
Pasta cimentícia	OG (0,05)	ultrasonificação	RC: 19%
Argamassa	OG (0,05)	já disperso	RF: 71% RC: 24%
Argamassa	OG (0,4)	sonificação e deposição eletroforética	RF: 6% RC: 5%
Argamassa	OG (0,03)	Ultrasonificação	RF: 78,6%
Argamassa	OG (2,0)	Ultrasonificação	RF: 24%

*comparados com um compósito de referência

** RC: Resistência a compressão

*** RF: Resistência a flexão

Fonte: Corso (2020) adaptado de Faria et al. (2017).

2.8 Argamassas

As argamassas são caracterizadas como sendo materiais oriundos da mistura de água e aglomerantes, sendo utilizados na construção civil. Possuem a finalidade de revestimento de paredes e tetos, interna e externamente, apresentando como características principais a aderência e o endurecimento (PETRICI, 1975). Argamassas de revestimento apresentam-se como elemento funcional para proteção externa da alvenaria e da estrutura como um todo, contra a ação de intempéries, fazendo a função de vedação, conferindo estanqueidade e auxiliando na acústica (CARASEC, 2017).

Segundo Sabbatini et al. (1998), é necessário observar alguns itens no tocante ao dimensionamento de argamassas de revestimento, pois alguns fatores, como espessura e local de exposição, podem promover avarias.

2.8.1 Argamassas de revestimento

De acordo com a NBR 13281-1/2023 (Argamassas inorgânicas – Requisitos e métodos de ensaios Parte 1: Argamassas para revestimento de paredes e tetos), existem requisitos que são requeridos para as argamassas, sendo eles classificatórios e informativos. Na Figura 9, é possível visualizar os requisitos:

Figura 9: Requisitos classificatórios e informativos de argamassas NBR 13281-1/2023

Argamassa para revestimento de paredes e tetos ARV-I, ARV-II, ARV-III e AET			
Requisitos classificatórios		Requisitos informativos	
		Estado fresco	Retenção de água (4.1.1)
			Densidade de massa no estado fresco (4.1.2)
			Teor de ar incorporado (4.1.2)
			Tempo de uso (4.1.3)
Estado endurecido	Resistência potencial de aderência à tração ao substrato (4.2.1.1)	Estado endurecido	Densidade de massa no estado endurecido (4.2.2.1)
	Resistência potencial à tração superficial (4.2.1.2)		Resistência à tração na flexão (4.2.2.2)
	Módulo de elasticidade dinâmico (4.2.1.3)		Coefficiente de absorção de água por capilaridade (4.2.2.3)
	Variação dimensional (retração ou expansão linear) (4.2.1.4)		Fator de resistência à difusão de vapor de água (4.2.2.4)

Fonte: NBR 13281-1(2023).

Ainda, segundo requisitos normativos da NBR 13281-1/2023,

[a]s argamassas inorgânicas para revestimento devem atender integralmente a todos os requisitos classificatórios e informativos estabelecidos nesta Parte da ABNT NBR 13281, independentemente da forma de produção quer sejam produzidas em canteiro, industrializadas, estabilizadas, usinadas, prontas para uso ou outras, bem como da forma de aplicação (manual ou mecanizada).

Sabbatini et al. (1998) citam que, entre as propriedades requeridas para argamassas de revestimento, umas das principais é promover a proteção externa, vedando e contribuindo para que não ocorra a penetração da água da chuva, mantendo a estrutura estanque.

Na presente pesquisa, os corpos de prova das argamassas ensaiadas ficaram dentro do molde dois dias e, após o desmolde, passaram por cura fora do molde pelo período de 28 dias, respeitando o tempo estabelecido na referida norma (Figura 10).

Figura 10: Tempo de cura para diferentes tipos de argamassa – NBR 13281-1/2023

Tipo de argamassa	Tempo de cura (nas condições ambientais descritas em A.2)		
	Dentro do molde ^a dias	Tolerância para desmoldagem h	Fora do molde dias
Argamassas de cal e argamassas mistas (cal e cimento) em que a quantidade de cal é maior que 50 % da massa total de ligantes	5	Até 4	23
Argamassas de cimento e outras argamassas mistas	2		26
Argamassas com outros ligantes hidráulicos	2		26
Argamassas estabilizadas	5		23

^a Em alguns casos, pode ser necessário um período de cura superior dentro do molde, desde que o tempo total de cura não ultrapasse 28 dias.

Fonte: NBR 13281-1(2023).

As argamassas de revestimento, conforme Sabbatini et al. (1998), possuem propriedades distintas em cada estado (Tabela 4).

Tabela 4: Propriedades de argamassas nos estados: fresco e endurecido

ESTADO FRESCO	ESTADO ENDURECIDO
Teor de ar e massa específica adequada	Aderência
Trabalhabilidade	Capacidade de absorver deformações
Aderência inicial	Resistência mecânica
Retenção de água	Resistência ao desgaste
Retração na secagem	Durabilidade

Fonte: Sabbati et al. (1998).

Cascudo et al. (2005) complementa que, além das propriedades acima descritas, a qualidade das argamassas de revestimento está diretamente relacionada à técnica de aplicação e ao modo de aplicar.

2.8.2 Propriedades das argamassas

Para Grochot (2012) apud Sabbatini (1990), as características das argamassas são: aderência, resistência mecânica, capacidade de absorver deformações, durabilidade e permeabilidade à água.

a) aderência: possibilita ao revestimento manter-se fixo ao substrato, e resulta da combinação das resistências de aderência à tração e ao cisalhamento, e da extensão de aderência, que relaciona a área de contato efetivo e a área total da base revestida. Depende da trabalhabilidade da argamassa, da execução do revestimento, da porosidade da base, e das condições de limpeza da superfície de aplicação;

b) resistência mecânica: permite aos revestimentos suportar ações mecânicas de diferentes naturezas devido a esforços de abrasão, cargas de impacto e movimentos de contração e expansão por conta da umidade, que geram tensões internas e tendem a desagregá-los. Depende da técnica de execução e do tipo de agregado e aglomerante da argamassa empregada, pois aumenta com a redução dos agregados e diminua com o aumento da relação água cimento;

c) capacidade de absorver deformações: permite que o revestimento absorva retrações e expansões térmicas e higroscópicas, além de deformações pequenas da base, sem apresentar fissuração visível e desagregação. Depende da resistência à tração e do módulo de deformação do revestimento, que auxilia na movimentação deste sem ruptura, ou através de microfissuras imperceptíveis. Quando as forças atuantes ultrapassam o limite de resistência a tração;

d) durabilidade: capacidade dos revestimentos de argamassa de manter a desempenho de suas funções ao longo do tempo. Depende de todas as etapas da construção, desde o projeto (especificação os materiais e as composições de dosagem, compatibilizando o revestimento com as condições a que estará exposto durante sua vida útil), até o uso, quando deve ser submetido a manutenções periodicamente;

e) permeabilidade à água: propriedade dos revestimentos relacionada com absorção capilar da estrutura porosa. Depende de fatores como o traço natureza dos materiais constituintes da argamassa, a técnica de execução espessura da camada, a natureza da base e as fissuras existentes (GROCHOT, 2012, p. 29).

O desempenho das argamassas está diretamente relacionado às suas características tanto no estado fresco (plástico) quanto no endurecido.

Tais informações são de suma importância para poder correlacionar os resultados obtidos em laboratório após a moldagem dos corpos de prova, incluindo os de referência e os corpos de prova com teores variados e, assim, verificar como será o efeito dessa inserção de nanomaterial nas argamassas da presente pesquisa.

De acordo com Sabbatini et al (1998), as argamassas podem ser classificadas quanto aos tipos e funções, conforme mostra a Tabela 5. As propriedades das argamassas apresentadas são importantes para correlacionar os resultados obtidos em laboratório após a moldagem dos corpos de prova, verificando, assim, o efeito da inserção de nanomaterial nas argamassas, objeto da presente pesquisa.

Tabela 5: Classificação de argamassas

Função	Tipos
Para construção de alvenarias	argamassa de assentamento (elevação de alvenaria) argamassa de fixação (ou encunhamento) - alvenaria de vedação
Para revestimento de paredes e tetos	argamassa de chapisco argamassa de emboço argamassa de reboco argamassa de camada única argamassa para revestimento decorativo monocamada
Para revestimentos de pisos	argamassa de contrapiso argamassa de alta resistência para piso
Para revestimentos cerâmicos (paredes/ pisos)	argamassa de assentamento de peças cerâmicas - colante argamassa de rejuntamento
Para recuperação de estruturas	argamassa de reparo

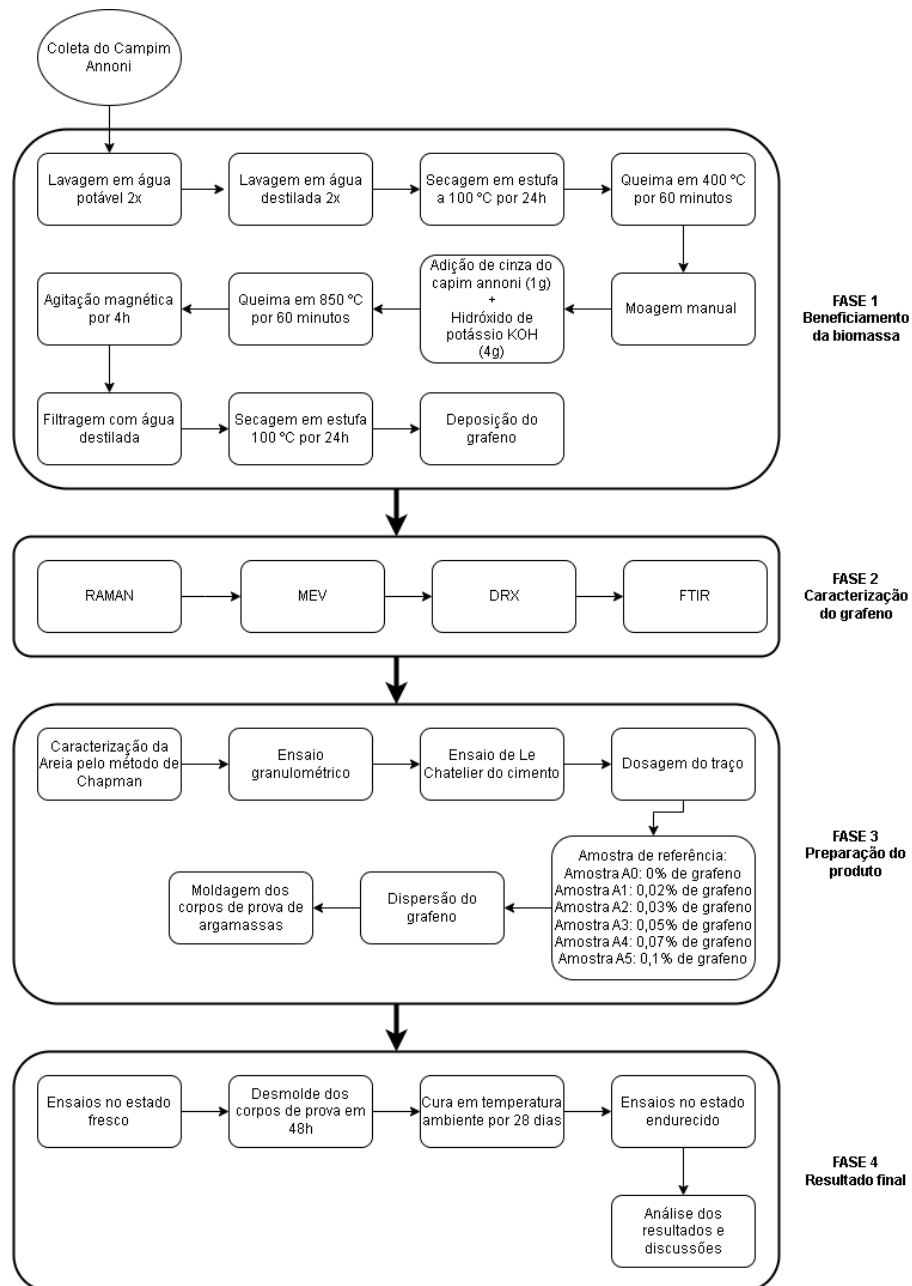
Fonte: Sabbatini et al. (1998).

CAPÍTULO 3

3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

A Figura 11 mostra o esquema completo das etapas experimentais realizadas nesta pesquisa.

Figura 11: Etapas realizadas para o desenvolvimento da pesquisa



Fonte: Autoria própria.

3.1 Materiais

3.1.1 Produção das cinzas de CA

A coleta do *capimannoni* ocorreu especificamente no período de outubro a novembro de 2022, na cidade de Alegrete - RS. Após as touceiras da biomassa terem sido coletadas com raízes, foi realizada a primeira lavagem com água potável, com o objetivo de higienizar o material. Posteriormente, foram cortadas e descartadas as raízes, pois nesta pesquisa foram utilizadas somente as folhas da biomassa.

Na sequência, foi realizada a segunda lavagem das folhas em água potável. Em seguida, no Laboratório de Química da Universidade Federal do Pampa, a biomassa recebeu duas lavagens com água destilada e, então, a amostra foi levada para a estufa por um período de 24 horas, em temperatura de 100 °C, com a finalidade de retirar a água presente no interior das folhas. Esse procedimento é ilustrado na Figura 12, na qual pode ser visualizada a matéria prima para desenvolvimento desta pesquisa.

Figura 12: Produção das cinzas do capimannoni: (a) Coleta; (b) Corte; (c) Lavagem; (d) estufa



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 13, é possível visualizar a obtenção da cinza do capimannoni. Posteriormente à retirada da biomassa da estufa, a amostra foi cortada e colocada em formas para que fosse realizada a primeira queima em forno mufla, na temperatura e no tempo de 400 °C/ 60 min, no Laboratório de Metalografia da Universidade Federal do Pampa. Após a primeira queima, a amostra foi retirada e levada para realização do procedimento de moagem manual. Esse processo é primordial para a garantia da padronização granulométrica. Para essa finalidade, foi utilizada a peneira de 1,2 mm.

Figura 13: Obtenção da CCA a 400 °C/ 60 min. a) escolha da folha seca; b) folhas secas dentro das forminhas; c) CCA após a queima; d) moagem da CCA



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 14, as cinzas provenientes da biomassa capimannoni foram devidamente etiquetadas e armazenadas em recipientes transparentes e herméticos, para posterior dosagem e ativação química. Foram preparadas um total de 26 amostras de CCA.

Figura 14: Cinzas do capimannoni após queima em 400°C/ 60 minutos



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 15, é possível visualizar o reagente químico (Hidróxido de potássio (KOH)) para ativar o grafeno a partir da CCA. O reagente apresenta-se em forma de lentilhas, as quais foram rigorosamente moídas com o auxílio de um pistilo de cerâmica para que fossem totalmente dissolvidas.

Figura 15: Reagente químico KOH para ativar o grafeno



Fonte: Autoria própria.

3.1.2 Sintetização do grafeno a partir da Cinza de capimannoni (CCA)

Após a moagem manual e peneiramento das CCA (cinzas do *capimannoni*), procedeu-se a sintetização do grafeno (Figura 16 (a)). Com o apoio de uma balança de precisão, a CCA e o KOH foram pesados. Depois, 1 g de CCA foi misturada com 4 g de KOH (Figura 16 (b)). As pastilhas de KOH foram trituradas com o auxílio de almofariz e do pistilo para que ficasse na forma de pó (Figura 16(b)).

Posteriormente, foi realizada a mistura da cinza e o reagente em pó, colocando-se em um cadinho de porcelana. Esse cadinho foi posto em outro cadinho de alumínio com tampa, que recebeu envoltura de lã de vidro. Para que a vedação fosse garantida, adicionou-se ainda areia na parte superior (Figura 16 (c)), evitando, desta maneira, a entrada de oxigênio no interior do cadinho. Em seguida, o cadinho foi dentro do forno mufla, previamente programado, na temperatura e no tempo de 850 °C/ 60 min para realizar a ativação química.

