# UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

GÉSSICA KATALYNE BILCATI

AVALIAÇÃO DE SISTEMAS COMBINADOS DE MICROFIBRA DE CELULOSE E MICROCELULOSE CRISTALINA PARA A PRODUÇÃO DE PLACAS CIMENTÍCIAS

> CURITIBA 2023

# GÉSSICA KATALYNE BILCATI

# AVALIAÇÃO DE SISTEMAS COMBINADOS DE MICROFIBRA DE CELULOSE E MICROCELULOSE CRISTALINA PARA A PRODUÇÃO DE PLACAS CIMENTÍCIAS

Tese apresentada como requisito parcial a obtenção de grau de Doutora em Engenharia Civil, Programa de Pósgraduação em Engenharia Civil da UFPR, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Marienne do Rocio de Mello Maron da Costa

CURITIBA 2023

#### DADOS INTERNACIONAIS DE CATALOGAÇÃO NA PUBLICAÇÃO (CIP) UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ SISTEMA DE BIBLIOTECAS – BIBLIOTECA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Bilcati, Géssica Katalyne

Avaliação de sistemas combinados de microfibra de celulose e microcelulose cristalina para a produção de placas cimentícias / Géssica Katalyne Bilcati. – Curitiba, 2023. 1 recurso on-line : PDF.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

Orientador: Marienne do Rocio de Mello Maron da Costa

 Cimento. 2. Celulose. 3. Placas cimentícias. 4. Microfibra de celulose. 5. Microcelulose cristalina. I. Universidade Federal do Paraná. II. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. III. Costa, Marienne do Rocio de Mello Maron da. IV. Título.

Bibliotecário: Elias Barbosa da Silva CRB-9/1894



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO SETOR DE TECNOLOGIA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO ENGENHARIA CIVIL -40001016049P2

#### **TERMO DE APROVAÇÃO**

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação ENGENHARIA CIVIL da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da tese de Doutorado de GÉSSICA KATALYNE BILCATI intitulada: Avaliação de sistemas combinados de microfibra de celulose e microcelulose cristalina para a produção de placas cimentícias, que após terem inquirido a aluna e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua APROVAÇÃO no rito de defesa.

A outorga do título de doutora está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 25 de Agosto de 2023.

Assinatura Eletrônica 31/08/2023 13:38:53.0 MARIENNE DO ROCIO DE MELLO MARON DA COSTA Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica 06/09/2023 09:33:25.0 ANDREA MURILLO BETIOLI Avaliador Externo (INSTITUTO FEDERAL DE SANTA CATARINA) Assinatura Eletrônica 18/09/2023 10:19:50.0 FLÁVIO LEAL MARANHÃO Avaliador Externo (UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO)

Assinatura Eletrônica 01/09/2023 08:12:12.0 RONALDO ALVES DE MEDEIROS JUNIOR Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Centro Politécnico - CURITIBA - Paraná - Brasil CEP 81531-980 - Tel: (41) 3361-3110 - E-mail: poscivil@ufpr.br Documento assinado eletronicamente de acordo com o disposto na legislação federal Decreto 8539 de 08 de outubro de 2015. Gerado e autenticado pelo SIGA-UFPR, com a seguinte identificação única: 311121 Para autenticar este documento/assinatura, acesse https://siga.ufpr.br/siga/visitante/autenticacaoassinaturas.jsp e insira o codigo 311121

#### AGRADECIMENTOS

Este trabalho não é simplesmente mais um estudo realizado com objetivos, métodos e busca por uma contribuição científica. Ele também incorpora um aprendizado intenso, esse aprendizado e crescimento só foram possíveis pelo apoio recebido ao longo do desenvolvimento do trabalho.

Agradeço a Deus, primeiramente, pai misericordioso, que sempre está ao meu lado, que iluminou meu caminho, me protegendo e guiando meus passos e toda minha trajetória.

Dedico este trabalho em memória, ao meu amado pai, Edson Bilcati, que foi fonte de inspiração de todo meu trabalho, é o responsável por todas minhas conquistas, minha educação e que me incentivou a conquistar todos meus objetivos.

A Silvana do Carmo Vieira Bilcati, minha admirável mãe, pela paciência, compreensão, pelas palavras amigas, por seu apoio, por seu grande amor e carinho, que meu deu estrutura para me tornar a pessoa que sou hoje.

A Tatiane Bilcati, minha querida irmã, pela parceria com que me acompanhou em toda essa longa jornada, estando sempre ao meu lado, me ajudando em todos os momentos, sendo uma grande amiga e companheira.

Ao Herique Ajuz Holzmann, minha dupla, pelo incentivo, apoio e amor concedido.

A professora Dr<sup>a</sup>. Marienne do Rocio de Mello Maron da Costa, minha orientadora, pela compreensão e ajuda no desenvolvimento deste trabalho, me dando força, principalmente nos momentos de desânimo, sempre disponível e generosa, oferecendo apoio e incentivo nessa longa caminhada de orientação.

Aos professores membros banca, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Andrea Murillo Betioli, Prof. Dr. Ronaldo Alves de Medeiros Junior e Prof. Dr. Flávio Leal Maranhão pelos valiosos apontamentos que enriqueceram este estudo. Agradeço pela generosidade em dedicar seu tempo e conhecimento para analisar minuciosamente este trabalho.

Aos amigos, tão queridos, agradeço pela companhia, carinho e momentos de descontração vividos a cada dia, que me ajudou a superar os dias difíceis.

"O período de maior ganho em conhecimento e experiência é o período mais difícil na vida de alguém" (Dalai Lama)

#### **RESUMO**

A compreensão dos efeitos de materiais celulósicos como adição em matrizes a base de aglomerantes minerais é essencial para projetar materiais de construção de alto desempenho e vida útil prolongada. As microfibras de celulose são produtos renováveis com capacidade de proporcionar às matrizes cimentícias controle de fissuras na retração e ação na cura interna. No entanto, a incorporação dessas microfibras pode apresentar um impacto negativo em compósitos cimentícios, devido ao enfraquecimento das microfibras causado pelo efeito alcalino, dispersão inadequada e à incompatibilidade química entre microfibras de celulose e matriz cimentícia. Por outro lado, a microcelulose cristalina pode contribuir com o empacotamento de partículas e a diminuição da taxa de crescimento de microfissuras, melhorando a adesão entre as partículas de cimento. Dessa forma, o presente trabalho tem por objetivo avaliar o efeito de sistemas combinados de microfibra de celulose e microcelulose cristalina para a produção de placas cimentícias, tendo em vista os benefícios que o sistema poderá proporcionar em compósitos à base de cimento. Os sistemas são compostos por cimento CPV ARI e teores de microfibra de celulose – FC (0,5%; 1% e 1,5% da massa de cimento) e destes com teores de microcelulose cristalina – MCC (0,4%; 0,6% e 0,8% da massa de cimento), totalizando 16 sistemas avaliados em escala laboratorial. O estudo foi desenvolvido em duas etapas subsequentes. Na primeira etapa, foi avaliado o efeito da microfibra de celulose e microcelulose cristalina no tempo da mistura para atingir a temperatura máxima de hidratação inicial e o seu impacto no comportamento reológico, desempenho mecânico à compressão e à tração na flexão, além da composição química. Nesta etapa, foi possível observar que a incorporação de microceluloe cristalina em 0,6% acelerou a hidratação inicial das pastas cimentícias, contribuindo com o desempenho mecânico superior na compressão, contribuição esta não observada para as microfibras de celulose. No comportamento reológico verificado com base no ensaio de squeeze flow, todas as amostras estudadas apresentaram um fluxo com cargas muito baixas, inferiores a 100N e se estendendo por grande parte da curva. O alto teor de celulose (FC 1,5%) altera os principais fenômenos relacionados ao fluxo, resultando um entrelaçamento e reduzindo a plasticidade pelo aumento do consumo da água de amassamento. No que se refere ao estado endurecido, os teores combinados de FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 promoveram um aumento no grau de hidratação e consequentemente, contribuíram com o desempenho mecânico à compressão superior em relação a mistura de referência. Os teores máximos das adições combinadas de microfibra de celulose (1,5%) e microcelulose cristalina (0,8%) proporcionaram redução no grau de hidratação das pastas e, consequentemente, nas propriedades mecânicas, confirmada com a tendência decrescente na magnitude dos picos de intensidade de porltandita e calcita. Na segunda etapa do estudo experimental, foram preparadas placas cimentícias com adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, nos teores combinados que apresentaram desempenhos superiores nos estados fresco e endurecido (FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6). Corpos de prova foram confeccionados por prensagem e suas propriedades físicas e mecânicas foram avaliadas após 28 dias. Os resultados de módulo de ruptura e elasticidade indicaram que a formulação combinada FC 0,5-MCC 0,6 apresentou melhoria significativa quando comparadas as placas cimentícias de referência. Os resultados de inchamento em espessura e módulo de elasticidade de todas as placas cimentícias produzidas com adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, atendem os requisitos mínimos da norma para placas cimentícias, mostrando-se uma alternativa interessante para novas tecnologias em fibrocimento.

Palavras-chaves: pasta cimentícia; microfibra de celulose; microcelulose cristalina.

#### ABSTRACT

The study of the effects of cellulose materials as reinforcement in matrices based on mineral binders is essential to design high performance and long life construction materials. Cellulose microfibers are renewable products with the ability to provide cementitious matrices control over shrinkage cracks and internal curing action in cementitious matrices. However, the incorporation of these microfibers can have a negative impact on cementitious composites due to the weakening of the microfibers caused by the alkaline effect, inadequate dispersion, and the chemical incompatibility between cellulose microfibers and cement matrix. The crystalline microcellulose can contribute to improve particle packing and reduce the growth rate of micro cracks. Crystalline microcelluloses can improve adhesion between cement particles. Thus, this study aims to evaluate the effect of combined systems of cellulose microfiber and crystalline microcellulose for the production of cement boards, considering the potential benefits the system may provide in cement-based composites. The systems consist of CPV ARI cement and cellulose microfiber content (0,5%, 1% and 1,5% of the cement mass) and these are combined with crystalline microcellulose content (0,4%, 0,6% and 0,8% of the cement mass), totaling 16 systems evaluated on a laboratory scale. The study was developed in two stages. In the first stage, the effect of cellulose microfiber and crystalline microcellulose on the time to reach the maximum initial hydration temperature was evaluated, along with its impact on rheological behavior, mechanical performance in compressive and flexural tensile strength, and chemistry composition. In this stage, it was observed that the incorporation of 0,6% crystalline microcellulose accelerated the initial hydration of cement pastes, contributing to superior mechanical performance in compression. This contribution was not observed for cellulose microfibers. In the rheological behavior observed based on the squeeze-flow test, all studied samples showed flow with very low loads, less than 100N, extending over a large part of the curve. The high cellulose microfiber content (FC 1,5%) alters the main flow-related phenomena, resulting in entanglement and reducing plasticity due to increased water consumption. Regarding the hardened state, the combined content of FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 and FC 0,5-MCC 0,6 promoted an increase in the degree of hydration and consequently contributed to the superior mechanical performance in compression compared to the reference mixture. The maximum combined additions of cellulose microfiber (1,5%) and crystalline microcellulose (0,8%) resulted in a reduction in the degree of hydration of the pastes and, consequently, in the mechanical properties, confirmed by the decreasing trend in the intensity peaks of porltandite and calcite. In the second stage of the experimental study, cementitious boards were prepared with the combined addition of cellulose microfiber and crystalline microcellulose, in the combined contents that showed superior performance in both fresh and hardened states (FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6). Specimens were manufactured by pressing, and their physical and mechanical properties were evaluated after 28 days. The results of modulus of rupture and elasticity indicated that the combined formulation FC 0,5-MCC 0,6 showed significant improvement compared to the reference cementitious boards. The results of thickness swelling and modulus of elasticity of all cement boards produced with combined addition of cellulose microfiber and crystalline microcellulose, met the minimum requirements of the standard for cement boards, proving to be an interesting alternative for new technologies in fiber-cement.

Keywords: cement paste; cellulose microfiber; crystalline microcellulose.

# LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Esquematização do arranjo de unidades de celulose	23
FIGURA 2 - Estrutura da macromolécula de celulose	23
FIGURA 3 - Estrutura hierárquica de celulose extraída de planta	25
FIGURA 4 - Método para produção de MCC e CNC a partir da celulose	26
FIGURA 5 - Suspensões aquosas de MCC com aditivo surfactante e superplasti	ficante com
Pluronic	
FIGURA 6 - Suspensões aquosas de MCC com aditivo surfactante e superplasti	ficante com
CMC	
FIGURA 7 - Composição química das fibras e microfibras de celulose	31
FIGURA 8 - Representação esquemática de materiais à base de celulose	
FIGURA 9 - Imagens de fibras lignocelulósicas em diferentes formas (a) fios (b) fib	ora (c) polpa
	35
FIGURA 10 - Relação do comprimento e diâmetro das fibras curtas de celulose	
FIGURA 11 - Mecanismo de formação de ácido isoanúrio e capróico	durante a
degradaçãoalcalina da celulose	40
FIGURA 12 - Esquematização das interações CNF-água em uma matriz de ciment	io48
FIGURA 13 - Forma de extração dos corpos de prova nas placas (mm)	51
FIGURA 14 - Fluxograma do programa experimental da pesquisa	54
FIGURA 15 - Microcelulose cristalina (a) e Microfibra de celulose (b)	55
FIGURA 16 – Análise da dispersão das soluções aquosas	60
FIGURA 17 - Materiais secos antes (a) e depois (b) da mistura manual para di	spersão das
microfibras de celulose	61
FIGURA 18 – Ensaio de squeeze-flow das pastas cimentícias	63
FIGURA 19 – Representação esquemática do processo de montagem do colchão par	a confecção
das placas cimentícias por prensagem	67
FIGURA 20 - Representação esquemática do processo de produção das placas cim	entícias68
FIGURA 21 - Placas cimentícias cortadas para a formação dos corpos de prova	69
FIGURA 22 - Ilustração esquemática dos ensaios realizados nas placas cimentícias	s70
FIGURA 23 - Resultado de NIR das celuloses FC-MCC	74
FIGURA 24 - Resultado de DRX da microcelulose cristalina	76
FIGURA 25 - Resultado de DRX da microfibra de celulose	77
FIGURA 26 - Curva TG/DTG da microcelulose cristalina	78

FIGURA 27 - Curva TG/DTG da microfibra de celulose
FIGURA 28 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com
microfibra de celulose: Fase 1
FIGURA 29 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com
microcelulose cristalina: Fase 2
FIGURA 30 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com FC's-
MCC 0,4: Fase 3
FIGURA 31 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com FC's-
MCC 0,6: Fase 4
FIGURA 32 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com
FC's-MCC 0,8: Fase 5
FIGURA 33 - Densidade de massa no estado fresco (coluna) e teor de ar incorporado (linha)
das pastas cimentícias
FIGURA 34 - Resultado do ensaio de squeeze-flow das pastas cimentícias com adição de
celuloses FC-MCC
FIGURA 35 - Esquematização das fotos do ensaio de mini-Slump93
FIGURA 36 - Resultado do ensaio de espalhamento no ensaio mini-Slump das pastas
cimentícias com adição de celuloses FC-MCC94
FIGURA 37 - Resultados do ensaio de Resistência à Compressão das pastas cimentícias com
adição de celuloses FC-MCC
FIGURA 38 - Resultados do ensaio de Resistência à Tração na Flexão das pastas cimentícias
com adição de celuloses FC-MCC
FIGURA 39- Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição de microfibra de
celulose e microcelulose cristalina aos 28 dias104
FIGURA 40 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com microfibra de celulose em
diferentes fases de hidratação106
FIGURA 41 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com microcelulose cristalina em
diferentes fases de hidratação107
FIGURA 42 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com microcelulose cristalina em
diferentes fases de hidratação107
FIGURA 43 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,4 em diferentes
fases de hidratação109
FIGURA 44 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,4 em diferentes
fases de hidratação109

FIGURA 45 - Teor remanescente de Alita/Belita nas pastas aos 7 e 28 dias110
FIGURA 46 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,6 em diferentes
fases de hidratação111
FIGURA 47 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,6 em diferentes
fases de hidratação111
FIGURA 48 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,8 em diferentes
fases de hidratação112
FIGURA 49 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,8 em diferentes
fases de hidratação113
FIGURA 50 - Teor remanescente de Alita/Belita nas pastas aos 7 e 28 dias114
FIGURA 51 - Micrografias de MEV das amostras com 1,5% de microfibra de celulose aos 7
(a) e 182 (d) dias115
FIGURA 52 - Micrografias de MEV das amostras combinadas de FC 1,0-MCC 0,4 (a) e FC
1,5-MCC 0,8 (b) aos 7 dias116
FIGURA 53 - Micrografias de MEV das amostras combinadas de FC 1,0-MCC 0,4 (a) e com
adição de FC 1,5-MCC 0,8 (b) aos 182 dias117
FIGURA 54 - Valores médios da massa específica aparente após 2 e 24 horas de imersão (a) e
análise estatística (b)120
FIGURA 55 - Valores médios da Absorção de água após 2 e 24 horas de imersão (a) e análise
estatística (b)121
FIGURA 56 - Valores médios, em porcentagem, do inchamento em espessura após 2 e 24 horas
de imersão (a) e análise estatística (b)122
FIGURA 57 - Valores médios do Módulo de elasticidade na ruptura (MPa) e do Módulo de
elasticidade na flexão (GPa) (a) e análise estatística (b)

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - Resumo dos percentuais de microcelulose cristalina utilizados em materiai	S
cimentícios	)
TABELA 2 - Resumo dos percentuais de fibras e microfibras de celulose em materiai	s
cimentícios4	3
TABELA 3 - Eixos da revisão sistemática4	5
TABELA 4 - Procedimento de filtragem dos artigos estudados4	6
TABELA 5 - Ranking dos artigos pelo Methodi Ordinatio       4'	7
TABELA 6 - Ensaios de caracterização das celuloses FC-MCC e cimento	6
TABELA 7 - Proporções dos constituintes dos sistemas cimentícios avaliados	9
TABELA 8 - Relação dos ensaios realizados nas pastas cimentícias	2
TABELA 9 - Definição dos critérios e parâmetros da análise multicritério         60	6
TABELA 10 – Composição química do cimento Porltand CP V ARI7	1
TABELA 11 - Teor de cinzas das celuloses FC e MCC    72	2
TABELA 12 - Análise das cinzas da microfibra de celulose       72	2
TABELA 13 - Resultado do pH das celuloses    72	3
TABELA 14 - Compostos cristalinos da microfibra de celulose       7'	7
TABELA 15 - Densidade e tamanho médio das celuloses FC-MCC80	0
TABELA 16 - Teor de umidade das celuloses FC-MCC	0
TABELA 17 - Resultados da Área Superficial dos materiais empregados na pesquisa8	1
TABELA 18 - Tempo e Temperatura máxima, fase 1       82	2
TABELA 19 - Tempo e Temperatura máxima, fase 2	4
TABELA 20 - Tempo e temperatura máxima, fase 383	5
TABELA 21 - Tempo e Temperatura máxima, fase 4       80	6
TABELA 22 - Tempo e Temperatura máxima, fase 5	7
TABELA 23 - Análise multicritério das formulações combinadas118	8
TABELA 24 - Relação água/cimento após a etapa de prensagem	9

### LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

- a/c Relação água/cimento
- AA Absorção de água
- ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas
- $Al_2O_3 Oxido de alumínio$
- ANOVA Análise de Variância
- BET-Brunauer-Emett-Teller
- C<sub>2</sub>S Silicato de bicálcico ou Belita
- C<sub>3</sub>A Aluminato tricálcico
- C<sub>3</sub>S Silicato tricálcico ou Alita
- C4AF Aluminato tricálcico
- C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub> Celulose
- Ca(OH)2 Hidróxido de cálcio ou Portlandita
- CaCO3 Carbonato de cálcio ou Calcita
- CaO Óxido de cálcio ou cal livre
- Cl-Cloro
- CNC Nanocelulose Cristalina
- CNF Nanoceluloses Fibriladas
- CP V ARI Cimento Portland de alta resistência inicial
- C-S-H Silicato de cálcio hidratado ou tobermorita
- CuO Óxido de cobre
- DRX Difratometria de raios-X
- DTG Termogravimetria diferencial
- EDS Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X
- EN European Normalization
- FC Microfibra de celulose
- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Óxido Férrico
- GPa-Gigapascal
- IE Inchamento em espessura
- K<sub>2</sub>O Óxido de potássio
- MCC Microcelulose cristalina
- MCDA Multi-Criteria Decision Analysis
- ME Massa Específica Aparente

- MEV Microscopia eletrônica de varredura
- MFC Microcelulose Fibrilada
- MgO Óxido de Magnésio
- MOE Módulo de elasticidade
- MOR Módulo de ruptura
- Na<sub>2</sub>O Óxido de sódio
- NBR Norma Brasileira de Regulamentação
- NIR Análise de espectroscopia por infravermelho
- P.F. Perda ao Fogo
- P2O5 Pentóxido de fósforo
- Ph Potencial hidrogeniônico
- SiO<sub>2</sub> Óxido de sílicio
- SO3 Trióxido de enxofre
- SrO Óxido de estrôncio
- TG Termogravimetria
- TiO<sub>2</sub> Dióxido de titânio
- UTFPR Universidade Tecnológica Federal do Paraná
- ZrO<sub>2</sub> Zircônia

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	JUSTIFICATIVA E INOVAÇÃO	18
1.2	OBJETIVO	20
1.2.1	Objetivos específicos	20
1.3	ESTRUTURA DA TESE	20
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
2.1	CELULOSE	22
2.2	MICROCELULOSE CRISTALINA	24
2.2.1	Microcelulose cristalina na construção civil	26
2.2.2	Métodos de dispersão da microcelulose cristalina	27
2.2.3	Dosagem da microcelulose cristalina em sistemas cimentícios	29
2.3	MICROFIBRA DE CELULOSE	31
2.3.1	Fibra e microfibra de celulose na construção civil	33
2.3.2	Influência da microfibra de celulose no estado fresco de sistemas cimentício	s35
2.3.2.1	Influência da microfibra de celulose na hidratação de sistemas cimentícios	38
2.3.3	Influência da microfibra de celulose no estado endurecido de sistemas cimen	tícios
		39
2.3.4	Dosagem da microfibra de celulose em sistemas cimentícios	41
2.4	EFEITO COMBINADO DE MATERIAIS CELULÓSICOS EM SISTEMAS	
	CIMENTÍCIOS	44
2.5	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA	44 49
2.5 <b>2.5.1</b>	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias	44 49 <b>50</b>
2.5 2.5.1 3	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL	44 49 50 53
<ul> <li>2.5</li> <li>2.5.1</li> <li>3</li> <li>3.1</li> </ul>	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS	44 49 <b>50</b> <b>53</b> 55
<ul> <li>2.5</li> <li>2.5.1</li> <li>3</li> <li>3.1</li> <li>3.1.1</li> </ul>	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina	44 49 50 53 55 55
<ol> <li>2.5</li> <li>2.5.1</li> <li>3.1</li> <li>3.1.1</li> <li>3.1.2</li> </ol>	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento	44 49 50 53 55 55 56
2.5 2.5.1 3 3.1 3.1.1 3.1.2 3.1.3	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento Ensaios de caracterização dos materiais	44 49 50 53 55 55 56
2.5 2.5.1 3 3.1 3.1.1 3.1.2 3.1.3 3.2	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento Ensaios de caracterização dos materiais COMPOSIÇÃO E PREPARO DAS FORMULAÇÕES DAS PASTAS	44 49 50 55 55 55 56 57
2.5 2.5.1 3 3.1 3.1.1 3.1.2 3.1.3 3.2 3.2.1	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento Ensaios de caracterização dos materiais COMPOSIÇÃO E PREPARO DAS FORMULAÇÕES DAS PASTAS Preparação das suspensões aquosas de MCC'S	44 49 50 55 55 55 56 57 57 59
2.5 2.5.1 3 3.1 3.1.1 3.1.2 3.1.3 3.2 3.2.1 3.2.2	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento Ensaios de caracterização dos materiais COMPOSIÇÃO E PREPARO DAS FORMULAÇÕES DAS PASTAS Preparação das suspensões aquosas de MCC'S Procedimento de mistura das pastas cimentícias	44 49 50 53 55 55 56 57 57 59 61
2.5 2.5.1 3 3.1 3.1.1 3.1.2 3.1.3 3.2 3.2.1 3.2.2 3.2.3	CIMENTÍCIOS PLACA CIMENTÍCIA Produção e caracterização das placas cimentícias PROGRAMA EXPERIMENTAL MATERIAIS Microfibra de celulose e microcelulose cristalina Cimento Ensaios de caracterização dos materiais COMPOSIÇÃO E PREPARO DAS FORMULAÇÕES DAS PASTAS Preparação das suspensões aquosas de MCC'S Procedimento de mistura das pastas cimentícias Estudo em Pasta	44 49 50 55 55 55 56 57 57 59 61 61

	Método adotado para a definição das formulações para confecção das	placas
	cimentícias	64
	PRODUÇÃO DE PLACAS CIMENTÍCIAS POR PRENSAGEM	66
•	Caracterização físico-mecânica das placas cimentícias	69
	ANÁLISE ESTATÍSTICA	70
	RESULTADOS E DISCUSSÕES	71
(	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS	71
(	Composição química do cimento CP VARI	71
	Microfibra de celulose e microcelulose cristalina	72
	Análise de espectroscopia por infravermelho (NIR)	73
	Difratometria de raios-X (DRX)	75
	Análise termogravimétrica (TG)	78
•	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS	80
,	Tamanho médio, densidade, razão de aspecto e teor de umidade das celulos	es FC-
	MCC	80
	Área superficial específica das partículas (BET)	80
(	CARACTERIZAÇÃO DA FASE INICIAL DA HIDRATAÇÃO DAS PASTA	S81
(	Calorimetria	81
(	CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS PASTA	S 88
	Densidade de massa e teor de ar incorporado	88
,	Squeeze-flow	90
	Mini-Slump	93
(	CARACTERIZAÇÃO DO ESTADO ENDURECIDO DAS PASTAS	95
	Resistência à compressão	95
	Resistência à tração na flexão	99
	Efeito das combinações das celuloses FC-MCC na estimativa das proprie	edades
		102
	Difração de raios-x (DRX)	103
	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	114
ļ	Seleção das formulações combinadas de celuloses FC-MCC na produçá	io das
]	placas cimentícias	117
	DESEMPENHO DAS PLACAS CIMENTÍCIAS PRODUZIDAS POR	
	PRENSAGEM	118
-	Propriedades físicas das placas cimentícias	119

4.6.1.1	Massa específica aparente, Absorção de água e Inchamento em espessura119		
4.6.2	Propriedades mecânicas das placas cimentícias12		
4.6.2.1	Módulo de elasticidade na flexão e Módulo de elasticidade na ruptura	123	
5	CONCLUSÕES	126	
5.1	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	129	
	REFERÊNCIAS	130	
	APÊNDICE A - ESQUEMATIZAÇÃO DOS CORTES PARA CONFEC	CÇÃO	
	DOS CORPOS DE PROVA	149	
	APÊNDICE B - RESULTADO DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DO ESTA	ADO	
	ENDURECIDO DAS PASTAS CIMENTÍCIAS	150	
	APÊNDICE C - RESULTADO DE DRX EM DIFERENTES IDADES		
	ESTUDADAS	156	

#### 1 INTRODUÇÃO

Sistemas cimentícios são largamente empregados na maioria das aplicações de materiais de construção estruturais e não estruturais, devido a sua alta resistência à compressão, porém seu uso pode ser limitado devido à formação de microfissuras desde a fase de moldagem, podendo ocasionar em trincas em sistemas cimentícios (Zhang *et al.*, 2022; Wu *et al.*, 2021; Alshagel *et al.*, 2018; Farrapo *et al.*, 2017). Nesse contexto, o desenvolvimento de novos materiais cimentícios que apresentem propriedades melhoradas oriundos de matérias-primas renováveis é considerado altamente vantajoso.

Estudos sobre celulose têm sido de grande importância como o mais abundante polímero na terra e o uso de sua estrutura natural para produzir micro e nanomateriais foi desenvolvido nas últimas duas décadas, mostrando resultados promissores no setor farmacêutico e cosmético (Sain *et al.*, 2014; Fu *et al.*, 2017; Fonseca *et al.*, 2019). Como microaditivo e nanoaditivo emergentes, as partículas de celulose apresentam alto potencial para sua produção, gerando interesse em materiais biodegradáveis, não derivados de petróleo e de baixo impacto ambiental (Balea *et al.*, 2019). A adição de micromateriais e nanomateriais em matrizes cimentícias pode ser considerada de relevância, pois tem por finalidade alcançar empacotamento de partículas e propriedades mecânicas aprimoradas (Fu *et al.*, 2017; Liu *et al.*, 2020; Lima *et al.*, 2021).

As fibras de celulose são materiais versáteis e, através de diferentes tipos de processamento (desfibrilação mecânica; tratamento enzimático; tratamento químico de hidrólise intensiva), podem produzir materiais diversos, como, por exemplo, nanoceluloses fibriladas (CNF), nanoceluloses cristalinas (CNC) e microceluloses cristalinas (MCC) (Mariano; Kissi; Dufresne, 2018; Ilyas, 2019). Fibras são empregadas em compósitos cimentícios devido as suas inúmeras vantagens, como economia, por se tratarem de materiais renováveis e disponíveis em abundância, ação como agentes de cura interna e no controle de fissuras na retração (Soroushian; Won; Hassan, 2012; Ferreira, 2016; Yan; Kasal; Haung, 2016; Fu *et al.*, 2017; Hunek *et al.*, 2019; Feng *et al.*, 2023).

Apesar das vantagens proporcionadas pelas fibras, existem dificuldades no controle do comprimento de fibras de celulose, resultando em uma dispersão inadequada das fibras e, consequentemente, em falhas de aderência à interface fibra-matriz, levando à redução do desempenho de sistemas cimentícios. Para superar tais limitações, o uso de fibras com razão de aspecto menor, como microfibras de celulose, pode ser uma alternativa promissora para modificar as propriedades de compósitos cimentícios (Gwon *et al.*, 2022).

As partículas à base de celulose apresentam alta superficie específica em relação ao volume, podendo aumentar as interações químicas com as matrizes à base de aglomerantes minerais, mas diferentemente das fibras de celulose, podem atuar como partícula rígida em suspensões dentro dos compósitos, melhorando as propriedades mecânicas dos sistemas cimentícios (Ferreira, 2016; Fu *et al.*, 2017; Gwon *et al.*, 2022). As nano e microceluloses impedem a entrada de produtos de hidratação alcalina no seu interior, proporcionando uma proteção contra a fragilização e melhorando o desempenho mecânico dos compósitos cimentícios (Mohammadkazemi; Aguiar; Cordeiro, 2017).

O estudo da interação entre a matriz à base de aglomerantes minerais e microfibras de celulose são de relevante importância visando de emprego na construção civil. Os compostos formados pelos aglomerantes e microfibras de celulose reduzem trincas induzidas devido à menor geração de calor durante a hidratação (Gwon *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022). Já as nano e micropartículas de celulose possuem superfícies reativas, podendo oferecer novas possibilidades de sistemas cimentícios, como resultado, ter um potencial maior para aumentar a resistência mecânica, sendo que as nano e micropartículas de celulose aumentam o grau de hidratação do cimento (Cao *et al.*, 2016; Souza Filho *et al.*, 2021).

Para aglomerantes cimentícios, foi demonstrado que adições de micropartículas de celulose causam impactos positivos nas propriedades reológicas e mecânicas, mesmo com baixos teores de micropartículas, sendo mais eficientes quando comparadas a microfibras de celulose (Balea *et al.*, 2019). Em doses baixas (0,2%), as micropartículas de celulose podem ser usadas interagindo com as partículas de cimento de maneira semelhante a aditivos redutores de água, melhorando a dispersão dos compósitos. Já a níveis altos de dosagens (0,5%) as micropartículas de celulose podem ser utilizadas como modificador de viscosidade nas misturas (Montes *et al.*, 2020).

Um dos materiais de construção promissor para aplicação do sistema combinado de microfibras de celulose e microceluloses cristalinas são as placas cimentícias, no qual geralmente são produzidas empregando diversos materiais à base de madeira (partículas, fibras micropartículas). Placas cimentícias são utilizadas para sistemas de vedação internos e externos por apresentarem alta resistência ao fogo, bom isolamento térmico e acústico e estabilidade dimensional (Ashour; Heiko; Wu, 2011).

O cenário atual requer uma nova abordagem tecnológica para o estudo dos materiais de construção, no qual é necessário avaliar o emprego de matérias-primas renováveis. Sendo assim, avaliar o efeito combinado de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, na evolução das propriedades dos sistemas cimentícios, nos estados fresco e endurecido, são uma

alternativa para o desenvolvimento de novas formulações que atendam o desempenho desejado para sistemas cimentícios.

#### 1.1 JUSTIFICATIVA E INOVAÇÃO

Em geral, a indústria da construção civil procura por técnicas construtivas que desenvolvam materiais com elevado desempenho, menor valor agregado, mais duráveis e com uma produção mais rápida. Assim os materiais alternativos vêm sendo apresentados como uma solução tecnológica, econômica e ambiental de grande importância. A presença de resíduos em componentes de construção, tais como materiais cimentícios suplementares, que são subprodutos de indústrias siderúrgicas, como também adição de microfibras ou partículas de celulose, subprodutos da indústria de papel, são estudados e geralmente contribuem para o desempenho de sistemas cimentícios (Fu *et al.*, 2017).

Com a finalidade de minimizar a emissão de gases de efeito estufa dos materiais de construção civil, têm-se buscado elementos construtivos com baixo impacto ambiental, como por exemplo, produtos biodegradáveis, não derivados de petróleo e materiais produzidos a partir de recursos renováveis. Outra alternativa na redução de impactos ambientais em sistemas cimentícios é o aumento do desempenho e durabilidade dos materiais de construção e assim a redução do consumo dos materiais utilizados, diminuindo a demanda por matérias-primas não renováveis (Cao *et al.*, 2015). Nesta conjuntura, o estudo combinado dos materiais renováveis, as celuloses empregadas nessa pesquisa, que foram incorporadas em sistemas cimentícios podem minimizar o impacto ambiental.

O uso de microfibras de celulose em compósitos de matrizes a base de aglomerantes minerais é uma solução técnica com grande potencial de uso, mas são caracterizadas por uma microestrutura complexa e heterogeneidade significativa, cuja identificação requer avanços adicionais no estado atual do conhecimento (Ferreira *et al.*, 2018). A compreensão da interação de matrizes cimentícias com microfibras de celulose é fundamental para que se avance no desenvolvimento de técnicas para a viabilização destes produtos em escala comercial.

A eficiência das microfibras de celulose em compósitos à base de cimento pode ser compreendida pela determinação das propriedades reológicas, físicas e microestruturais destes compósitos. Nesse sentido, pesquisas têm buscado desenvolver compósitos cimentícios com características que satisfaçam as exigências técnicas, no qual sejam avaliados o tipo, razão de aspecto e a proporção de microfibras em relação à matriz, assim como, formas de modificação superficial da fibra para aumentar seu desempenho no estado fresco, estabilidade dimensional e interação com a matriz (Raabe *et al.*, 2022; Gwon *et al.*, 2022).

A busca por métodos para melhorar a aderência das fibras de celulose com a matriz cimentícia é um tema de pesquisa que tem sido amplamente estudado. Tratamentos químicos são estudados, porém em muitas situações podem afetar desfavoravelmente o desempenho dos compósitos (Lopes *et al.*, 2010). Em geral, os tratamentos realizados na superfície das fibras de origem orgânicas são utilizados para remover constituintes amorfos como extrativos, hemicelulose e lignina, com o objetivo de obter o máximo de celulose possível com níveis mais altos de cristalinidade (Pereira *et al.*, 2015).

Sistemas cimentícios com adição de microfibras de celulose com boas propriedades mecânicas e economicamente viáveis foram desenvolvidas na última década e os principais desafios residem em melhorar o desempenho a longo prazo desses compósitos, o qual pode ser afetado pelo enfraquecimento das fibras de celulose pelo ataque alcalino e pela incompatibilidade química entre as fibras de celulose e matriz cimentícia, devendo ser alcançado sem aumentar os custos de produção, enquanto desenvolvem tecnologias ecológicas (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015).

A partir do conhecimento do efeito das microfibras de celulose em matrizes cimentícias poderá analisar o efeito de um terceiro constituinte o emprego da microcelulose cristalina, como um microaditivo, para melhorar a compatibilidade química das matrizes cimentícias e fibras de celulose. O emprego de micropartículas e nanopartículas de celulose é de grande relevância do ponto de vista tecnológico, econômico e ambiental (Balea *et al.*, 2019; Hunek *et al.*; 2019).

No âmbito da nanotecnologia, é possível observar os avanços em materiais e processos de fabricação em diversos setores, incluindo a construção civil. Micro e nanomateriais apresentam elevada área superficial específica, que possibilitam melhorias nas propriedades mecânicas e durabilidade de compósitos cimentícios. A nanoengenharia abrange técnicas de manipulação de estruturas em escala micro ou manométricas para desenvolver uma nova geração de compósitos cimentícios multifuncionais, caracterizados por propriedades aprimoradas de elevado desempenho mecânico (Balea *et al.*, 2019).

Compósitos podem conter adições em escalas variadas, permitindo o efeito combinado de dois ou mais materiais empregados em diferentes escalas (micro e macro). O uso de compósitos multi-escala tem chamado atenção no campo de materiais avançados (Kim *et al.*, 2009). O conhecimento gerado nesta pesquisa permitirá avançar na compreensão do efeito

combinado de microfibra de celulose e microcelulose cristalina em matrizes cimentícias, para a consolidação em placas cimentícias produzidas por prensagem.

Dessa forma, a utilização de dois materiais celulósicos (microfibra de celulose e microcelulose cristalina) diferentes e combinados em sistemas cimentícios é ponto de inovação dessa tese. Assim, foi realizada revisão sistemática sobre o tema abordado e, a partir dessa ferramenta, os pontos de inovação são apontados na fundamentação teórica, sendo baseados em dados da literatura.

#### 1.2 OBJETIVO

O objetivo desse trabalho é avaliar o efeito combinado de microcelulose cristalina e microfibra de celulose em pastas cimentícias quanto ao desempenho no estado fresco e endurecido e, com base em caracterizações físico-químicas e mecânicas, avaliar a sua aplicação na produção de placas cimentícias. Com o entendimento da proposta global do trabalho foram estabelecidos os objetivos específicos da pesquisa, conforme disposto a seguir:

#### 1.2.1 Objetivos específicos

- Avaliar a compatibilidade química entre as pastas cimentícias e as microfibras de celulose (FC) e microceluloses cristalinas (MCC);
- Avaliar o comportamento reológico de sistemas FC-MCC em pastas cimentícias;
- Identificar os fenômenos físico-químicos e mecânicos relevantes das pastas cimentícias em presença do sistema FC-MCC em diferentes fases de hidratação;
- Avaliar os efeitos combinados de FC-MCC em placas cimentícias produzidas por prensagem e identificar os efeitos dos sistemas combinados FC-MCC.

## 1.3 ESTRUTURA DA TESE

Após a introdução apresentada, segue o capítulo 2 com a fundamentação teórica da pesquisa. Apresentam-se os aspectos básicos das celuloses FC-MCC (microfibramicropartícula): constituição, estrutura química, morfologia, emprego na construção civil e as interações físico-químicas entre matrizes cimentícias e celuloses. Também é apresentado a definição de placas cimentícias. O capítulo 3 detalha o programa experimental dividido em: variáveis do programa experimental, caracterização dos materiais; caracterização das adições FC-MCC multi-escala em pasta cimentícia, desenvolvimento das placas cimentícias e, por fim a análise estatística.

No capítulo 4 são apresentados os resultados e discussões da composição química e física do aglomerante (cimento) e adições (microfibra de celulose e microcelulose cristalina) empregados na pesquisa, bem como a caracterização da adição multi-escala FC-MCC em pastas cimentícias, através da análise da hidratação inicial (calorimetria), comportamento reológico (densidade de massa, teor de ar incoporado, *mini-slump* e *squeeze flow*) e o monitoramento da evolução da hidratação nas idades de 7,28, 91 e 182 dias, por meio dos ensaios de resistências à tração na flexão e à compressão, difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura. No final do capítulo é realizada uma análise conjunta dos resultados apresentados para critérios de seleção das melhores formulações para a produção das placas cimentícias. Por fim é apresentada a caracterização das placas cimentícias produzidas por prensagem através da análise das propriedades físicas (massa específica aparente, absorção de água e inchamento em espessura) e mecânicas (módulo de elasticidade e módulo de ruptura).

No capítulo 5 estão apresentadas as conclusões e propostas para trabalhos futuros.

Do texto constam ainda a relação de referências bibliográficas citadas e os apêndices com resultados complementares do programa experimental.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 2.1 CELULOSE

Fibras naturais estão difundidas em todo o mundo na maioria das plantas, sementes, talos ou qualquer tipo de vegetação lenhosa. Essas fibras também são chamadas de celulósicas, relacionadas ao principal componente químico, a celulose. Grupos hidroxila funcionais na celulose permitem modificações químicas para outras aplicações. A vantagem de usar biopolímeors à base de fibras é: menos energia utilizada, menor nível de poluição durante a produção, menor custo, biodegradabilidade e ampla disponibilidade (Sonia; Dasan, 2013).

A composição química de materiais orgânicos consiste basicamente de celulose, hemicelulose, lignina, extrativos e cinzas (Marimaran *et al.*, 2018). A hemicelulose forma uma matriz em torno das microfibrilas de celulose, enquanto a lignina amorfa fornece resistência e acoplamento adicionais à rede de hemicelulose-celulose, que se torna uma barreira protetora (Liu *et al.*, 2005; Ibrahim; Zawawy; Nassar, 2010; Santos *et al.*, 2015).

Para um perfeito cristal de celulose, o módulo de elasticidade e resistência à tração são 150 e 10 GPa, respectivamente (Bakkari *et al.*, 2019). Sua estrutura única confere um alto módulo de elasticidade, tornando uma adição potencial para matrizes poliméricas tanto na forma de fibras macroscópicas (cânhamo, juta, coco, sisal), como nanoceluloses cristalinas (CNC), nanoceluloses fibriladas (CNF), microceluloses cristalinas (MCC) ou microceluloses fibriladas (MFC) (Samir; Alloin; Dufresne, 2005; Siqueira; Bras; Dufresne, 2010).

A madeira é a principal fonte de celulose, especialmente para a indústria de celulose e papel, embora estejam disponíveis várias outras fibras agrícolas, fontes não madeireiras, como algas, fungos e bactérias (Tingaut; Zimmermann; Sebe, 2012; Miao; Hamad, 2013). A celulose é o polímero de base biológica mais abundante do mundo, com inúmeras aplicações para materiais de engenharia, como argamassas, compósitos de fibrocimento e concretos (Miao; Hamad, 2013; Alavi, 2019; Abushmmala; Mao, 2019; Wei *et al.*, 2020). É considerada uma fonte quase inesgotável de matéria-prima para a crescente demanda por produtos ecologicamente corretos devido ao seu baixo custo e biodegradabilidade (Kontturi; Tammelin; Osterberg, 2007; Lengowski *et al.*, 2018; Wei *et al.*, 2020).

As moléculas de celulose individuais são formadas por fibrilas elementares ou microfibrilas (Figura 1), apresentando um diâmetro em torno de 5 nm. As microfibrilas são formadas durante a biossíntese da celulose apresentando vários micrômetros em comprimento que permitem a criação de regiões cristalinas formando um núcleo alternado com domínios

desordenados (amorfo). As regiões cristalinas são extraídas, resultando em micro ou nanocelulose cristalina (Sakurada; Nukushina, 1962; Tingaut; Zimmermann; Sebe, 2012; Lengowski *et al.*, 2019).



FIGURA 1 - Esquematização do arranjo de unidades de celulose

FONTE: Adaptada de Tingaut, Zimmermann e Sebe (2012)

Celulose é um polímero linear de carboidratos, incluindo repetidos unidades de  $\beta$ -Dglicopiranose por ligação de  $\beta$  (1  $\rightarrow$  4) e com três grupos hidroxila por unidade de anidroglucose, fornecendo alta capacidade de modificação da superfície (Salam; Jameel, 2013). Moléculas de celulose (Figura 2) são compostas de região cristalina e amorfa. Não há limites óbvios dentro das regiões cristalina e amorfa, portanto, um fenômeno de transição gradual é exibido (Xu *et al.*, 2020).

FIGURA 2 - Estrutura da macromolécula de celulose



FONTE: Sun (2008)

A celulose pode passar por tratamentos buscando melhorar seu emprego em determinadas aplicações. Dentro do contexto de nanotecnologia podem ser empregados tratamentos químicos ou enzimáticos que visam isolar regiões cristalinas produzindo a microcelulose cristalina (MCC) ou nanocelulose cristalina (CNC) ou tratamentos mecânicos, visando obter nanocelulose nanofibrilada (Rani *et al.* 2019; Lengowski *et al.*, 2019; Souza *et al.*, 2022).

Materiais compostos de celulose têm sido utilizados em uma ampla variedade de aplicações, como embalagens de alimentos, produção de papel, indústria de biomateriais e farmácia (Salam; Jameel, 2013), podendo as fibras ou microfibras de celulose ser consideradas como adição em compósitos cimentícios e poliméricos (Mármol *et al.*, 2013).

## 2.2 MICROCELULOSE CRISTALINA

A microcelulose cristalina é produzida por hidrólise química controlada de celulose, com solução ácida diluída (Hoyos; Cristia; Vázquez, 2013; Suryadi *et al.*, 2018). Na Figura 3 é mostrada a esquematização desse processo.

Na presença de água e ácido, o processo de hidrólise quebra os polímeros de celulose em polímeros de cadeia menor ou microcristais, com partículas de comprimento médio que variam de 75 µm a 400 µm (Gaudreault; Ven; Whitehead., 2005; Peng *et al.*, 2014; Balea *et al.*, 2019). A microcelulose cristalina (MCC) é comumente seca pelo método de secagem por pulverização (Chaerunisaa *et al.*, 2019).

Farmacêuticos vêm utilizando microcelulose cristalina, na formulação de comprimidos, devido às características intrínsecas desse material, sendo eles biocompatíveis, baratos e amplamente utilizados como ligantes em matrizes (Kamel *et al.*, 2008; Rowe; Sheskey, 2003).

A microcelulose cristalina é um produto amplamente utilizado como um aglutinante seco forte, desintegrante, absorvente, material de enchimento ou diluente, um lubrificante e antiaderente, sendo um aditivo valioso nas indústrias farmacêutica, alimentícia e cosmética (Chaerunisaa *et al.*, 2019).



FIGURA 3 - Estrutura hierárquica de celulose extraída de planta

FONTE: Adaptado de Rojas, Bedoya e Ciro (2015)

A matéria-prima da microcelulose cristalina é geralmente polpa de celulose de plantas fibrosas como madeira de coníferas. Muitos estudos sobre as propriedades físico-químicas da MCC produzida de derivados de fontes naturais têm sido desenvolvidos com o enfoque de uma nova fonte natural de MCC como substituição da madeira. A microcelulose cristalina obtida de diferentes fontes difere consideravelmente na composição química, organização estrutural e propriedades físico-químicas (cristalinidade, teor de umidade, área superficial e estrutura porosa e peso molecular) (Chaerunisaa *et al.*, 2019).

A microcelulose cristalina pode ser caracterizada como um pó branco de partículas fibrosas com tamanhos em torno de 40 µm e cristalinidade de 60-80%. O processo de produção de MCC é similar à da CNC (Figura 4). A diferença entre a produção de nanocelulose cristalina (CNC) e microcelulose cristalina (MCC) por hidrólise ácida reside no tempo de reação ou concentração do reagente, onde menos tempo e menores concentrações são empregadas para MCC (Zeni *et al.*, 2016).



FIGURA 4 - Método para produção de MCC e CNC a partir da celulose

Micro ou Nanocristais de celulose individuais

FONTE: Adaptado de Lee, Hamid e Zain (2014)

#### 2.2.1 Microcelulose cristalina na construção civil

Hoyos, Cristia e Vázquez (2013), Silva *et al.* (2018) e Gwon, Choi e Shin (2021) concluíram em sua pesquisa que o uso de microcelulose cristalina (MCC) aumenta a taxa de hidratação do cimento no ensaio de termogravimetria, devido ao aumento na intensidade dos picos correspondentes à evaporação de água e desidratação do hidróxido de cálcio na pasta de cimento. Banthia *et al.* (2014) observaram que o uso de 0,3% de microcelulose cristalina em relação à massa do cimento, na produção de concretos a base de cimento Portland, aumentou seu desempenho mecânico à compressão e levou ao controle de trincas e redução de retração.

As microcelulose cristalinas possuem estruturas altamente cristalinas, a qual deve ser menos afetada pelas condições de degradação, em comparação com as fibras lignocelulósicas, que contêm uma quantidade significativa de constituintes amorfos (Silva *et al.*, 2018).

Uma superficie específica mais alta aumenta a capacidade das fibras de se unir à matriz de cimento e entre si, o que melhora as propriedades mecânicas. Os beneficios mais interessantes do uso de micro e nanoceluloses são a melhor adesão à interface fibra-matriz e maiores propriedades mecânicas, portanto, a interação entre fibras e cimento pode ser melhorada com o uso de partículas refinadas (Balea *et al.*, 2019).

Redução de fissuras, aumento de resistência à compressão e flexão e benefícios ambientais, podem promover a utilização industrial sustentável de materiais à base de cimento reforçados com microcelulose cristalina (Long *et al.*, 2019; Gwon *et al.*, 2022).

Apesar das vantagens do emprego das microceluloses cristalinas, poucas pesquisas tiveram como foco a adição de compósitos cimentícios, quando comparadas às nanoceluloses, embora as MCC's sejam mais disponíveis comercialmente e mais fáceis de serem aplicadas na construção (Silva *et al.*, 2018).

Compósitos cimentícios reforçados com micro ou nanoceluloses contribui para melhorar o empacotamento das partículas e diminuir as microfissuras. Além disso, a alta superfície específica das partículas de celulose pode melhorar adesão e hidratação em sistemas cimentícios. As partículas de celulose são materiais promissores para emprego em placas cimentícias, porém as vantagens supracitadas dependem da proporção e dispersão das nano ou microceluloses (Correia *et al.*, 2018; Çavdar; Yel; Torun, 2022).

Semelhante a outros nano e micromateriais, a dispersão não homogênea de microcelulose cristalina pode ser a principal razão na redução do desempenho mecânico, já que a aglomeração de MCC pode reduzir a eficiência da adição e leva defeitos dentro dos materiais cimentícios (He *et al.*, 2023). A dispersão das microceluloses cristalinas em sistemas cimentícios é um fator importante a ser considerado na produção de compósitos cimentícios. As MCC's interagem com a água, podendo estar disponível durante o processo de hidratação. Porém o mesmo mecanismo pode manter a solução (água + MCC) unida, sendo responsável pela tendência à aglomeração de MCC e influenciando na hidratação e nas propriedades mecânicas. Outro fator a ser considerado são as concentrações no qual a medida que aumenta o teor diminui o grau de hidratação (Parveen *et al.*, 2017; Silva *et al.*, 2018; Lisboa *et al.*, 2021).

#### 2.2.2 Métodos de dispersão da microcelulose cristalina

Em seu trabalho Parveen *et al.* (2017) estudaram diferentes maneiras para a preparação das suspensões aquosas de microcelulose cristalina para a produção de compósitos cimentícios (Figura 5 e 6). Os métodos consistiam em empregar surfactante (Pluronic F-127) e superplastificantes (Carboximetilcelulose), sendo dispersas as microceluloses cristalinas por meio de banho ultrassônico. Os autores concluíram que os melhores desempenhos de resistência à flexão (aumento de 31%) e à compressão (aumento de 66%) foram alcançados com o emprego do surfactante Pluronic em combinação com superplastificantes, usando o processo de banho ultrassônico.

FIGURA 5 – Suspensões aquosas de MCC com aditivo surfactante e superplastificante com Pluronic



FONTE: Parveen et al. (2017)

FIGURA 6 – Suspensões aquosas de MCC com aditivo surfactante e superplastificante com CMC



FONTE: Parveen et al. (2017)

Parveen *et al.* (2017) relataram a primeira tentativa de utilizar somente o banho ultrassônico para dispersar homogeneamente a microcelulose cristalina. Com base nos resultados experimentais foi possível verificar uma melhoria de 19,2% na resistência à flexão e 51,4% na resistência à compressão.

Já Silva *et al.* (2018) desenvolveram compósitos cimentícios reforçados com microcelulose cristalinas preparando as suspensões aquosas através de agitação magnética por 45 minutos. Com base nesse método de dispersão foi possível obter melhorias de 20,5% na resistência à flexão e 19,8% na resistência à compressão. Contudo, as melhorias alcançadas foram proporcionadas em concentrações menores de MCC's (0,4%).

Lisboa *et al.* (2021) avaliaram a influência da microcelulose cristalina em pastas cimentícias. Para a preparação das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina foi utilizada o agitador magnético e nenhum produto químico foi utilizado e verificou-se que a adição de 0,2% de microcelulose cristalina em relação à massa do cimento teve um maior desempenho mecânico de módulo de ruptura de 8,06% maior em relação à referência.

Souza *et al.* (2022) buscaram encontrar uma metodologia adequada para dispersar e misturar a microcelulose cristalina e nanocelulose fibrilada através de seis estratégicas de dispersão diferentes, incluindo meios mecânicos (agitação magnética), ultrassônica e métodos químicos (adição de polaxâmero, superplastificantes e oxidação TEMPO). A técnica de banho ultrassônico combinada com o uso de superplastificantes foram considerados os mais adequados para dispersar a microcelulose cristalina em um percentual de 0,75% em relação à massa do cimento. Essas misturas resultaram em um aumento da resistência à flexão de 5 vezes quando comparadas à referência.

Com base nos parágrafos mencionados anteriormente, foi possível identificar os principais procedimentos para a dispersão das microceluloses cristalinas na matriz cimentícia. Os procedimentos empregados incluem agitação magnética e banho ultrassônico. Adicionalmente aos métodos de dispersão, alguns autores destacaram o efeito positivo da inclusão de aditivos superplastificantes e surfactantes no processo de dispersão.

#### 2.2.3 Dosagem da microcelulose cristalina em sistemas cimentícios

A maioria dos estudos sobre materiais cimentícios mostrou altas melhorias com teores de micro e nanoceluloses inferiores a 1% em relação a massa do cimento, e em alguns foi mostrado que os efeitos das partículas refinadas podem ser revertidos se houver super dosagem (Balea *et al.*, 2019). Para Silva *et al.* (2018) a dispersão homogênea de microcelulose cristalina na matriz cimentícia foi atingida para baixas concentrações (até 0,4% em peso, em relação à água) e a aglomeração aumentou consideravelmente acima de 1%.

Uma concentração de MCC de 1% em relação a massa do cimento leva a uma diminuição significativa no valor do fluxo e na trabalhabilidade da argamassa a densidade aparente começa a diminuir principalmente devido ao aumento da aglomeração da MCC dentro da mistura (Silva *et al.*, 2018).

Os melhores resultados obtidos na trabalhabilidade de argamassas com microcelulose cristalina foram obtidos com porcentagens de 0,2% em relação a massa de cimento (Moraes *et al.*, 2018). Assim como, a melhoria da densidade aparente e do desempenho mecânico dos compósitos MCC foi maior em concentrações mais baixas de MCC (0,2%) e nos primeiros dias de hidratação (3 e 7 dias). As melhorias máximas na resistência à flexão e à compressão foram com os teores de 0,2% e 0,6% de MCC (Silva *et al.*, 2018).

Parveen *et al.* (2017) verificaram que empregando uma concentração acima de 0,6% de microcelulose cristalina em relação à massa do cimento promoveu uma aglomeração

significativa, levando a uma sedimentação das suspensões aquosas. Já Parveen *et al.* (2017) variaram as suspensões aquosas de 1,0%- 5,0% em relação à massa do cimento e concluíram que usando 1% de MCC foi possível apresentar melhorias de 19,2% na resistência à flexão e 51,4% na resistência à compressão.

Alshagel *et al.* (2018) relataram uma melhoria no desempenho em compósitos cimentícios através do efeito combinado de microcelulose cristalina e nanotubo de carbono, onde atingiram melhorias significativas nas resistências à compressão (23,25) e à flexão (12,3%) aos 28 dias, com 0,5% de MCC e 0,3% de nanotubo de carbono.

Na Tabela 1 está apresentado um resumo dos percentuais de microcelulose cristalina utilizados em matrizes cimentícias com base nas pesquisas apresentadas anteriormente.