Completado o tempo de queima, a mufla foi desligada, esperando o processo de resfriamento até a temperatura ambiente. Quando a amostra estava fria, foi retirada do cadinho e colocada para lavagem com água destilada na quantidade de 150 ml e levada para agitação magnética no período de quatro a cinco horas. A Figura 16 (d) ilustra o procedimento.

Figura 16: Sintetização do grafeno a partir da CCA. a) cinza da biomassa, b) dosagem aditivo, c) cadinho preparado para ser levado ao forno, d) agitação magnética

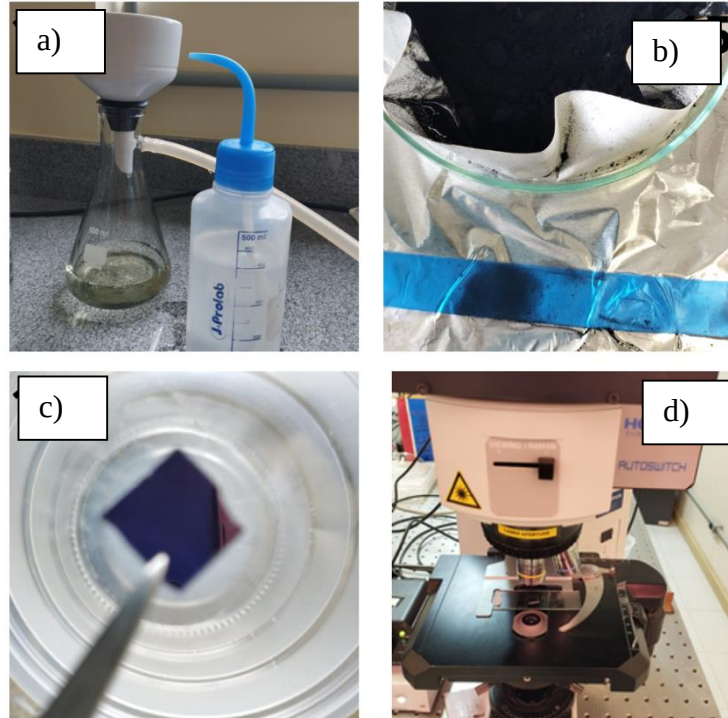


Fonte: Autoria própria.

Após ocorrer a agitação magnética por cinco horas, a amostra foi filtrada para realização de ajuste do pH. Inicialmente, o valor medido foi de $\text{pH}=14$ e, após o processo de filtragem a vácuo por sete vezes (Figuras 17 (a, b)), mediu-se $\text{pH}=5$. Posteriormente, o material foi levado para secagem em estufa na temperatura e tempo de $100^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$.

Na sequência, obteve-se o grafeno a partir da biomassa CA, que apresentou características finais, material negro e sólido. Todas as amostras foram depositadas em potes plásticos e herméticos devidamente etiquetados e datados e, depois, colocadas sobre a superfície de substratos de SiO_2 (Figura 17 d) para serem caracterizados por espectroscopia Raman e MEV.

Figura 17: Processo de lavagem da mistura da CCA + KOH após a queima a 850 °C/ 60 min (a, b) para a obtenção do grafeno; c) deposição do grafeno sobre substrato de SiO₂ e (d) caracterização Raman



Fonte: Autoria própria.

3.2 Técnicas de caracterização do grafeno

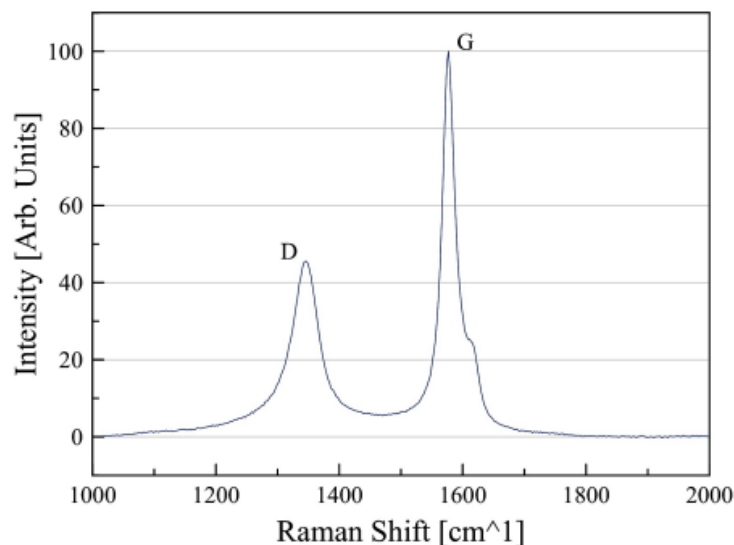
3.2.1 Espectroscopia RAMAM

Quando se faz incidir luz monocromática sobre um material, vários fenômenos podem ocorrer. A luz causa uma perturbação em todos os estados do sistema, podendo acarretar transições eletrônicas e, por conseguinte, emissão de luz. Esta pode possuir a mesma ou diferente frequência da luz incidente. Do ponto de vista clássico, a luz é gerada por meio de cargas elétricas aceleradas. Se houver um conjunto de átomos parados e se fizer incidir luz de frequência ω_0 sobre eles, estes irão emitir luz (fótons espalhados) com diferentes frequências (ω_{es}): a) com a mesma frequência que a luz incidente ($\omega_{es} = \omega_0$), onde ω_{es} é a frequência do fóton espalhado. A esse fenômeno damos o nome de espalhamento Rayleigh. b) Quando o fóton espalhado tem frequência menor do que o fóton incidente ($\omega_{es} = \omega_0 - \omega_v$), diz-se que ocorreu espalhamento Raman Stokes. ω_v é a frequência de vibração da

molécula. c) Quando o fóton espalhado tem frequência maior que a do fóton incidente ($\omega_{es} = \omega_o + \omega_v$), diz-se que ocorreu espalhamento Raman Anti-Stokes.

As principais bandas ou picos observados no grafeno por espectroscopia Raman são as bandas D, G e 2D. A banda D é resultado de dupla ressonância com emissão de um fônon, possível apenas com a presença de defeitos e quebras de simetria, sendo importante, portanto, para a sua identificação. A banda G, muito importante na identificação da dopagem dos materiais gráfiticos, está presente em materiais carbonosos de hibridização sp^2 . A Banda 2D é resultado de uma dupla ressonância com dois fônons espalhados e tem relação intrínseca com o número de camadas de grafeno em um empilhamento. Na Figura 18, é possível visualizar uma espectroscopia RAMAN do grafite para ter a compressão do comportamento de um material gráfitico.

Figura 18: Espectroscopia RAMAN de matéria gráfitico (grafite)



Fonte: Heckley et al. (2014).

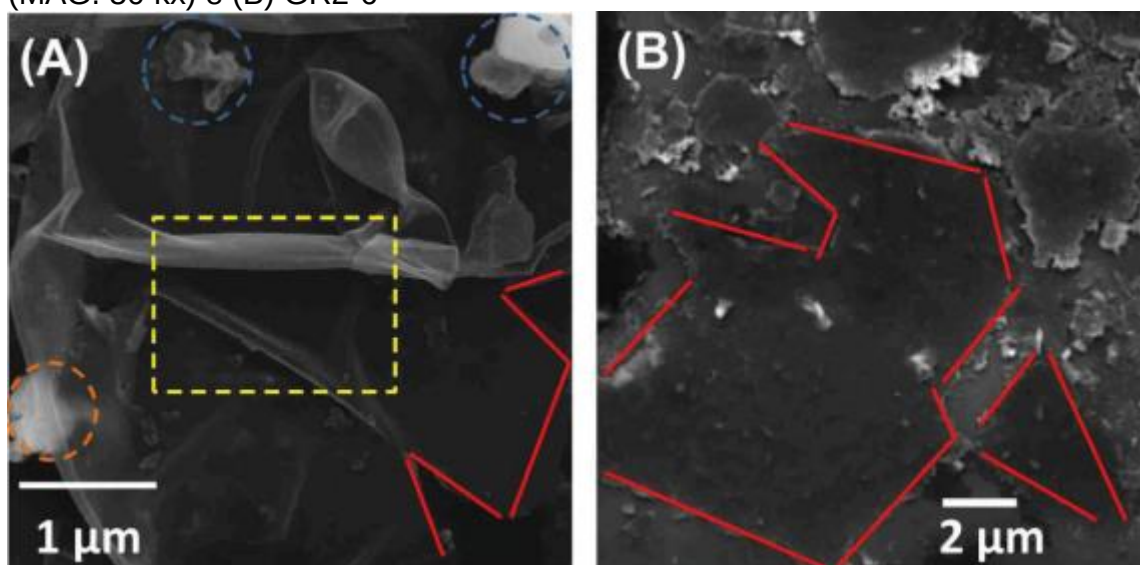
3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Com o objetivo de analisar a morfologia do grafeno produzido na presente pesquisa, utilizou-se a técnica de Espectroscopia Eletrônica de Varredura (MEV), no qual o princípio de funcionamento está relacionado à interação entre os elétrons e a matéria. O MEV contém uma fonte geradora de um feixe de elétrons que é disparado continuamente na amostra durante o ensaio, realizando uma varredura

em sua superfície. Assim, através de um detector presente no equipamento, é possível analisar as energias dos elétrons durante sua interação com a superfície, que são interpretadas pelo equipamento e geram imagens com alta definição. As amostras foram analisadas no formato de pó.

Nas Figuras 19 (a, b), é possível visualizar um ensaio MEV característico para amostras de grafeno sintetizadas quimicamente. Ainda, é perceptível a visualização das folhas do grafeno, da pesquisadora Lopes (2018).

Figura 19: Espectroscopia MEV da amostra de grafeno sintetizada (A) GR1-120 (MAG. 50 kx) e (B) GR2-6



Fonte: Lopes (2018).

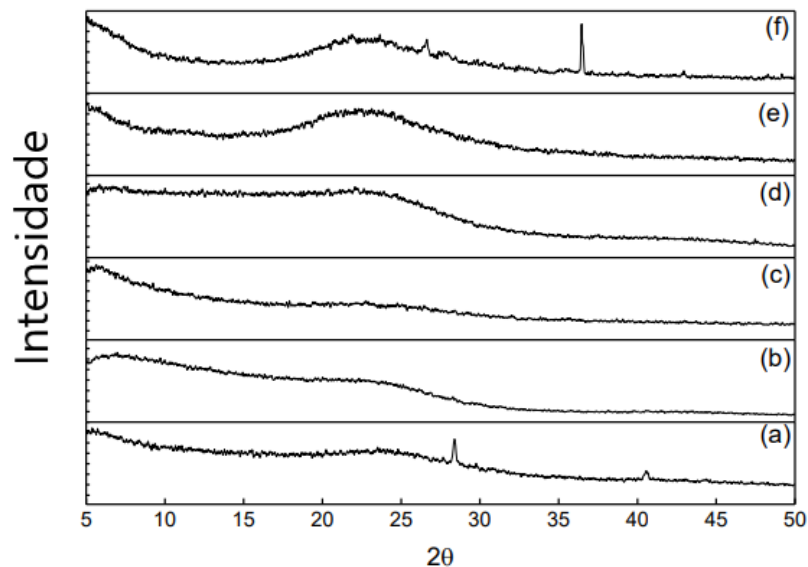
3.2.3 Espectroscopia de Difração de Raios X (DRX)

A Difração de Raios X (DRX) é um fenômeno no qual os átomos de um cristal, em virtude de seu espaçamento uniforme, causam um padrão de interferência das ondas presentes em um feixe incidente de raios X. É uma técnica usada para determinar a estrutura atômica e molecular de um cristal, na qual os átomos cristalinos fazem com que um feixe de raios X incidentes se difratem em muitas direções específicas. Medindo os ângulos e as intensidades dos feixes difratados, um cristalógrafo pode produzir uma imagem tridimensional da densidade de elétrons dentro do cristal. A partir dessa densidade de elétrons, as posições médias dos átomos no cristal podem ser determinadas, bem como suas ligações químicas, sua desordem e várias outras informações.

Através da espectroscopia DRX, é possível analisar o pico de difração 2θ , em que, a depender da diferença da largura e intensidade, é possível compreender a configuração dos cristalinos que constituem a micro estrutura do material estudado. Na Figura 20, pode-se visualizar os ensaio DRX para diferentes biomassas ao ser analisada a intensidade 2θ .

Para Kusuma (2018), esta técnica é relevante, porque é através dela que pode-se caracterizar e qualificar o grafeno quando sintetizado a partir de diferentes biomassas. Na Figura 20, para o pesquisador citado, foi apresentado o comportamento dos padrões DRX para as biomassas estudas, fazendo um comparativo entre a de referência (grafite) e a amostra (a). O ensaio de DRX, neste trabalho, foi realizado no Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear (CDTN) da Universidade Federal de Minas Gerais, em que a amostra foi analisada na forma de pó.

Figura 20: Padrões de DRX do grafite: (a) casca de coco; (b) casca de arroz; (c) bagaço antes da dessilicação; e os padrões XRD do GO: (d) casca de coco; (e) casca de arroz e (f) bagaço antes da dessilicação



Fonte: Adaptado de Kusuma (2018).

3.2.4 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Com a finalidade de promover a funcionalização das amostras de grafeno produzidas a partir da biomassa capimannoni, caracterizou-se por FITR. A análise utilizou um espectrômetro do modelo FT-IT Vertex 70v. Os espectros de infravermelhos com transformada de Fourier (FT-IR), equipado com um módulo de reflexão total atenuada (ATR) com cristal de diamante. A gama de números de onda foi definida de 4500 a 60 cm^{-1} com uma resolução de aproximadamente $\pm 4 \text{ cm}^{-1}$. Nesta análise, os espectros foram obtidos em temperatura ambiente.

3.2.5 Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS)

A espectroscopia EDS é uma técnica analítica usada para a análise elementar ou caracterização química de uma amostra. É uma das variantes da espectroscopia por fluorescência de raios X que se baseia na investigação de uma amostra através de interações entre partículas ou radiação eletromagnética e matéria, analisando os raios X emitidos pela matéria em resposta à incidência de partículas carregadas. Sua capacidade de caracterização decorre, em grande parte, do princípio fundamental que cada elemento tem uma estrutura atômica única, de modo que os raios X emitidos são característicos desta estrutura, que identificam o elemento.

3.3 Produção das argamassas

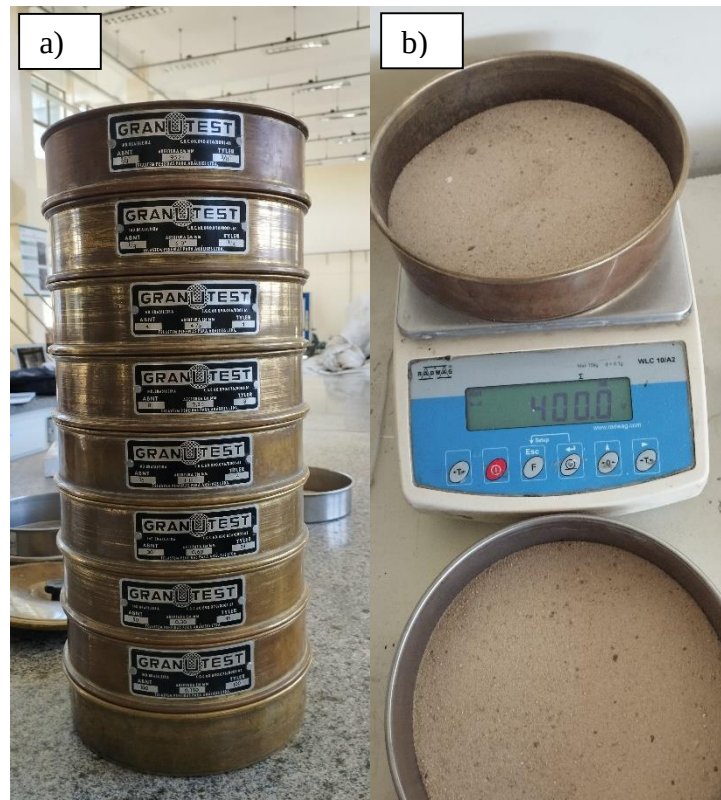
Para a produção das argamassas, foram utilizados os materiais citados nos tópicos a seguir.