Autores	Percentual	Material	Efeito nas propriedades
	em relação à	cimentício	mecânicas
	massa de cimento		
			Aumento de 20,5% na
Silva <i>et al</i> .	0,4%	Compósito	resistência à flexão e 19,8%
(2018)		cimentício	na resistência à compressão
Moraes et al.	0,2%	Argamassas	Aumento de 6% na
(2018)		cimentícias	resistência à tração na
			flexão
	0,2%		Aumento de 8,06% do
Lisboa <i>et al</i> .		Pastas cimentícias	módulo de ruptura
(2021)			
			Aumento de 31% na
Parveen et al.	0,6%	Compósito	resistência à flexão e 66%
(2017)		cimentício	na resistência à compressão
			Aumento de 19,2% de
Parveen et al.	1%	Compósito	resistência à flexão e 51,4%
(2017)		cimentício	na resistência à compressão
Souza <i>et al</i> .			Aumento da resistência à
(2022)	0,75%	Compósito	flexão em 5 vezes em
		cimentício	relação a referência
			Aumento de 12,3% de
Alshagel et al.	0,5%	Compósito	resistência à flexão e
(2018)		cimentício	23,25% na resistência à
			compressão

TABELA 1 - Resumo dos percentuais de microcelulose cristalina utilizados em materiais

FONTE: A autora (2023).

#### 2.3 MICROFIBRA DE CELULOSE

A maioria das fibras e microfibras de celulose são constituídas em hemicelulose, celulose e lignina (Figura 7), onde a lignina constitui cerca de 10 a 25% do peso seco e atua como um ligante entre os componentes de celulose e hemicelulose, conferindo rigidez e força de ligação e também protege a parede celular da perda da umidade e do ataque de agentes xilófagos. Outros dois componentes principais, as celuloses e hemiceluloses, representam cerca de 35-50% e 20-35% do peso seco da biomassa lignocelulósica, respectivamente (Sharma *et al.*, 2018).

FIGURA 7 - Composição química das fibras e microfibras de celulose



FONTE: Adaptado de Sharma et al. (2018)

As polpas de celulose podem ser produzidas de resíduos de diferentes espécies de madeira, através do processo de polpação química com licores alcalinos (reação de hidróxido de sódio e sulfeto de sódio ou apenas hidróxido de sódio), ácidos (sulfito ou bissulfito) ou polpação com solventes orgânicos (etanol ou metanol) em que o processo mais consolidado de polpação é o "kraft", devido ao bom rendimento, fibras ou microfibras com boa resistência mecânica e a possibilidade de recuperação de reagentes químicos (Lengowski *et al.*, 2019). Polpas branqueadas (baixo teor de lignina) são mais empregadas em compósitos cimentícios e geralmente apresentam progressão acelerada da mineralização de fibras na matriz de cimento em comparação às fibras não branqueadas (Mohr; Nanko; Kurtis, 2005; Ballesteros *et al.*, 2022).

As fibras e microfibras de celulose, conhecidas por suas diversas aplicações como em plásticos, fibras têxteis e produtos médicos, apresentam propriedades específicas que despertam o interesse do seu uso em compósitos cimentícios (Messan; Lenny; Nectoux, 2011). A principal utilização de fibras e microfibras de celulose é na fabricação de papel, sendo um processo de

produção muito relevante para economia. O processo básico de fabricação de papel envolve o uso de fibras e microfibras de celulose em suspensão aquosa (Jabbour *et al.*, 2012).

Fibra e microfibra de celulose são compostas principalmente de celulose (com baixa cristalinidade de cerca de 43% a 65%), variando em comprimento de 10 μm a alguns milímetros. Essas fibras e microfibras purificadas têm características que aumentam o interesse em seu uso com materiais cimentícios nas últimas duas décadas: (1) propriedades mecânicas superiores com baixa densidade (resistência à tração de até 700MPa); (2) alta retenção de água (absorção capacidade superior a 300%) para uso como agente de cura interno; e (3) ambientalmente correto devido a recursos abundantes, baixo custo e renováveis (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015).

O teor de cinzas das fibras e microfibras de celulose é uma medida para determinação da quantidade de inorgânicos presentes em materiais lignocelulósicos. Na maioria dos casos o teor de inorgânicos é inferior a 0,5% (Rowell, 2005). As fibras de celulose branqueadas que foram extraídas de sisal, juta, abacá e linho apresentam em sua composição química um teor de cinzas respectivamente de 0,74%; 0,58%; 0,32% e 0,26% (Barba *et al.*, 2002). Migneault, Koubaa e Perré (2014) avaliaram o teor de cinzas como medida para determinação do grau de contaminação das fibras naturais de celulose, extraídas de diferentes tipos de madeira. Foi encontrado um teor inferior a 1% de cinza, sendo típico da madeira limpa e deve-se aos minerais presentes em paredes celulares e extrativos. As cascas de madeira apresentaram teores de cinzas na faixa 1% a 5%. Teores de cinzas de 15% a 50% são encontrados em materiais lignocelulósicos que passaram por tratamentos químicos.

A parede celular das fibras e microfibras de celulose consiste em cristais cristalinos repetidos estrutura resultante da agregação de cadeias de celulose. As fibras e microfibras são cercadas por uma matriz amorfa de hemiceluloses e lignina (Figura 8) (Sonia; Dasan, 2013). As fibras e microfibras de celulose têm sido amplamente aplicadas em algumas áreas, como a indústria de papel e têxtil, como também em aplicações biomédicas (Xing *et al.*, 2010).



FIGURA 8 - Representação esquemática de materiais à base de celulose

FONTE: Adaptado de Genomic (2016).

O comprimento das fibras de celulose em materiais cimentícios é predominantemente encontrado em duas escalas: fibras de celulose na escala de milímetros/centímetros obtidas diretamente de plantas com um processamento relativamente simples, através de uma simples moagem, enquanto as fibras de celulose na escala de nanômetros/micrômetros (microfibras) geralmente produzidas através de processos mais avançados, como cisalhamento mecânico com alta precisão e tratamentos enzimáticos (Zhang *et al.*, 2022; Hisseine *et al.*, 2019; Hoyos *et al.*, 2019; Correia *et al.*, 2018; Xie; Zhou; Yan, 2019).

#### 2.3.1 Fibra e microfibra de celulose na construção civil

As fibras de celulose são amplamente disponíveis na maioria dos países em desenvolvimento e apresentam várias características interessantes, como baixa densidade, caráter renovável, biodegradabilidade e uma ampla variedade de morfologias e proporções (Claramunt *et al.*, 2011; Pizzol *et al.*, 2014; Santos *et al.*, 2015; Kesikidou; Stefanidou, 2019).

Os estudos de novas tecnologias para desenvolvimento de compósitos empregados na construção civil levaram à investigação de fibras lignocelulósicas para adição na produção de materiais com matrizes de aglomerantes minerais (Liu *et al.*, 2023; Santos *et al.*, 2015). Nesse sentido, as fibras de celulose como adição para argamassas e concretos de cimento Portland

como também em placas fibrocimento constituem uma opção muito interessante para a indústria da construção (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015).

Uma combinação de propriedades físicas e mecânicas que podem melhorar as propriedades de materiais cimentícios, juntamente com seus benefícios ambientais é o principal fator para o uso de fibras à base de celulose como alternativa aos sistemas convencionais de construção. Com isso, um esforço considerável tem sido feito para a aplicação das fibras de celuloses como adição para a produção de componentes de construção a baixo custo (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015).

As fibras sintéticas, frequentemente usadas, são nocivas ao meio ambiente, sendo que seu uso resultou em um aumento no consumo de petróleo. Portanto, a possibilidade de substituir as fibras sintéticas por fibras de origem orgânica, torna-se cada vez mais viáveis e as pesquisas relacionadas a compósitos de matrizes frágeis com adição de fibras de celulose cada vez mais importantes (Hwang *et al.*, 2016).

As microfibras de celulose com razão de aspecto relativamente menor que as fibras de celulose podem facilitar a cura interna, mantendo um potencial para mitigar defeitos intrínsecos do material, como microfissuras, zonas de transição interfacial (Gwon *et al.*, 2022).

No estudo de Gwon *et al.* (2022) foi demonstrado uma boa correlação entre o aumento na umidade relativa interna e as reduções relacionadas na retração autógena em compósitos cimentícios com microfibras de celuloses produzidas através de da planta juta de Java (*Hibiscus cannabinus*).

Pescarollo *et al.*, (2022) avaliaram que as microfibras de celulose promoveram a deformabilidade dos materiais em virtude do efeito de plasticidade das argamassas de revestimento a partir do afastamento das partículas sólidas, resultando no retardamento da fase de embricamento.

O uso de fibras longas (5 mm de comprimento), nas mesmas quantidades que as fibras curtas (0,4 mm), induziu um maior atrito interfacial entre agregados e fibras, indicado pelo aumento drástico da taxa de tensão de escoamento. As pastas cimentícias exibiram uma viscosidade plástica menor para as fibras curtas quando comparadas as fibras longas, indicando que fibras em escala micrométrica atuam melhorando o estado fresco de sistemas cimentícios (Gwon; Choi; Shin, 2021).
### 2.3.2 Influência da microfibra de celulose no estado fresco de sistemas cimentícios

Para obtenção das propriedades requeridas no estado endurecido dos compósitos com microfibras de celulose é necessária grande atenção no processo de produção, de modo a garantir uma dispersão homogênea das microfibras na matriz, uma alta aderência entre a matriz e as microfibras, baixa porosidade da matriz, uma porcentagem otimizada de microfibras: suficiente para reforçar o material, permitindo uma continuidade da matriz (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015; Ahmad; Hamid; Osman, 2019).

A viabilidade de produção de compósitos de matrizes cimentícias com adição de fibras de celulose depende da geometria (comprimento, diâmetro e forma) (Figura 9) e porcentagem das fibras, assim como a interação com o aglutinante, sua orientação e dispersão dentro da mistura. Além disso, sua composição química desempenha um papel importante em seu comportamento, sendo que o teor de celulose e lignina pode ter impacto no processo de hidratação e, eventualmente, no desempenho mecânico (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015; Kesikidou; Stefanidou, 2019).

FIGURA 9 - Imagens de fibras lignocelulósicas em diferentes formas (a) fios (b) fibra (c)



FONTE: Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015)

Fibras de celulose apresentam dificuldades no controle do comprimento, diâmetro e formato, os quais têm impacto significativo no estado fresco de compósitos cimentícios. As fibras em geral podem apresentar dimensões diferentes em escala micro e macrométrica. Fibras mais longas (entre 2-5 mm) têm maior tendência a causar aglomeração. Por outro lado,

microfibras (0,1-1 mm) (Figura 10) são mais facilmente dispersáveis e, para uma fração volumétrica, tendem a se distribuir de forma mais homogênea na matriz cimentícia. Portanto, é recomendável ajustar tanto o teor quanto o comprimento das fibras de celulose em materiais cimentícios, a fim de alcançar uma formulação ideal (Pescarollo *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022; Gwon *et al.*, 2022).



FIGURA 10 - Relação do comprimento e diâmetro das fibras curtas de celulose

Estudos mostraram que a incorporação de fibras de celulose longas reduz a trabalhabilidade dos compósitos cimentícios no estado fresco, o que causa uma adesão deficiente e leva à redução da resistência dos compósitos endurecidos (Islam; Hussain; Morshed, 2011; Onuaguluchi; Banthia, 2016).

As fibras de celulose apresentam resultados promissores como aditivos em matrizes poliméricas (Jankauskaite *et al.*, 2020) e cimentícias (Gwon *et al.*, 2022), no entanto, as fibras de celulose naturais apresentam algumas desvantagens importantes dificuldades de dispersão e baixa adesão interfacial, inviabilizando o processo de produção de compósitos em escala industrial (Sharma *et al.*, 2018).

A maioria dos trabalhos relatados com compósitos cimentícios com adição de fibras de celulose, está focada no aprimoramento mecânico de sistemas cimentícios. Não há ênfase de

estudar a relação entre o comportamento reológico com o desempenho mecânico para identificar uma condição monodispersa favorável para a fibra incorporada (Gwon; Choi; Shin, 2021; Aldama *et al.*, 2019).

A adição de fibras de celulose em matrizes cimentícias, pode trazer uma série problemas relacionados às propriedades reológicas do compósito (Sathiparan; Rupasinghe; Pavithra, 2017). A medição das propriedades reológicas de materiais cimentícios fornece informações cruciais da evolução do processo de hidratação ao empregar diferentes tipos de adições (Mukhopadhyay; Jang, 2009).

Momoh e Osofero (2019) concluíram que as propriedades mecânicas têm uma relação direta com o volume percentual de fibras de celulose e que embora as fibras reduzam a trabalhabilidade dos compósitos frescos, a proporção água/cimento não deve exceder a 0,56, para evitar a aglomeração de fibras nas amostras.

Uma das alternativas para melhorar a trabalhabilidade dos compósitos cimentícios com adição de fibras de celulose, sem aumentar a quantidade de água na mistura, é empregar aditivos ou micro/nanoaditivos, com a finalidade de aumentar fluidez na mistura, porém é necessário avaliar os mecanismos do aditivo a ser empregado e sua influência na mistura tanto no estado fresco como no endurecido (Khan; Ali, 2018).

As fibras de celulose possuem alta retenção de água, devido a sua natureza hidrofilica, podendo ser introduzido em pastas cimentícias para fornecer água para reações de hidratação. Com isso, reduzirá significativamente a retração plástica, que é a principal causa de fissuras na idade precoce. Além da capacidade de cura interna, as fibras de celulose também podem ajudar a reduzir as fissuras induzidas pela retração por secagem em idades posteriores (Bentur, 2002; Kawashima; Shah, 2011; Claramunt *et al.*, 2011; Chen *et al.*, 2014; Fu *et al.*, 2017; Jongvisuttisun; Leisen; Kurtis, 2018; Lee; Choi, 2022). Porém, a alta capacidade das fibras de celulose em absorver água pode provocar alterações dimensionais na fibra, o que consequentemente leva a um enfraquecimento da adesão fibra-atriz (Ballesteros *et al.*, 2022).

Dependendo da estrutura e composição química das fibras de celulose, a percolação da água no estado fresco pode ser conduzida por gradientes de concentração (ou seja, difusão), por capilaridade, bem como por efeitos de pressão osmótica (Sulub *et al.*, 2009). As fibras de celulose apresentam duas classes de poros: macroporos (lúmen) e microporos, dentro da parede celular. Ambos contribuem para o transporte de umidade, através do fluxo capilar do lúmen, entre microporos na parede celular e através da difusão e, portanto, influenciam o transporte de água das fibras para a pasta cimentícia (Jongvisuttisun; Leisen; Kurtis, 2018).

Mecanismos inter-relacionados, forças de difusão, osmose e capilaridade, influenciam a transição da água das fibras de celulose para o cimento e afetam o desempenho de cura interna (Jongvisuttisun; Leisen; Kurtis, 2018).

As propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas de fibras de celulose e polímeros naturais, que são as principais responsáveis pela ação de cura interna nos compósitos cimentícios, podem causar fraca ligação na interface dos compósitos cimentícios com adição de fibras de celulose (Lau *et al.*, 2018). Por isso, para as aplicações de cura interna das fibras de celulose em matrizes frágeis é importante avaliar e garantir que os compósitos obtenham uma boa dispersão, pois os benefícios da adição de fibras de celulose na matriz não serão aproveitados e as fibras poderão atuar como falha no material (Kawashima; Shah, 2011; Fu *et al.*, 2017).

2.3.2.1 Influência da microfibra de celulose na hidratação de sistemas cimentícios

As fibras e microfibras de celulose podem apresentar um efeito negativo no processo de hidratação de compósitos de cimento, no qual um atraso no tempo de pega e redução da temperatura de hidratação podem acontecer. Isso ocorre devido à presença de açúcares solúveis em água que resulta em uma hidrólise alcalina da lignina e solubilização parcial de hemicelulose contida nessas fibras (Bilba; Arsene; Ouensanga, 2003).

A dissolução desses açúcares solúveis produz compostos de cálcio na matriz de cimento que reduzem a temperatura de hidratação do cimento e atrasam a formação de produtos de hidratação, atribuído à presença de pectinas contidas nessas fibras, que atuam como cálcio inibidor de formação de silicato de cálcio hidratado (Onuaguluchi; Banthia, 2016).

A determinação da compatibilidade química das fibras e microfibras de celulose e matrizes cimentíucias é um aspecto essencial para selecionar matérias-primas mais adequadas ao desenvolvimento de tecnologias com ligantes inorgânicos empregados em materiais construtivos (Marques *et al.*, 2016).

As fibras orgânicas, geralmente apresentam baixa compatibilidade devido à quantidade de compostos polissacarídeos não celulósicos (compostos fenólicos, ácidos, açúcares solúveis, resinas e extrativos) em soluções alcalinas que interferem no processo de hidratação do cimento, sendo inibitórias à pega. Além disso, a dissolução de extrativos da superfície da fibra na mistura de cimento atrasa o tempo de endurecimento inicial do compósito. Este fenômeno de interação é geralmente expresso por uma redução das propriedades físicas e mecânicas de compósitos cimento/fibra (Hofstrand; Moslemi; Garcia, 1985; Beraldo *et al.*,

1998; Baley, 2002; Beraldo; Vieira, 2003; Iwakiri, 2005; Macêdo *et al.*, 2011; Fan *et al.*, 2012; Sawsen *et al.*, 2015; Marques *et al.*, 2016).

A evolução temporal da temperatura na mistura é uma consequência da natureza exotérmica das reações de hidratação de compósitos cimentícios, que determina a cura e endurecimento. A introdução de fibras ou microfibras de celulose em sistemas cimentícios afeta a temperatura máxima do compósito e a intensidade das reações de hidratação, razão pela qual a temperatura máxima da reação de hidratação do compósito é utilizada como indicador de compatibilidade (Marques *et al.*, 2016).

# 2.3.3 Influência da microfibra de celulose no estado endurecido de sistemas cimentícios

Para entender as propriedades dos compósitos de matrizes frágeis com adição de fibras de celulose, é necessária a estimativa da contribuição da fibra e a previsão do comportamento do compósito no estado endurecido. Fatores atenuantes que influenciam no desempenho mecânico dos compósitos são: composição da matriz, o comprimento, porcentagem, tipo, geometria e orientação das fibras na matriz de cimento (Sabarish *et al.*, 2020).

A avaliação do desempenho mecânico de compósitos cimentícios reforçados com fibras e microfibras de celulose é difícil de prever, pois existem fatores que impactam diretamente nas propriedades mecânicas desses compósitos, tais como: a composição química da fibra ou microfibra de celulose, além das características físicas como: tamanho, geometria, área de superfície e capacidade de absorção de água, como também características de composição da mistura: tipo de cimento, relação fibra lignocelulósica-cimento e relação águacimento que contribuem para o comportamento final do compósito (Dias *et al.*, 2022).

Uma das desvantagens do uso de fibras e microfibras de celulose em matrizes à base de aglomerantes minerais pode ser uma combinação do enfraquecimento das fibras ou microfibras devido ao ataque de álcalis e a mineralização das fibras ou microfibras causadas pela dissolução das fases do cimento que penetram na parede celular. O hidróxido de cálcio é um dos principais produtos em matrizes frágeis e fornece alta alcalinidade na solução porosa. Esses mecanismos podem afetar propriedades importantes dos compósitos, reduzindo a adesão entre fibra ou microfibra e matriz (Almeida *et al.*, 2013; Pizzol *et al.*, 2014; Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015; Santos *et al.*, 2015; Sawsen *et al.*, 2015; Wei; Ma; Thomas, 2016).

O processo de mineralização é causado por uma reação química do polímero de celulose em ácido isocianúrio devido ao alto teor alcalino da matriz (Figura 11). O ácido reage

com os íons cálcio, originando um sal precipitado. Este o processo catalisa novas transformações do polímero de celulose em ácido e a formação de mais sais, levando ao enfraquecimento das fibras de celulose (Pavasars *et al.*, 2003).

FIGURA 11 - Mecanismo de formação de ácido isoanúrio e capróico durante a degradaçãoalcalina da celulose



FONTE: Adaptado de Pavasars et al. (2003)

Os resultados indicam que o grau de hidratação, o teor de hidróxido de cálcio e a alcalinidade da matriz de cimento desempenham papéis decisivos nos ataques de álcalis e na mineralização das paredes celulares das fibras ou microfibras (Wei; Ma; Thomas, 2016).

Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015) avaliaram que durante os ensaios acelerados dos ciclos de imersão e secagem de compósitos cimentícios, há um processo de densificação da superfície e do lúmen das fibras, com produtos com alta alcalinidade (principalmente hidróxido de cálcio), como consequência redução do desempenho mecânico.

Mohr, Nanko e Kurtis (2005) avaliaram o sequenciamento dos mecanismos de deterioração dos compósitos cimentícios reforçados com fibras de celulose no qual primeiramente acontece a perda de aderência entre fibra e matriz, posteriormente uma reprecipitação dos compostos hidratados no espaço vazio na fibra/interface de cimento e, por fim a mineralização completa, portanto, a fragilização das fibras reduzindo o desempenho mecânico dos compósitos cimentícios.

Para Pizzol *et al.* (2014) uma das maneiras para proteção de materiais à base de celulose da mineralização e ataque químico seria a obtenção de uma matriz menos agressiva (por exemplo, alcalinidade mais baixa), mantendo a resistência e a qualidade das celuloses durante sua vida útil. Dois métodos de mitigação foram propostos para resolver este problema: (1) modificar física e quimicamente as fibras para aumentar a resistência à degradação; e (2) reduzir a portlandita adicionando compostos pozolânicos ou induzindo processo de carbonatação (Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015).

O desempenho a longo prazo de compósitos cimentícios está relacionado à capacidade de resistir a danos causados por fatores externos (variações de umidade e temperatura do ambiente, ataque de sulfato ou cloreto, etc.) e fatores internos (reação química, alta relação água / cimento e alterações volumétricas devido a hidratação em pasta (Juárez *et al.*, 2007). Portanto o monitoramento do desempenho em diferentes fases de hidratação é um fator importante na avaliação de compósitos cimentícios com adição de materiais celulósicos para emprego na construção civil.

### 2.3.4 Dosagem da microfibra de celulose em sistemas cimentícios

As fibras de celulose são amplamente encontradas em diversos países em desenvolvimento, apresentando interesse como adição econômica em matrizes cimentícias. Além disso, as fibras de celulose exibem uma variedade de morfologias e proporções, o que as torna altamente versáteis em sua aplicação (Tonoli *et al.*, 2009). No entanto, o uso de fibras de celulose em matrizes minerais também apresenta algumas desvantagens que pode limitar seu desempenho em compósitos cimentícios.

Dentre as desvantagens do uso de fibras de celulose em matrizes cimentícias que restringem o desempenho dos compósitos está no teor máximo das fibras que podem ser incorporadas nos compósitos (Fu *et al.*, 2017), normalmente a quantidade usada em materiais cimentícios é controlada dentro da faixa de 0,2 a 2%. Um alto teor de fibra pode causar dificuldades na mistura e dispersão e uma redução significativa da trabalhabilidade nos compósitos a base de aglomerantes minerais podendo apresentar um aumento da porosidade e redução nas propriedades mecânicas (Yan; Kasal; Haung., 2016).

Bezerra *et al.* (2006) concluíram que os teores de fibras sintéticas acima de 2% em relação à massa do cimento apresentaram redução na resistência à compressão dos compósitos cimentícios aos 28 dias de idade.

Palomar, Barluenga e Puentes (2015) avaliaram o efeito da quantidade de fibras de celulose entre 0,8% a 1,6% em relação à massa do cimento e concluíram que as propriedades mecânicas, térmicas e acústicas variaram com a quantidade de fibras de celulose, sendo 1,6% o limite na melhoria de desempenho.

Kawashima e Shah (2011) verificaram que as adições de fibras de celulose aumentaram a rigidez dos compósitos cimentícios, porém a adição de 1% de fibra de celulose em relação à massa do cimento diminuiu consideravelmente a fluidez e devido a este efeito a dosagem de fibra não deve exceder 1%. Para Claramunt *et al.* (2016) o maior valor do módulo de elasticidade (MOE) foi obtido empregando 2% de fibras de celulose em relação à massa do cimento de compósitos cimentícios.

Hwang *et al.* (2016) empregaram fibras naturais curtas de coco nas proporções 1%, 2,5% e 4% em relação à massa de cimento e concluíram que maiores teores de fibra de coco na argamassa tendem a reduzir a densidade e aumentar a dose do superplastificantes e diminuição da resistência à compressão.

Xie, Zhou e Yan (2019) avaliaram as fibras de celulose a partir do bambu em 4,8%, 12% e 16% em relação à massa de cimento de compósitos cimentícios e verificaram o efeito da aglomeração resultante da adição de fibras em compósitos cimentícios, onde as resistências à flexão máxima e ao impacto dos compósitos não foram melhoradas com aumento do teor de fibras.

Compósitos reforçados com fibras de celulose são tipicamente compostos com menos de 2% de fibras em relação a massa de cimento, que conferem maior resistência à tração e tenacidade ao compósito cimentício, uma fase da matriz, que não apenas retém as fibras, mas também transfere cargas e os protege da exposição a ambientes agressivos (Sabarish *et al.*, 2020).

Normalmente a quantidade de fibra de celulose empregada em materiais cimentícios é relativamente pequena, ou seja, a fração do volume da fibra é controlada na faixa de 0,2 a 2,0% (Wei; Meyer, 2015; Mohr; Biernacki; Kurtis, 2006).

Gwon *et al.* (2022) em seu estudo variaram as microfibras de celulose em 0,3% e 1,0% em relação a massa do cimento de compósitos cimentícios e concluíram que a adição de 0,3% proporcionou um aumento da resistência à compressão (4,3%), aumento da velocidade da onda ultrassônica (9,8%), destacando uma contribuição das microfibras de celulose na hidratação em compósitos cimentícios.

Gwon, Choi e Shin (2021) avaliaram microfibras de celulose em compósitos cimentícios variando de 0,3% a 2,0% em relação a massa de cimento e concluíram que a

utilização de maior quantidade (2,0%) de microfibras de celulose levou a um maior atraso no tempo de pega e hidratação dos compósitos cimentícios, como também na redução da resistência à compressão. No entanto, os compósitos cimentícios com adição de 0,3% e 0,6% proporcionaram aumento na resistência à compressão.

Mehta e Monteiro (2008) classificam os compósitos reforçados com fibras em três categorias baseadas na fração volumétrica de fibra:

- a) A fração de baixo volume (menos de 1%) é usada para reduzir as fissuras por retração;
- b) A fração de volume moderada (entre 1% e 2%) é usada em compósitos que requerem um aumento na capacidade de absorção de energia, tenacidade e resistência ao impacto;
- c) Fração de alto volume (superior a 2%), também conhecida como alto desempenho, devido ao aumento do módulo de elasticidade. Porém o aumento da quantidade de fibras requer a incorporação de aditivos para alcançar trabalhabilidade dos compósitos.

Na Tabela 2 foi esquematizado um resumo dos percentuais de fibras e microfibras de celulose empregados em matrizes cimentícias em trabalhos anteriores, no qual foram discutidos nesse tópico.

Autores	Percentual em relação à massa de cimento	Material cimentício	Comprimento	Efeito nas propriedades físicas e mecânicas
Bezerra <i>et al.</i> (2006)	1% a 3%	Compósito cimentício	0,47 mm	Percentuais superiores a 2% não apresentaram melhoria na resistência à compressão
Palomar, Barluenga e Puentes. (2015)	0,8 %	Argamassa de revestimento	1 mm	Redução de poros na argamasa
	1%		2,1 mm	Redução de 13% na
Kawashima e Shad (2011)		Compósito cimentício		retração autógena
Claramunt <i>et al.</i> (2016)	2%	Composito cimentício	6 cm	Maior módulo de elasticidade (22%)

TABELA 2 - Resumo dos percentuais de fibras e microfibras de celulose em materiais cimentícios

Autores	Percentual em relação à massa de cimento	Material cimentício	Comprimento	Efeito nas propriedades físicas e mecânicas	
Hwang <i>et al.</i> (2016)	1%	Compósito cimentício	17 mm	Aumento de 42,3% no módulo de ruptura	
Xie, Zhou e Yan. (2019)	4,8% 12% e 16%	Compósito cimentício	2,5 mm	Aumento das fibras promoveu aglomeração dos compósitos	
Sabarish <i>et</i> <i>al.</i> (2020)	2%	Concreto	19 mm	Melhoria na tenacidade	
Gwon <i>et al.</i> (2022)	0,3%	Compósito cimentício	5 mm	Aumento de 4,3% da resistência à compressão	
Gwon, Choi e Shin (2021)	0,3% e 0,6%	Compósito cimentício	400 µm	Aumento de 85% na resistência à compressão	
Pescarollo <i>et</i> <i>al.</i> (2022)	0,5% 0,3% e 0,1%	Argamassa de revestimento	500-45 μm	Favoreceram a fluidez por meio do mecanismo de lubrificação dos grãos de cimento	
FONTE: A autora (2023)					

# 2.4 EFEITO COMBINADO DE MATERIAIS CELULÓSICOS EM SISTEMAS CIMENTÍCIOS

Uma revisão sistemática da literatura foi desenvolvida com o intuito de identificar literaturas anteriores relevantes no tema de estudo para avaliar o problema de pesquisa sobre a combinação da microfibra de celulose com microcelulose cristalina. A revisão sistemática foi baseada na metodologia *Methodi Ordinatio*, proposta por Pagani, Kovaleski e Resende (2015) que classifica artigos científicos de acordo com sua relevância, considerando três aspectos: fator de impacto, número de citações e ano de publicação. A partir dessas três variáveis, é possível gerar um índice chamado "*InOrdinatio*", que indica a relevância científica dos artigos que compõem o portfólio, permitindo classificá-los. Para estabelecer esse índice, o método é composto pelas etapas descritas abaixo:

- a) Estabelecimento da intenção de pesquisa;
- b) Definição das bases de dados a serem utilizados, voltado ao tema da pesquisa e das palavras-chave e combinações;
- c) Busca das palavras-chave nas bases de dados e coleta;

- d) Processo de filtragens;
- e) Definição do fator de impacto e número de citações;
- f) Cálculo do índice InOrdinatio;
- g) Leitura sistemática e análise dos artigos.

As bases de dados selecionadas foram *Science Direct* e *Scielo*. A escolha das bases fundamentou-se no expressivo volume de publicações na área de pesquisa da tese. Após definidas as bases de dados, realizou-se a busca definitiva, resultando em um total de 107 artigos científicos, conforme mostrado na Tabela 3.

	BASE DE D		
Eixos	SCIENCE DIRECT	SCIELO	TOTAL
	TOTAL DE ARTIGOS	ENCONTRADOS	
"Microfiber cellulose" AND			
"Cellulose microcrystalline"	0	0	0
AND "Cement paste"			
"Fiber cellulose" AND			
"Cellulose microcrystalline"	0	0	0
AND "Cement paste"			
"Fiber" AND "Cellulose			
microcrystalline" AND "Cement	6	1	7
paste"			
"Microfiber cellulose" AND			
"Microcellulose" AND "Cement	0	0	0
paste"			
"Fiber cellulose" AND			
"Microcellulose" AND "Cement	0	0	0
paste"			
"Fiber" AND "Microcellulose"		0	
AND "Cement paste"		0	
"Fiber cellulose" AND			
"Nanocellulose" AND "Cement	7	0	7
paste"			
"Fiber" AND "Nanocellulose"	03	0	03
AND "Cement paste"	75	U	75

TABELA 3 - Eixos da revisão sistemática

FONTE: A autora (2023)

O procedimento de filtragem, conforme mostrado na Tabela 4, foi realizado de maneira a compatibilizar os resultados obtidos nas bases de dados, sendo analisados individualmente aplicando-se os seguintes filtros: eliminando a duplicidade dos artigos nos bancos de dados (facilmente realizada usando o gerenciador de referência) e eliminando artigos pertencentes ao livro capítulos ou conferências (eles não têm fator de impacto). Por fim, os artigos foram analisados para verificar se estava, ou não, relacionado com o tema.

Procedimentos de filtragem usados	Artigos	Artigos	(%)
	selecionados	excluídos	
Total bruto de artigos	107		100
Artigos de capítulos de livros/ conferências		33	30,84
Duplicidade de artigos		10	9,35
Número de artigos excluídos após leitura do artigo		60	56,1

TARELA 4 - Procedimento de filtragem dos artigos estudados

FONTE: A autora (2023)

As exclusões realizadas após a análise do artigo não foram consideradas pertinentes ao tema, uma vez que o objetivo da revisão sistemática era identificar artigos que abordassem o efeito combinado de fibras à base de celulose e nano ou microceluloses. Através do procedimento de filtragem realizado restaram quatro artigos para compor o escopo da pesquisa. O passo subsequente foi classificar os artigos usando a Equação InOrdinatio (1).

InOrdinatio= 
$$(IF/1000) + (\alpha * (10- (ResearchYear-PublishYear))) + (Ci)$$
 (1)

A pesquisa foi realizada tendo como base o fator de impacto e número de citação, utilizando o gerenciador de referência "JabRef", o qual gerou automaticamente uma lista de artigos com o nome dos autores, título do trabalho, nome da revista, ano de publicação, tipo de publicação e URL. O número de citações foi extraído manualmente de Google Acadêmico. O fator de impacto também foi obtido manualmente através da lista fornecida pelo Scopus2.

Por fim, foi obtido o ranking dos artigos usando o InOrdinatio, com a identificação de parâmetros, conforme mostrado na Tabela 5, no qual quatro artigos foram classificados do maior para o menor Índice Ordinatio (InOrdinatio) usando valores alfa ( $\alpha$ ) de 10. O valor de alfa (α) igual 10 representa que o ano de publicação do artigo é um fator relevante para a pesquisa (Pagani; Kovaleski; Resende, 2015).

Ranking	Autores	Citações	Ano
1°	Balea, A., Fuente, E., Blanco, A., Negro, C.	91	2019
	Nanocelluloses: Natural-Based Materials for Fiber-		
	Reinforced cement composites. A critical Review		
2°	Filho, A., Parveen S., Rana. S., Vanderlei, R.,	15	2021
	Fangueiro, R. Mechanical and micro-structural		
	investigation of multi-scale cementitious		
	composites developed using sisal fibres and		
	microcrystalline cellulose		
3°	Mohammadkazemi, F., Aguiar, R. Cordeiro, N.	30	2017
	Improvement of bagasse fiber-cement composites		
	by addition of bacterial nanocellulose: an inverse		
	gas chromatography study.		
4°	Capelin, L. J., Moraes, K. K., Zamperi, J. P.,	9	2020
	Vanderlei, R.D. A evaluation of the effects of		
	coconut fiber and microcrystalline on the properties		
	of cementitious mortars		
	FONTE: A autora (2023)		

TABELA 5 - Ranking dos artigos pelo Methodi Ordinatio

Com base nos resultados da revisão sistemática, foi possível verificar que a avaliação combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina ainda não foi estudada em sistemas cimentícios. No entanto, foram detectados artigos combinando materiais celulósicos.

Mohammadkazemi, Aguiar e Cordeiro (2017) desenvolveram compósitos cimentícios combinando nanoceluloses bacterianas com fibra de bagaço de cana de açúcar e verificaram que as partículas de celulose impedem a entrada de produtos de hidratação alcalina no lúmen da fibra, protegendo-os de fragilização e melhorando a durabilidade dos compósitos.

As fibras de celulose têm uma alta tendência para formar pontes de hidrogênio, assim como as microfibras de celulose, já as nano ou microceluloses adsorvem a superfície da fibra por ligação de hidrogênio, fazendo com que as fibras sejam revestidas. O revestimento de fibras com as nano e microceluloses, aumenta a área superfícial específica e os grupos reativos disponíveis (Mohammadkazemi; Aguiar; Cordeiro, 2017). A Figura 12 mostra a esquematização desse mecanismo:



FIGURA 12 - Esquematização das interações CNF-água em uma matriz de cimento

FONTE: Adaptado de Balea et al. (2019)

Souza Filho *et al.* (2021) avaliaram compósitos cimentícios multiescala reforçados com microcelulose cristalina e fibra de sisal. As suspensões aquosas de MCC foram adicionadas à mistura de cimento e areia juntamente com fibras de sisal. Eles concluíram que as resistências mecânicas à compressão e à flexão melhoraram em 24% e 18%, respectivamente, usando MCC de 0,1% e sisal de fibra a 0,5%, em relação à referência.

Balea *et al.* (2019) em seu trabalho de revisão propõem, apesar de não experimentalmente, que baixos teores de micro ou nanocelulose combinados com fibras podem levar a um produto de qualidade superior, a partir de melhoria na resistência à compressão e à flexão. Comentam ainda que a porosidade contribui para a falta de durabilidade no envelhecimento do ciclo úmido / seco, porque permite que a água entre na matriz para dissolver produtos de hidratação, principalmente hidróxido de cálcio, que precipita novamente por evaporação da água durante a fase seca do ciclo, causando mineralização de fibras.

Para Balea *et al.* (2019) uma alternativa para melhorar a interação entre matriz frágil e fibras de celulose e assim aumentar a capacidade das fibras ou microfibras, é empregar celulose em nível de micro ou nanoescala. A incorporação de nano e microceluloses pode tornar a superfície mais reativa aumentando o componente dispersivo da energia de superfície de sistemas cimentícios com adição de fibras de bagaço de cana com comprimento de 1,13 mm (Mohammadkazemi; Aguiar; Cordeiro, 2017).

As vantagens do emprego de micro e nanoceluloses são melhor adesão à interface fibra-matriz e maiores propriedades mecânicas, no qual é aumentada a área superficial específica e os grupos reativos disponíveis (Balea *et al.*, 2019). A matriz alcalina hidrolisa parte da celulose que produz ácidos orgânicos e produtos não ácidos, e essa reação fornece energia para aumentar a cinética da reação de hidratação. Foi observado que, enquanto a presença de

fibras de celulose diminui a taxa de hidratação, a adição de micro ou nanoceluloses aumenta a cinética do processo e a temperatura de hidratação (Mejdoud *et al.*, 2017; Mohammadkazemi; Aguiar; Cordeiro, 2017).

As celuloses em micro e nanoescala fornecem uma distribuição uniforme de partículas de cimento durante o processo de hidratação. A maior superfície específica fornecida pelas micro ou nanoceluloses atua como núcleo para promover a nucleação dos cristais do produto de hidratação nos estágios iniciais do endurecimento do cimento. Isso favorece o acúmulo e a precipitação de produtos hidratados, levando à formação de uma microestrutura mais homogênea, densa e compacta (Balea, *et al.*, 2019).

No estudo de Capelin *et al.* (2020) foi avaliada a influência das adições de fibra de coco e microcelulose cristalina em argamassas cimentícias e concluíram que as combinações de 0,2% de fibra de coco com 0,3% de microcelulose cristalinas apresentam melhoria significativa na resistência à tração na flexão (aumento de 50,93%).

# 2.5 PLACA CIMENTÍCIA

Por definição toda chapa delgada que contém cimento Portland na composição é denominada placa cimentícia (Loturgo, 2003). Placas cimentícias com adição de fibras lignocelulósicas podem ser usados na manufatura de telhas, painéis de vedação (paredes) e outros elementos construtivos não estruturais (Fonseca *et al.*, 2016). No campo do fibrocimento, várias abordagens podem ser aplicadas, como o uso de tecnologias e armazenamento de carbono, podendo ser moldados de maneira específica ou construídos na forma de blocos e placas compactadas ou ainda telhas conformadas por extrusão (Nasser *et al.*, 2016; Ballesteros *et al.*, 2022).

O desenvolvimento das aplicações de materiais renováveis para uso em fibrocimento pode fornecer mercados atraentes de valor agregado para produtos florestais ou resíduos agrícolas. As principais vantagens do uso de materiais lignocelulósicos são suas baixas densidades, baixo custo, natureza não abrasiva, possibilidade de altos níveis de enchimento, altas propriedades específicas, biodegradabilidade, disponibilidade de ampla variedade de fibras em todo o mundo (Ashour; Heiko; Wu, 2011).

### 2.5.1 Produção e caracterização das placas cimentícias

Placas cimentícias são produzidas com a utilização de fibras lignocelulósicas, aglutinante de origem mineral, sendo o cimento o produto mais empregado na sua manufatura e água, podendo conter aditivos químicos e sua conformação ocorre à temperatura ambiente por meio da aplicação por prensagem (Iwakiri; Prata, 2008; Castro *et al.*, 2014; Iwakiri *et al.*, 2017).

Compósitos de cimento-madeira podem ser produzidos através do método Bison (Castro, 2021; Castro; Parchen; Iwakiri, 2018; Azambuja *et al.*, 2017; Okino *et al.*, 2004). Este método envolve o uso de prensa hidráulica durante a fase de pega das placas cimentícias. As especificações técnicas recomendadas Bison (1978) e ISO 8355 (ISO, 1987) são aplicáveis para placas cimentícias, garantindo propriedades mínimas necessárias para uma placa cimentícia de boa qualidade (Azambuja *et al.*, 2017).

Para avaliação do desempenho dos compósitos de cimento-madeira, as placas são submetidas ao corte em serra diamantada para obtenção dos corpos de prova e assim são realizados ensaios físicos e mecânicos. Os ensaios físicos são massa específica aparente, absorção de água, inchamento em espessura (corpos de prova com 50x50 mm) e os ensaios mecânicos são flexão estática (corpos de prova com 370x50 mm), podendo apresentar ensaios complementares como compressão paralela (25x100 mm) e ligação interna (50x50 mm) conforme a norma ASTM D1037 (2020) (Macêdo; Souza; Pompeu Neto, 2012; Latorraca; Iwakiri, 2001; Mendes *et al.*, 2008; Matoski; Iwakiri, 2007).



FIGURA 13 - Forma de extração dos corpos de prova nas placas (mm)

FONTE: Macêdo, Souza e Pompeu Neto. (2012) Legenda: ABS = absorção de água; CP = compressão paralela; D = massa específica aparente; LI = Ligação interna.

Os requisitos mínimos estabelecidos por Bison (1978) são valores médios de compressão paralela, módulo de elasticidade na ruptura e módulo de elasticidade na flexão acima de 15 MPa, 9,0 MPa e 3000 MPa, respectivamente. Para o ensaio de inchamento em espessura os requisitos apontados por Bison (1978) devem apresentar um percentual abaixo de 0,8% em 2h de imersão e 1,8% em 24h de imersão.

No âmbito de placas cimentícias, na pesquisa realizada por Macêdo; Souza; Pompeu Neto (2012) que abordou placas cimento com adição de partículas de madeira oriundas de indústria madeireira da região Amazônica, foi observado que o ensaio de compressão é um método eficiente para avaliar a compatibilidade entre matriz cimentícia e materiais lignocelulósicos. Os autores também identificaram que a aplicação do sistema de prensagem durante o processo de moldagem das placas resultou em uma maior compactação em comparação com a compactação manual dos corpos de prova cilíndricos, o que teve um impacto significativo na resistência à compressão. A aplicação de pressão reduz a quantidade de água, promovendo uma melhor adesão entre as fases pela redução de vazios e consequentemente aumenta a resistência à compressão paralela das placas cimentícias.

Os autores Lee e Hong (1986) também verificaram que a compatibilidade entre o cimento e materiais lignocelulósicos pode ser mensurada através dos resultados de compressão. Os resultados demonstraram que a resistência à compressão é diretamente proporcional à

temperatura máxima de hidratação. Além disso, de maneira complementar ao estudo de desempenho mecânico de flexão estática em placas cimentícias, foi realizado o ensaio de compressão paralela e ligação interna pelos autores Matoski e Iwakiri (2007) em placas cimento com adição de farinha de madeira, por Latorraca e Iwakiri (2001) em placas cimento com adição de Eucalipto e por Lopes *et al.* (2005) em placas cimento com adição de cascas de Eucalipto.

Outro método de obtenção de placas planas e onduladas de fibrocimento é através do processo Ludwig Hatschek, que possui um alto custo de investimento para a implementação da linha de produção (Fonseca *et al.*, 2016). O processo consiste na filtragem de uma suspensão bem diluída de fibras, cimento e aditivos, onde é misturada em tanque onde cilindros rotatórios captam essa pasta por meio de sucção, removendo a água da mistura até a obtenção de mantas com a espessura desejada (Kunitz, 2017).

Compósitos fibrocimento podem ser usados na manufatura de telhas, painéis de vedação (paredes) e outros elementos construtivos não estruturais (Çavdar; Yel; Torun, 2022; Fonseca *et al.*, 2016; Okino *et al.*, 2004). Esse tipo de material apresenta inúmeras vantagens para emprego na construção civil, devido à alta resistência à umidade e agentes biodegradadores, além de apresentar propriedades isolantes e ser virtualmente incombustível graças ao processo de mineralização da fibra (Moslemi; Mangala, 1995; Okino *et al.*, 2004).

A utilização de compósitos de matriz cimentícia contendo fibras de celulose (ou derivados) como adição em placas, telhas de cobertura e componentes pré-fabricados podem oferecer uma contribuição significativa para o avanço da infraestrutura em países em desenvolvimento (Fonseca *et al.*, 2016).

Novas estratégias são necessárias para melhorar o desempenho de placas cimentícias, ao mesmo tempo em que seja desenvolvido tecnologias ecológicas. Apesar das inúmeras vantagens de se empregar fibras de celulose em matrizes cimentícias, seu uso é limitado, devido aos fatores negativos, como a baixa dispersão restringindo o desempenho dos compósitos cimentícios (Balea *et al.*, 2019).

Com aumento da produção de placas cimentícias e o crescente interesse por matériasprimas de madeira, novas alternativas têm surgido como produtos para incorporação nas placas cimentícias (Mayer *et al.*, 2022). Nesse contexto, microfibras de celulose e microceluloses cristalinas podem surgir com uma alternativa promissora na fabricação de placas cimentícias.

### **3** PROGRAMA EXPERIMENTAL

Nesse capítulo é apresentada a descrição do programa experimental da pesquisa, no qual foi fundamentado em etapa preliminar e mais duas etapas. Na etapa preliminar foram caracterizados os materiais empregados na pesquisa, bem como definidas as formulações de celuloses FC-MCC (microfibra de celulose – microcelulose cristalina) e a padronização do método de dispersão das celuloses na matriz cimentícia.

A etapa 1 foi planejada com o intuito de correlacionar o efeito de dois tipos de celuloses (FC e MCC) combinadas em pasta, comportamento no estado fresco e endurecido das pastas cimentícias, em função da determinação das interações físico-químicas e mecânicas em diferentes fases de hidratação. A análise conjunta dos resultados objetivou na seleção das formulações combinadas de celuloses FC-MCC para o desenvolvimento das placas cimentícias (etapa 2).

Na etapa 2 foram produzidas e caracterizadas placas cimentícias com adição combinada de celuloses FC-MCC. Na Figura 14 é apresentado o fluxograma que resume as etapas do desenvolvimento do programa experimental.



FONTE: A autora (2023).

54

### 3.1 MATERIAIS

Os materiais empregados na pesquisa (microceluloses cristalinas, microfibras de celulose e cimento CP V ARI) são produtos comerciais e assim foram caracterizados com o objetivo de verificar a composição química e física para então avaliar as interações das celuloses FC-MCC em sistemas cimentícios.

# 3.1.1 Microfibra de celulose e microcelulose cristalina

As amostras de microceluloses cristalinas (a) e microfibras de celulose (b) foram adquiridas numa empresa fabricante e são mostradas na Figura 15:



FIGURA 15 - Microcelulose cristalina (a) e Microfibra de celulose (b)

FONTE: A autora (2023)

De acordo com informações obtidas com a empresa fabricante, a microfibra de celulose foi obtida através de reprocessamento de resíduos de papéis industriais. O material foi moído, separado por aerosseparadores, passou por filtros magnéticos e de partículas pesadas e foi umedecido até formar polpa. Posteriormente, foi lavado, peneirado e seco em estufa. Passou por separadores novamente para depois ser moído até chegar no tamanho de 400 micrômetros. Por fim, foi adicionado carbonato de cálcio para facilitar a mistura da microfibra na aplicação de materiais cimentícios.

A microcelulose cristalina foi obtida através da fibra de celulose purificada submetida à hidrólise ácida sob condições controladas. Na primeira fase a polpa da fibra de celulose foi tratada com solução ácida diluída. Durante a hidrólise, as moléculas ácidas atuaram nas regiões amorfas e romper as ligações β. Os oligossacarídeos celulósicos hidrossolúveis resultantes e glicoses foram removidos no processo seguinte. Posteriormente, a pasta passou por uma lavagem, filtração ou moagem, para obtenção da partícula.

## 3.1.2 Cimento

O tipo de cimento empregado na pesquisa é o CP V ARI, justificado por não apresentar interferência física e química das adições minerais e assim não influenciar nos resultados do desempenho das celuloses FC-MCC na produção das pastas de cimento Portland.

#### 3.1.3 Ensaios de caracterização dos materiais

Os ensaios para caracterização dos materiais empregados na pesquisa: celuloses FC-MCC e o aglomerante (cimento) são mostrados na Tabela 6. Os resultados dessas caracterizações estão apresentados no Capítulo 4 - Resultados e Discussões, pois embasarão as análises de desempenho das pastas cimentícias.

Amostra	Métodos selecionados	
	Espectroscopia por infravermelho	
	Difração de raios-X	
Microfibra de celulose e	Medição do pH	
Microcelulose cristalina	Teor de cinzas	
	Teor de umidade	
	Termogravimetria	
	Superfície específica	
Microfibra de celulose	Análise química semiqualitativa das cinzas	
Cimento	Superficie específica	

. 1 .

FONTE: A autora (2023).

Para o ensaio de espectroscopia por infravermelho (NIR), os resultados dos espectros foram obtidos através de 64 varreduras com resolução de 4cm<sup>-1</sup> e uma faixa espectral de 10000-4000 cm<sup>-1</sup> na versão 6.5 do programa Opus em modo de absorbância.

Os dados de difração de todas as amostras foram coletados em um difratômetro, operando em modo de transmissão, usando a radiação CuK $\alpha$ 1 ( $\lambda$  = 1,54056 Å), na faixa de 10 a 70 °, com tamanhos de grau de 0,015 ° e um tempo de contagem de 100s a cada 1,05°.

Para o ensaio de determinação do pH das amostras de celuloses FC-MCC foi realizado através do pH-metro após 4 horas de contato com água destilada (1ª medição). Seguindo a leitura após 24 horas (2ª medição) e 48 horas (3ª medição). O teor de umidade foi realizado segundo a norma NBR 11941 (ABNT, 2003).

A análise de termogravimetria consiste em determinar variações de massa de amostras durante um aquecimento programado, indicando qualitativa e quantitativamente a fração volátil resultante da decomposição de espécies químicas inorgânicas e orgânicas e a umidade existente.

As caracterizações das partículas de cimento, microfibras de celulose e microcelulose cristalina foram determinadas através da área específica pelo ensaio BET (Brunauer-Emett-Teller), para análise conjunta com o comportamento dos sistemas cimentícios reforçados com celuloses FC-MCC. No ensaio BET, o gás usado na adsorção foi o nitrogênio e os ensaios foram efetuados na temperatura de 77K. As amostras foram tratadas em vácuo (100 mm de Hg) e aquecidas a uma temperatura de 200°C durante no mínimo 8h para a desgaseificação, além da eliminação de possíveis contaminantes superficiais.

A análise química semiqualitativa total das cinzas da microfibra de celulose foi realizada por espectrometria de fluorescência de raios-X. As cinzas foram preparadas no laboratório de química da UFPR A 700 °C. O teor de cinzas foi realizado segundo a norma TAPPI 413 om-02 (2008).

# 3.2 COMPOSIÇÃO E PREPARO DAS FORMULAÇÕES DAS PASTAS

Na estruturação desse programa experimental foram determinados parâmetros constituindo-se nas variáveis de análise experimental, como também foram fixadas as variáveis intervenientes:

As proporções de microfibra de celulose e microcelulose cristalina empregadas nessa pesquisa foram selecionadas com base na revisão bibliográfica que consta nos itens 2.2.5 e 2.3.2 e estão listados abaixo:

- a) Teores de microfibra de celulose (0,5%; 1% e 1,5%) nos sistemas cimentícios, em relação à massa do cimento;
- b) Teores de microcelulose cristalina (0,4%; 0,6% e 0,8%) nos sistemas cimentícios, em relação à massa do cimento;

- c) Teores do sistema microfibra de celulose (0,5%; 1% e 1,5%) + microcelulose cristalina (0,4%; 0,6% e 0,8%) nos sistemas cimentícios, em relação à massa do cimento;
- Os fatores controláveis e fixos desta pesquisa são:
- a) Tipo de cimento (CP V ARI);
- b) Teor de cimento (69,0%) na pasta, em massa (Quarcioni, 2008) ;
- c) Relação água/cimento (0,45).

Para a produção do sistema em pastas com adição de celuloses FC-MCC é necessário assegurar a quantidade de água mínima para hidratação das matrizes cimentícias, além da quantidade consumida para a molhagem das partículas.

Mehta e Monteiro (2008) apontam a relação água/cimento igual a 0,22 como valor mínimo teórico para hidratar o cimento. Já com base na teoria de hidratação de Powers, Taylor (1998), calcula-se que o produto de hidratação retém 22,7% de água adsorvida na superfície do C-S-H, mais 21,1% de água de constituição do C-S-H, o que resulta em 43,8% de água necessária para garantir a hidratação completa da fase anidra do cimento em condição saturada, ou seja, uma relação teórica água/cimento igual a 0,44.

Em vários estudos de compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais foram fixados uma relação água/cimento no intervalo de 0,4 - 0,5 (Ardanuy *et al.*, 2011; Wei; Meyer, 2015; Wei; Ma; Thomas, 2016; Silva *et al.*, 2018; Peter *et al.*, 2020). Para compósitos cimentícios reforçados com fibras de celulose os estudos fixaram a relação água/cimento no intervalo de 0,44 -0,485 (Farrapo *et al.*, 2017; Cheng *et al.*, 2018; Bakkari *et al.*, 2019; Liu *et al.*, 2020).

Em pastas para avaliação do índice de inibição a relação água/cimento adotada por Hofstrand, Moslemi e Garcia (1985) é 0,45, assim como para Hoyos *et al.* (2019) que empregaram nanofibras de celulose nas pastas cimentícias. Sendo assim a relação água/cimento adotada nesse estudo foi de 0,45.

A metodologia abrange a caracterização da adição combinada de microfibras de celulose e microceluloses cristalinas em pastas cimentícias. Na Tabela 7 é mostrada a esquematização dos sistemas de adições em pasta:

	Cimento	Teor de			
	CP V ARI	cimento na	Relação	FC (g)	MCC (g)
Formulação	(g)	pasta, em	a/c		
		massa (%)			
Referência	100	69,0	0,45	-	-
FC (0,5)	100	69,0	0,45	0,5	-
FC (1,0)	100	69,0	0,45	1,0	-
FC (1,5)	100	69,0	0,45	1,5	-
MCC (0,4)	100	69,0	0,45	-	0,4
MCC (0,6)	100	69,0	0,45	-	0,6
MCC (0,8)	100	69,0	0,45	-	0,8
FC (0,5) + MCC (0,4)	100	69,0	0,45	0,5	0,4
FC (0,5) + MCC (0,6)	100	69,0	0,45	0,5	0,6
FC (0,5) + MCC (0,8)	100	69,0	0,45	0,5	0,8
FC (1,0) + MCC (0,4)	100	69,0	0,45	1,0	0,4
FC (1,0) + MCC (0,6)	100	69,0	0,45	1,0	0,6
FC (1,0) + MCC (0,8)	100	69,0	0,45	1,0	0,8
FC (1,5) + MCC (0,4)	100	69,0	0,45	1,5	0,4
FC(1,5) + MCC(0,6)	100	69,0	0,45	1,5	0,6
FC $(1,5)$ + MCC $(0,8)$	100	69,0	0,45	1,5	0,8

 TABELA 7 - Proporções dos constituintes dos sistemas cimentícios avaliados

FONTE: A autora (2023)

Legenda: Referência = cimento hidratado; FC = microfibra de celulose; MCC = microcelulose cristalina.

# 3.2.1 Preparação das suspensões aquosas de MCC'S

O processo de dispersão da microcelulose cristalina (MCC) no sistema cimentício foi baseado nos trabalhos de Alshagel *et al.* (2018); Parveen *et al.* (2017); Silva *et al.* (2018); Hoyos, Cristia e Vázquez (2013); Lisboa *et al.* (2021) no qual a dispersão foi avaliada por meio de agitação magnética e banho ultrassônico. O presente trabalho, no entanto, focou no desenvolvimento de uma técnica simples e menos intensiva para alcançar a dispersão homogênea de MCC. As microceluloses cristalinas (0,4%; 0,6% e 0,8%) foram adicionadas em água, em seguida a solução foi armazenada por 24 horas para a hidratação das micropartículas. Posteriormente, foram agitadas manualmente por 5 minutos e a solução aquosa adicionada imediatamente aos materiais secos na argamassadeira para produção das pastas cimentícias. Na Figura 16 são mostradas as diferentes soluções aquosas, assim como a análise da dispersão por meio da microscopia óptica que foram empregadas na pesquisa.