3.3.1 Areia

A areia (agregado miúdo) utilizada no presente estudo para a produção dos corpos de prova é proveniente de jazida de extração da região, especificamente do Rio Ibicuí. Inicialmente, foi realizado o ensaio de granulometria para caracterizar o material, seguindo as recomendações da NBR NM 248 (Agregados - determinação da composição granulométrica). O material retido em cada peneira foi pesado em uma balança digital de precisão, sendo realizada a caracterização na qual resultou em uma granulometria com um módulo de finura em 1,57, características requeridas para o

traço de argamassa de revestimento. O referido ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais da Unipampa. A Figura 21 ilustra as peneiras utilizadas no ensaio granulométrico.

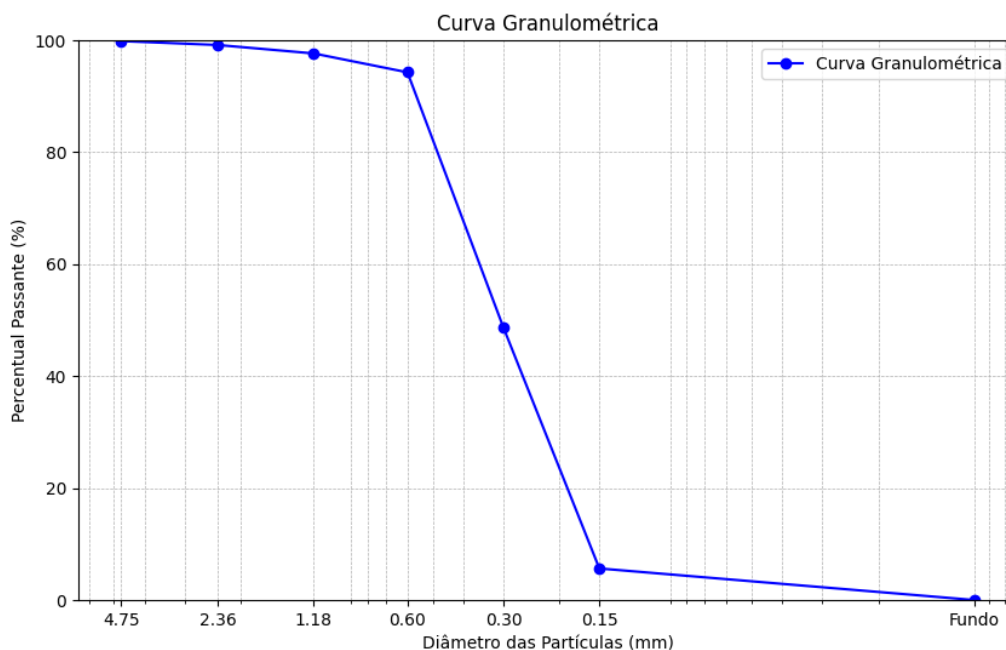
Figura 21: Caracterização do agregado miúdo: (a) série de peneiras; (b): realização do ensaio



Fonte: Autoria própria.

Após o ensaio das peneiras, foi possível elaborar a curva granulométrica do agregado miúdo, conforme mostra a Figura 22.

Figura 22: Curva granulométrica do agregado miúdo



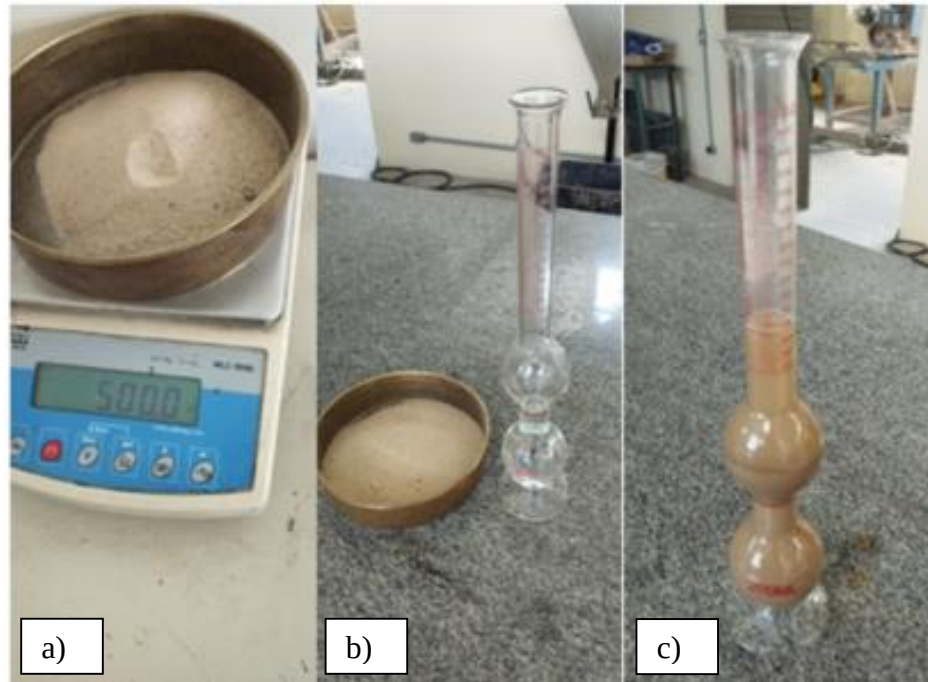
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 23, é possível visualizar a sequência do ensaio para a determinação da massa específica. Seguindo os requisitos da NBR 9776/ 2003 (Agregados - Determinação da massa específica de agregados miúdos por meio do frasco Chapman), foi realizada a pesagem do agregado miúdo e com o auxílio do frasco de Chapman, seguindo as recomendações normativas para determinação da massa específica do agregado miúdo.

Após a realização do ensaio de Chapman, obteve-se os seguintes resultados para o agregado miúdo:

- massa específica: 2,64 (g/cm³);
- massa específica aparente seca: 2,63 (g/cm³); e
- massa unitária: 1,49 (g/cm³).

Figura 23: Ensaio de Chapman: (a) pesagem material; (b) Frasco de Chapman; (c) realização do ensaio



Fonte: Autoria própria.

3.3.2 Cimento Portland

Segundo Neville (1997), a hidratação do cimento é proporcionada por diversas reações químicas que ocorrem desde o início do contato do cimento com a água desde a fase da pega até a fase do endurecimento do mesmo. Tais reações dependem da composição química do cimento escolhido. Na presente pesquisa, foi adotado o cimento CPV ARI, pois em sua composição apresenta clínquer e sulfatos de cálcio. Na Tabela 6, observa-se as classes de cimento comercialmente disponíveis.

Tabela 6: Classes de cimento comercialmente disponíveis

Tipo	Adições	Utilização
CPI	Gesso	Industrial
CPI-S	Pozolana	Industrial
CPII-E	Escória	Li. Calor Lento
CPII-Z	Pozolana +	Obras Subterrâneas
CPII-F	Mat. Carbonático	Meio Agressivo
CPIII	Escória ++	Maior Durabilidade
CPIV	Pozolana ++	Obras Submersas
CPV-ARI	Sem Adições	Alta Resistência
CP-RS	-	Res. A Sulfatos
CP-BC	-	Lib. Calor Lento
CP-B	Caulim	Arquitetura

Fonte: BOTELHO (2019).

Para a presente pesquisa, foi definido um aglomerante de alta resistência inicial, especificamente o Cimento CP-V ARI, o qual foi cedido pela empresa Pórtico Engenharia. A Tabela 7 apresenta os limites de composição do cimento Portland em relação ao percentual de massa.

Tabela 7: Limites de composição do cimento Portland (porcentagem de massa)

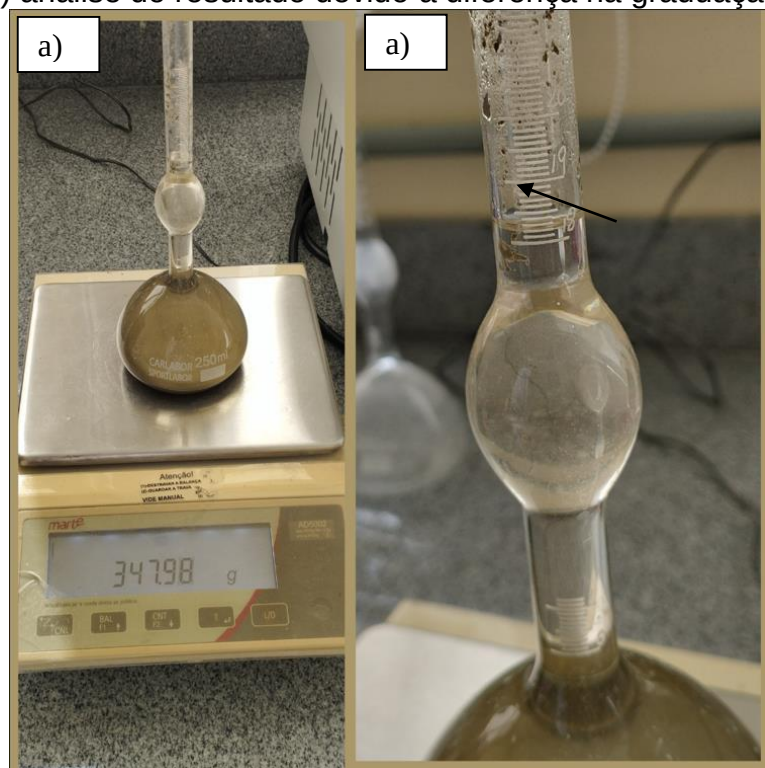
Designação Normatizada	Sigla	Classe de resistência	Clínquer + Sulfatos de cálcio	Material Pozolânico	Material Carbonático
Cimento Portland de alta resistência inicial	CP V ^a	ARI	90% - 100%	0	0-10

Fonte: Adaptado de NBR 16697 (ABNT, 2018)

Para utilização do Cimento CP-V ARI na presente pesquisa, foi necessário determinar a massa específica, o qual foi realizado o ensaio Le Chatelier no Laboratório de Materiais da Unipampa. Na Figura 24, é possível visualizar o ensaio que seguiu as recomendações normativas, utilizando 60 gramas de cimento ARI, juntamente com o frasco de vidro com capacidade de 250 ml, um funil de colo longo para introduzir o querosene no frasco, e a balança de precisão para efetuar as

pesagens do cimento e do frasco contendo cimento. Através do ensaio Le Chatelier, obteve-se a massa específica do cimento: $3,12 \text{ g/cm}^3$.

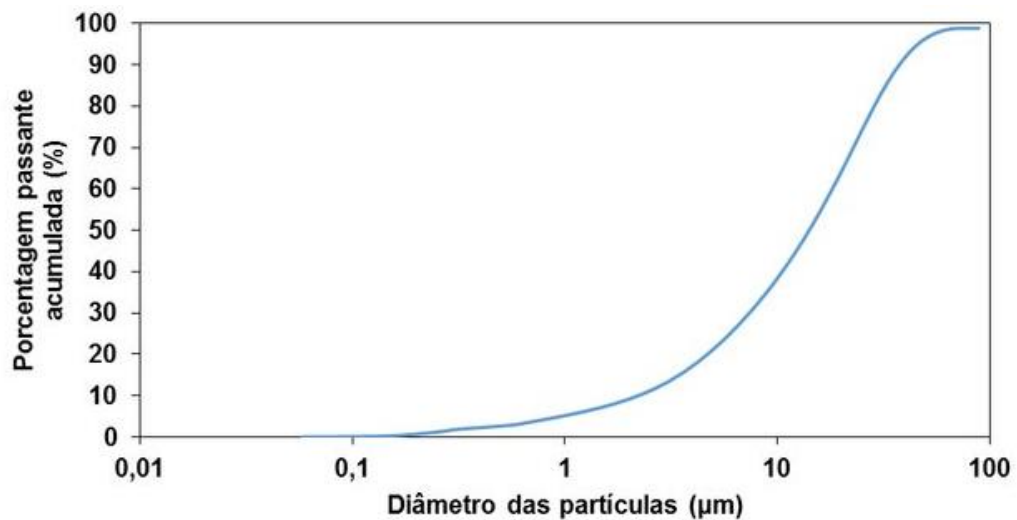
Figura 24: Ensaio de Le Chatelier: (a) pesagem do cimento no frasco com querosene; (b) análise do resultado devido à diferença na graduação do frasco



Fonte: Autoria própria.

A seguir, aborda-se a curva granulométrica do cimento CP-V ARI, apresentado por Borges (2016), escolhido para uso nesta pesquisa devido à granulometria fina e à alta resistência inicial.

Figura 25: Curva granulométrica do cimento CP-V ARI



Fonte: Borges (2016).

3.3.3 Água

Para a produção das amostras de argamassa, utilizou-se água potável proveniente da rede pública de abastecimento de água de Alegrete/RS, fornecida pela concessionária de serviços CORSAN (Companhia Riograndense de Saneamento).

3.3.4 Moldagens das argamassas

Previamente à moldagem das argamassas na presente pesquisa, foram ensaiadas quatro relações de a/c (água/cimento), objetivando definir a proporção que propiciasse à argamassa a melhor trabalhabilidade.

Para o primeiro ensaio realizado, adotou-se a relação $a/c=0,48$, obtendo-se pouca trabalhabilidade à argamassa, razão pela qual gradativamente foi aumentado para: 0,53, 0,60 e 0,74. Definiu-se a utilização da relação $a/c=0,74$ para as moldagens, uma vez que foi a que apresentou melhores resultados.

Tendo em vista essa definição, procedeu-se as moldagens das argamassas, sendo definido 6 (seis) traços de argamassa. A proporção de agregado miúdo, cimento e relação a/c foi a mesma para todas as amostras, variando apenas o percentual de grafeno, obtido a partir da biomassa CA. A Figura 26 apresenta os corpos de prova com os fatores de a/c analisados.

Figura 26: Corpos de prova de argamassa de referência A0 com as relações do fator a/c testadas na pesquisa



Fonte: Autoria própria.

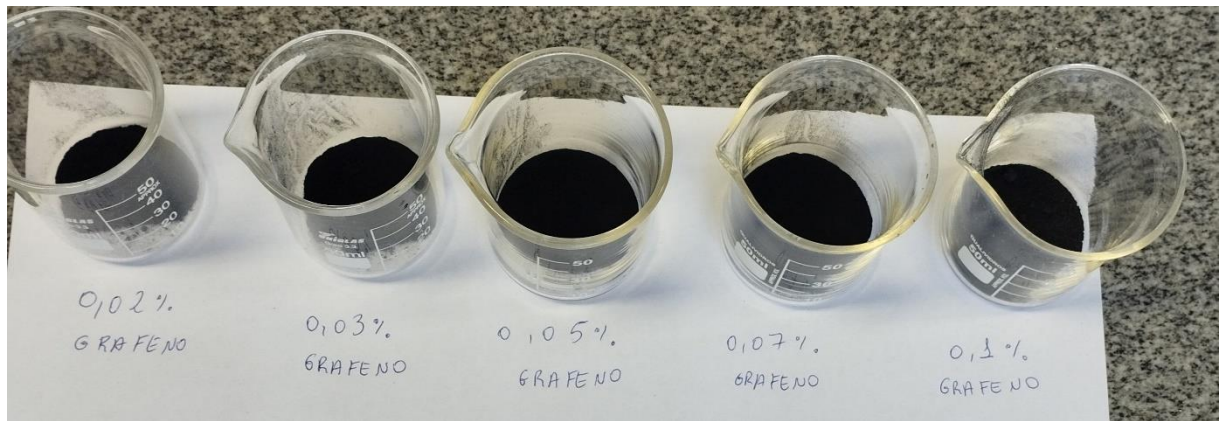
Após a fase da produção da CCA e caracterização do grafeno, procedeu-se para o desenvolvimento dos traços. Para tanto, foi definida a utilização de traço volumétrico de argamassa 1:3 (cimento:areia) e relação a/c: 0,74, denominando-se esta amostra de referência como A0. As demais amostras – A1 a A5 incluem a adição de grafeno, conforme mostra a Tabela 8. A Figura 27 apresenta as proporções de grafeno adicionadas às argamassas.