FIGURA 16 - Análise da dispersão das soluções aquosas

FONTE: A autora (2023) Legenda: (a) água-MCC 0,4; (b) água-MCC 0,6 e (c) água-MCC 0,8.

Através do ensaio de microscopia óptica foi possível avaliar que as amostras com água-MCC (0,4) e água-MCC (0,6) estão bem dispersas e homogêneas, com um ligeiro aumento na aglomeração em concentração mais elevada (água-MCC (0,8)).

### 3.2.2 Procedimento de mistura das pastas cimentícias

Foi feita a mistura dos materiais secos (cimento + microfibra de celulose) dentro de sacos plásticos até a homogeneização (Figura 17).

FIGURA 17 - Materiais secos antes (a) e depois (b) da mistura manual para dispersão das microfibras de celulose



FONTE: A autora (2023)

Após os materiais secos (cimento + microfibra de celulose) e a solução aquosa (água + microcelulose cristalina) estarem homogeneizados por completo, foi feita a adição dos materiais secos na argamassadeira. Em seguida, foi adicionada a solução aquosa aos poucos à mistura, sendo homogeneizada por 60 segundos na velocidade lenta. Na etapa final o equipamento foi desligado para que seja feita a raspagem da cuba com o auxílio de uma espátula e por fim mais 60 segundos de mistura na velocidade lenta.

## 3.2.3 Estudo em Pasta

A influência da adição da microfibra de celulose e microcelulose cristalina, assim como a combinação delas foi investigada em pastas cimentícias nos estados fresco e endurecido. Na fase de caracterização das adições combinadas de celuloses FC-MCC em pasta foi padronizada as análises dos resultados em 5 fases.

Na fase 1, foi verificada a influência das fibras de celulose no sistema cimentício. Na fase 2, o sistema cimentício foi analisado com a adição de microcelulose cristalina. Nas fases 3, 4 e 5 foram estudadas as combinações das microfibras de celulose e microceluloses

cristalinas em FC's-MCC0,4; FC's-MCC0,6; e FC's-MCC0,8; respectivamente. O objetivo de realizar o estudo em fases distintas foi de averiguar o efeito de cada adição (FC e MCC) e assim, poder entender a combinação das duas celuloses nas pastas de cimento Portland, como também a padronização de todas as etapas do estudo de caracterização dos sistemas em pasta.

As pastas cimentícias desenvolvidas com adição combinada das celuloses FC-MCC foram caracterizadas conforme os ensaios mostrados na Tabela 8.

TABELA 8 - Relação dos ensaios realizados nas pastas cimentícias		
Condição da amostra	Métodos selecionados	
	Calorimetria semi-adiabática	
Estado Fresco	Squeeze-flow	
	Mini-slump	
	Densidade de massa e teor de ar	
	incorporado	
	Resistência à compressão e à tração na	
Estado Endurecido	flexão	
(7,28,91 e 182 dias)	Microscopia eletrônica de varredura	
	Difração de raios-X	
FON	$TE: \Lambda autora (2023)$	

FONTE: A autora (2023)

No estado fresco foi realizada a análise de calorimetria semi-adiabática para avaliação do processo de hidratação e o tempo de pega. O ensaio de calorimetria foi realizado, em quadriplicata, na Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR- Campus Curitiba) com o aparelho aquisitor de dados A202 da marca Warme. Em sacos plásticos foram colocadas as misturas frescas das pastas cimentícias, totalizando em 16 amostras. Em seguida, o cabo termopar tipo "K" (instrumento de medição de temperatura) com proteção de silicone modelo KMO AFD 1P x 24 AWG foi introduzido na mistura. Cada saco plástico com a mistura foi colocado em um recipiente térmico. O cabo termopar foi conectado a um receptor de sinais e os dados foram lidos e convertidos em valores de temperatura por um programa de computador (Lynx). As leituras foram coletadas em intervalos de dez segundos por um período de 24 horas.

O comportamento reológico foi avaliado através do ensaio de squeeze-flow. Testes de fluxo de compressão foram realizados usando máquina de teste universal Emic (Figura 18), com célula de carga de 1 KN. A configuração utilizada foi punção de 50,8 mm, molde de 101,6 mm, de altura inicial 10 mm, aplicando - se uma taxa de deslocamento de 1 m/s e aperto até máximo de 9 mm, que permitiu taxa de deslocamento controlado, o ensaio teve como base a metodologia a norma NBR 15839 (ABNT, 2010). O ensaio de squeeze-flow foi realizado após 15 minutos do início da mistura.



FIGURA 18 - Ensaio de squeeze-flow das pastas cimentícias

FONTE: A autora (2023)

A fluidez das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC foi avaliada por meio do ensaio de *mini-slump*, proposto Kantro (1980). As misturas frescas foram despejadas em um molde metálico, com dimensões de 37,5 x 32,5 x 40 mm junto a uma placa de vidro plana milimetrada e um paquímetro digital para fazer as leituras das pastas. Após o preenchimento do cone com as pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC, o material foi adensado e nivelado, sendo então retirado o cone e realizadas três leituras do diâmetro do material espalhado.

Ainda no estado fresco, as pastas foram submetidas ao ensaio de determinação da densidade de massa e teor de ar incorporado com base na norma NBR 13278 (ABNT, 2005a).

### 3.2.4 Estudo em Estado Endurecido

Os ensaios realizados nas pastas no estado endurecido foram realizados em diferentes idades do processo de hidratação: 7, 28, 91 e 182 dias, com objetivo de avaliar a evolução da hidratação dos sistemas cimentícios em pasta a partir da adição das celuloses FC-MCC.

O microscópio eletrônico de varredura com detector de raios-X dispersivo de energia (EDS) foi usado para avaliar a morfologia e microestrutura das amostras. As micrografías foram obtidas com Oxford X-MAX 50 (EDS) X-ray microscópio analítico, com aumento de 500x a 20.000x.

Na caracterização mineralógica, a difratometria de raios-X foi realizada com intuito de avaliar os compostos formados ou consumidos.

Para a análise de DRX e MEV, as amostras foram transformadas em fragmentos e imersos em álcool isopropílico por um período de 24h e, em seguida, secas em estufa a 40 °C por mais 24h, período de secagem, a fim de interromper a hidratação das pastas (Hoppe Filho *et al.*, 2021; Martins *et al.*, 2021).

Foi também avaliado o desempenho dos sistemas em pasta através dos ensaios de resistência à compressão e à tração (NBR 13279:2005) (ABNT, 2005b), com uso de moldes 4x4x16 cm.

As diferentes formulações de pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC estudadas nesse trabalho foram caracterizadas por DRX para identificar fases cristalinas a fim de auxiliar no entendimento da interferência das variáveis estudadas na hidratação das pastas de cimento Portland.

A evolução da resistência à compressão e à tração na flexão dos sistemas cimentícios em pasta com adição de celuloses FC-MCC, tem por objetivo a verificação da variação da resistência mecânica, devido a influência do sistema de adição de celuloses FC-MCC. O ensaio foi realizado no laboratório de Materiais de Construção da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, nas idades 7, 28, 91 e 182 dias. Foram moldados seis corpos de prova para os ensaios no estado endurecido para cada tratamento, totalizando em 96 corpos de prova.

O módulo de elasticidade (MOE) dos sistemas em pasta foram estimados através da adaptação da norma ASTM D198 (2000) aos 182 dias, com base nos resultados de tração na flexão. As fórmulas para os cálculos de MOE são apresentadas a seguir:

$$MOE = \frac{P' * a}{4b * h^3 * \Delta} * (3L^2 - 4a^2)$$
(2)

Onde *a* é a distância do apoio até o ponto de carga mais próximo, em mm; b é a largura do corpo de prova, em mm; h é a espessura do corpo de prova, em mm; P' é a força no limite de proporcional, em N;  $\Delta$  é a flecha obtida dentro do regime elástico; L é a distância entre os apoios (vão livre), em mm.

# 3.2.5 Método adotado para a definição das formulações para confecção das placas cimentícias

Foram avaliados os efeitos das formulações combinadas nas propriedades das pastas cimentícias que possibilitam realizar a seleção das formulações para produção das placas cimentícias (etapa 2) através do método multicritério de tomada de decisão MCDA (Multi-Criteria Decision Analysis). O método multicritério permite a comparação e avaliação direta de um conjunto de variáveis ou alternativas, no qual são atribuídos valores numéricos, indicando a ordem de prioridades, segundo critérios estabelecidos pelo tomador de decisão. Na sequência foram estruturadas as etapas desenvolvidas nesse trabalho.

- a) Estruturação e julgamento dos critérios;
- b) Definição dos limites dos parâmetros para desempenho mínimo;
- c) Julgamento dos critérios em nível hierárquico.

Para categorizar as formulações combinadas inicialmente foi definido os critérios de avaliação. Na definição dos critérios para análise das formulações combinadas de celuloses FC-MCC nas pastas cimentícias, foi considerado as propriedades no estado fresco e endurecido, sendo eles: calorimetria (C1), *squeeze-flow* (C2) e módulo de elasticidade na flexão (MOE) (C3).

- a) A calorimetria avalia o processo de hidratação durante as primeiras 24 horas da produção das pastas cimentícias. As celuloses FC-MCC podem retardar o tempo de endurecimento das placas e inviabilizando o processo de produção. Assim, as temperaturas máximas encontradas durante o ensaio de calorimetria são indicativos importantes para o desempenho das placas cimentícias (Castro, 2021; Iwakiri *et al.*, 2015; Okino *et al.*, 2004);
- b) O ensaio de squeeze-flow simula a condição existente na situação prática de moldagem no processo de produção das placas cimentícias conformadas por prensagem à compressão. Durante o ensaio de squeeze-flow, o material no estado fresco é submetido a solicitações que envolvem compressão e restrição geométrica, assim como as placas cimentícias (Grandes, 2019). Com base no texto supracitado, a deformação elongacional permite avaliar a facilidade ou não de moldagem das placas cimentícias;
- c) Módulo de elasticidade se refere à deformação produzida por um estresse abaixo do limite proporcional, ou seja, a curva de carga por deformação é linear abaixo do limite proporcional. O MOE de flexão é a medida da resistência à flexão, relacionada à rigidez. A análise de desempenho mecânico por MOE é comumente avaliada em placas cimentícias, sendo uma propriedade importante para avaliação de seleção das formulações combinadas de celuloses FC-MCC (Castro, 2021).

Na Tabela 9 são mostrados a definição dos critérios e os parâmetros para análise multicritério para a seleção das formulações para produção das placas cimentícias.

IABELA 9 - Definição dos criterios e parametros da analise multicriter		
Critério	Desempenho	
Calorimetria	Temperatura máxima	
Squeeze-flow	Deformação elongacional	
Módulo de elasticidade	Valor médio em MPa	

11. . . . . . .

FONTE: A autora (2023)

Depois de definidos os critérios que determinam o desempenho das placas cimentícias para a seleção das formulações combinadas, foram definidos os limites dos parâmetros para desempenho mínimo. Os valores obtidos nos resultados experimentais dos três critérios da referência (pasta cimentícia sem adição) foram definidos como limites dos parâmetros para desempenho mínimo.

Considerando a interdependência dos três critérios selecionados nas propriedades das placas cimentícias, foi adotada como premissa a mesma ponderação, ou seja, a equivalência dos critérios selecionados. Assim, foi utilizada a média aritmética dos critérios para contabilização e classificação das formulações combinadas.

#### PRODUÇÃO DE PLACAS CIMENTÍCIAS POR PRENSAGEM 3.3

As placas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC foram moldadas em escala laboratorial usando a técnica de conformação por prensagem, com base no método desenvolvido por Bison (1978). As formulações das placas cimentícias foram selecionadas através da análise multicritério das pastas cimentícias no estado fresco (calorimetria e squeeze*flow*) e desempenho mecânico de módulo de elasticidade.

Foram confeccionadas três placas para cada formulação com dimensões de 47 cm x 35 cm x 1,5 cm (comprimento; largura e espessura). A descrição dos procedimentos para preparação das placas cimentícias, obtenção de massa homogênea e o método da dispersão das celuloses FC-MCC nas placas foram descritas nos itens 3.2.1 e 3.2.2. Após a preparação, a mistura foi pesada e distribuída para uma caixa de madeira formadora (Figura 19-a). Separada por chapas de alumínio (Figura 19-b) um segundo e um terceiro colchão foram sobrepostos (Figura 19-c). Foi efetivado o grampeamento, que consistiu em manter a placa sob pressão constante por 24 horas após a abertura da prensa. Para tal, foram colocados parafusos e roscas ligando todo colchão (Figura 19-d).

FIGURA 19 – Representação esquemática do processo de montagem do colchão para confecção das placas cimentícias por prensagem



FONTE: A autora (2023) Legenda: (a) Caixa de madeira formadora, (b) Caixa formadora separada por chapas de alumínio, (c) Caixa foramdora com segundo e terceiro colchão sobreposto e (d) Ligação entre os colchões com parafusos e roscas.

As placas cimentícias foram prensadas à temperatura ambiente com uma prensa hidráulica para conformação com capacidade 40 toneladas à temperatura ambiente e pressão constante de 40 kgf/cm<sup>2</sup>, por aproximadamente 5 minutos (Figura 20-a). Após essa etapa, as placas foram mantidas na forma fechada por 24 horas para garantir a pressão necessária sobre a placa recém-moldada. Após a prensagem, as placas foram retiradas da prensa (Figura 20-b) e imediatamente levados à cura, assim permanecendo por 7 dias.

O procedimento de cura padrão consiste no armazernamento das placas cimentícias em uma câmara úmida com o controle de temperatura e umidade relativa do ar, entretanto, o laboratório de produção das placas cimentícias não disponha dessa câmara úmida. Assim, optou-se pelo procedimento de cura de placas cimentícias adotado por Rossetto (2007). O procedimento de cura foi realizado a partir da imersão em água alcalina, isto é, saturada por hidróxido de cálcio (2g Ca(OH)<sub>2</sub>/litro de água). Posteriormente a cura, as placas preparadas

foram levadas à câmara interna em temperatura ambiente por 21 dias para maturação do cimento. Os ensaios nas placas cimentícias foram realizados na idade de 28 dias.



FIGURA 20 - Representação esquemática do processo de produção das placas cimentícias

FONTE: A autora (2023) Legenda: (a) Prensagem das placas planas com celuloses FC-MCC e (b) Placas cimentícias após a desforma.

As placas cimentícias foram cortadas em serra diamantada em três corpos de provas por painel, com dimensões nominais de 50 mm de largura, 15 mm de espessura e 370 mm de comprimento para a flexão estática (EN 310 - SIST, 1993a) e cinco corpos de prova com 50 mm de largura, 50 mm de comprimento e 15 mm de espessura para ensaio de massa específica aparente (ME) (EN 323 – SIST, 1993c), absorção de água (AA) e inchamento em espessura (IE) (EN 317 - SIST, 1993b), conforme mostrado no Apêndice A o desenho esquemático dos cortes dos corpos de prova. Na Figura 21 são mostrados os corpos de prova obtidos através do corte das placas cimentícias.



FIGURA 21 - Placas cimentícias cortadas para a formação dos corpos de prova.

FONTE: A autora (2023)

Legenda: (a) Corpos de prova para o ensaio de flexão estática e (b) Corpos de prova para o ensaio de absorção e inchamento em espessura.

## 3.3.1 Caracterização físico-mecânica das placas cimentícias

A caracterização das placas cimentícias produzidas por prensagem foi realizada por meio dos ensaios de flexão estática (módulo de elasticidade e módulo de ruptura), assim como massa específica, inchamento em espessura e absorção de água em 2 e 24 horas de imersão.

Para o ensaio de flexão estática (EN 310 - SIST, 1993a), foi utilizado o equipamento universal de ensaios Emic, 2000 kgf (ou 20 kN) com sistema de coleta de dados digital, com isso foi obtido os valores de módulo de elasticidade na ruptura e o módulo de elasticidade na flexão (Figura 22-a).

Para os ensaios de massa específica aparente, absorção de água e inchamento em espessura (EN 317 – SIST, 1993b) (Figura 22-b), foi medido a espessura dos corpos de prova com micrometro com divisão de 0,001 mm, faixa de trabalho de 0-25 mm, e pesado em uma balança de precisão. Em seguida os corpos de prova foram imersos em água por duas horas e então medidos e pesados novamente. Após a medição foram novamente imersos em água por 24 horas e também medidos e pesados.



FIGURA 22 - Ilustração esquemática dos ensaios realizados nas placas cimentícias

FONTE: A autora (2023) Lengenda: (a) se refere ao Ensaio de Flexão estática e (b) Corpos de prova imersos em água

# 3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para avaliar a influência dos tratamentos, do tempo e de sua interação, assumindo a hipótese nula de que as médias entre tratamentos, tempos distintos e a interação eram todas iguais, foi aplicada a Análise de Variância. Para avaliar de igualdade de médias entre os tratamentos na evolução temporal, foi aplicada a Análise de Variância com medida repetida. Foram também estimadas as médias marginais e para avaliar a qualidade de ajuste do modelo, foram calculados os coeficientes de determinação: R<sup>2</sup>, R<sup>2</sup> ajustado (ANOVA) e R<sup>2</sup> condicional (ANOVA com medida repetida). Nas múltiplas comparações foi aplicado o teste de Tukey. O nível de significância adotado foi de 5% e o *software* utilizado foi o *R Core Team 2021* (Versão 4.1.2).
#### 4 **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Para o desenvolvimento da pesquisa foram utilizados cimento, microfibra de celulose e microcelulose cristalina, os quais foram caracterizados conforme a normatização técnica, além de ensaios complementares. O conhecimento gerado pelos resultados preliminares permitiu avaliar o efeito que as celuloses FC-MCC podem causar no sistema cimentício em pasta.

# 4.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS

O conhecimento da composição química do material é fundamental para interpretar o comportamento das pastas mediante à evolução da hidratação. Nessa seção são analisadas as características do cimento e das adições celulósicas (FC-MCC) que serão empregados no desenvolvimento das pastas e placas cimentícias.

#### 4.1.1 Composição química do cimento CP VARI

A análise química e o teor de óxidos do cimento CP V ARI, com limites especificados pela NBR 16697 (ABNT, 2018) são apresentados na Tabela 10.

Componentes	Percentual em massa (%)
SiO <sub>2</sub>	19,12
$Al_2O_3$	4,51
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,88
MgO	2,82
$SO_3$	2,62
Perda ao fogo	3,31
Cal livre	1,43
Resíduo Insolúvel	0,67
Equiv. Alcal. (NaEq%)	0,73
Blaine $(cm^2/g)$	4,302

TABELA 10 – Composição química do cimento Porltand CP V ARI

FONTE: A autora (2023)

\*Dado fornecido pelo fabricante.

### 4.1.2 Microfibra de celulose e microcelulose cristalina

Na Tabela 11 são mostrados os resultados das análises do teor de cinzas das celuloses FC e MCC.

das celuloses FC e MCC
Teor de cinzas (%)
16,49
0,0008

FONTE: A autora (2023)

Na microfibra de celulose empregada nesta pesquisa foram encontrados teores altos de cinzas (16,49%) e assim foi realizada a análise química das cinzas. A análise química semiqualitativa total das cinzas das microfibras de celuloses foram realizadas por espectrometria de fluorescência de raios-X. Na Tabela 12 são mostrados os resultados da análise químicas das cinzas da microfibra de celulose.

TABELA 12 - Análise das cinzas da microfibra de celulose								
	CaO	$SiO_2$	$Al_2O_3$	MgO	$TiO_2$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	$K_2O$
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Cinzas das	49,2	22,9	13,6	1,8	1,2	1,1	1,0	0,9
Fibras de								
Celulose	SO <sub>3</sub>	Cl	$P_2O_5$	SrO	CuO	ZnO	ZrO <sub>2</sub>	P.F.
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
	0,7	0,2	0,2	0,1	0,1	< 0,1	< 0,1	7,01

FONTE: A autora (2023)

Nota: P.F. = Perda ao fogo

Com a análise química por fluorescência de raios-X, na qual os resultados são expressos em óxidos percentuais, observa-se que as cinzas das microfibras de celulose são compostas, principalmente por óxido de cálcio, sílica e alumina (85,7%).

Os altos teores de sílica (22,9%), alumina (13,6%) e óxido de cálcio (49,2%) encontrados nas cinzas das microfibras de celulose são resultantes do tratamento realizado nas microfibras conforme citada no item 3.1.1. As composições químicas das microfibras de celulose naturais e o cimento são diferentes e a interação entre eles são geralmente complexas, fazendo com que essa interação cause incompatibilidade ao longo da interface dos sistemas cimentícios (Kabir; Lau; Cardona, 2012).

Os tratamentos para modificar as fibras de celulose, são usados para otimizar uma melhoria na interface entre as fibras e os sistemas cimentícios (Iozzi *et al.*, 2010). Biswas *et al.* (2019) modificaram a superfície da fibra de celulose com silicato de cálcio e verificaram que há grande quantidade de ligações Ca e Si nas hidroxilas celulósicas, demonstrando afinidade entre as moléculas. Li *et al.* (2020) produziram nanocompósitos à base de silicato de cálcio e celulose nanofibrilada e verificaram alta interação com a matriz cimentícia.

Os resultados da determinação do pH são mostrados na Tabela 13.

TIDDEDITIS Resultado do pir das controses						
Amostra	pH (após 4h)	pH (após 24h)	pH (após 48h)			
Microfibra de celulose (FC)	8,21	7,98	7,67			
Microcelulose cristalina (MCC)	7,24	7,36	7,28			
FONTE: A autora (2023)						

TABELA 13 - Resultado do pH das celuloses

Na Tabela 13 é possível verificar que o pH da celulose microcristalina não alterou significativamente durante as 48h de ensaio, resultando em 7,28. Já o pH da microfibra de celulose apresentou uma queda de 8,21 para 7,67, indicando uma reação da microfibra de celulose com a água. A redução do pH das microfibras de celulose com a água pode indicar maior solubilidade das espécies químicas, fazendo com que os sistemas cimentícios migrem com maior facilidade para o interior das microfibras (Bentur; Akers, 1989).

### 4.1.3 Análise de espectroscopia por infravermelho (NIR)

Na Figura 23 é apresentado o resultado da caracterização das celuloses FC e MCC por meio do NIR. Foi realizado o tratamento de 1ª derivada Savitzky-Golay de 2ª ordem para identificação das possíveis diferenças entre as celuloses. As regiões indicadas por setas são as bandas de absorbância que apresentaram picos de intensidade diferentes entre as celuloses e foram identificadas. Para Kramer e Ebel (2000) componentes de celulose podem ser facilmente identificados por NIR.



FIGURA 23 - Resultado de NIR das celuloses FC-MCC



Analisando-se a Figura 23 verifica-se que não há picos relevantes entre 10.000 e 7.500 cm<sup>-1</sup>. A oscilação espectral torna-se mais ampla entre 6781 cm<sup>-1</sup> a 4386 cm<sup>-1</sup>, no qual foi possível obter informações relevantes e avaliar diferenças entre as celuloses FC e MCC.

Na região de 6781 cm<sup>-1</sup> foi encontrado pico de intensidade maior na microcelulose cristalina quando comparada com a microfibra de celulose, que é relativo há um estiramento de ligação O-H da celulose cristalina, associada com OH polimérico (Kramer; Ebel, 2000; Inagaki *et al.*, 2010; Schwanninger; Rodrigues; Fackler, 2011). Esse resultado corrobora com os valores de índice de cristalinidade encontrados no ensaio de difração de raios-x.

O pico de intensidade de 6299 cm<sup>-1</sup> encontrado na microcelulose cristalina é atribuída a região cristalina e segundo Watanabe, Morita e Ozaki (2006) esse pico de intensidade correponde a regiões geralmente encontradas em MCCs.

As amplitudes de 5880 cm<sup>-1</sup>, 4696 cm<sup>-1</sup> e 4418 cm<sup>-1</sup> de aumento na intensidade são atribuídas ao alongamento C-H dos grupos CH<sub>3</sub>, que derivam de hemicelulose (Osborne; Fearn, 1998; Ali *et al.*, 2001; Schwanninger; Rodrigues; Fackler, 2011; Cichosz; Masek, 2019). Os picos e intensidades nessa região foram maiores para a microcelulose cristalina quando comparadas à microfibra de celulose.

A banda de 5688 cm<sup>-1</sup> pode ser atribuída ao primeiro estiramento de C-H de grupos CH<sub>2</sub>, onde são encontradas apenas em celuloses de abeto e MCC's (Schwanninger; Rodrigues; Fackler, 2011; Fan *et al.*, 2016). Na Figura 23, é mostrado que somente a microcelulose cristalina apresentou pico de intensidade.

Na banda de 5117 cm<sup>-1</sup> são localizados os picos de intensidade de absorção de água, onde os picos foram mais intensos para a microcelulose cristalina que para microfibra de celulose, ou seja, a MCC tem maior capacidade de absorção de água que a FC (Kramer; Ebel, 2000; Schwanninger; Rodrigues; Fackler, 2011).

A banda de absorção 4883 cm<sup>-1</sup> das celuloses FC e MCC, onde foi encontrado pico de intensidade, são regiões semicristalinas ou de celulose, referindo se ao alongamento do C-H (Tsuchikama; Siesler, 2003; Cichosz; Masek, 2019). Nessa região foi apresentada diferença dos picos de intensidade das celuloses, onde a microcelulose cristalina apresentou maior intensidade.

Os picos de intensidade de 4521 cm<sup>-1</sup> e 4532 cm<sup>-1</sup> encontrados na microfibra de celulose corresponde às vibrações de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e moléculas de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Yang *et al.*, 2019). Esse resultado corrobora com os resultados encontrados na análise química.

Entre as bandas destacadas por seta a de 4386 cm<sup>-1</sup> é atribuída à banda de combinação do grupo CH<sub>2</sub>, onde pode ser encontradas em celulose. O pico de intensidade foi maior para MCC, quando comparada com a FC (Romão *et al.*, 2004; Csorba *et al.*, 2019).

Na banda de absorção de 4322 cm<sup>-1</sup> são referentes à combinações de deformação de C-H, também atribuído às regiões cristalinas que são relatados para celulose, onde a intensidade do pico encontrado na microcelulose cristalina foi maior que da microfibra de celulose (Shenk; Workman; Westerhaus, 2001; Osborne; Fearn, 1998).

### 4.1.4 Difratometria de raios-X (DRX)

Por meio do ensaio de DRX foram identificadas as fases cristalinas do material, ou seja, os compostos cristalinos presentes nas celuloses (FC e MCC).

Nas Figuras 24 e 25 são mostrados os difratogramas das celuloses FC-MCC empregadas na pesquisa.



Através da análise de DRX foi possível identificar que as amostras atingiram picos em torno de  $2\theta = 14,5$ ; 22; 34. Essas atribuições são características dos índices de Miller (French; Cintrón, 2013) atribuíveis à componente celulose I cristalina. A microcelulose cristalina apresenta uma difratograma típico de celulose I, com picos na região amorfa ( $18^\circ \le 2\theta \le 19^\circ$ ) e pico máximo na região cristalina ( $22^\circ \le 2\theta \le 23^\circ$ ) (Pereira *et al.*, 2013).



FONTE: A autora (2023) Legenda: Fe = Brownmillerita; Ce = Celulose; Ca = Calcita; H = C-S-H; Q = Quartzo.

A análise de DRX das microfibras de celulose identificaram os três picos de celulose I cristalina (2  $\theta$  = 15; 22; 35). Além da celulose I, foram encontrados quartzo, carbonato de cálcio, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico, componentes que não são encontrados em fibras de celulose nativas, mostrando que as microfibras de celulose foram submetidas a um tratamento químico. A Tabela 14 sumariza os compostos enconctrados no DRX da microfibra de celulose.

Composto químico	Fórmula química	Mineral					
Carbonato de cálcio	CaCO <sub>3</sub>	Calcita					
Celulose I	$C_{6}H_{10}O_{5}$	-					
C <sub>3</sub> A – aluminato tricálcico	Ca <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	-					
Óxido de silício	SiO <sub>2</sub>	Quartzo					
C <sub>4</sub> AF-ferroaluminato	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Brownmillerite					
tetracálcico							

TABELA 14 - Compostos cristalinos da microfibra de celulose

FONTE: A autora (2023)

#### 4.1.5 Análise termogravimétrica (TG)

Nas Figuras 26 e 27 são apresentadas as curvas de TG/DTG das celuloses FC e MCC.