Tabela 8: Traços de argamassas para dosagem com relação a/c=0,74

Traço de argamassa	Cimento (g)	Água (g)	Areia (g)	Grafeno (%)	Grafeno (g)
A0	808,48	598,27	2.425,44	0	0
A1	808,48	598,27	2.425,44	0,02	0,16
A2	808,48	598,27	2.425,44	0,03	0,24
A3	808,48	598,27	2.425,44	0,05	0,40
A4	808,48	598,27	2.425,44	0,07	0,56
A5	808,48	598,27	2.425,44	0,1	0,80

Fonte: Autoria própria.

Figura 27: Proporções de grafeno utilizadas na pesquisa



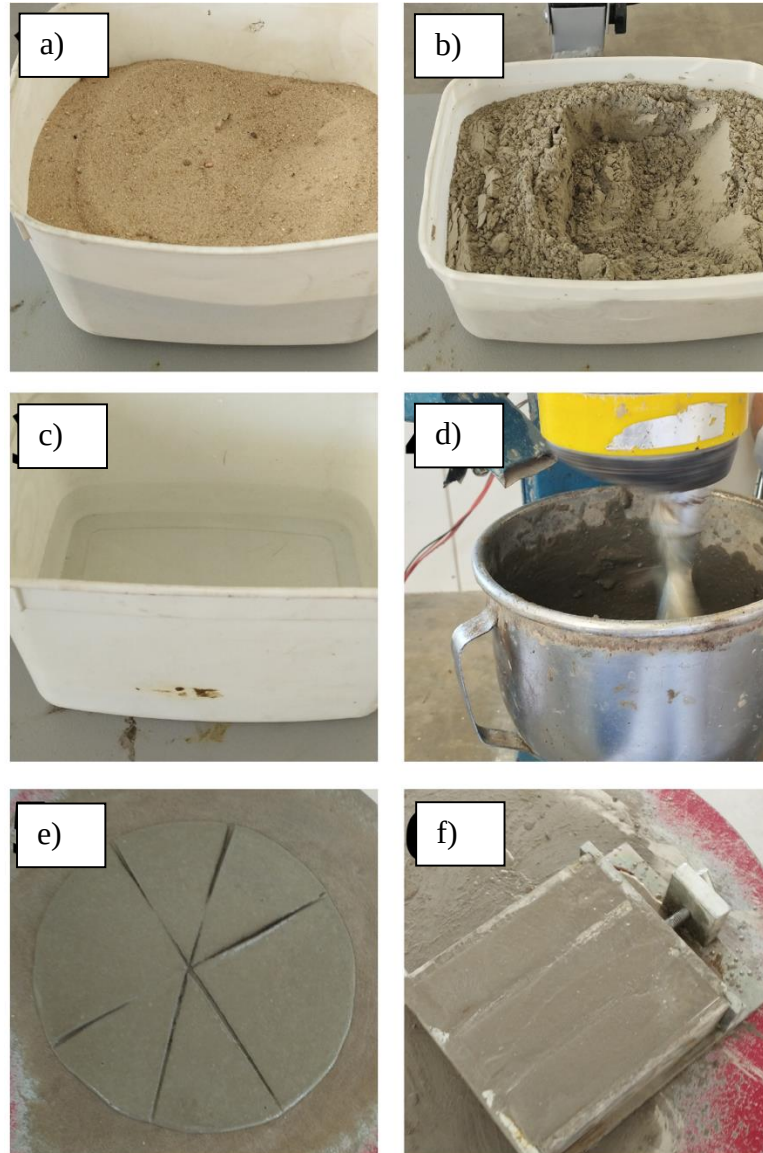
Fonte: Autoria própria.

Para a realização do experimento, foram utilizados seis corpos de prova prismáticos, com dimensões de 4x4x16cm. Previamente à moldagem dos corpos de prova, os materiais foram colocados em uma cuba de argamassadeira para a realização da mistura, conforme orientações da NBR 13276/ 2016 (Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência).

As Figuras 28 (a, b, c, d) ilustram os materiais devidamente separados (areia, cimento e água), o amassamento em argamassadeira padrão para o ensaio, a realização do ensaio de consistência e, por fim, a moldagem.

Logo em seguida, o material foi retirado da argamassadeira e procedeu-se à realização dos ensaios de densidade e de *Flow Table*, objetivando verificar o espalhamento e a trabalhabilidade, respectivamente, para cada amostra. As Figuras 28 (e, f) mostram o processo de moldagem das amostras, começando com a argamassa de referência A0 sem grafeno e os demais traços com adição de grafeno em diferentes percentuais.

Figura 28: Moldagem da argamassa de referência Ao: (a) areia, (b) cimento, (c) água, (d) amassamento, (e) medição do espalhamento em três direções moldagem do traço A0



Fonte: Autoria própria

Para esclarecer, a Figura 29 (a) mostra o grafeno disperso diretamente na mistura seca. As Figuras 29 (b, c) ilustram o amassamento da argamassa. A Figura 28 (d) demonstra o selamento do externo da forma com parafina para não ocorrer perda de material. A Figura 29 (e), por sua vez, evidencia a aplicação do desmoldante internamente na forma. Por fim, a Figura 29 (f) representa a moldagem do traço de argamassa.

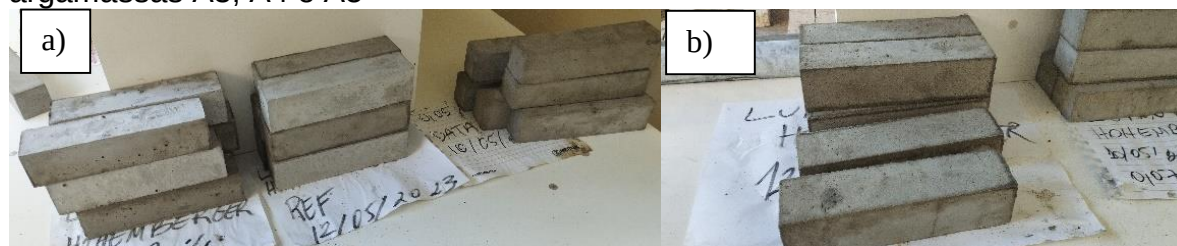
Figura 29: Moldagem dos corpos de prova: (a) dispersão mecânica do grafeno na mistura seca; (b) amassamento na argamassadeira; (c) argamassadeira, (d) aplicação de desmoldante na forma prismática; (e) selando a forma; (f), formas moldadas



Fonte: Autoria própria.

Após aguardar o período de 48 horas para desmolde dos corpos de prova, conforme período estabelecido na NBR 13281-1/2023, os moldes foram encaminhados para a câmara de cura. A Figura 30 (a) ilustra os moldes A0, A1 e A2 das argamassas na câmara de cura, e a Figura 30 (b), os moldes A3, A4 e A5.

Figura 30: Argamassas na câmara de cura: (a) argamassas A0, A1 e A2; (b) argamassas A3, A4 e A5



Fonte: Autoria própria.

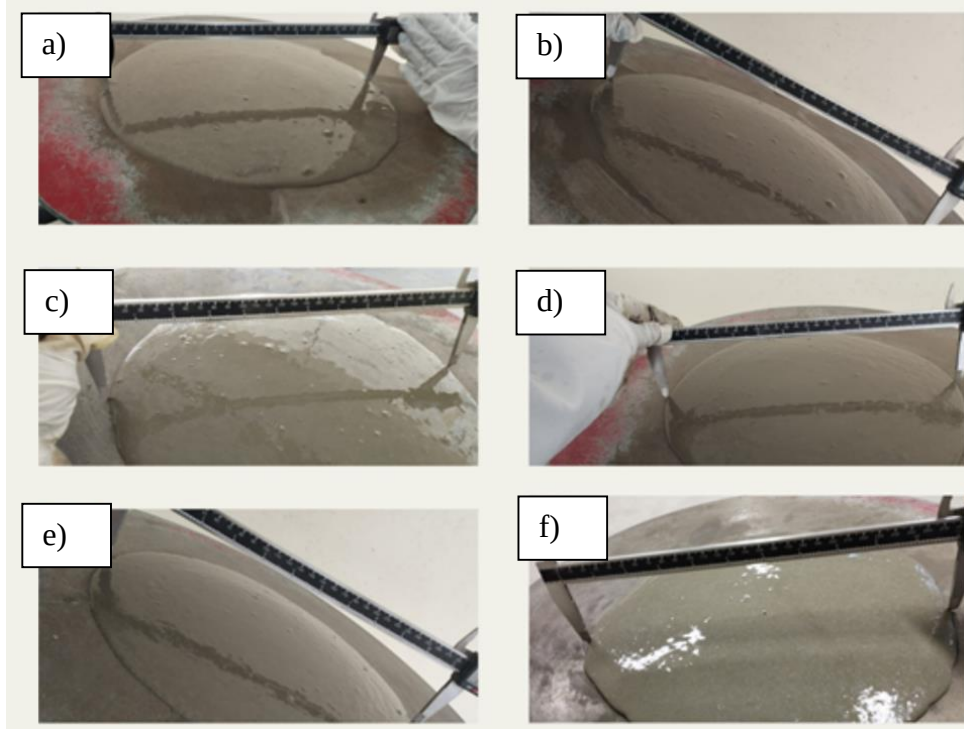
3.4 Medidas de Consistência

Segundo a NBR 13276 /2016 (argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência), a determinação da consistência das argamassas no estado fresco pode ser medida pela mesa de consistência (*Flow table*). Para o desenvolvimento deste teste, é necessário fazer a medição do espalhamento horizontal da amostra. Este ensaio seguiu as recomendações normativas, em que, com auxílio de um cone, foi adicionada a argamassa em três camadas de igual altura e procedeu-se aos golpes com soquete metálico.

Na primeira camada, foram 15 golpes, na segunda 10 e, por fim, cinco. Posteriormente, foi necessário rasar o tronco cônico e retirá-lo verticalmente, aplicando-se 30 golpes, na proporção de 1 golpe/segundo na mesa de espalhamento. Depois, com o auxílio de um paquímetro, foram coletadas três medidas de diâmetro e efetuada a média para determinar o espalhamento da argamassa. Após esse ensaio, executou-se, respectivamente, os ensaios de densidade de massa e teor de ar incorporado.

A Figura 31 mostra o ensaio de espalhamento para o traço de argamassa de referência A0. Após a argamassa ser devidamente produzida, seguindo os padrões estipulados na NBR citada, na mesa *flow table*, foi executado o ensaio de espalhamento, através de cone específico, procedendo-se aos golpes nas três camadas respectivamente.

Figura 31: Ensaio de espalhamento das argamassas: (a) referência Ao: (0% de grafeno); (b) A1: 0,02% de grafeno; (c) A2: 0,03% de grafeno; (d) A3: 0,05% de grafeno; (e) A4: 0,07% de grafeno e (f) A5: 0,1% de grafeno



Fonte: Autoria própria.

3.5 Densidade de massa e teor de ar incorporado

Seguindo as recomendações da NBR 13278/2005 (Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado), efetuou-se o ensaio no Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade Federal do Pampa, campus Alegrete.

Para determinação da densidade de massa, o ensaio deve ser executado com equipamentos específicos, com o apoio de uma balança de precisão, a argamassa vai sendo adicionada a um recipiente cilíndrico. A fórmula que rege esse ensaio é dada pela seguinte equação:

$$D = \frac{M_c - M_v}{V_r} \quad (1)$$

Onde,

D= densidade em massa kg/m³;

Mc= corresponde a massa do recipiente com argamassa utilizado para a realização do ensaio medido com a unidade de medida em gramas;

Mv= corresponde a massa do recipiente vazio utilizado para realizar o ensaio, com a unidade de medidas em gramas; e

Vr= corresponde ao volume do recipiente cilíndrico, com unidades de medidas em cm³.

Ainda, seguindo os requisitos da Norma, de posse da densidade de massa, foi determinado o teor de ar incorporado, utilizando a equação 2:

$$A = 100 \times \frac{D}{Dt} \quad (2)$$

Onde,

A= Teor de ar incorporado na argamassa, sendo expresso em %;

D= É a densidade de massa em gramas por centímetro cúbico (g/cm³); e

Dt= É a densidade de massa teórica em gramas por centímetro cúbico (g/cm³).

Para calcular a densidade de massa teórica da argamassa, é necessário utilizar a equação 3:

$$Dt = \frac{\sum Mi}{\sum \frac{Mi}{\gamma_i}} \quad (3)$$

Onde,

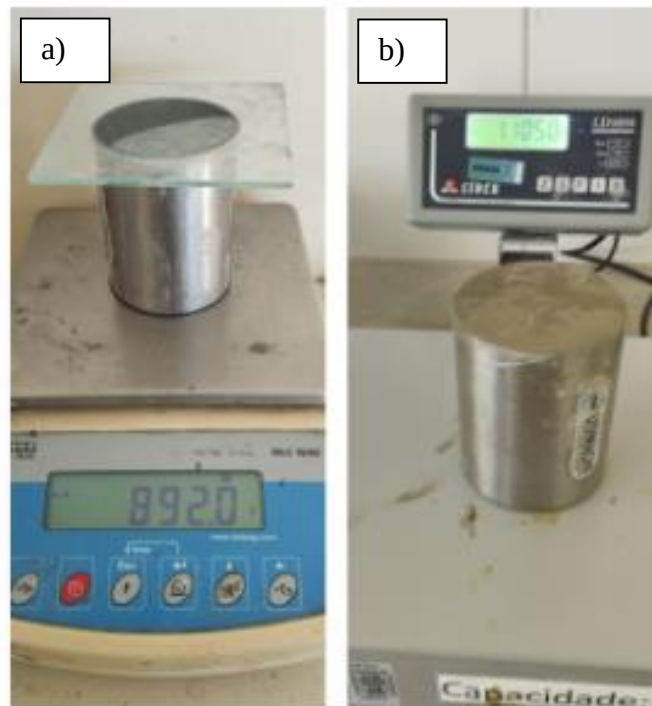
Dt= É a densidade de massa teórica em gramas por centímetro cúbico (g/cm³);

Mi= É a massa seca de cada um dos materiais que constituem a argamassa, em gramas (g); e

γ_i = É a densidade de massa de cada um dos materiais que constituem a argamassa, em gramas por centímetro cúbico (g/cm³).

Na Figura 32, é possível visualizar a execução do ensaio. Enquanto na Fig. 32 (a), ilustra-se a calibração do recipiente para execução do ensaio de densidade de massa, na Fig 32 (b), a argamassa A0 sendo ensaiada para determinação do teor de ar incorporado.

Figura 32: ensaio de determinação da densidade de massa e teor de ar incorporado. (a) Calibração do recipiente, (b) preenchimento com o material a ser ensaiado, argamassa (A0)



Fonte: Autoria própria.

3.6 Ensaio de resistência a compressão axial

O presente ensaio seguiu as recomendações da NBR 13279/2005 e utilizou o equipamento Emic com capacidade de carga de 200 KN. Na Figura 33, é possível perceber o primeiro traço rompido por compressão axial. A NBR estipula que devem ser feitos, no mínimo, três corpos de prova, porém na presente pesquisa foram produzidos seis corpos de prova para cada traço de argamassa, totalizando 36 amostras, com um tempo de cura em 28 dias.

Figura 33: ensaio compressão axial - amostra da argamassa A5



Fonte: Autorio própria.