FONTE: A autora (2023)

Nas curvas de TG/DTG mostradas na Figura 26 observa-se que até 340 °C a amostra de celulose MCC apresenta estabilidade térmica. A decomposição térmica da celulose MCC exibiu um único evento de decomposição principal com uma temperatura máxima de decomposição de 340 °C, esse fenômeno também foi observado por Ferreira *et al.* (2017). A decomposição observada é atribuída a processos de degradação da celulose, como despolimerização, desidratação e decomposição de unidades de glucose seguido pela formação de um resíduo carbonizado (Zohuriaan; Shokrolahi, 2004).



FIGURA 27 - Curva TG/DTG da microfibra de celulose

FONTE: A autora (2023)

A decomposição térmica da microfibra de celulose mostrada na Figura 27 exibiu três eventos de decomposição. O primeiro, de maior intensidade, iniciou-se a 250 °C atingindo o máximo a 360 °C, o segundo começou imediatamente após o primeiro evento a 360 °C terminando a 575 °C. Geralmente, as reações térmicas acima de 200 °C das microfibras de celulose podem ser agrupadas em diferentes reações complexas relacionadas com a decomposição das unidades de glucose de celulose por evolução de água, dióxido de carbono e monóxido de carbono, como também a despolimerização da molécula por clivagem de unidades de glucose para formar principalmente 1,6-anidro-β-D-glucopiranose (Sunol *et al.*, 2005). O segundo evento de perda de massa entre 350 °C a 550 °C está associada à decomposição dos componentes inorgânicos presentes na microfibra de celulose, como foi mostrado na análise química. O terceiro evento onde a perda de massa se deu entre 650 °C e 700 °C acontece o processo de carbonização da microfibra de celulose (Pereira *et al.*, 2013).

A partir da análise térmica, pode-se afirmar que as microceluloses cristalinas são mais estáveis termicamente quando comparadas com as microfibras de celulose, pois uma temperatura inicial de decomposição mais alta está associado a uma maior estabilidade térmica (Sunol *et al.*, 2005). Assim a temperatura inicial de decomposição da microcelulose cristalina foi de 340 °C e a da microfibra de celulose foi de 250 °C.

# 4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS

# 4.2.1 Tamanho médio, densidade, razão de aspecto e teor de umidade das celuloses FC-MCC

Na Tabela 15 são mostradas a densidade aparente e o tamanho médio das partículas das celuloses FC-MCC, que foram fornecidos pelo fabricante:

TABELA	TABELA 15 - Densidade e tamanho médio das celuloses FC-MCC					
Amostras	Densidade	Comprimento	Diâmetro	Razão de		
	aparente	médio	médio	aspecto		
	$(g/cm^{3})$					
Microfibra de	1,1 - 1,3	400 µm	45 µm	8,88		
celulose (FC)						
Microcelulose	0,35 - 0,46	65 µm	15 µm	4,33		
Cristalina (MCC)						

FONTE: Dados fornecidos pela empresa (2023).

A microcelulose cristalina apresenta diâmetro na ordem de micrômetros, sendo mais fina que o cimento empregado na pesquisa, podendo ter papel ativo na cinética da hidratação do sistema cimentício. Já a microfibra de celulose possui um diâmetro médio de 0,4 mm podendo atuar como um micro-reforço para o sistema cimentício.

Na Tabela 16 são mostrados os resultados das análises do teor de umidade das celuloses FC-MCC.

TABELA 16 - Teor de umidade das celuloses FC-MCC

Propriedade	Teor de umidade (%)
Microfibras de celulose (FC)	6,32
Microcelulose cristalina (MCC)	3,49
	(2022)

FONTE: A autora (2023)

### 4.2.2 Área superficial específica das partículas (BET)

As suspensões contendo partículas de elevada área superficial específica são mais susceptíveis aos fenômenos de superfície que poderão ocasionar aglomeração entre as partículas e, consequentemente aumentar a viscosidade da mistura (Duan; Kwek; Crivoi, 2011). Os resultados da área específica são mostrados na Tabela 17.

TABELA 17 - Resultados da Área Superficial dos materiais empregados na pesquisa				
Área específica (m²/g)				
3,567				
3,288				
4,554				

FONTE: A autora (2023)

A microcelulose cristalina apresenta maior área superficial em comparação com o cimento e microfibra de celulose. A alta superficie específica das micropartículas de celulose promove uma forte interface com os produtos de hidratação do cimento (Souza *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022).

Partículas finas tendem a proporcionar um empacotamento denso, desejável na obtenção de sistemas cimentícios. Contudo, a inserção excessiva de finos pode acarretar em um elevado aumento na área superficial e, consequentemente, maior quantidade de água necessária para recobrir as partículas, o que diminuiria a água livre para o afastamento das mesmas, reduzindo a fluidez do sistema (Haddad *et al.*, 2020; Westerholm *et al.*, 2008).

## 4.3 CARACTERIZAÇÃO DA FASE INICIAL DA HIDRATAÇÃO DAS PASTAS

A medida da fase inicial da hidratação avalia a liberação de calor, acompanhando a cinética das reações químicas do sistema cimentício. As principais diferenças na evolução da hidratação nas primeiras horas ocorrem durante três estágios: (i) período de indução, no qual há dois processos acontecendo simultaneamente (dissolução de íons e formação de etringita) que resulta no período de dormência química; (ii) período de aceleração ou transformação de fase, está associado principalmente à reação de Alita e, portanto a formação de C-S-H e Ca(OH)<sub>2</sub> e, período de desaceleração caracterizado por uma redução gradual na taxa de reação, devido a diminuição do teor de água e acúmulo dos produtos de hidratação (Wei; Ma; Thomas., 2016).

### 4.3.1 Calorimetria

No ensaio de calorimetria foi analisada a evolução da temperatura de hidratação do sistema cimentício na ausência e na presença das adições de microcelulose cristalina e

microfibra de celulose, nas primeiras 24 horas. Na Figura 28 e Tabela 18 são apresentados os resultados de calorimetria da fase 1 (pastas cimentícias com adição de microfibras de celulose).



FIGURA 28 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com microfibra de celulose: Fase 1

FONTE: A autora (2023)

Formulações	Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)	Temperatura máxima (°C)
Referência	12,0	58,5
Pasta cimentícia + FC 0,5	12,2	63,1
Pasta cimentícia + FC 1,0	13,0	64,3
Pasta cimentícia + FC 1,5	14,0	62,0

	0	T		<b>T</b>	, .	C	4
ABELA I	8 -	Tempo	e	Temperatura	máxima,	fase	I

FONTE: A autora (2023)

Legenda: Referência = cimento hidratado; FC = microfibra de celulose.

A Figura 28 mostra o tempo que cada mistura levou para atingir a temperatura máxima de hidratação inicial. Foi possível observar que o aumento do teor de microfibra prolongou a ocorrência do pico máximo de temperatura, contudo as microfibras de celulose aumentaram a magnitude do pico máximo.

De acordo com a Tabela 18, a incorporação das microfibras de celulose apresentou um incremento na temperatura, em relação à referência. A FC 1,0 atingiu a maior temperatura máxima (64,3 °C) em relação às amostras de referência, amostras com FC 0,5 e FC 1,5, porém o tempo para atingir a temperatura máxima aumentou em uma hora, quando comparadas à

referência. As adições de FC 1,5 levaram o maior tempo para atingir a temperatura máxima, em torno de 14 horas, duas horas depois em relação a referência.

Pesquisas anteriores (Delannoy *et al.*, 2020; Fan *et al.* 2012; Ferraz *et al.*, 2012; Mori; Lopes; Mendes, 2007) destacaram que as fibras lignocelulósicas apresentaram substâncias inibitórias para a hidratação do cimento (hemiceluloses e carboidratos), já Raabe *et al.* (2018) mostrou que as fibras de polpas de celulose branqueadas não interferiram negativamente na hidratação inicial do cimento hidratado, devido ao tratamento realizado nas fibras (processo "kraft") que removem as substâncias inibitórias.

As microfibras de celulose empregadas nessa pesquisa, apresentam um alto de teor sílica (22,9%) (Tabela 12), não comumente encontrados em fibras lignocelulósicas. A sílica acelera a taxa de hidratação do C<sub>3</sub>S (Hoppe Filho, 2008), o que corrobora aumento das temperaturas máximas das pastas cimentícias com adição das microfibras de celulose.

Na fase 2 mostra a evolução da temperatura de hidratação das amostras cimentícias com microcelulose cristalina e os resultados são mostrados na Figura 29 e Tabela 19:



FIGURA 29 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com microcelulose cristalina: Fase 2

FONTE: A autora (2023)

TABELA 19 - Tempo e Temperatura maxima, fase 2					
Formulações	Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)	Temperatura máxima (°C)			
Referência	12,0	58,5			
Pasta cimentícia + MCC 0,4	11,4	59,4			
Pasta cimentícia + MCC 0,6	12,4	64,1			
Pasta cimentícia + MCC 0,8	12,5	45,5			

TABELA 19 - Tempo e Temperatura máxima, fase 2

Legenda: Referência = cimento hidratado; MCC = microcelulose cristalina.

Com base na Figura 29 é possível observar que os picos de temperatura da pasta cimentícia com MCC 0,4 foram similares aos picos da pasta cimentícia de referência. As pastas cimentícias com adição de MCC 0,6 atingiram a maior temperatura máxima (64,1 °C) quando comparadas com a referência, amostras com MCC 0,4 e MCC 0,8. Esse aumento pode estar relacionado com a reação entre a celulose MCC com a água (solubilização), a ativação de energia da hidrólise alcalina, que também é uma reação exotérmica (Ferreira *et al.*, 2021; Gwon, Choi e Shin, 2021). Além disso, o aumento da temperatura máxima maior das pastas cimentícias com adição de MCC 0,6, podem indicar uma estabilização esférica no qual é responsável pela dispersão das partículas de cimento, e assim, ocorrer a elevação do grau de hidratação (Mejdoub *et al.*, 2017).

A adição de MCC 0,8 atingiu a menor temperatura máxima (45 °C), em relação à referência, amostras com MCC 0,4 e MCC 0,6, podendo ser atribuído à redução de água efetiva das pastas cimentícias pela tendência de aglomeração do micromaterial (Figura 16) que pode aprisionar a água de amassamento.

Diferentemente das adições de microfibra de celulose, as temperaturas máximas levaram basicamente o mesmo tempo para ser atingida em todas as adições de microcelulose cristalina, conforme mostrado na tabela 20.

Na Figura 30 e Tabela 20 são apresentados os resultados da fase 3: influência da combinação da microcelulose cristalina MCC 0,4 com as fibras de celulose, na hidratação inicial das pastas cimentícias.



FIGURA 30 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,4: Fase 3

FONTE: A autora (2023)

Formulações	Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)	Temperatura máxima (°C)
Referência	12,0	58,5
Pasta cimentícia + MCC 0,4	11,4	59,4
Pasta cimentícia + MCC 0,4 + FC 0,5	13,0	60,6
Pasta cimentícia + MCC 0,4 + FC 1,0	13,3	65,8
Pasta cimentícia + MCC 0,4 + FC 1,5	12,9	58,7

TABELA 20 - Tempo e temperatura máxima, fase 3

Legenda: Referência = cimento hidratado; FC = microfibra de celulose; MCC = microcelulose cristalina.

A ação combinada da microfibra de celuloses (0,5% e 1,5%) com a microcelulose cristalina com teor de 0,4% apresentaram curvas semelhantes da referência. Essa semelhança indicou que as formulações FC0,5-MCC0,4 e FC1,5-MCC0,4 não influenciaram a hidratação inicial do sistema cimentício.

A formulação FC1,0-MCC0,4 apresentou uma temperatura de pico 7,3°C e 6,4°C mais alta que as amostras de referência e com amostras MCC0,4, respectivamente. Isso mostra que a microfibra de celulose e a microcelulose cristalina promoveram a dispersão de partículas de cimento e consequentemente levou a mais liberação de calor (Jiao *et al.*, 2016).

Na fase 4, conforme mostrado na Figura 31 e Tabela 21, são apresentados os resultados do efeito combinado de FC's-MCC0,6 no cimento hidratado, nas primeiras 24 horas.



FIGURA 31 - Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,6: Fase 4

FONTE: A autora (2023)

Formulações	Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)	Temperatura máxima (°C)
Referência	12,0	58,5
Pasta cimentícia + MCC 0,6	12,4	64,1
Pasta cimentícia + MCC 0,6 + FC 0,5	12,8	67,0
Pasta cimentícia + MCC 0,6 + FC 1,0	12,7	45,8
Pasta cimentícia + MCC 0,6 + FC 1,5	13,2	34,3

TABELA 21 - Tempo e Temperatura máxima, fase 4

Legenda: Referência = cimento hidratado; FC = microfibra de celulose; MCC = microcelulose cristalina.

É possível observar que os picos de temperatura máxima de hidratação para as amostras combinadas FC1,0-MCC0,6 e FC1,5-MCC0,6 sofreram uma redução de 12,7°C e 24,2°C, respectivamente, quando comparadas a amostra de referência. Esse comportamento pode ser atribuído à redução da relação a/c efetiva destas pastas, devido a existência de grupos carboxila na superfície das celuloses FC-MCC que possuem um comportamento hidrofílico e podem adsorver a água da mistura.

A amostra combinada de FC0,5-MCC0,6 apresentou um aumento na temperatura máxima de 8,5°C e 2,9°C em relação a amostra de referência e com MCC 0,6, respectivamente. Podendo indicar um efeito dispersivo das celuloses FC-MCC, conforme anteriormente citado.

Na Figura 32 e Tabela 22 são mostrados os resultados da fase 5, no qual o sistema cimentício é submetido a ação das celuloses FC's-MCC0,8.



FIGURA 32 – Curva de temperatura no processo de hidratação das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,8: Fase 5

FONTE: A autora (2023)

Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)	Temperatura máxima (°C)
12,0	58,5
12,5	45,5
14,8	50,5
12,9	47,1
20,6	35,3
	Tempo para alcançar a temperatura máxima (h)   12,0   12,5   14,8   12,9   20,6

TABELA 22 - Tempo e Temperatura máxima, fase 5

Legenda: Referência = cimento hidratado; FC = microfibra de celulose; MCC = microcelulose cristalina.

A adição combinada de FC's-MCC 0,8 atrasou os picos máximos da curva e apresentou menores valores de temperatura máxima das pastas cimentícias, conforme mostrado na Figura 32. A redução da temperatura máxima pode indicar um maior tempo para o endurecimento devido ao processo de saturação do teor das celuloses FC-MCC em sistemas cimentícios (Pereira *et al.*, 2020).

Diante dos resultados obtidos foi possível avaliar que as pastas cimentícias com microfibra de celulose levaram um tempo maior para alcançar a temperatura máxima. Contudo, foram identificados incrementos de temperaturas máximas, podendo-se dessa forma afirmar que a microfibra de celulose não apresentou comportamento inibitório do sistema cimentício.

A adição máxima de MCC (0,8%) empregada reduziu o pico de temperatura das pastas cimentícias, assim como a combinação das FC's com a MCC 0,8. O estudo possibilitou a identificação da saturação dos componentes celulósicos nesse sistema cimentício, retardando a hidratação inicial do cimento.

Os teores combinados de FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 promoveram um aumento da temperatura máxima promovendo um aumento do grau de hidratação das pastas cimentícias.

# 4.4 CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO DAS PASTAS

Neste tópico serão apresentados os resultados relativos à influência da incorporação de microfibra de celulose e microcelulose cristalina no comportamento das pastas de cimento Portland no estado fresco.

#### 4.4.1 Densidade de massa e teor de ar incorporado

A Figura 33 destaca os resultados de densidade de massa nos estado fresco e teor de ar incorporado das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC.



FIGURA 33 - Densidade de massa no estado fresco (coluna) e teor de ar incorporado (linha) das pastas cimentícias

Neste estudo foram verificadas que as densidades de massa variaram de 1,72 g/cm<sup>3</sup> a 1,99 g/cm<sup>3</sup> com teor de ar incorporado variando entre 11,64% a 23,65%. Com base nos resultados de teor de ar incorporado foi possível observar que a adição de microfibras de celulose e microceluloses cristalinas promoveram a incorporação de ar na mistura, agindo com agentes incorporadores de ar, que também proporcionaram a redução da densidade de massa das pastas cimentícias (Savastano Jr., 2000). Isso pode ocorrer em razão do contato das partículas de cimento com a superfície plana das microfibras e micropartículas de celulose que gera bolhas dentro do sistema, induzindo o aprisionamento de vazios no sistema cimentício (Pescarollo *et al.*, 2022). O efeito das microfibras e micropartículas de celulose sobre a incorporação de ar resulta na redução da densidade das pastas cimentícias.

Em relação à combinação das celuloses é possível observar que altos teores de microfibra de celulose (1,5%) aumentaram os valores médios de densidade de massa e reduziram o de teor de ar incorporado. O maior aumento da densidade de massa e a maior redução de teor de ar incorporado ocorre com a formulação FC 1,5-MCC 0,8 de 8,05% e 37,56%, respectivamente, que pode ser justificado pela maior incorporação de materiais finos no sistema cimentício (Romano; Cincotto; Pileggi, 2018). Em relação aos teores de microfibra

de celulose é possível evidenciar que teores superiores a 1,5% não apresentam vantagens quando é necessário reduzir a densidade de massa de materiais cimentícios.

### 4.4.2 Squeeze-flow

Os resultados de *squeeze-flow* são dados a partir da tensão de compressão (calculada a partir da força de compressão dividida por área de amostra) vs. deslocamento da placa superior para cada teste.

As curvas de deslocamento de carga de fluxo de compressão esquematizadas na Figura 34mostram dois estágios distintos de comportamento: (II) nesse estágio (intermediário), o sistema flui por deformação plástica ou fluxo viscoso, sendo caracterizado por deformações consideráveis sem aumento significativo da força necessária para o deslocamento e, (III) conhecido como enrijecimento por deformação (strain hardening), no qual há um aumento expressivo da carga necessária à deformação do material (Min; Erwin; Jennings, 1994; Betioli *et al.*, 2009; Cardoso; John; Pillegi, 2009; Cardoso *et al.*, 2014; Costa; Masueiro; Gonçalves, 2020).

Na Figura 34 é esquematizado os resultados do ensaio de *squeeze-flow* das pastas cimentícias com adição de microfibra de celulose e microcelulose cristalina.



FIGURA 34 - Resultado do ensaio de *squeeze-flow* das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC

Todas as formulações estudadas fluíram facilmente, com estágio de fluxo viscoso e se estendendo pela maior parte da curva. As amostras estudadas apresentaram um perfil predominante no estágio (II).

A transição para o estágio de enrijecimento por deformação não ocorreu em algumas formulações (MCC 0,4; MCC 0,6; FC 0,5; FC 1,0; FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4; FC 0,5-MCC 0,6; FC 1,0-MCC 0,6 e FC 0,5-MCC 0,8). Nesse estágio, o sistema se encontra mais

tensionado devido a aproximação entre as partículas, onde as forças de atrito tornam-se mais intensas.

Os resultados obtidos das pastas cimentícias com adição de microfibra de celulose mostraram que as formulações FC 0,5 e FC 1,0 não apresentaram a transição para o enrijecimento por deformação. Os resultados obtidos foram coerentes com os da análise densidade de massa e do teor de ar incorporado, no qual a incorporação da microfibra de celulose promoveu uma redução da densidade de massa e um aumento do teor de ar incorporado. As microfibras de celulose agem como um plastificante nos sistemas cimentícios, reduzindo o atrito entre as partículas sólidas e assim retardando a fase de transição para o enrijecimento (Pescarolo *et al.*, 2022).

A formulação FC 1,5 a transição para o estágio de enrijecimento ocorreu em grandes deslocamentos (7,0 mm). Portanto o excesso de microfibra tende a restringir o fluxo de compósitos cimentícios (Pescarolo *et al.*, 2022; Azevedo *et al.*, 2021; Ishihara *et al.*, 2021; Balea *et al.*, 2019; Farrapo *et al.*, 2017).

Foi possível observar que as pastas cimentícias com microceluloses cristalinas em 0,4% e 0,6% permaneceram no estágio (II) até o final do ensaio. Isso se deve ao fato de que as microceluloses cristalinas interagem com as partículas de cimento, no qual liberam moléculas de água aprisionadas para produtos de hidratação do cimento, através de estabilização eletrostática, melhorando a dispersão das partículas e consequentemente aumentando a fluidez da mistura (Montes *et al.*, 2020; Hisseine; Omran; Tagnit-Hannou, 2018, Grandes *et al.*, 2018; Cao *et al.*, 2015). Já a adição de MCC 0,8 apresentou um comportamento distinto das formulações MCC 0,4 e MCC 0,6, no qual o enrijecimento por deformação ocorreu em torno de 8 mm. A adição de MCC 0,8 aumentou a viscosidade e foi incapaz de reduzir o atrito entre as partículas.

As formulações com FC 1,5-MCC 0,4, FC 1,5-MCC 0,6, FC 1,5-MCC 0,8 apresentaram a transição para o enrijecimento por deformação e as adições FC 1,5-MCC 0,6 e FC 1,5-MCC 0,8 tiveram seus deslocamentos reduzidos em 0,4 mm e 0,5 mm, respectivamente, quando comparados à referência.

O comportamento de enrijecimento está associado ao atrito entre as partículas devido ao aumento da concentração de sólidos na região central entre as placas, podendo correlacionar com a segregação fluido-sólido (Cardoso *et al.* 2014; Toutou; Roussel; Lanos, 2005; Phan; Chaouche, 2005). As pastas cimentícias com adição combinada com as formulações de FC 1,5-MCC 0,4; FC 1,5-MCC 0,6; FC 1,5-MCC 0,8 sofreram heterogeneidade induzida pelo fluxo devido à separação de fases entre o fluido e as partículas de celulose (Rocha *et al.*, 2022; Boucetta *et al.*, 2021; Page *et al.*, 2019; Cao *et al.*, 2015). Pode-se concluir que as formulações contendo FC 1,5 têm grande impacto no comportamento reológico dos componentes cimentícios.

As formulações combinadas FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4; FC 0,5-MCC 0,6; FC 1,0-MCC 0,6 e FC 0,5-MCC 0,8 apresentaram predominantemente o estágio (a) até o fim do ensaio, concluindo que as microceluloses cristalinas e as microfibras de celulose podem atuar melhorando o comportamento reológico sob compressão, mesmo combinados, e em dosagens corretas, em componentes cimentícios.

### 4.4.3 Mini-Slump

A Figura 35 apresenta a esquematização fotográfica do ensaio de *mini-Slump* das pastas cimentícias com a incorporação de FC-MCC avaliadas neste estudo:



FIGURA 35 - Esquematização das fotos do ensaio de mini-Slump

FONTE: A autora (2023)

De maneira geral, verifica-se que as FC e MCC e ação combinação da adição de celulose FC-MCC contribuíram para reduções menos expressivas em relação à amostra de referência nos resultados de *mini-Slump* das pastas cimentícias (Figura 36), onde a maior

redução do espalhamento foi da adição de FC 1,5-MCC 0,8, com 17,44%, em relação à amostra de referência. Os resultados obtidos indicaram que o ensaio de *mini-Slump* não é adequado para avaliar os efeitos da incorporação de microfibra de celulose e microcelulose cristalina em pastas cimentícias. Por outro lado, as diferenças entre as formulações foram evidenciadas no ensaio de *squeeze-flow*, que simula o processo de produção das placas cimentícias.



FIGURA 36 – Resultado do ensaio de espalhamento no ensaio *mini-Slump* das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC

Os resultados indicam uma gradativa redução nos valores de *mini-slump* com o aumento dos teores de fibras de celulose e microcelulose cristalina, no qual esse comportamento, evidencia a diminuição da fluidez das pastas cimentícias.

As adições de MCC 0,6, FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4, FC's-MCC 0,6 apresentaram um aumento no diâmetro de espalhamento em comparação à amostra de referência, indicando que a microcelulose cristalina e a microfibra de celulose podem atuar aumentando a fluidez das pastas (Hoyos; Cristia; Vázquez, 2013).

Em dosagens maiores de microcelulose cristalina (MCC 0,8), é possível perceber uma redução de 11,4% nos valores de *mini-slump* em relação à amostra de referência. Esse comportamento, pode estar associado à dispersão inadequada, devido à sua alta superfície específica das MCC's, em sistemas cimentícios. Teores maiores de partículas de celulose promovem aglomeração e redução da mobilidade, podendo reduzir a eficiência de adsorção das fases minerais do cimento (Gwon; Choi; Shin, 2021; Nassiri *et al.*, 2021).

FONTE: A autora (2023)

Este estudo teve como objetivo compreender o impacto da incorporação das celuloses FC-MCC no comportamento reológico de sistemas cimentícios. De maneira geral, as celuloses FC e MCC e ação combinação da adição de celuloses FC-MCC contribuíram para reduções pouco expressivas em relação à amostra de referência nos resultados de *mini-slump* das pastas cimentícias.

Através do ensaio *squeeze-flow* foi possível identificar que as microfibras de celulose com 0,5% e 1,0%, as microceluloses cristalinas com 0,4% e 0,6% e a combinação das celuloses FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4; FC 0,5-MCC 0,6; FC 1,0-MCC 0,6 e FC 0,5-MCC 0,8 não apresentaram a transição para o estágio de enrijecimento, o que indica um aumento da fluidez que essas formulações proporcionaram no sistema cimentício.

O alto teor de microfibra de celulose (1,5%) teve impacto nos principais fenômenos relacionados ao fluxo elongacional. A microfibra de celulose retém maior quantidade de água durante o processo de mistura, o que também limita a deformação das formulações. Importante destacar que, em todas as formulações com microfibra de celulose, o aumento da quantidade adicionada resultou na sobreposição do efeito de afastamento devido ao excesso de material, provocando entrelaçamento e reduzindo a plasticidade devido ao aumento do consumo de água durante a mistura (Pescarollo *et al.*, 2022).

### 4.5 CARACTERIZAÇÃO DO ESTADO ENDURECIDO DAS PASTAS

Para a avaliação da evolução da hidratação dos sistemas em pasta foram realizados os ensaios de resistência à compressão, tração na flexão, difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura.

Nos resultados de desempenho mecânico (resistência à compressão e à tração na flexão), em diferentes fases de hidratação e foi aplicada a Análise de Variância (ANOVA). Nas múltiplas comparações foi aplicado o teste de Tukey e o nível de significância adotado foi de 5%. No apêndice B são apresentados o detalhamento das diferenças significativas e não significativas das variáveis estudadas nessa pesquisa.

#### 4.5.1 Resistência à compressão

Os resultados de resistência à compressão das pastas cimentícias com adição das celuloses FC-MCC em função do tempo de hidratação (7, 28, 91 e 182 dias) com indicação do desvio padrão das medidas é esquematizado na Figura 37.



FIGURA 37 - Resultados do ensaio de Resistência à Compressão das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC

Os resultados das pastas cimentícias com adição da microfibra de celulose foram similares à referência aos 7 dias. Aos 28 dias as pastas cimentícias com microfibras de celulose (0,5%; 1,0%; 1,5%) apresentaram redução percentual significativa de 30,81%; 27,46% e 16,77%, respectivamente. É possível afirmar que, as microfibras de celulose não contribuíram positivamente com a resistência à compressão nas idades de 7, 28 e 91 dias. Os resultados obtidos são coerentes com a análise do teor de ar incoporado, no qual a adição das microfibras

de celulose resultou em um aumento na incorporação de ar nas pastas cimentícias. É possível verficar que, apesar da melhoria nas propriedades no estado fresco, a adição de microfibras de celulose também resultou em uma diminuição da resistência mecânica à compressão.

Aos 182 dias de idade, a incorporação de microfibra de celulose em 1,0% e 1,5% não influenciou significativamente na resistência à compressão. Sendo assim, é possível concluir que as fibras de celulose empregadas na pesquisa não contribuíram positivamente com o desempenho mecânico à compressão em sistemas cimentícios. Os resultados encontrados nessa pesquisa são coerentes com estudos anteriores (Silva; Coelho; Bordado, 2013; Elsaid *et al.*, 2011; Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho, 2015; Raabe *et al.*, 2022), no qual os autores justificam a redução da resistência à compressão pelo fenômeno de absorção de água das microfibras e sua posterior liberação durante o processo de cura que influencia na formação de vazios e enfraquece a interface fibra/matriz. Além disso, as microfibras de celulose promovem a incorporação de ar em sistemas cimentícios.