Em conformidade com a NBR 13279 (Argamassa para assentamento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão), a resistência à compressão axial será calculada em função desta equação:

$$R_c = \frac{F_c}{1600} \quad (5)$$

Onde:

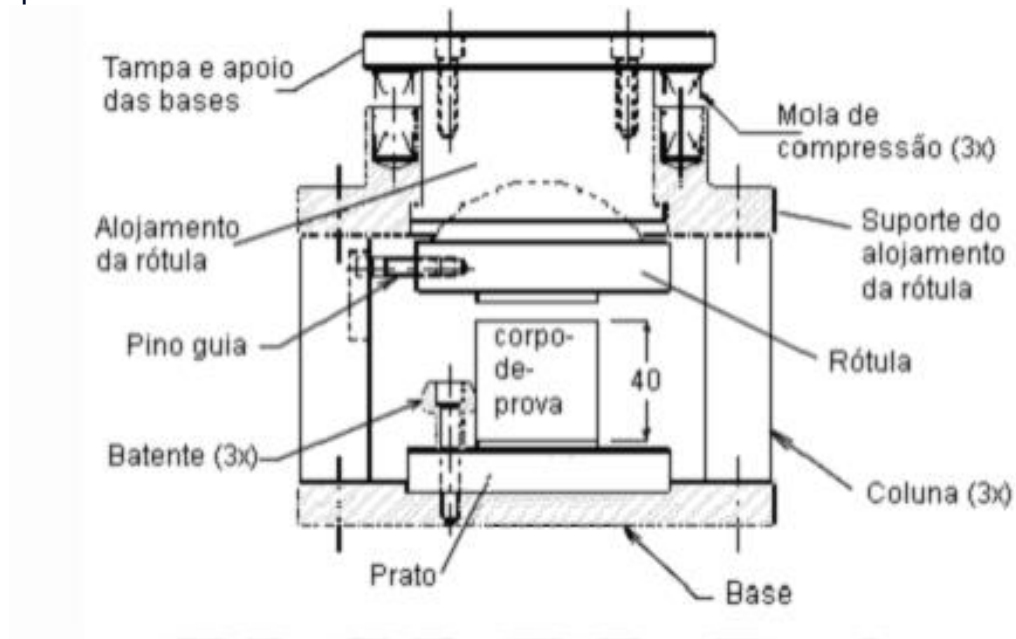
R_c = Resistência à compressão axial, em megapascals (MPa);

F_c = Carga máxima aplicada, em newtons (N); e

1600 = Área da seção considerada quadrada do dispositivo de carga em (mm²).

Na figura 34, é possível visualizar a configuração do dispositivo de carga típico, para realização dos ensaios de resistência à compressão de corpos prismáticos de argamassas:

Figura 34: dispositivo de carga típico para realização de ensaios de resistência à compressão axial



Fonte: NBR 13279/2005.

3.7 Ensaio de resistência à tração na flexão

O presente ensaio seguiu as recomendações da NBR 13279/2005 (Argamassa para Assentamento e Revestimento - Determinação Da Resistência à Tração Na Flexão e Compressão), no qual foi utilizado o equipamento Emic com capacidade de carga de 200 KN. Na Figura 35, demonstra-se o primeiro traço rompido por tração à flexão.

A referida NBR estipula que devem ser realizadas, no mínimo, três corpos de prova para cada traço de argamassa, porém na presente pesquisa foram produzidos seis para cada traço, totalizando 72 corpos de prova, estipulando-se o tempo de cura em 28 dias em câmara de cura em temperatura ambiente. O ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade Federal do Pampa, campus Alegrete.

Figura 35: Ensaio de resistência à tração na flexão - amostra de argamassa A2



Fonte: Autoria própria.

Basicamente neste ensaio é analisada a resistência da argamassa durante seu rompimento. Para a análise dos resultados, será utilizada a seguinte

$$R_f = \frac{1,5 \times F_f \times L}{40^3}$$

equação:

(4)

Onde:

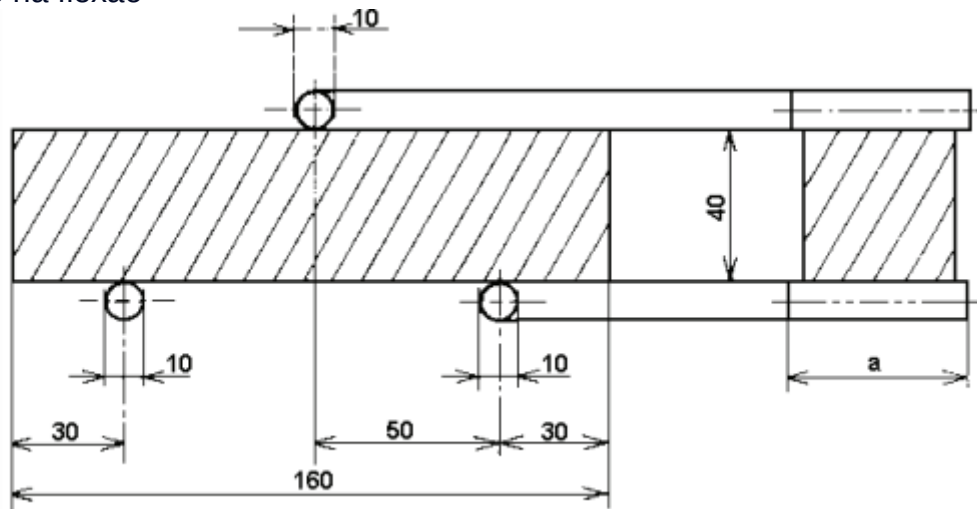
Rf= Resistência à tração na flexão, em megapascal (MPa);

Ff= Carga aplicada verticalmente no centro, em newtons (N); e

L= Distância entre os suportes, em milímetros (mm).

A seguir, a figura 36 mostra a configuração do dispositivo de carga típico para realização dos ensaios de resistência à tração na flexão de corpos prismáticos de argamassas.

Figura 36: dispositivo de carga típico para realização de ensaios de resistência à tração na flexão



Fonte: NBR 13279/ 2005.

CAPÍTULO 4

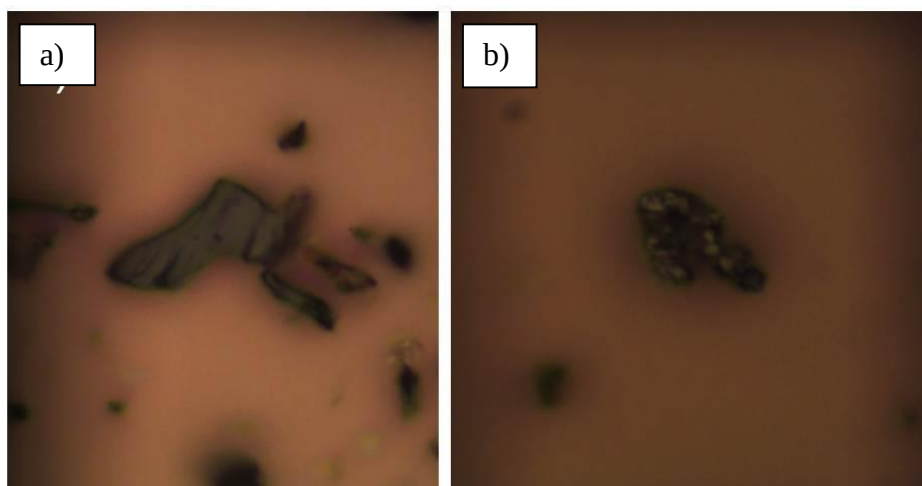
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterizações

4.1.2 Caracterização por espectroscopia Raman

Os resultados obtidos na caracterização por espectroscopia Raman são ilustrados nas Figuras 37 (a) CCA e (b) grafeno, obtido a partir da CCA, observando-se uma nítida diferença morfológica entre eles, com o grafeno apresentando aspecto meio corrugado.

Figura 37: Imagem óptica da CCA (a) e do grafeno produzido a partir da CCA (b)



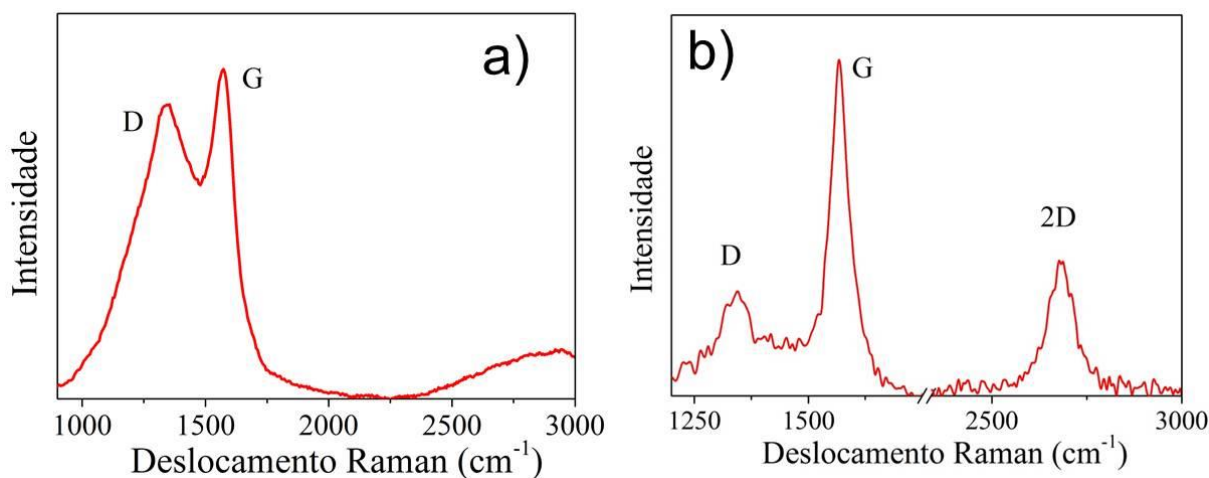
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 38, mostra-se os espectros Raman da CCA (a) e do grafeno (b) produzido a partir desta cinza. Na CCA, nota-se a presença das bandas características de carbono amorfo. A banda D, localizada em $\sim 1338\text{ cm}^{-1}$, surge devido à desordem dos átomos de carbono na estrutura cristalina do material, e a banda G, localizada em $\sim 1567\text{ cm}^{-1}$, está presente em materiais carbonosos de hibridização sp^2 e surge devido à vibração dos átomos de carbono (ligação carbono-carbono). Esta banda é muito importante na identificação da dopagem de materiais grafiticos. Por outro lado, a desordem da estrutura cristalina da CCA diminui após a ativação química com KOH, dando lugar à formação do grafeno, tal como mostrado na Fig. 38 (b). Nesta Fig., nota-se que tanto a intensidade como a largura da banda

D diminui, em tanto que, sua largura diminui, indicando que o sistema passou a ser altamente ordenado. Outro indicativo que o material produzido é grafeno é a presença da banda 2D, localizada em $\sim 2682 \text{ cm}^{-1}$, resultado de um processo de dupla ressonância com dois fonons espalhados e relacionada intrinsecamente com o número de camadas de grafeno em um empilhamento.

Com a finalidade de obter informação sobre a desordem e o número de camadas do grafeno produzido a partir da CCA, foi determinada a razão entre as intensidades integradas das bandas D, G e 2D (I_D/I_G para desordem e I_{2D}/I_G para o número de camadas do grafeno). Foi encontrado $I_D/I_G \sim 0,5$ e $I_{2D}/I_G \sim 0,7$. Esses resultados estão de acordo com resultados relatados na literatura. Por exemplo, Severo et al. relataram $I_D/I_G \sim 1,0$ e $I_{2D}/I_G \sim 0,6$ para o grafeno produzido a partir de cinza de serragem de madeira queimada à temperatura e tempo de $850^\circ\text{C}/60 \text{ min}$, tal como reportado neste trabalho.

Figura 38: Valores médios dos espectros Raman da CCA (a) e do grafeno (b)



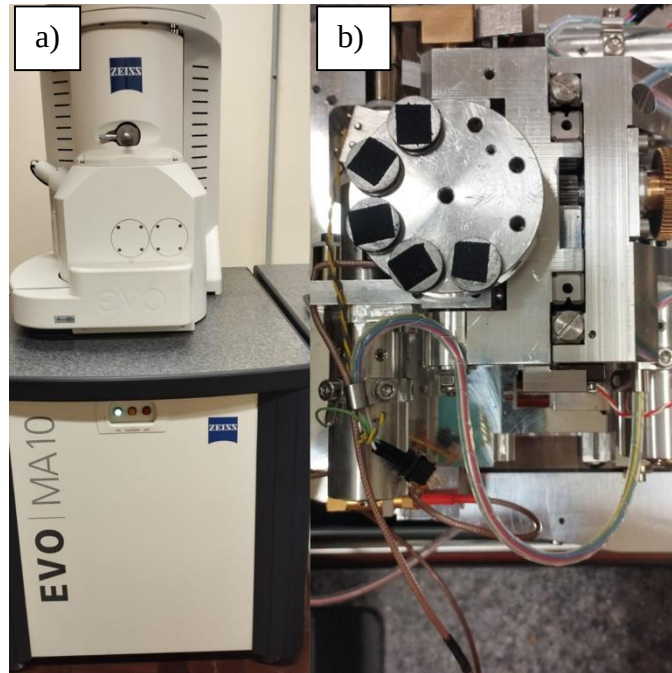
Fonte: Autoria própria.

4.1.2 Caracterização por MEV

As amostras de grafeno produzidas a partir da biomassa capimannoni foram submetidas à caracterização por microscopia de varredura eletrônica (MEV), na seguinte sequência: o material foi cuidadosamente depositado em substrato de SiO_2 , pelo método de esfoliação micromecânica. Na Figura 39 (a), demonstra-se o equipamento no qual as amostras foram analisadas e, na Figura 39 (b), as amostras

sendo preparadas para passar por análise no feixe de elétrons do equipamento EVO MA10. O ensaio foi realizado no Laboratório de Metalografia da Universidade Federal do Pampa Unipampa, campus Alegrete/RS.

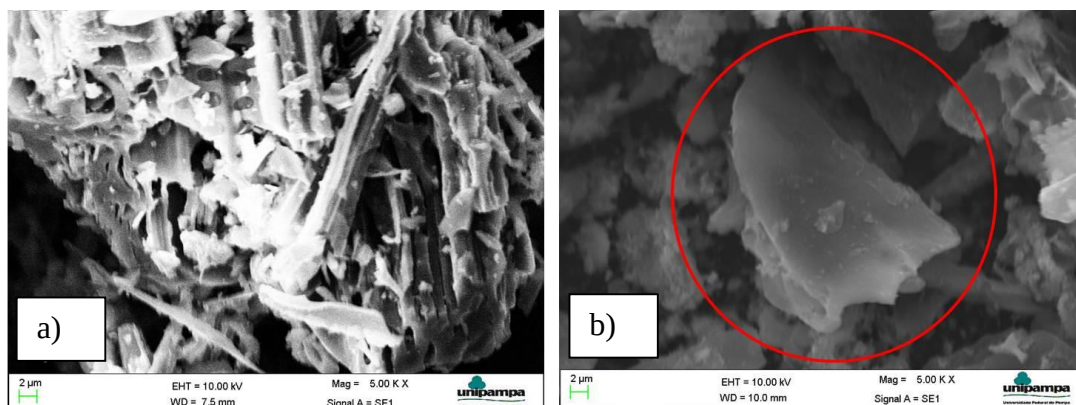
Figura 39: Caracterização MEV das amostras: (a) equipamento e (b) amostras



Fonte: Autoria própria.

Com a finalidade de obter informação da morfologia das amostras de CCA e do grafeno produzido, imagens MEV foram realizadas em ambas amostras. A Figura 40 mostra imagens MEV da CCA (a) e do grafeno (b). Nota-se que, após a ativação química com KOH, a CCA transformou-se em folhas de grafeno, tal como mostrado pelo círculo vermelho na Figura 40 (b). A resolução de ambas imagens é de 5.000 K vezes, e a voltagem usada durante a medida é de 10 KV.

Figura 40: Imagens MEV da CCA (a) e do grafeno produzido a partir da CCA (b)



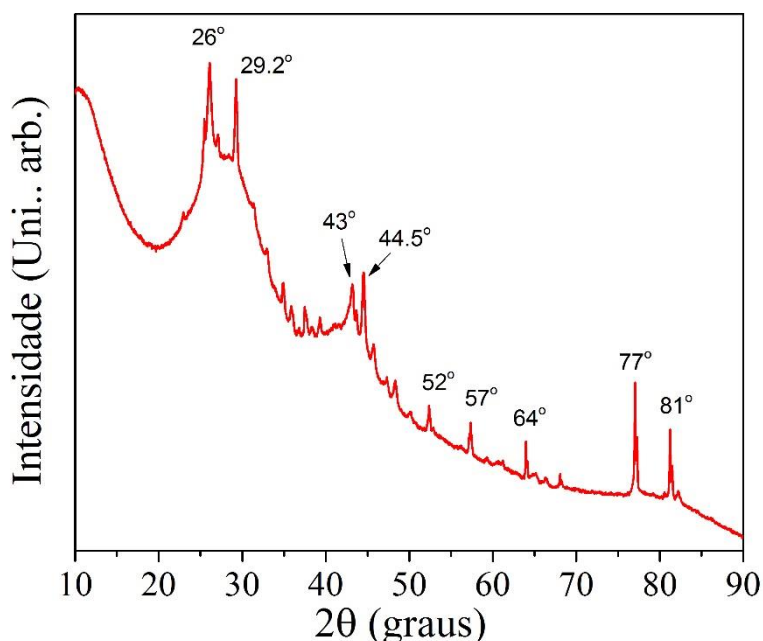
Fonte: Autoria própria.