No geral, a incorporação de microcelulose cristalina apresentou um efeito significativo na resistência à compressão. A adição de MCC 0,6% contribuiu para um aumento de 22,31% nas primeiras idades (7 dias) em relação à pasta cimentícia de referência. Já as pastas cimentícias com adição de 0,4 e 0,8 de MCC não influenciaram significativamente nos resultados de resistência à compressão aos 7 dias.

Após 28 dias a incorporação de microceluloses cristalinas em 0,8% diminuiu significativamente a resistência em 28, 51% quando comparadas as pastas cimentícias de referência. Já as pastas cimentícias com MCC 0,6 aumentaram a resistência à compressão em 7,54%. Isso significa que em baixas dosagens de microceluloses cristalinas podem efetivamente preencher os nanoporos dentro da pasta cimentícia resultando no aumento da resistência à compressão (Oh *et al.*, 2022).

Os teores de microceluloses cristalinas em 0,6% e 0,8% aumentaram em percentual 11,02% e 6,73%, respectivamente, em relação à pasta de referência, potencializando a resistência à compressão, aos 91 dias. A incorporação de MCC 0,8 mudou de comportamento, pois nas idades 7 e 28 dias houve uma tendência decrescente, onde o efeito reforçador das MCC's diminuiu à medida que aumentou a adição de MCC, esse fenômeno também foi observado por Nassiri *et al.* (2021) e Jeong-A Oh *et al.* (2022). É possível verificar que houve um retardo no processo de hidratação das pastas cimentícias contendo MCC 0,8 e a tendência de aglomeração como mencionado no item 3.2.1.

A adição de 0,4% de MCC não teve influência na resistência à compressão em nenhuma idade. Já a adição de 0,6% e 0,8% aumentaram em percentual de 8,96% e 5,77% aos 182 dias, aumento significativo estatisticamente.

Para as combinações de microfibra de celulose com microcelulose cristalina em 0,4% os resultados apresentados na Figura 36 indica que a combinação com maior teor de microfibra de celulose (FC 1,5-MCC 0,4), apresentou um efeito negativo em todas as idades estudadas. Já com as combinações das adições FC 0,5-MCC 0,4, houve uma redução em percentual de 12,71% e 6,82% nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente, quando comparadas às amostras de referência, que foi significativa a um nível de 95%. No entanto, em idades mais avançadas essa formulação mudou de comportamento, aumentando 6,93% aos 91 dias e 21,71% aos 182 dias, em relação à referência, e foram significativamente diferentes estatisticamente, sendo a formulação que apresentou maior incremento de resistência à compressão, aos 182 dias. A combinação das formulações FC 1,0-MCC 0,4 apresentou uma melhoria na resistência à compressão em todas as idades estudadas.

É possível verificar que as combinações de FC 1,0-MCC 0,6 e FC 1,5-MCC 0,6 reduziram significativamente a resistência à compressão nas pastas cimentícias em todas as das idades estudadas. O tratamento combinado de FC 0,5-MCC 0,6 apresentou resultados promissores onde houve um aumento de 13,27% aos 7 dias e 6,17% aos 182 dias em relação às pastas cimentícias de referência, sendo significativos estatisticamente. Nas idades intermediárias os resultados foram similares à referência.

Todas as combinações de microfibras de celulose com microcelulose cristalina em 0,8% reduziram significativamente a resistência à compressão nas pastas cimentícias em todas as idades estudadas, com exceção da formulação combinada de FC 0,5-MCC 0,8 no qual houve um aumento de 6,17% somente aos 182 dias.

A análise de desempenho mecânico à compressão das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC teve como intuito contribuir para validação das formulações mais indicadas para desenvolvimento de placas cimentícias.

A adição de microceluloses cristalinas em 0,6% aumentou a resistência à compressão em todas as idades estudadas, podendo indicar que essa formulação apresentou um efeito nucleador, preenchendo nanoporos de sistemas cimentícios. Já o alto teor de microcelulose cristalina (0,8%) não apresentou incrementos de resistência até aos 182 dias, indicando um retardo no grau de hidratação das pastas cimentícias ocasionado pela tendência de aglomeração dessa formulação. Em relação à combinação das celuloses FC-MCC na matriz cimentícia foi possível verificar que os altos teores de microfibra de celulose (1,5%) e microcelulose cristalina (0,8%) proporcionaram uma diminuição gradativa da resistência mecânica à compressão. Já as formulações FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 apresentaram resultados promissores de desempenho mecânico à compressão em comparação com à referência.

### 4.5.2 Resistência à tração na flexão

A evolução da resistência à tração na flexão das pastas cimentícias com adição das celuloses FC-MCC nas diferentes idades de hidratação (7, 28, 91 e 182 dias) com indicação do desvio padrão das medidas são esquematizadas na Figura 38.



FIGURA 38 - Resultados do ensaio de Resistência à Tração na Flexão das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC

FONTE: A autora (2023)

De maneira geral, a incorporação da microfibra de celulose não contribuiu com a resistência à tração na flexão nas idades estudadas (7, 28, 91 e 182 dias) de hidratação das pastas cimentícias. O resultado pode ser justificado devido à escala micrométrica das microfibras de celulose. Zhang *et al.* (2022) avaliaram as fibras de celulose em escala de µm e mm e concluíram que apenas as fibras de celulose em escala de mm melhoram significativamente a resistência à tração na flexão, enquanto as fibras de celulose em escala µm não contribuíram com o desempenho mecânico à compressão e à tração na flexão.

As adições de FC 0,5 e FC 1,5 apresentaram um efeito negativo nas pastas cimentícias, aos 7 dias. Já a adição de 1,0% de FC apresentou um aumento de 7,54%, porém esse incremento não foi significativo a um nível de 95%. Aos 28 dias, a incorporação de microfibras de celulose em 1,0% e 1,5% apresentaram um efeito negativo nas pastas cimentícias de referência e a adição e 0,5% teve um resultado similar à da referência. Aos 91 e 182 dias, a incorporação todos os percentuais das microfibras de celulose empregados nessa pesquisa apresentaram um efeito negativo no sistema cimentício.

A incorporação de MCC 0,6 nas pastas cimentícias apresentou um aumento em percentual de 28,3% (7 dias), 48,75% (28 dias), 21,73% (91 dias) e 7,33% (182 dias) em relação à referência e foi significativo estatisticamente, sendo a melhor formulação empregada no desempenho mecânico, tanto na resistência à compressão quanto na resistência à tração na flexão. Esses resultados corroboram estudos anteriores realizados por Parveen *et al.* (2017), Alshagel *et al.* (2018), Silva *et al.* (2018), Ferreira *et al.* (2021), Souza *et al.* (2022), no qual afirmam que as microceluloses cristalinas potencializam o desempenho mecânico de sistemas cimentícios, podendo correlacionar com a interação entre MCC e produtos de hidratação do cimento, conforme já relatado no item 4.5.1.

Para a formulação de MCC 0,8 houve um aumento em percentual de 20,75% que foi significativo estatisticamente na idade de 7 dias. No entanto, em idades mais avançadas os valores foram similares quando comparados a referência. Já as MCC 0,4 reduziram significativamente a resistência à tração na flexão aos 7, 28 e 91 dias. Aos 182 dias os resultados foram similares à referência.

De forma geral, as formulações FC's-MCC 0,4 não apresentaram melhoria na resistência à tração na flexão das pastas cimentícias, com exceção da formulação FC 1,5-MCC 0,4, aos 7 dias, no qual apresentou um incremento em percentual de 24,52% em relação as pastas cimentícias de referência. Nas idades de 91 e 182 dias as reduções da resistência à tração na flexão foram significativas estatisticamente.

As adições combinadas FC's-MCC 0,6 reduziram à resistência à tração na flexão das pastas cimentícias, com exceção da formulação FC 1,5-MCC 0,6 aos 7 dias, que apresentou uma melhoria de 22,64% em comparação às pastas cimentícias de referência.

Assim como as combinações FC's-MCC 0,4 e FC's- MCC 0,6, a adição multiescala de FC's-MCC 0,8 apresentaram redução na resistência à tração na flexão em relação às pastas cimentícias de referência.

Com base nos resultados obtidos, foi possível verificar que as celuloses FC-MCC reduziram o desempenho mecânico de resistência à tração na flexão, com exceção da adição isolada de microcelulose cristalina em 0,6%.

As resistências à tração na flexão de todas formulações estudadas variaram de 11,67 a 5,62 MPa, aos 182 dias, concluindo que todos valores obtidos atendem os requisitos mínimos de resistência à tração na flexão, conforme a norma NBR 15498 (ABNT, 2021) para placas cimentícias reforçadas com fios, fibras, filamentos ou telas. Ainda com base na norma 15498 (ANBT, 2021), foi possível classificar as formulações FC 0,5-MCC 0,4 (8,11 MPa); FC 1,0-MCC 0,4 (7,52 MPa) e FC 0,5-MCC 0,6 (7,11MPa) na categoria 2, que determina uma resistência mínima à tração na flexão de 7 MPa. Além disso, considerando os resultados promissores obtidos no estado fresco de *squeeze-flow* (facilidade de moldagem) e calorimetria (compatibilidade química), foi avaliado o sistema das adições de celuloses FC-MCC combinadas em placas cimentícias.

#### 4.5.3 Efeito das combinações das celuloses FC-MCC na estimativa das propriedades

Os ensaios de resistência à compressão e à tração na flexão foram avaliados a variabilidade através do delineamento de regressão linear. Os fatores avaliados foram, o conteúdo de celuloses (fator formulação) em dezesseis níveis (0,5%FC; 1,0%FC; 1,5%FC; 0,4%MCC; 0,6%MCC; 0,8%MCC; 0,5%FC+0,4%MCC; 1,0%FC+0,4%MCC; 1,5%FC+0,4%MCC; 0,5%FC+0,6%MCC; 1,0%FC+0,6%MCC; 1,5%FC+0,6%MCC; 0,5%FC+0,8%MCC; 1,0%FC+0,8%MCC; 1,5%FC+0,8MCC), a evolução da hidratação (fator idade) em quatro níveis (7, 28, 91 e 182 dias) e o fator interação entre formulação versus idade. Na Tabela B.2 no apêndice B são mostrados os resultados do modelo linear dos ensaios de resistência à tração na flexão e compressão.

De modo geral, o modelo linear adotado apresenta um coeficiente de determinação  $(R^2)$ , coeficiente de determinação ajustado  $(R^2adj)$  e coeficiente de determinação condicional  $(R^2c)$  bem elevados (Tabela B.2), tanto para os ensaios de resistência à compressão quanto a tração na flexão, o que indica que os termos do modelo são significativos a um nível de significância de  $\alpha = 0,05$ . Assim, com base na análise de variância apresentada na Tabela B.2 no apêndice B, o modelo linear empregado é significante, ou seja, as resistências de compressão e de tração na flexão são afetadas pelas formulações e pela evolução da hidratação.

Com base nas caracterizações dos sistemas em pasta, foi possível concluir que o aumento gradativo da adição das celuloses FC-MCC nas pastas cimentícias, proporciona uma

redução igualmente gradativa das propriedades de resistência à compressão. De uma maneira geral, as celuloses FC-MCC reduziram a resistência à tração na flexão, apresentando valores médios inferiores quando comparados à referência (Figura 38).

As adições combinadas das celuloses FC-MCC que apresentaram melhoria na resistência à compressão no sistema cimentício em pasta foram: FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6.

### 4.5.4 Difração de raios-x (DRX)

Padrões de difração de raios-X foram obtidos para amostra de referência e para pastas cimentícias reforçadas com celuloses FC-MCC em 7, 28, 91 e 182 dias. A partir da comparação dos difratogramas aqui produzidos com os encontrados na literatura (Tonoli *et al.*, 2010; Pizzol *et al.*, 2014; Mejdoub *et al.*, 2017; Wei; Ma; Thomas, 2016; Martins *et al.*, 2021; Raabe *et al.*, 2022) foi possível identificar as fases cristalinas a partir da hidratação da amostra de referência (sem celuloses FC-MCC) e das diferentes pastas cimentícias combinadas com as celuloses FC-MCC. Na Figura 39 são mostrados os difratogramas de raios-X das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC, aos 28 dias.



FIGURA 39- Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição de microfibra de celulose e microcelulose cristalina aos 28 dias

FONTE: A autora (2023)

Legenda: (a) se refere a microfibra de celulose, (b) microcelulose cristalina, (c) FC's-MCC 0,4, (d) FC's-MCC 0,6 e (e) FC's-MCC 0,8

Através dos padrões de DRX apresentados na Figura 39 e Apêndice C (ao longo do tempo), foi possível verificar que as fases cristalinas das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina e microfibra de celulose foram semelhantes às pastas cimentícias de referência, indicando que as formulações com FC-MCC avaliadas não levaram ao surgimento

de nova fase mineral, podendo ser utilizadas sem alterar a conformação cristalina das fases mineralógicas da matriz cimentícia.

Os padrões de difração de raios-X das amostras com e sem adição de MCC e FC, assim como as combinações de celuloses FC-MCC mostraram os produtos de hidratação esperados, incluindo a presença de Portlandita ou hidróxido de cálcio (P) ( $2\theta = 18,2^{\circ}$ ;  $34,5^{\circ}$ ;  $47,8^{\circ}$ ,  $51^{\circ}$ ), Calcita ou carbonato de cálcio (C) e Silicato de cálcio hidratado (S) ( $2\theta = 29,0^{\circ}$ ), como também picos referentes aos compostos anidros do cimento: Alita (A) (C<sub>3</sub>S) e Belita (C<sub>2</sub>S) (B) ( $2\theta = 32,12^{\circ}$ ;  $32,8^{\circ}$ ). Contudo, foi possível observar diferenças nas intensidades dos picos principais desses elementos à medida que foi variado os teores de microfibra de celulose e microcelulose cristalina.

Os produtos de hidratação das pastas de cimento Portland foram analisados conforme a evolução do desenvolvimento das fases em relação ao tempo. Assim, foi possível observar que as magnitudes dos picos de Portlandita ( $2\theta = 18,2^{\circ}$ ) e Calcita/C-S-H ( $2\theta = 29,0^{\circ}$ ) foram aumentadas durante o processo de hidratação nas idades estudadas, principalmente aos 182 dias, de todas as formulações estudadas.

Nos difratogramas das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC são verificados a presença das principais fases cimentícias, como Alita e Belita, bem como as fases provenientes da hidratação do cimento Portland, como Portlandita, Etringita, Calcita e compostos de Silicatos de Cálcio hidratados. O perfil dos difratogramas das pastas cimentícias com adição de celuloses FC-MCC, de maneira geral, são semelhantes ao da pasta de cimento Portland sem adição.

Foi realizada uma síntese da evolução da hidratação da Portlandita e Calcita através da quantificação da contagem do pico principal de Portlandita e Calcita em diferentes fases de hidratação estudados, com base no trabalho de Hoppe Filho (2008), mostrada nas Figuras 40,41,42,43,44,46,47,48 e 49.



FIGURA 40 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com microfibra de celulose em diferentes fases de hidratação

FONTE: A autora (2023)

Em relação à evolução da Portlandita, é possível notar que existe uma diminuição na intensidade do pico principal dessa fase com a adição de 1,5% de microfibra de celulose. Também foi observado um ligeiro aumento na intensidade do pico de Alita/Belita  $(2\theta = 32, 12^{\circ}; 32,8^{\circ})$ , indicando que o consumo de C<sub>3</sub>S/C<sub>2</sub>S é menor. Os resultados encontrados através do DRX são coerentes com os dados da hidratação inicial (calorimetria), onde a pasta cimentícia com 1,5% de microfibra de celulose apresentou maior tempo para atingir a temperatura máxima de hidratação, em torno de 14 horas, duas horas a mais em relação à referência. Quanto ao desempenho mecânico, não apresentou ganhos nas resistências à compressão e à tração na flexão, quando comparados à pasta cimentícia sem adição. Este efeito está possivelmente associado à característica de hidrofilicidade e higroscopicidade da microfibra de celulose, resultando na absorção de água da mistura e, assim, promovendo um atraso nas reações de hidratação do cimento (Gwon; Choi; Shin, 2021). Os difratogramas das pastas cimentícias com FC 0,5 e FC 1,0 foram similares à referência, podendo-se concluir que essas formulações não tiveram influência na matriz cimentícia.

Com base na evolução dos produtos de hidratação das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina foi possível concluir que as amostras apresentaram fases cristalinas semelhantes à amostra de referência. Os resultados apresentados na tese corroboram com estudos anteriores (Ferreira *et al.*, 2021; Raabe *et al.*, 2022). No entanto, foi possível verificar que as intensidades dos picos foram alteradas em função do teor de microcelulose cristalina.
As contagens de Portlandita e Calcita/C-S-H obtidas por DRX das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina nas idades de 7, 28, 91 e 182 dias são mostradas nas Figuras 41 e 42.

FIGURA 41 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com microcelulose cristalina em diferentes fases de hidratação



FONTE: A autora (2023)

FIGURA 42 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com microcelulose cristalina em diferentes fases de hidratação



FONTE: A autora (2023)

Nas diferentes idades estudadas, a adição de MCC 0,6 apresentou um aumento na magnitude do pico principal de Portlandita em 18,2° 20 e Calcita em 29,5° 20, indicando maior formação de Ca(OH)<sub>2</sub> e CaCO<sub>3</sub>. Os dados de DRX são consistentes com os resultados de calorimetria e desempenho mecânico (resistência à tração na flexão e à compressão) no qual foi possível analisar o efeito da fase do micro-reforço nos produtos de hidratação do sistema cimentício. O acréscimo dos valores médios de resistência à compressão e à tração na flexão que a microcelulose cristalina com 0,6% proporcionou, assim como o aumento da temperatura máxima, pode ser justificado pelo fato que as MCC's são materiais que atuam como nucleadores para produtos de hidratação em pastas de cimento Portland ao nível microscópico (He *et al.*, 2023; Wu *et al.*, 2021). Já a adição MCC 0,4% apresentou resultados similares à referência, podendo concluir que essa adição não influencia nas propriedades do sistema cimentício.

A adição de MCC em 0,8% não apresentou aumento na intensidade dos picos de Portlandita e Calcita, nas idades estudadas, podendo concluir que as microceluloses cristalinas necessitam estar bem dispersas para promover melhoria no sistema cimentício, conforme observado na Figura 16, onde a adição de MCC 0,8% apresentou a tendência de aglomeração em solução aquosa. Pode-se notar que a dispersão das microceluloses cristalinas em pastas de cimento Portland tem um impacto significativo na hidratação e resistência mecânica, no qual doses menores de micro ou nanocelulose podem apresentar resultados mais significativos (Szafraniec *et al.*, 2022).

Nas Figuras 43 e 44 são apresentadas análises comparativas realizadas a partir da contagem do pico principal de Portlandita ( $2\theta = 18,2^{\circ}$ ) e Calcita/C-S-H ( $2\theta = 29,0^{\circ}$ ) nas adições combinadas de FC's-MCC 0,4.



FIGURA 43 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,4 em diferentes fases de hidratação

FONTE: A autora (2023)

FIGURA 44 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,4 em diferentes fases de hidratação



FONTE: A autora (2023)

Observou-se que os picos principais de Portlandita  $(2\theta = 18,2^{\circ})$  com adição de FC 1,0-MCC 0,4 foram maiores aos 7 e 28 dias, os picos de Alita/Belita (32,8°) foram reduzidos (Figura 44). Foi possível verificar o aumento da magnitude dos picos de Calcita/C-S-H ( $2\theta = 29,0^{\circ}$ ) nas idades 7, 91 e 182 dias. Assim, essa formulação proporcionou um aumento no grau de hidratação dos sistemas cimentícios. Os resultados de DRX são coerentes com os acréscimos dos valores médios da resistência à compressão. A combinação das celuloses em FC 1,0-MCC 0,4 apresentou um efeito positivo na hidratação dos sistemas cimentícios.

Já a formulação combinada FC 1,5-MCC 0,4 apresentou uma redução da intensidade de Portlandita e Calcita/C-S-H em todas as idades estudadas, podendo concluir que os produtos de hidratação do cimento foram afetados pelo alto teor de microfibra de celulose, retardando o desenvolvimento das fases de Portlandita ( $2\theta = 18,2^{\circ}$ ) e Calcita/C-S-H ( $2\theta = 29,0^{\circ}$ ).



FIGURA 45 - Teor remanescente de Alita/Belita nas pastas aos 7 e 28 dias

FONTE: A autora (2023)

Através da análise semi-quantitativa, foi realizada uma análise comparativa entre as intensidades dos picos principais dos produtos de hidratação do sistema cimentício com e sem a incorporação das celuloses FC's-MCC 0,6, conforme mostrado nas Figuras 46 e 47.



FIGURA 46 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,6 em diferentes fases de hidratação

FONTE: A autora (2023)

FIGURA 47 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,6 em diferentes fases de hidratação



FONTE: A autora (2023)

As amostras com adição de FC 1,5-MCC 0,6 reduziram o pico principal de Portlandita  $(2\theta = 18,2^{\circ})$  e Calcita/C-S-H  $(2\theta = 29,0^{\circ})$  em todas as idades e aumentaram o pico de Alita/Belita  $(2\theta = 32,8^{\circ})$ , principalmente nas idades de 7 e 182 dias, indicando que o consumo de C<sub>3</sub>S/C<sub>2</sub>S é menor, o que pode ter retardado as fases de hidratação do cimento, podendo correlacionar com a redução da temperatura máxima na análise de hidratação inicial e desempenho mecânico, mostrados na seção 5.1.1 e 5.3.1.

Já a formulação de FC 0,5-MCC 0,6 proporcionou uma elevação dos picos de Calcita, principalmente aos 182 dias, indicando um aumento dos produtos de hidratação do cimento, o que resultou em um aumento dos valores médios de resistência à compressão.

As intensidades dos picos foram afetadas pelo alto teor de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, conforme mostrado a contagem dos principais dos produtos de hidratação das pastas cimentícias hidratadas, conforme mostrados nas Figuras 48 e 49.

FIGURA 48 - Teor de Portlandita das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,8 em diferentes fases de hidratação



FONTE: A autora (2023)



FIGURA 49 - Teor de Calcita/C-S-H das pastas cimentícias com FC's-MCC 0,8 em diferentes fases de hidratação

Na primeira idade estudada (7 dias), todas amostras reduziram os picos de Portlandita  $(2\theta = 18,2^{\circ})$  referentes à hidratação do cimento, como também apresentaram um aumento na magnitude do pico das fases minerais do cimento Alita/Belita (32,8°) (Figura 50). Na idade de 28 dias, todas as amostras apresentaram uma redução da intensidade do pico de Calcita/Silicato de cálcio hidratado, indicando que as formulações FC's-MCC 0,8 retardaram a hidratação do sistema cimentício.

Os resultados de DRX são coerentes com os dados de hidratação inicial (calorimetria) no qual ocorreu um atraso nos picos máximos da curva e apresentou menores valores de temperatura máxima, o que impactou também no desempenho mecânico, onde essas formulações apresentaram uma redução significativa dos valores médios da resistência à compressão e à tração na flexão. Os resultados indicam que as formulações contendo MCC 0,8 atingiram a saturação máxima em sistemas cimentícios.

FONTE: A autora (2023)



FIGURA 50 - Teor remanescente de Alita/Belita nas pastas aos 7 e 28 dias

FONTE: A autora (2023)

#### 4.5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As morfologias das pastas cimentícias de referência, com microfibra de celulose (0,5%; 1,0%; 1,5%) e com microcelulose cristalina (0,4%; 0,6%; 0,8%), como também as combinações das adições de FC-MCC foram examinadas. Sendo exibidas através das micrografias, obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície fraturada, no qual foram destacadas as imagens que diferenciaram em função do tipo de adição, da formulação e evolução da hidratação. Na Figura 51 observa-se a influência das microfibras de celulose na matriz cimentícia.





FONTE: A autora (2023)

A aparência das microfibras de celulose pode ser facilmente observada nas formulações com 1,5% aos 7 dias (Figura 51.a). Na Figura 51(a) também é possível observar a falta de adesão entre a microfibra de celulose e a matriz cimentícia. Aos 182 dias, as amostras com alto teor de microfibras (Figura 51.b) exibiram consideráveis microfissuras. Esta observação está de acordo com os resultados obtidos no desempenho mecânico, no qual as microfibras de celulose reduziram as resistências à compressão e à tração na flexão. O alto teor de microfibras de celulose promoveram uma baixa dispersão e maior introdução de ar na matriz cimentícias, levando ao surgimento de microfissuras e interações microfibra/matriz cimentícia mais fracas e, consequentemente não auxiliaram no desempenho mecânico, fenômeno também observado por Silva, Coelho e Bordado (2013).

FIGURA 52 - Micrografias de MEV das amostras combinadas de FC 1,0-MCC 0,4 (a) e FC 1,5-MCC 0,8 (b) aos 7 dias



FONTE: A autora (2023)

Aos 7 dias, são mostrados a interface FC-MCC/cimento hidratado, através da Figura 52, no qual foram observadas que para a formulação combinada de FC 1,0-MCC 0,4, as microfibras estão bem incorporadas na matriz de cimento e evidenciou em uma boa adesão microfibra/cimento. No entanto, com alto de microfibra de celulose (1,5%) e microcelulose cristalina (0,8%) foi possível observar uma fraca adesão com a matriz cimentícia, evidenciados pelos vazios encontrados entre a microfibra de celulose e a matriz cimentícia.

FIGURA 53 - Micrografias de MEV das amostras combinadas de FC 1,0-MCC 0,4 (a) e com adição de FC 1,5-MCC 0,8 (b) aos 182 dias



FONTE: A autora (2023)

Na Figura 53 (a) foi possível observar o rompimento da microfibra de celulose, como indicado pelo número 1, em detrimento da fratura das pastas cimentícias. Já na Figura 53 (b), as fibras de celulose foram arrancadas, conforme indicado pelo número 2, isso demonstra uma fraca adesão entre matriz e as adições celulósicas (Savastano Jr. *et al.*, 2009). De acordo com Soroushian, Won e Hassan (2012), as fibras que apresentam uma forte adesão com a matriz cimentícia tendem a romper em vez de serem arrancadas da superfície de fratura do sistema cimentício. Sendo assim, é possível concluir que os altos teores de fibras de celulose (1,5%) e microcelulose cristalina (0,8%) promoveram uma fraca adesão com a matriz cimentícia. A região de interface dos materiais compósitos controla a transferência de tensão entre a fibra e a matriz, e o desempenho depende principalmente do nível de adesão interfacial (Zhou; Fan; Chen, 2016).

# 4.5.6 Seleção das formulações combinadas de celuloses FC-MCC na produção das placas cimentícias

Na Tabela 23 é mostrada a classificação obtida através da análise multivariada das formulações combinadas obtidas através dos resultados experimentais realizados nos sistemas em pasta.

Formulações	MOE	Calorimetria	Squeeze-flow	Classificação
	(GPa)	(°C)	( <b>mm</b> )	
FC 0,5 + MCC 0,6	17,2	67	9	31,06
FC 1,0 + MCC 0,4	17,36	65,8	9	30,72
FC 0,5 + MCC 0,4	17,23	60,6	9	28,94
Referência	16,07	58,5	7	27,19
FC 1,5 + MCC 0,4	14,83	58,7	8	27,17
FC 0,5 + MCC 0,8	16,25	50,5	9	25,25
FC 1,0 + MCC 0,8	16,94	47,1	8	24,01
FC 1,0 + MCC 0,6	13,44	45,8	9	22,74
FC 1,5 + MCC 0,6	13,28	35,3	6,5	18,36
FC 1,5 + MCC 0,8	13,98	34,3	6,6	18,29

TABELA 23 - Análise multicritério das formulações combinadas.

FONTE: A autora (2023)

O estudo foi conduzido com o intuito de classificar as formulações combinadas de celuloses FC-MCC no sistema em pasta para a produção de placas cimentícias, por meio da utilização do método multicritério. Para este estudo, foram considerados critérios de desempenho mecânico (MOE) e avaliação do estado fresco (calorimetria e *squeeze-flow*). Desse modo, foi possível categorizar as formulações com melhores desempenhos quando comparadas à referência.

As formulações FC 0,5-MCC 0,6, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,4 apresentaram desempenho superiores aos parâmetros mínimos de referência, sendo então essas as formulações selecionadas para a produção das placas cimentícias.