Pela caracterização MEV, pode-se corroborar com outros autores que denotam a sintetização de grafeno obtido a partir de biomassas como sendo uma técnica eficiente e eficaz, que consegue produzir um grafeno de boa qualidade, com baixo custo, bem como uma técnica produtiva sem emissão de poluentes, logo classificando-se como produção limpa e economicamente viável.

4.1.3 Caracterização por DRX

Neste trabalho, as medidas de DRX foram realizadas usando o difratômetro da marca Rigaku, o qual tem uma fonte de radiação com $\lambda = 1,54 \text{ nm}$, tensão de 40 KV. Cada medida foi realizada com um tempo de interação de 18 s, e foram realizadas cinco medidas para cada amostra. Na Figura 41, mostra-se o valor médio das medidas de DRX, em que é possível observar a presença de vários picos, sendo o pico localizado em $2\theta = 26^\circ$, correspondente ao plano cristalino (002). Os picos localizados a 26° e $\sim 29^\circ$ fazem parte de um pico largo e característico do grafeno e grafite, tal como reportado por Asif, et al. (2023). Esses autores reportaram a presença de vários picos em grafeno produzido a partir de biomassas e depois tratado quimicamente. De forma semelhante, picos adicionais aparecem em 29.2° , 43° , 44.5° , 52° , 57° , 64° , 77° , 81° , mostrando a formação de fases cristalinas, assim como também a estrutura amorfa (29.2° , 43°). Isso sugere uma mistura de fases com diferentes tamanhos de partículas (Pereira, 2023).

Figura 41: Valor médio do espectro DRX do grafeno obtido a partir da biomassa CA



Fonte: Autoria própria.

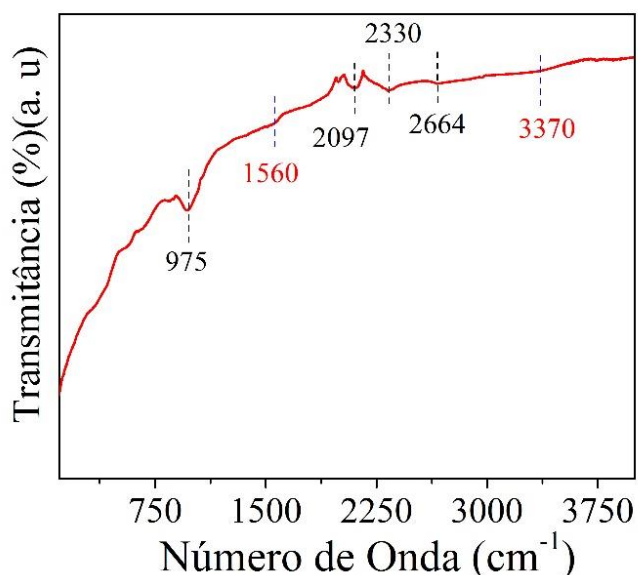
4.1.4 Caracterização por FTIR

Na Figura 42, mostra-se o valor médio (de um total de cinco medidas de uma mesma amostra) do espectro FTIR da amostra do grafeno produzido a partir da CCA, onde é possível observar picos bem resolvidos em 975, 2097, 2330 e 2664 cm^{-1} . Também é possível perceber picos largos ligeiramente resolvidos a 1560 e 3370 cm^{-1} . O pico em 975 cm^{-1} é atribuído a grupos Si-O-Si simétricos e assimétricos. Entretanto, Ariyanti et al. (2023) mostraram esse pico a 1099 cm^{-1} na síntese de grafeno derivado da cinza de casca de arroz. Ao contrário do grafeno obtido de outros tipos de biomassa, três novas bandas aparecem em 2097, 2330 e 2664 cm^{-1} . O pico em 2330 cm^{-1} é atribuído às vibrações de estiramento C-C, semelhante aos resultados relatados por Yang et al. (2010), enquanto os picos a 2097 e 2664 cm^{-1} são atribuídos a vibrações de estiramento C-O, como nos grupos carboxilato, segundo Yang (2010).

A banda em $\sim 1560 \text{ cm}^{-1}$ é atribuída ao modo de estiramento C=C. De acordo com Khalil et al. (2022), as bandas observadas na região 1500-1700 cm^{-1} são atribuídas ao modo de estiramento de alguns grupos C=C e C=O diferentes. Finalmente, a banda larga em torno de 3370 cm^{-1} corresponde à vibração de estiramento do grupo funcional O-H. Essas bandas estão de acordo com o grafeno

preparado a partir de nanopartículas de lignina através da combinação de carbonização e pirólise (Dong, 2020).

Figura 42: Valor médio do espectro FTIR do grafeno produzido a partir da CCA

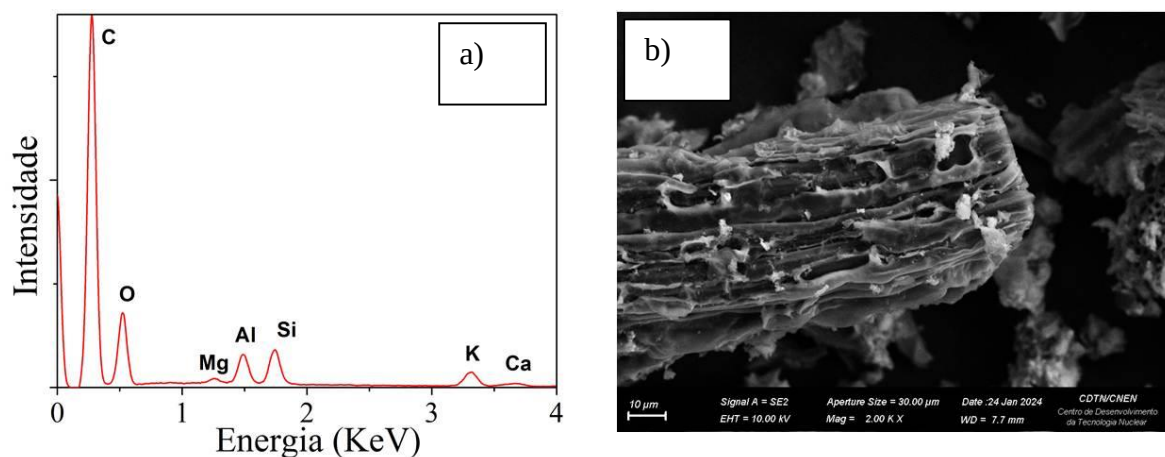


Fonte: Autoria própria.

4.1.5 Caracterização por EDS

Na Figura 43 (a), mostra-se o valor médio (de três medidas da mesma amostra em posições diferentes) do espectro EDS da amostra do grafeno produzido, onde nota-se a presença, em maior quantidade, dos elementos Carbono (C), Oxigênio (O), e, em menor quantidade, dos elementos Alumínio (Al), Silício (Si), Potássio (K) e Cálcio (Ca) O. Na Figura 43 (b), mostra-se a imagem MEV de uma das regiões onde foi tirada a medida EDS. Deve-se ressaltar que a região registrada na imagem não corresponde à mesma da amostra da Figura 37 (b), mas sim ao material da mesma amostra, razão pela qual as imagens MEV não são as mesmas.

Figura 43: (a) Valor médio das medidas de EDS do grafeno produzido, mostrando os elementos presentes na amostra; (b) imagem MEV de uma das regiões onde foi tirada a medida EDS



Fonte: Autoria própria.

4.2 Consistência por Espalhamento

A trabalhabilidade foi analisada seguindo as recomendações da NBR 13276 (argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência). Como pode ser visualizado na Tabela 9, houve uma pequena diminuição por espalhamento na consistência das argamassas estudadas, sendo que a amostra A5 com teor 0,1% de grafeno foi a que apresentou a maior diferença, em relação às demais amostras. As medidas de espalhamento ficaram acima da estipulada pela norma NBR, devido ao fato de que a relação água cimento (a/c) usada nos ensaios é diferente daquela estipulada pela norma. Esta medida foi escolhida, considerando que o grafeno tem a capacidade de deter parte da água da mistura, ou seja, nesta pesquisa foi fixada a relação a/c em função da trabalhabilidade para todas as amostras. O teor de grafeno produzido a partir da biomassa capimannoni foi gradativamente adicionado a cada traço, observando-se que houve como consequência um menor espalhamento, sendo possível visualizar a retração na argamassa.

Esse comportamento é o esperado quando se compara este resultado com valores da literatura, como Nascimento (2022) que pesquisou diferentes teores de grafeno para traços de argamassa. O resultado da consistência ratifica esse comportamento de retração do material cimentício, quando incrementado com nanomateriais.

Considerando que se objetiva investigar o efeito do grafeno obtido através da biomassa capimannoni nas propriedades dos seis traços estudados, manteve-se esta relação a/c em 0,74. Fazendo um comparativo com os resultados alcançados, comprova-se que, quando é aumentado o teor em % de grafeno, a trabalhabilidade se reduz em torno de 2,88% da amostra A5 com 0,1 % de grafeno, quando comparada à argamassa de referência (sem adição de grafeno). Essa tendência é demonstrada na Tabela 9, o que denota que houve uma adequada dispersão do grafeno nas amostras estudadas.

Tabela 9: Resultado das consistências por espalhamento das argamassas estudadas

Traço	a/c	Teor Grafeno	Índice de consistência (mm)
A0	0,74	0%	312
A1	0,74	0,02%	311
A2	0,74	0,03%	309
A3	0,74	0,05%	308
A4	0,74	0,07%	305
A5	0,74	0,1%	303

Fonte: Autoria própria.

4.3 Densidade de massa e teor de ar incorporado

Para determinar a densidade de massa foram seguidos os procedimentos normativos da NBR 13278 (ABNT, 2005). Para determinar o teor de ar incorporado procedeu-se com a medição da massa do recipiente metálico vazio com a placa de vidro; posteriormente, colocou-se o recipiente com água destilada juntamente com a placa de vidro; e por fim, o recipiente metálico preenchido com a argamassa. Esses ensaios foram realizados em todos os traços desta pesquisa.

Na Tabela 10, é possível visualizar os resultados das densidades de massas das amostras de argamassas. Observa-se que a argamassa A2 com 0,03% de grafeno apresentou maior densidade de massa.

Segundo Nascimento (2022), um empacotamento mais eficiente das partículas induz a um significativo aumento na densidade de massa. Esse fenômeno decorre do incremento no teor de material pulverulento, ao passo que observa-se

uma correspondente redução no teor de água. Essa interação entre o aumento do empacotamento das partículas e a otimização da relação entre material pulverulento e teor de água resulta em uma notável densificação do produto, proporcionando vantagens substanciais nas propriedades físicas do material. Essa sinergia entre fatores propicia um material mais compacto e coeso, impactando positivamente na eficiência e no desempenho.

Tabela 10: Resultado da densidade de massa e do teor de ar incorporado nas amostras estudadas nesta pesquisa

Traço	Densidade de massa (g/cm³)	Teor de Ar Incorporado (%)
A0	1,62	24,29
A1	2,09	6,07
A2	2,27	3,27
A3	2,24	2,33
A4	2,21	4,67
A5	2,14	0,46

Fonte: Autoria própria.

No tocante ao teor de ar incorporado, após os ensaios é possível verificar que, quanto menor a densidade de massa, maior será o teor de ar incorporado. Porém, na argamassa A5, a amostra não seguiu a tendência esperada. Esse parâmetro é influenciado por alguns fatores, como: condições de execução do ensaio, tempo de execução e de mistura, entre outros. A amostra A2 apresentou um aumento de 41% na densidade de massa em relação à argamassa de referência A0 (sem adição de grafeno). Nos estudos conduzidos por Corso (2018), no que se refere ao teor de ar incorporado, o aumento está relacionado ao teor de grafeno na mistura.

4.4 Resistência a compressão axial

Para o ensaio de compressão axial foram seguidas as recomendações da NBR 13279/2005 (argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão), utilizando-se o equipamento Emic DL 20000-BR, com capacidade de carga de 200 kN.

Na Figura 44, observa-se o traço da argamassa A5 rompido por compressão axial. A NBR citada anteriormente especifica que devem ser preparados, no mínimo, três corpos de prova. Nesta pesquisa, foram produzidos seis modelos para cada mistura de argamassa, com um tempo de cura estabelecido de 28 dias.

Figura 44: Ensaio de compressão axial da amostra A5 com 0,1% de grafeno



Fonte: Autoria própria.

Com relação à resistência à compressão axial, conforme pode ser visualizado na Tabela 11, embora tenham havido algumas médias significativas diferentes, o maior valor em média (27,47 MPa) foi observado na argamassa A2, acrescida de 0,03% de grafeno, e a menor média da resistência à compressão (21,48 MPa) foi na argamassa A5, acrescida de 0,1% de grafeno.

Wang et al. (2013) e Song e Li (2021) observaram um aumento na resistência à flexão e à compressão em pastas de cimento contendo óxido de grafeno, mesmo com a redução da fluidez. Isto pode ser atribuído à capacidade do óxido de grafeno

de promover uma forte interação interfacial nos grupos carboxílicos e na hidratação da argamassa, como indicado por Silva et al. (2021).

Além disto, devido à natureza ultrafina dos nanomateriais, estes atuam preenchendo os poros entre os grãos de cimento, resultando em uma microestrutura mais densa. Essa característica contribui para uma maior resistência à penetração de substâncias nocivas, permitindo, assim, a resistência às forças adversas do ambiente (Song; Li, 2021).

Tabela 11: Médias e desvios padrões dos ensaios mecânicos realizados nas argamassas com diferentes porcentagens de grafeno: A0 (0,00%); A1 (0,02%); A2 (0,03%); A3 (0,05%); A4 (0,07%); A5 (0,1%)

Tratamentos	Resistência à Compressão Axial (MPa)
A0	24,95 ^{ab} ±2,19
A1	26,47 ^a ±1,26
A2	27,47 ^a ±2,46
A3	24,40 ^b ±2,34
A4	24,15 ^{ab} ±2,37
A5	22,75 ^b ±1,91

*Sobrescritos iguais na mesma coluna, para a mesma variável resposta, indicam médias sem diferença estatisticamente significativa com 5% no Teste de Tukey.

Fonte: Autoria própria.

Foram conduzidas análises estatísticas nos parâmetros de resistência à tração na flexão e resistência à compressão, utilizando ANOVA com o teste de Tukey a um nível de significância de 5%. O propósito foi de avaliar se os tratamentos adicionados de grafeno apresentavam diferenças significativas em relação à média da argamassa de referência (sem grafeno) ou se mantinham constantes.

Essa abordagem permite também avaliar a viabilidade das misturas realizadas e compará-las com as pesquisas de argamassas cimentícias destinadas à sustentabilidade no contexto da construção civil.

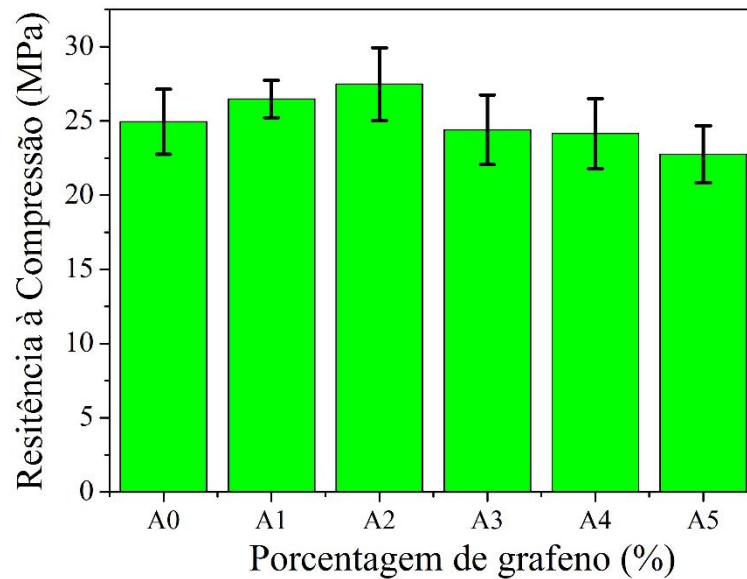
As análises estatísticas foram conduzidas por meio dos *softwares* Statistica 12.0 e OriginPro 2023b.

Com o intuito de analisar a influência do teor de grafeno obtido a partir da biomassa *capim annoni* nas propriedades mecânicas da argamassa, foram realizados os testes de resistência à tração na flexão e, logo em seguida, o teste de resistência

à compressão. As amostras de argamassas foram ensaiadas quanto aos parâmetros mecânicos após 28 dias de cura.

Em relação à média, o melhor resultado foi identificado para a argamassa A2 com 0,03% de grafeno (6,10 MPa), como ilustra a Figura 45.

Figura 45: Análise de variância e gráfico de barras para a resistência à compressão axial



Fonte: Autoria própria.

4.5 Resistência à tração na flexão

O ensaio de tração na flexão foi executado com base nos requisitos normativos da NBR 13279 (ABNT, 2005). A referida norma exige que sejam moldados três corpos de prova para cada traço. Entretanto, nesta pesquisa foram moldados seis corpos de prova, dos quais um traço não tinha a presença de grafeno e outros cinco teores variados de grafeno obtidos a partir da biomassa capimannoni, para ensaio aos 28 dias. Na Figura 46, demonstra-se a realização do ensaio de tração na flexão para a amostra de argamassa A5.

Figura 46: Argamassa A5 sob ensaio de tração a flexão



Fonte: Autoria própria.

Pelos resultados apresentados na Tabela 12, em que foi analisada a significância para teste de resistência à tração na flexão, é possível verificar que não houve diferenças significativas entre as argamassas acrescidas de grafeno nas proporções 0,05%, 0,07% e 0,1%, respectivamente, assim como em relação à argamassa de referência.

Tabela 12: Médias e desvios padrões dos ensaios mecânicos realizados nas argamassas com diferentes porcentagens de grafeno (%): A0 (0,00%); A1 (0,02%); A2 (0,03%); A3 (0,05%); A4 (0,07%); A5 (0,1%)

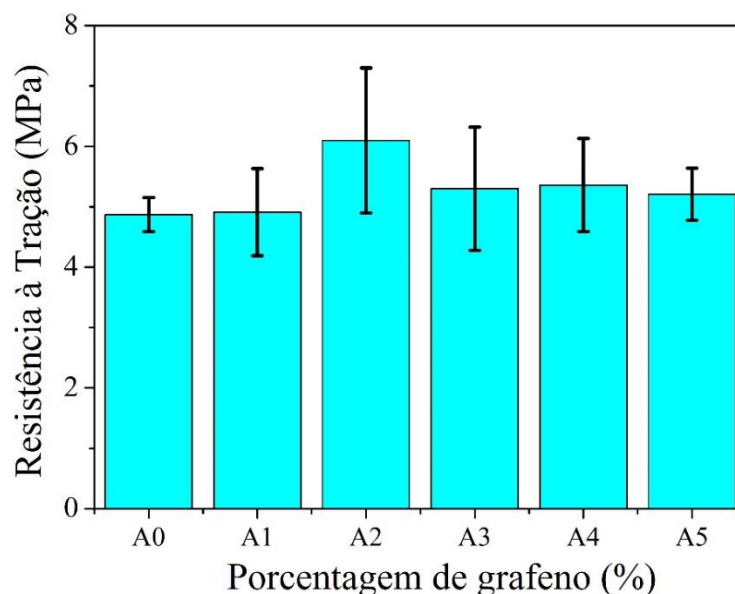
Tratamentos	Resistência à tração na flexão (MPa)
A0	4,87 ^{ab} ±0,28
A1	4,91 ^b ±0,72
A2	6,10 ^a ±1,2
A3	5,30 ^{ab} ±1,02
A4	5,36 ^{ab} ±0,77
A5	5,21 ^{ab} ±0,43

*Sobrescritos iguais na mesma coluna, para a mesma variável resposta, indicam médias sem diferença estatisticamente significativa com 5% no Teste de Tukey.

Fonte: Autoria própria.

Objetivando verificar a influência do teor de grafeno obtido a partir da biomassa *capimannoni* nas propriedades mecânicas de tração na flexão dos corpos de prova de argamassa aditivada, os parâmetros mecânicos foram analisados após 28 dias de cura. Na Figura 47, visualiza-se o ANOVA para os resultados mecânicos de resistência à tração na flexão.

Figura 47: Análise de variância e gráfico de barras para a resistência à tração na flexão



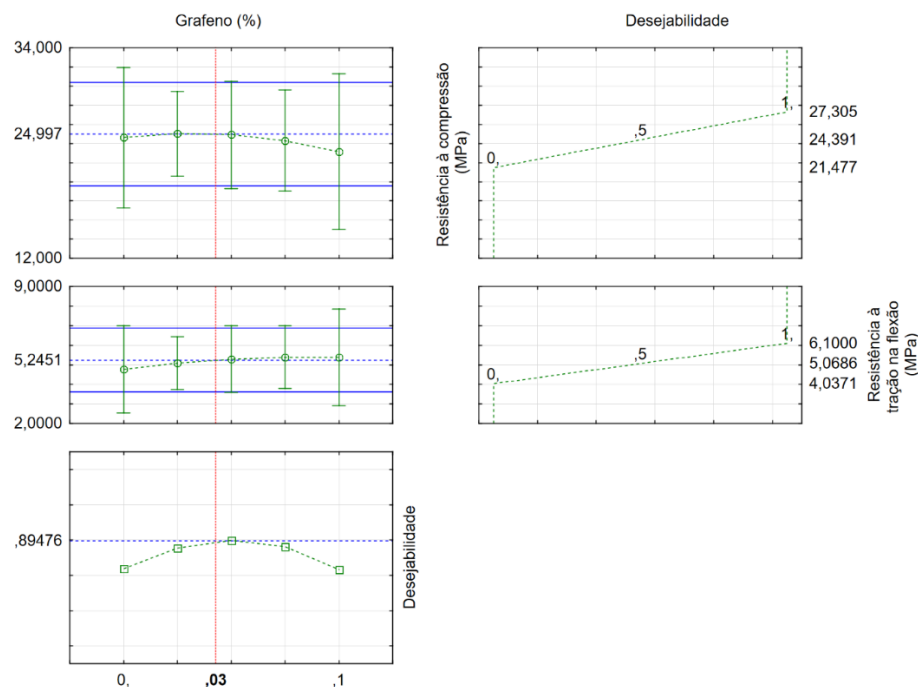
Fonte: Autoria própria.

O aumento na resistência à tração na flexão com a adição de grafeno, conforme a Figura 47 acima, está atribuído aos efeitos sinérgicos deste material com a pasta cimentícia. Por sua vez, a redução na flexão pode estar ligada à aglomeração das placas, pois os nanomateriais com altas áreas específicas estão sujeitas à aglomeração por interações secundárias, podendo ocasionar dispersão ineficaz das partículas e, conseqüentemente, provocar o aumento dos poros internos e da porosidade (TUFAIL et al. 2022).

Fazendo-se uso agora dos resultados obtidos por meio da análise mecânica e objetivando verificar matematicamente a viabilidade de todos os resultados, bem como qual seria a melhor porcentagem do grafeno em relação à argamassa de referência, aplicou-se a função desejabilidade (Figura 48). Nesta análise, verifica-se que, com cerca de 89% de probabilidade de se ter resultados ótimos, a argamassa com 0,03% de grafeno em relação ao peso de cimento foi a amostra que apresentou os melhores resultados no teste de tração à flexão e compressão.

A aplicação de função de desejabilidade na otimização de métodos analíticos traz inúmeras vantagens, como: eficiência, economia e objetividade na otimização de procedimentos com múltiplas respostas (Candiotti et al., 2014), sendo possível analisar a viabilidade de aplicação das misturas realizadas.

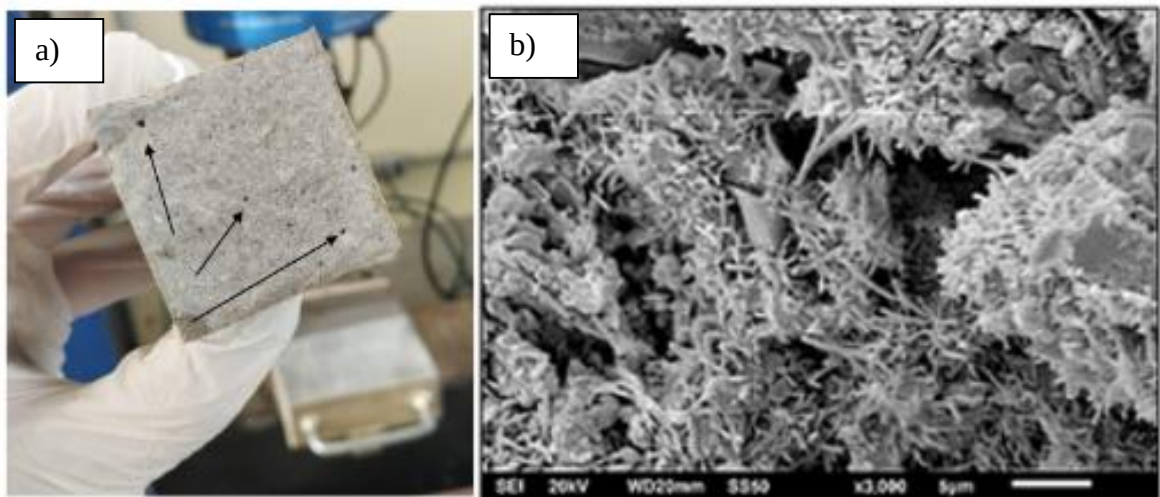
Figura 48: Resultado da análise da função desejabilidade e viabilidade dos resultados



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 49 (a), é possível visualizar a amostra de argamassa A5, com a presença de vazios com maior teor de grafeno, devendo-se ao fato de que, quanto maior a concentração de nanomateriais na mistura, menores os resultados da tração na flexão. Esse resultado pode ser corroborado por Batis et al. (2022) que, em sua pesquisa, ao aumentar o teor de nanomaterial, demonstra o surgimento de pontes de fissuras na microestrutura da argamassa aditivada com nanomateriais, ocasionado queda de resistência.

Figura 49: (a) Vazios na amostra A5 com 0,1% de grafeno, (b) Pontes de fissuras na microestrutura da argamassa com maior teor de nanomaterial - referência na literatura



Fonte: Autoria própria.

Pesquisas precursoras em que autores analisaram a resistência à tração na flexão e a compressão axial de materiais, contendo adição de diferentes teores de grafeno e relação água cimento, podem ser consideradas de extrema importância para correlacionar resultados.

A presente pesquisa obteve valores divergentes de incremento de resistência para a compressão axial quando comparado à literatura. Para o valor da resistência da tração à flexão, observou-se 25,26% de incremento, quando comparada ao traço de argamassa A0 (sem adição de grafeno). Isso pode ser atribuído ao fato de termos utilizado na presente pesquisa uma relação água/cimento maior que a literatura. Esse resultado demonstra melhoria nas propriedades mecânicas, sendo que não foram utilizados quaisquer aditivos plastificantes para auxiliar na dispersão do

grafeno, porque se teve o intuito de observar o comportamento real do efeito do grafeno da biomassa *capim annoni* quando incorporada à argamassa.

Os resultados obtidos no presente estudo referentes à resistência à tração na flexão de 25,26% aproximam-se aos alcançados por Sun et al. (2020), que usaram aditivo plastificante, resultando em 23,04%.

Nas pesquisas conduzidas por Lv et al. (2013), ao acrescentar um teor de 0,03% de grafeno em base cimentícia em argamassas, os autores observaram um incremento de 70,7% na resistência à tração na flexão, ao passo que, ao aumentar o teor de nanotecnologia para 0,04%, houve uma queda na resistência para 28,4%.

Segundo Yang et al. (2017), incorporando grafeno a bases cimentícias, é possível uma construção altamente sustentável, apresentando as seguintes vantagens:

- a)** menor consumo de cimento, com garantia de melhoria nas propriedades mecânicas de argamassas;
- b)** favorece um design arrojado e projetos tanto estruturais quanto arquitetônicos inovadores, devido ao menor peso próprio da estrutura;
- c)** expressa excelente resistência à permeabilidade, graças à baixa porosidade;
- d)** apresenta elevada resistência inicial, fazendo com que os tempos de ciclo de construção sejam reduzidos;
- e)** confere boa capacidade de resistência ao fogo, oriundo de sua alta condutividade térmica.

Somado a isso, ao sintetizar grafeno a partir de biomassas denominado bio-grafeno, Safian (2020) afirma que é possível produzir grafeno com todas as características semelhantes ao derivado do grafite, por exemplo, pelo fato de utilizar uma fonte natural renovável e ainda com alto teor de carbono, tornando, assim, o processo sustentável.

CAPÍTULO 5

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo, apresenta-se as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

5.1 Conclusões

Apesar de ser um tema relativamente novo, as pesquisas precursoras com a temática de inserir grafeno em compósitos cimentícios como argamassas, datam da última década. Ainda existem desafios a serem vencidos tanto na questão da dosagem do nanomaterial, quanto ao método de dispersão do mesmo à mistura.

As propriedades mecânicas de argamassas aditivadas com nanotecnologia estarão relacionadas diretamente aos seguintes aspectos: a) tipo de biomassa escolhida para a sintetização do grafeno; b) dosagem do nanomaterial à mistura; c) método de dispersão do nanomaterial à mistura; d) escolha dos agregados constituintes do traço da argamassa.

É fundamental destacar a importância do grafeno para a melhoria das propriedades físicas e químicas dos materiais. Os autores Li et al. (2017) exploraram a incorporação de grafeno em polímeros, revelando melhorias significativas na resistência mecânica e condutividade térmica. A aplicação do grafeno em compósitos cerâmicos, como discutido por Ramírez et al. (2021), também mostrou melhorias nas propriedades estruturais e elétricas, abrindo caminho para avanços em vários campos, desde eletrônica à materiais de construção.

O futuro do grafeno derivado de biomassa sustentável promete revolucionar a indústria de materiais avançados e abrir caminho para uma era de inovação sustentável e consciente.

A partir da análise dos resultados obtidos, conclui-se que:

- a) a temperatura e o tempo de queima de 850 °C/ 60 min, adotados neste trabalho, apresentaram-se adequados para a produção do grafeno a partir da biomassa capimannoni;

- b) utilizando o reagente químico KOH na proporção de 1:4, foi possível produzir grafeno de boa qualidade a partir da biomassa CA, alcançando resultados satisfatórios com baixo custo de produção;
- c) usando as cinco técnicas de caracterização (MEV, Raman, FTIR, DRX e EDS), é possível afirmar que o grafeno, obtido através da biomassa capim annoni, é de boa qualidade e uma forte opção para o mercado;
- d) a relação água/cimento foi testada e fixada em função da trabalhabilidade da argamassa, na qual foi possível moldar com êxito todas os seis traços de argamassas estipuladas, com teores variados de grafeno, obtido a partir da biomassa capim annoni;
- e) a argamassa A2 com teor de 0,03% de grafeno, obtido a partir da biomassa capim annoni, apresentou uma resistência média à compressão axial de 27,47 MPa, que representa um incremento de 10,0% em comparação à argamassa de referência A0;
- f) após ensaio de tração na flexão, na amostra de argamassa A2 com teor de 0,03%, verificou-se um pico de resistência de 6,10 MPa, representando um incremento de 25,26%, em comparação à argamassa de referência A0 (sem adição de grafeno) e, após teste de desejabilidade, o valor obtido para o incremento de resistência apresentou-se como ideal entre os valores estudados.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Após a realização deste trabalho, seguem as sugestões para trabalhos futuros:

- a) utilizar outro aditivo para ativação de grafeno na biomassa capim annoni;
- b) verificar a sintetização em outras temperaturas, sugerindo: 900°C e 950°C;
- c) avaliar a resistência ao fogo de argamassa com adição de grafeno obtido através de capim annoni; e
- d) avaliar a aderência de argamassa com adição de grafeno obtido através de capim annoni.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13281**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Requisitos. Rio de Janeiro, 2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 13278**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 13279**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 13279**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 248**: Agregados– Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 9776** Agregados– Determinação da composição granulométrica. Rio de Julho, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 52**: Agregado miúdo – Determinação de massa específica e massa específica aparente. São Paulo, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 7211**: Agregados para concreto – Requisitos. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS **NBR 7215**: Cimento Portland Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019.

ALFAYA, H.; SUÑÉ, L. N. P.; SIQUEIRA, C. M. G. **Efeito da amonização com uréia sobre os parâmetros de qualidade do feno do capim-annoni 2 (Eragrostis plana Nees)**. R. Bras. Zootec., v. 31, n. 2, p. 842-851, 2002.

Ayuma, N., Tahir, M., Fadzli, M., Abdollah, B., Tamaldin, N., e Amiruddin, H. (2017). **"Potencial de cultivo de grafeno a partir de resíduos sólidos"**, *Continuação do Simpósio SAKURA de Ciência e Engenharia Mecânica* (novembro), 26-28. https://books.google.com.my/books/about/Proceedings_of_SAKURA_Symposium_on_Mecha.html?id=pM49DwAAQBAJandredir_esc=y

Akhavan, O., Bijanzad, K., e Mirsepah, A. (2014). **"Síntese de grafeno a partir de resíduos carbonáceos naturais e industriais"**, *RSC Advances* 4, 20441-20448. DOI: 10.1039/c4ra01550a

BATIS, G. **Corrosion Resistance and Physical-Mechanical Properties of Reinforced Mortars with and without Carbon Nanotubes**. (2022). Corrosion Resistance and Physical-Mechanical Properties of Reinforced Mortars with and without Carbon Nanotubes (scirp.org)

BARBOSA, Davide Fernandes. **Influência do óxido de grafeno em argamassas de cal hidráulica natural**. 2015. 167 f. Dissertação (Mestrado) Curso de Engenharia Civil, Perfil de Construção, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2015.

BOLDRINI, I.I. **A Flora dos Campos do Rio Grande do Sul**. In: PILLAR, V.D.P. et al. Campos Sulinos: conservação e uso sustentável da biodiversidade. Brasília:Ministério do Meio Ambiente, 2009.p.

CARASEK, H. Argamassas. In: ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 1º ed. São Paulo: Instituto Brasileiro de Concreto, 2007.

CANDIOTI, V. L. et al. Experimental design and multiple response optimization. Using the desirability function in analytical methods development. **Talanta**, v. 124, p. 126-138, 2014.

COSTA, N. R.; LOURENÇO, J.; PEREIRA, Z. L. Desirability function approach: a review and performance evaluation in adverse conditions. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 107, n. 2, p. 234-244, 2011.

COELHO, R.W. **Substâncias fitotóxicas presentes no capim Annoni-2**. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, v.21, n.3, p.255-263, 1986. Coelho, R.W.Diagnóstico do problema e retrospectiva da pesquisa realizada com capim Annoni-2 no CNPO e CPATB. In: REUNIÃO REGIONAL DE AVALIAÇÃO DE PESQUISA COM ANNONI-2, 1993, Bagé. Anais... Bagé: EMBRAPA-CPPSUL,1993. p.53-69. (Documentos, 7).

CORSO, M. **Incorporation of graphene oxide in coating mortar: a sustainable view**. Artigo (2020). <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000100375>.

EMBRAPA- **Reunião Regional de Avaliação de Pesquisa com Annoni 2**. Documento 07/93.

Chen, F., Yang, J., Bai, T., Long, B., e Zhou, X. (2016). **"Síntese fácil de grafeno de poucas camadas a partir de resíduos de biomassa e sua aplicação em baterias de íons de lítio"**, *Journal of Electroanalytical Chemistry* 768, 18-26. DOI: 10.1016/j.jelechem.2016.02.035

Ding, Z., Yuan, T., Wen, J., Cao, X., Sun, S., Xiao, L., Shi, Q., Wang, X., e Sun, R. (2020). **"Síntese verde de folhas de grafeno convertidas quimicamente derivadas de licor negro polpado"**. *Carbono* 158, 690-697. DOI: 10.1016/j.carbon.2019.11.041

Fathy, M., Mohamed, R. H., e Amany, K. (2019). **"Síntese verde de óxido de grafeno a partir de folhas de óleo de palma como novo adsorvente para remoção de íons (II) de águas residuais sintéticas"**, *Graphene Technology* 4(1), 33-40. DOI: 10.1007/s41127-019-00025-w

Fathy, N. A. (2017). **"Síntese de nanotubos de carbono usando carbonização de palha de arroz pré-tratada através da deposição química de vapor de cânfora"**, *RSC Advances* 7(45), 28535-28541. DOI: 10.1039/c7ra04882c

GOULART, I.C.G.R., MEROTTO JUNIOR, A., PEREZ, N.B.e KALSING, A. 2009. Controle de capim-anonni-2 (eragrostis plana) com herbicidas préemergentes em associação com diferentes métodos de manejo do campo nativo. Planta Daninha, Viçosa-MG, v. 27, n. 1, p. 181-190, 2009.

HECKLEY, E. M., TOTO, J. J., & VENEGAS, J. M. (2014). **Structural Changes of Hydrothermally Treated Biochar with Ball-Milling**. Retrieved from <https://digitalcommons.wpi.edu/mqp-all/826>

KUSUMA, H. (2018). **Graphene Oxide from Indonesian Biomass: Synthesis and Characterization**. Bioresources. 13. 10.15376/biores.13.3.4832-4840. 20.

LORENZI, H. **Plantas daninhas do Brasil: terrestres, aquáticas, parasitas e tóxicas**. 3.ed. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 2000. 324 p.

LOPES, C.L. **SÍNTESE QUÍMICA DO GRAFENO EM INTERFACES LÍQUIDO-LÍQUIDO**. Tese Doutorado, Universidade Federal do Paraná. 2018.

LV, S. et al. **Effect of graphene oxide nanosheets of microstructure and mechanical properties of cement composites**. Construction and Building Materials, v. 49, p. 121-127, setembro 2013.

REIS, J. C. L. Capim anonni 2: **origem, morfologia, características, disseminação**. In: REUNIÃO REGIONAL DE AVALIAÇÃO DE PESQUISA COM ANNONI, 2., Bagé, 1993. Anais Bagé: Embrapa-CPPSUL, 1993. p. 5-23.

REIS, J. C. L.; COELHO, R. W. **Controle do capim-annoni- 2 em campos naturais e pastagens**. Pelotas: Embrapa-CPACT, 2000. 21 p. (Circular Técnica, 22). MEDEIROS, R. B.; PILLAR, V. P.; REIS, J. C. L. Expansão de *Eragrostis plana* Nees (capimannoni-2) no Rio Grande do Sul e indicativos de controle. In. REUNION DEL GRUPO TÉCNICO REGIONAL DEL CONO SUR EM MEJORAMIENTO Y UTILIZACIÓN DE LOS RECURSOS FORRAGEROS DEL ÁREA TROPICAL Y

MAHMOOD, Ather; SOLDANO, Caterina;; DUJARDIN, Erik. **Production, Properties and Potential Of Graphene**. *Carbon*, v. 48, n. 8, p. 2127-2150, 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622310000928> Acesso em: 01 dez. 2019.

MARTÍNEZ, L., TORRES, S., GOMES, H., & SILVA, A. (2013). **Nanotubos e Grafeno : Os primos mais jovens na família do carbono**. *Química*, vol 128, 21–27.

MEDEIROS, R.B.; PILLAR, V.P.; REIS, J.C.L. **Expansão de *Eragrostis plana* Nees (capimannoni-2) no Rio Grande do Sul e indicativos de controle**; 2004, Salto: UDELAR- Regionbal Norte, INIA, 2004.p. 211-212.

MEDEIROS, R.B.; FOCHT, T. **Invasão, prevenção, controle e utilização do capimannoni-2 (*Eragrostis Plana* Ness) no Rio Grande do Sul**. *Pesquisa Agropecuária Gaúcha*, v.13, n.1-2, p.105-114, 2007.

NASCIMENTO, C. F. G.. **Compósitos cimentícios com adição de grafeno puro multicamadas: investigação de efeitos em propriedades estruturais, morfológicas, químicas e mecânicas**. 2022. 241 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência de Materiais, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2022.

NASCIMENTO, J.P. **Esfoliação Química do Grafite Natural em misturas de Solventes Orgânicos: a Obtenção de Grafenos de Poucas Camadas**. 2013. 93f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das radiações, Minerais e Materiais) -Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil, 2013.

Nasir, S., Hussein, M. Z., Yusof, N. A., e Zainal, Z. (2017). **"Precursores à base de resíduos de dendê como fontes de carbono renováveis e econômicas para a preparação de óxido de grafeno reduzido a partir de óxido de grafeno"**, *Nanomaterials* 7, 182. DOI: 10.3390/nano7070182

NOVOSELOV, K. S. : **Graphene: Materials in the Flatland. Reviews of modern physics**. v. 83, n. 3, p. 837-849, set. 2011.

PETRUCCI , Eladio Geraldo Requião. **Materiais de construção**. 2.ed. Porto Alegre: Globo, 1975. Cap.1, p.1-51.

ROQUE,D.C.**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DE ARGAMASSAS ESTABILIZADAS PARA REVESTIMENTOS EM DIFERENTES TEMPOS AO LONGO DO SEU PERÍODO DE ESTABILIZAÇÃO.**(2018), Trabalho de conclusão de curso, Feevale.

SABBATINI, F. H. **Tecnologia e execução de revestimentos de argamassa.** In: SIMPOSIO DE APLICAÇÃO DA TECNOLOGIA DO CONCRETO 13., 1990, Campinas. Anais.Campinas: Concrelix, 1990.

SABBATINI, F. H et al. **RECOMENDAÇÕES PARA EXECUÇÃO DE REVESTIMENTOS DE ARGAMASSA PARA PAREDES DE VEDAÇÃO INTERNAS E EXTERIORES E TETOS.** Microsoft Word - texto_final_revestimento.doc (usp.br)(1998).

Safian, M. T., Haron, U. S., e Mohamad Ibrahim, M. N. (2020). "**Uma revisão sobre grafeno de base biológica derivado de resíduos de biomassa**", *BioRes.* 15(4), 9756-9785.(2020)

SILVA, M. D. L. DA et al. Uma análise da manufatura aditiva aplicada ao planejamento urbano sustentável: revisão de aplicações, desafios e potencialidades. **Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais**, v. 12, n. 7, p. 328-342, 2021.
SONG, H.; LI, X. An overview on the rheology, mechanical properties, durability, 3D printing, and microstructural performance of nanomaterials in cementitious composites. **Materials**, v. 14, n. 11, p. 2950, 2021.

SOLDANO C; MAHMOOD A; DUJARDIN E. **Produção, propriedades e potencial do grafeno.** Carbon. 2010, 48: 2127-2150.

WANG, H. et al. Adsorption characteristics and behaviors of graphene oxide for Zn(II) removal from aqueous solution. **Applied Surface Science**, v. 279, p. 432-440, 2013.

WHITENER Jr., K.; SHEEHAN, P. E. Graphene synthesis. *Diamond Relat. Mater.*, v. 46,p.25-34,2014.**CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES DO GRAFENO E DO ÓXIDO DE GRAFENO E AS PRINCIPAIS ROTAS PARA SÍNTESE.** Available from: https://www.researchgate.net/publication/321981244_CHARACTERISTICAS_E_APLICACOES_DO_GRAFENO_E_DO_OXIDO_DE_GRAFENO_E_AS_PRINCIPAIS_ROTAS_PARA_SINTESE [accessed Jun 09 2023].

VERÇOSA, L.O. **EFEITOS DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO EM ARGAMASSAS DE REPARO ESTRUTURAL SUBMETIDAS À CARBONATAÇÃO.**(2022). Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

VIEIRA, J. E. D. Segundo; VILAR, E. O. **Grafeno: Uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos.** Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 11, n. 2, 2016, p. 54-57.Disponívelem: <http://www2.ufcg.edu.br/revistaremap/index.php/REMAP/article/download/493/387> Acesso em: 01 nov. 2019

Asif, F.C.; Saha, G.C. **Graphene-like Carbon Structure Synthesis from Biomass Pyrolysis: A Critical Review on Feedstock–Process–Properties Relationship**. C 2023, 9, 31. <https://doi.org/10.3390/c9010031>

Pereira, V.M., Heckler, M.V.T., Vasconcellos, M.A.Z. *et al.* **Characterization of dielectric properties of residual ashes obtained from rice husk and annoni grass**. *Sci Rep* **13**, 14478 (2023). <https://doi.org/10.1038/s41598-023-40887-y>.

ZHAO, Y.; LIU, Y.; SHI, T.; GU, Y.; ZHENG, B.; ZHANG, K.; XU, J.; FU, Y.; SHI, S. **Study of mechanical properties and early-stage deformation properties of graphenemodified cement-based materials**. *Construction and Building Materials*, [S.L.], v. 257, p. 119498, out. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119498>.

ZILLER, S. R. **Os processos de degradação ambiental originados por plantas exóticas invasoras**. *Revista Ciência Hoje*, Curitiba, v. 30, n. 178, 2011.

Ariyanti, D., Lesdantina D., Purbasari A. and Astuti Y. **Syntehsis of graphene-like material from biomass from agricultural waste and its application in Cu(II) removal**. *Korean J. Chem. Eng.*, 40(4), 964-974 (2023). DOI: 10.1007/s11814-023-1380-8

Yang J. and Qiu K. **Preparation of activated carbons from walnut shells via vacuum chemical activation and their application for methylene blue removal**. *Chemical Engineering Journal*, 165, 209-217 (2010). DOI:10.1016/j.cej.2010.09.019

Khalil, K. M. S., Khairy M., Allam O. A. S., Khalil M. K. **Formation of improved activated carbons from sugarcane bagasse as environmental materials for adsorption of phenolic pollutants**. *International Journal of Environmental Science and Technology* 19:3103–3116 (2022). <https://doi.org/10.1007/s13762-021-03382-3>

Dong H., Li M., Jin Y., Wu Y., Huang C. and Yang J. **Preparation of graphene-like porous carbons with enhanced thermal conductivities from lignin nanoparticles by combining hydrothermal carbonization and pyrolysis**. *Front. Energy Res.* 8:148. doi: 10.3389/fenrg.2020.00148

Yang, H., Cui, H., Tang, W., Li, Z., Han, N. and Xing, F. **A critical review on research progress of graphene/cement based composites**. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 102, 18273–296 (2017).

Macarthur, E. (2017). **What is a Circular Economy? | Ellen MacArthur Foundation**. In *Ellen Macarthur Foundation*. <https://www.ellenmacarthurfoundation.org/circular-economy/concept>

Matei, A., & Filippi, E. (2012). **O bioma pampa eo desenvolvimento regional no Rio Grande do Sul**. *Encontro De Economia Gaúcha*, 1–17. http://www.pucrs.br/eventos/eeg/download/Mesa8/O_Bioma_Pampa_e_o_Desenvolvimento_Regional_no_RS.pdf

Mochalova, L. (2021). **Circular economy in the context of implementing the concept of sustainable development**. *Journal of New Economy*, 21(4), 5–27.

<https://doi.org/10.29141/2658-5081-2020-21-4-1>

Naraindas Bheel, Bashar S. Mohammed, M. S. Liew, N. A. W. A. Z. (2023). **Effect of Graphene Oxide as a Nanomaterial on the Durability Behaviors of Engineered Cementitious Composites by Applying RSM Modelling and Optimization.***Buildings*, 13, 2006. <https://doi.org/10.3390/buildings13082026>

Xie, X., e Goodell, B. (2014). "**Degradação térmica e conversão de biomassa vegetal em produtos de carbono de alto valor**", *Deterioração e Proteção de Biomateriais Sustentáveis* 147-158. DOI: 10.1021/bk-2014-1158.ch008