# 4.6 DESEMPENHO DAS PLACAS CIMENTÍCIAS PRODUZIDAS POR PRENSAGEM

Nessa etapa foram investigadas como as adições combinadas de microfibra de celulose e microcelulose cristalina influenciam nas propriedades físicas e mecânicas de placas cimentícias produzidas a partir do processo de prensagem. Para avaliação dos resultados foi realizada análise estatística ANOVA e comparação entre médias utilizando o teste de Tukey, considerando intervalos de confiança de 95%.

A água inicial para produção das placas cimentícias foi padronizada conforme discutido no item 3.2. No entanto, o processo de prensagem elimina água da mistura, com isso

foi avaliado a relação água/cimento após o processo de prensagem das placas cimentícias de referência e com adição combinada de FC-MCC, conforme mostrada na Tabela 24.

TABELA 24 - Relação água/cimento após a etapa de prensagem			
Formulação	Relação água/cimento final		
Referência (cimento hidratado)	0,3625		
FC 0,5 – MCC 0,4	0,3820		
FC 1,0 – MCC 0,4	0,4125		
FC 0,5 – MCC 0,6	0,4012		

FONTE: A autora (2023)

Legenda: FC = Microfibra de celulose; MCC = microcelulose cristalina.

O aumento da relação água/cimento final das formulações contendo microfibra de celulose e microcelulose cristalina, quando comparado às placas cimentícias de referência, pode ser correlacionado com a capacidade de retenção de água que as celuloses FC-MCC promovem. Sendo assim, é proposto que compósitos à base de cimento com adição de componentes celulósicos sejam moldados sob pressão, formando placas cimentícias, e assim quando retirada a pressão, a água adsorvida é devolvida para matriz, o que pode contribuir com uma interface mais densa (Coutts; Warden, 1992).

#### 4.6.1 Propriedades físicas das placas cimentícias

Para análise das formulações combinadas de microfibra de celulose e microcelulose cristalina selecionadas para a produção de placas cimentícias, foram obtidos os resultados dos valores médios das propriedades físicas, como massa específica aparente, absorção de água e inchamento em espessura.

4.6.1.1 Massa específica aparente, Absorção de água e Inchamento em espessura

Na Figura 54 são apresentados os valores médios (a) e análise estatística (b) da massa específica aparente das placas cimentícias com e sem adição das celuloses FC-MCC, após 2 e 24 horas de imersão, respectivamente. Com base na análise estatística, foi possível verificar que algumas formulações apresentaram diferenças significativas entre as médias da massa específica aparente, conforme mostrado na Figura 54 (b). Destaca-se que as diferenças não significativas não foram plotadas no gráfico (Figura 54-b).



FIGURA 54 - Valores médios da massa específica aparente após 2 e 24 horas de imersão (a) e análise estatística (b)

FONTE: A autora (2023)

Observando os dados da Figura 54 (b), verifica-se que houve um efeito significativo do tipo e no teor de celuloses FC-MCC nas placas cimentícias. A formulação FC 0,5-MCC 0,6 apresentou maiores valores médios de massa específica aparente diferindo significativamente das demais formulações. Nota-se ainda, que os menores valores médios de massa específica aparente foram registrados quando foi empregado maior teor de microfibra de celulose, sendo estatisticamente diferentes. Podendo concluir que o alto teor de microfibra de celulose proporcionou um aumento de a incorporação de ar devido a sua dispersão, enquanto o alto teor de microcelulose cristalina tende a produzir materiais mais compactos, de maior densidade.

Na Figura 55 são mostrados os valores médios de absorção de água em 2 e 24 horas de imersão (a) como também a análise estatística no qual são apresentados no gráfico as diferenças entre as médias que foram significativas considerando o intervalo de confiança de 95% (b).



FIGURA 55 - Valores médios da Absorção de água após 2 e 24 horas de imersão (a) e análise estatística (b)

FONTE: A autora (2023)

Os resultados de absorção após duas horas de imersão em água das formulações FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 aumentaram os valores médios quando comparados com a referência, diferindo estatisticamente.

Os valores médios encontrados após 24 horas de imersão em água das formulações contendo microfibra de celulose e microcelulose cristalina diferiram estatisticamente em relação à referência. Esse fenômeno ocorre porque os materiais à base de celulose apresentam estrutura hidrofílica, fornecendo mais grupos hidroxila para o sistema cimentício (Çavdar; Yel; Torun, 2022).

Os valores médios obtidos para absorção de água após 2 e 24 horas de imersão, obtidos nesse trabalho variaram de 12,42% a 18,38% em 2 horas de imersão e 14,27 a 19,75% em 24 horas de imersão e são considerados relativamente baixos, especialmente quando comparados com Iwakiri *et al.* (2012) onde os tratamentos variaram de 17,72% a 25,27% em 24 horas de imersão, bem como Castro *et al.* (2014) variando de 21,89% a 45,85% em 2 horas de imersão e 29,11% a 48,66% em 24 horas de imersão.

Na Figura 56 são mostrados os valores médios e análise estatística de inchamento em espessura das placas cimentícias com e sem adição das celuloses FC-MCC, após 2 e 24 horas de imersão, respectivamente. Por meio da análise estatística realizada pelo teste de Tukey e considerando intervalos de confiança de 95%, constatou-se que as formulações não apresentaram diferenças significativas entre as médias conforme mostrado na Figura 56 (b).



FONTE: A autora (2023)

As variáveis inchamento em espessura de 2 e 24h, não foram afetadas pela adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina. Podendo justificar pelo fato da matriz cimentícia impedir a movimentação volumétrica e linear das placas cimentícias por prensagem.

Os resultados de inchamento em espessura de imersão em água indicaram menor variação dimensional no qual às 2h de imersão todas formulações estudadas variaram de 0,67% a 0,82% e as 24h variaram de 1,33% a 1,79%, esse fator pode ser relacionado com a regularidade das placas de cimentícias por prensagem. Nos tratamentos realizados, é indicado que as formulações não promovem um aumento de variação dimensional.

Todas as placas cimentícias avaliadas neste estudo apresentaram um inchamento em espessura abaixo do valor de referência máximo de 0,8% em 2h de imersão e 1,8% em 24h de imersão, indicado como requisito para placas cimentícias determinadas pelo método Bison (1978) e norma ISO 8355 (ISO, 1987).

#### 4.6.2 Propriedades mecânicas das placas cimentícias

Para avaliação do efeito da adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina no desempenho mecânico (FC 0,5-MCC 0,6, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,4), foram avaliados os módulos de elasticidade na flexão (MOE) e de elasticidade na ruptura (MOR).

4.6.2.1 Módulo de elasticidade na flexão e Módulo de elasticidade na ruptura

Na Figura 57 são apresentados os valores médios (a) e análise estatística (b) dos módulos de elasticidade (MOE) e módulo de ruptura (MOR) de todas as formulações estudadas.

Através da análise estatística pelo teste de Tukey com intervalos de confiança de 95%, foi possível analisar que apenas a adição FC 0,5-MCC 0,6 apresentou diferença significativa entre as médias, para os resultados de MOE e MOR, conforme mostrado na Figura 57 (b). As diferenças não significativas entre as médias não foram plotadas no gráfico.

FIGURA 57 - Valores médios do Módulo de elasticidade na ruptura (MPa) e do Módulo de elasticidade na flexão (GPa) (a) e análise estatística (b)



Os valores médios do módulo de elasticidade (MOE) das placas cimentícias com e sem adição combinada de celuloses FC-MCC demonstram que não houve diferença significativa entre as formulações estudadas, com exceção da formulação FC 0,5-MCC 0,6. Os módulos de elasticidade variaram de 2313 a 5428 MPa. Os valores apresentados nessa pesquisa foram similares aos os resultados encontrados por Çavdar, Yel e Torun (2022) para placas cimentícias reforçadas com microceluloses cristalinas, cujos os valores foram de 2294 a 6106 MPa. Por outro lado, quando comparado com painéis de cimento reforçados com partículas de madeira os valores máximos de MOE obtidos por Iwakiri *et al.* (2012) foram 3586 MPa para partículas de paricá e 3539 MPa para partículas de embaúba, e Mendes *et al.* (2011) encontraram valor máximo de 1665,73 MPa de clones de eucalipto, sendo inferior ao valor máximo encontrado nessa pesquisa.

De acordo com a ISO 8355 (ISO, 1987) e Bison (1978) as placas cimentícias devem apresentar valores mínimos padronizados de 3000 MPa. Todas as adições de celuloses FC-MCC combinadas nas placas cimentícias atingiram os requisitos mínimos da ISO 8355 (ISO, 1987). Tendo em vista os resultados apresentados na Figura 57, nota-se que as todas as adições combinadas apresentaram um incremento no MOR, porém não foram diferentes estatisticamente, com exceção da formulação FC 0,5-MCC 0,6 que apresentou um aumento que foi significativo estatisticamente.

Os valores médios de módulo de ruptura (MOR) obtidos neste estudo, variaram na faixa de 4,90 a 9,32 MPa. Na comparação com os dados apresentados na literatura, os valores de MOR dessa pesquisa foram similares aos encontrados por Çavdar, Yel e Torun (2022) onde os valores médios das placas cimentícias com adição de microcelulose cristalina variaram na faixa de 3,40 a 10,55 MPa, aos 28 dias. Tonoli *et al.* (2010) obtiveram um módulo de ruptura aos 28 dias da polpa de celulose de 9,9 MPa, valor semelhante ao máximo módulo de ruptura obtido nesse trabalho. Já Mendes *et al.* (2011), Iwakiri *et al.* (2012) e Castro *et al.* (2014) obtiveram valores médios máximos de 4,55, 8,32 e 4,02 MPa, respectivamente, com partículas de madeira nos painéis cimento-madeira, sendo inferiores aos encontrados nessa pesquisa.

Com relação às propriedades mecânicas apresentadas, foi possível observar que a adição combinada FC 0,5-MCC 0,6 atende o requisito mínimo exigida pelo ISO 8355 (ISO, 1987) e Bison (1978) para placas cimentícias, que estabelecem valores superiores à 9,0 MPa para o módulo de ruptura (MOR). Já as demais adições de celuloses FC-MCC combinadas testadas, não atingiram o requisito mínimo padronizado pela ISO 8335 (1987). Nota-se que o MOR foi influenciado pelo alto teor de microcelulose cristalina, indicando que as MCC's são capazes de aumentar a resistência à ruptura das placas cimentícias. Çavdar; Yel; Torun (2022) também observaram uma melhora na resistência mecânica no módulo de ruptura das placas cimentícias com adição de microcelulose cristalina. Os autores atribuíram o bom desempenho das MCC's nas placas cimentícias ao aumento do grau de hidratação.

As placas de cimentícias com adição das celuloses FC-MCC são produtos heterogêneos compostos por domínios de diferentes materiais (fases), assim as características obtidas das placas são resultado de efeitos combinados de diferentes parâmetros microestruturais, como área superficial específica (microcelulose cristalina) e densidade de empacotamento (cimento) que contribui para o refinamento dos poros da matriz.

Os resultados apresentados indicaram a capacidade da microcelulose cristalina em teor de 0,6% de melhorar o desempenho mecânico das placas cimentícias com adição de microfibra de celulose em 0,5%, destacando o potencial das adições combinadas de microcelulose cristalina e microfibra de celulose para a produção de placas cimentícias. Além disso, foram observadas melhorias proporcionadas no estado fresco, como uma boa compatibilidade química com o cimento, resultando em um aumento no grau de hidratação dos sistemas cimentícios, e a

facilidade do processo de moldagem, devido às propriedades plastificantes das celuloses FC-MCC incorporadas.

#### 5 CONCLUSÕES

Este estudo visou avaliar sistemas integrados de microcelulose cristalina e microfibra de celulose em pastas cimentícias quanto ao desempenho em estado fresco e endurecido e propor a sua aplicação em placas cimentícias.

As pastas cimentícias com adição de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, como também a combinação entre elas, foram caracterizadas no estado fresco e endurecido, e assim, as seguintes conclusões podem ser destacadas:

- A incorporação das microfibras de celulose e microceluloses cristalinas resultou em um aumento nas temperaturas máximas das pastas cimentícias nas primeiras horas de hidratação, evidenciando uma boa compatilidade química entre as celuloses FC-MCC e a matriz cimentícia. Já a adição de MCC 0,8 reduziu a temperatura máxima, possivelmente justificado pela tendência de aglomeração de partículas com alta área superficial na matriz cimentícia.
- As pastas cimentícias com microfibras de celulose levaram um tempo maior para atingir a temperatura máxima, devido a componentes como lignina e hemicelulose presentes na microfibra.
- As adições combinadas de FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 apresentaram um aumento da temperatura máxima, podendo indicar que essas formulações promoveram um efeito dispersivo. Já as formulações FC 1,0-MCC 0,6; FC 1,5-MCC 0,6; FC's-MCC 0,8 apresentaram um comportamento inibitório, podendo correlacionar com a saturação dos componentes celulósicos na matriz cimentícia.
- Com relação ao estado fresco no ensaio de squeeze-flow, as formulações combinadas com FC 1,5-MCC 0,6 e FC 1,5-MCC 0,8 apresentaram o menor deslocamento, o que caracteriza menor plasticidade. Assim, pode-se concluir que o teor de microfibra de celulose adicionada na mistura é importante para o desempenho da plasticidade das pastas cimentícias, podendo afetar a trabalhabilidade de sistemas cimentícios. As formulações combinadas FC 0,5-MCC 0,4, FC 0,5-MCC 0,6 e FC 0,5-MCC 0,8 resultaram em um longo estágio de deformação plástica, apresentando um comportamento mais homogêneo, concluindo que as microceluloses cristalinas e as microfibras de celulose podem atuar melhorando a plasticidade de componentes cimentícios, mesmo combinados, e em dosagens corretas.

- Em relação ao desempenho mecânico das pastas cimentícias, as microfibras de celulose empregadas na pesquisa não contribuíram com o desempenho mecânico à compressão e à tração na flexão nas pastas cimentícias, em nenhuma idade estudada.
- A microcelulose cristalina em 0,6% apresentou um aumento significativo, em todas as idades estudadas, tanto na compressão e quanto na tração na flexão, mostrando que as microceluloses cristalinas podem efetivamente preencher os nanoporos dentro da pasta cimentícia resultando em incrementos no desempenho mecânico. Já a adição 0,8% não apresentou um impacto significativo, onde o efeito reforçador das MCC's diminuiu à medida que aumentou a sua adição na pasta.
- Em relação às adições combinadas de celuloses FC-MCC, no desempenho mecânico das pastas cimentícias, as formulações FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6 apresentaram um incremento na resistência à compressão que foi significativo a um nível de 95%. Foi possível concluir que o aumento do teor de microfibra de celulose e de microcelulose cristalina proporcionaram redução nas propriedades mecânicas. Além disso, foi possível detectar que a relação decrescente entre as resistências à compressão e à tração na flexão e os teores de celuloses FC-MCC estudados, pode ser explicada mediante modelo de regressão linear, com coeficientes de regressão (R<sup>2</sup>) superiores à 0,788.
- Com base na análise de DRX, a incorporação de microfibras de celulose em 1,5% diminuiu o pico de intensidade da Portlandita em todas as idades estudadas, prejudicando as reações de hidratação do cimento Portland, o que possivelmente é decorrente do comportamento hidrofílico das microfibras de celuloses, que reduziu a disponibilidade da água de amassamento para a hidratação das partículas do cimento, que impactou nas resistências à compressão e à tração na flexão, onde os resultados obtidos da adição 1,5% de microfibra de celulose proporcionou em uma redução das propriedades mecânicas estudadas.
- A adição de microcelulose cristalina em 0,6% aumentou a magnitude do pico principal de Portlandita e Calcita, evidenciando que essa formulação acelera a hidratação do cimento. Isso demonstra o efeito de nucleação das microceluloses cristalinas nas pastas cimentícias, impactando nos incrementos de resistência à compressão e à tração na flexão, em comparação com a referência. Porém, a adição de microcelulose cristalina em 0,8% não apresentou um incremento na intensidade dos picos de Portlandita e

Calcita, o que pode ser atribuído ao efeito da tendência de aglomeração do micromaterial.

Em relação às adições combinadas analisadas, foi possível observar uma tendência decrescente na magnitude dos picos de intensidade de Portlandita e Calcita à medida que aumenta o teor de celuloses FC-MCC, em todas as idades estudadas, no qual indicaram que maiores concentrações combinadas, com microceluloses cristalinas em 0,8% e microfibra de celulose em 1,5%, resultaram em um atraso dos produtos de hidratação. As formulações combinadas que apresentaram melhorias tanto no estado fresco quanto no endurecido foram FC 0,5-MCC 0,4, FC 1,0-MCC 0,4 e FC 0,5-MCC 0,6, indicando um potencial promissor para aplicação em materiais de construção.

Em relação à Etapa 2 da pesquisa, que teve por objetivo avaliar a influência das adições de celuloses FC-MCC combinado nas propriedades físico-mecânicas das placas cimentícias produzidas por prensagem, as seguintes conclusões podem ser elencadas:

- Quanto às propriedades físicas das placas cimentícias, o inchamento em espessura, não foi afetado pela adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, promovendo estabilidade dimensional.
- Quanto às propriedades mecânicas das placas, a formulação combinada com maior teor de microcelulose cristalina FC 0,5-MCC 0,6, apresentou um aumento dos valores médios do módulo de ruptura e elasticidade, que foi significativo estatisticamente, diferente das demais formulações.
- Todos resultados de inchamento em espessura e módulo de elasticidade na flexão obtidos para placas cimentícias com adição combinada de FC-MCC, atendem aos requisitos mínimos estabelecidos pela ISO 8335 (1987) para placas cimentícias.
- Os resultados apresentados destacaram o potencial da microcelulose cristalina em teor de 0,6% para otimizar a transferência de tensão das placas cimentícias, quando combinada com microfibra de celulose em 0,5%. Essa formulação foi identificada como recomendada para o desenvolvimento de placas cimentícias.

De maneira geral, este estudo evidenciou que algumas formulações (FC 0,5-MCC 0,4; FC 1,0-MCC 0,4; FC 0,5-MCC 0,6) empregadas na pesquisa tiveram grande impacto no sistema cimentício, onde foi possível identificar formulações que proporcionaram melhorias nas propriedades no estado fresco e endurecido de matrizes cimentícias, indicando que as adições

combinadas de celuloses FC-MCC têm potencial no desenvolvimento de novas tecnologias em fibrocimento. Os resultados obtidos na presente pesquisa, são úteis para compreensão das interações de dois tipos de celulose combinados nos mecanismos de desempenho das placas cimentícias em estado fresco e endurecido.

## 5.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Visando o aprofundamento das pesquisas de materiais cimentícios com adição combinada de microfibra de celulose e microcelulose cristalina, recomenda-se avaliar adicionalmente os seguintes parâmetros:

- Verificar a incorporação de aditivos plastificantes e superplastificantes com finalidade de dispersão, para avaliação da viabilidade de empregar a adição combinada de FC-MCC com teores maiores que 1,5% para microfibra de celulose e 0,8% para microcelulose cristalina;
- Variar o método de dispersão da microcelulose cristalina, como agitação magnética e banho ultrassônico, para avaliação da viabilidade de empregar a adição combinada de FC-MCC com teores maiores que 0,8%;
- Avaliar o sistema de adição combinada de microfibras de celulose e microceluloses cristalinas com de fibras de celulose em escala mm para a verificação do potencial pós-fissura dessas fibras na matriz cimentícia;
- Realizar o acompanhamento do desempenho da adição combinada FC-MCC nas pastas cimentícias em idades mais avançadas (365 dias), a fim de verificar a estabilidade do sistema de celulose FC-MCC na hidratação do cimento;
- Produzir placas cimentícias com adições minerais à matriz cimentícia ou substituição parcial do cimento, com intuito de analisar a influência da adição combinada no sistema cimentício-pozolânico;
- Submeter as placas cimentícias com adição de FC-MCC ao envelhecimento natural e acelerado para a verificação do efeito da adição combinada FC-MCC na durabilidade de placas cimentícias.

## REFERÊNCIAS

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 11941:** Madeira- Determinação da densidade básica – elaboração. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT. 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, 2005a.

ABNT. 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 – elaboração. Rio de Janeiro, 2005b.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 15498**: Chapas cimentícias reforçadas com fios, fibras, filamentos ou telas - Requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 2021.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 15839**: Argamassa de assentamento e revestimento de paredes e tetos – Caracterização reológica pelo método squeeze-flow – elaboração. Rio de Janeiro, 2010.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 16697:** Cimento Portland – Requisitos – elaboração. Rio de Janeiro, 2018.

ABUSHAMMALA, H.; MAO, J. A review of the surface modification of cellulose and nanocellulose using aliphatic and aromatic mono- and di-isocyanates. **Molecules**, *[s.l.]*, v. 24, 2019.

AHMAD, R.; HAMID, R.; OSMAN, S.A. Physical and Chemical Modifications of plant fibres for reinforcement in cementitious composites. Advances in Civil Engineering, [s.l.], 2019.

ALAVI, M. Modifications of microcrystalline cellulose (MCC), nanofibrillated cellulose (NFC) and nanocrystalline cellulose (NCC) for antimicrobial and wound healing applications. **E-Polymers**, *[s.l.]*, v. 19, p. 103-119, 2019.

ALDAMA, E.G.; MAYORGA, M.; ARCOS, J.C.A.; SALAZAR, L.R. Rheological behaviour of cement paste added with natural fibres. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 198, p. 148-157, 2019.

ALI, M.; EMSLEY, A. M.; HERMAN, H.; HEYWOOD, R. J. Spectroscopic studies of the ageing of cellulosic paper. **Polymer**, *[s.l.]*, v. 42, p. 2893–2900, 2001.

ALMEIDA, A.E.F.S.; TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JR, H. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 42, p. 49-58, 2013.

ALSHAGEL, A.; PARVEEN, S.; RANA, S.; FANGEIRO, R. Effect of multiscale reinforcement on the mechanical properties and microstruture of microcrystalline cellulose-carbon nanotube reinforced cementitious composites. **Composites Part B Engineering**, *[s.l.]*, v. 149, p. 122-134, 2018.

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; HORTAL, J.A.G.; BIZINOTTO, M.B. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. **Cellulose**, *[s.l.]*, v.18, p. 281-289, 2011.

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R.D. Cellulosic fiber reinforced cement-based composite: A review of recent research. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 79, p. 115-128, 2015.

ASHOUR, T.; HEIKO, G.; WU, W. An experimental investigation on equilibrium moisture content of Earth plaster with natural reinforcement fibres for straw bale buildings. **Journal Therm Eng**, *[s.l.]*, v. 31, p. 293-303, 2011.

ASTM D1037-12. Standard Test Methods for evakuating properties of wood-base fiber and particle panel materials, 2020.

ASTM D198. Standard Test Methods of Static Tests of Lumber in Structural Sizes, 2000.

AZAMBUJA, R. R.; CASTRO, V. G., BÔAS, B. T. V.; PARCHEN, C. F. A.; IWAKIRI, S. Particle size and lime addiction on properties of wood-cement composites produced by the method of densification by vibro compaction. **Ciência Rural**, *[s.l.]*, v. 47, 2017.

AZEVEDO A.R.G.; MARVILA M.T.; TAYEH B.A.; CECCHIM D.; PEREIRA A.C.; MONTEIRO S.N. Technological performance of açaí natural fibre reinforced cement-based mortars. **Journal of Building Engineering**, *[s.l.]*, v. 33; 2021.

BAKKARI, N. E.; BINDIGANAVILE, V.; GONÇALVES, J.; BOLUK, Y. Preparation of cellulose nanofibers by TEMPO- oxidation of bleached chemi-thermomechanical pulp for cement applications. **Carbohydrate Polymers**, *[s.l.]*, v. 203, p. 238-245, 2019.

BALEA, A.; FUENTE, E; BLANCO, A.; NEGRO, C. Nanocelluloses: Natural-Based Materials for Fiber-Reinforced Cement Composites. A critical Review. **Polymers**, *[s.l.]*, v. 11, 2019.

BALEY, C. Analysis of the flax fibers tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase. **Composites**, *[s.l.]*, Part A, p. 415-422, 2002.

BALLESTEROS, J. E. M.; RODIER, L.; FILOMENO, R.; SAVASTANO, H.; FIORELLI, J.; ROJAS, M. F. Influence of the fiber treatment and matrix modification on the durability of eucalyptus fiber reinforced composites. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 122, 2022.

BANTHIA, N.; BINDIGANAVILE, V.; AZHARI, F.; ZANOTTI, C. Curling control in concrete slabs using fiber reinforcement. **Journal Testing Evaluation**, *[s.l.]*, v. 42, p. 390–397, 2014.

BARBA, C.; MONTANÉ, D.; RINAUDO, M.; FARRIOL, X. Synthesis and characterization of carboxymethylcelluloses (CMC) from non-wood fibers I. Accessibility of cellulose fibers and CMC synthesis. **Cellulose**, *[s.l.]*, v. 9, p. 319-326, 2002.

BELAIR, G. L. Visual Perception of effervescene in champagne and other sparkling beverages. Advances in Food and Nutrition Research, *[s.l.]*, v. 61, p. 1-55, 2010.

BENTUR, A. **Early-age cracking in cementitious system**. França: Rilem, 2002. (Report of RILEM Technical Comitte TC 181-EAS, report 25).

BENTUR, A.; AKERS, S.A.S. The microsctruture and ageing of cellulose fibre reinforced cement composites cured in a normal environment. **The international jornal of cement composites and lightweight concrete**, *[s.l.]*, v. 11, n. 2, p. 99-109, 1989.

BERALDO, A. L.; PIMENTEL, L.L.; LIMA, I. L.; BARCHET, V. G. Efeito de Tratamentos Físicos - Químicos sobre a Resistência à Compressão de Compósitos Madeira-Cimento. *In*: ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E EM ESTRUTURAS DE MADEIRA. 6. Florianópolis. [Anais...] Florianópolis, 1998. p.261-271.. v.4.

BERALDO, A.L.; VIEIRA, F.F. Argamassa com Adição de Fibras de Sisal. SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS. 5. São Paulo. [Anais...], São Paulo, 2003. p 1-9.,

BETIOLI A.M.; JOHN V.M.; GLEIZE P.J.P.; PILEGGI R.G, Caracterização reológica de pasta cimentícia: Associação de Técnicas Complementares. **Ambiente Construído**, *[s.l.]*, v. 9; p. 37-48; 2009.

BEZERRA, E. M.; JOAQUIM, A. P.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V. M.; AGOPYAN, V. The effect of diferente mineral additions and synthetic fiber contentes on properties of cement based composites. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 28, p. 555-563, 2006.

BILBA, K.; ARSENE, M. A.; OUENSANGA, A. Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical componentes of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 25, p. 91-96, 2003.

BISON. Wood-Cement Board. Berlim: Bison Report, 1978.

BISWAS, B.M.; BISWAS, R.; SAMANTA, A.; PODDER, S. Synthesis and Structure determination of calcium silicate-cellulose nanograss biocomposite. **The American Ceramic Society**, *[s.l.]*, v. 103, n. 4, p. 2868-2879, 2019.

BOUCETTA, T.A.; AYAT A.; LAIFA W.; BEHINA M. Treatment of date palm fibres mesh: Influence on the rheological and mechanical properties of fibre-cement composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 273; 2021.

CAO, Y.; ZAVATERRI, P.; YOUNGBLOOD, J.; MOON, R.; WEISS, J. The influence of cellulose nancrystal additions on the performance od cement paste. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 56, p. 73-83, 2015.

CAO, Y.; ZAVATERRI, P.; YOUNGBLOOD, J.; MOON, R.; WEISS, J. The relationship between cellulose nanocrystal dispersion and strength. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 119, p. 71-79, 2016.

CAPELIN, L. J.; MORAES, K. K.; ZAMPIERI, J. P.; VANDERLEI, R. D. Avaliação dos efeitos da fibra de coco e da microcelulose cristalina nas propriedades de argamassas cimentícias. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 25, n. 01, 2020.

CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M.; PILLEGI, R. G. Rheological behaviour of mortars under diferente squeezing rates. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 39, p. 748-753, 2009.

CARDOSO, F.A.; JOHN, V.M.; PILEGGI, R.G.; BANFILL, P.F.C. Characterisation of rendering mortars by squeeze-flow and rotational rheometry. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 57; p. 79-87; 2014.

CASTRO, V. G. **Compósitos maderia-cimento**: um produto sustentável para o Futuro. Curitiba: EduFERSA, 2021.

CASTRO, V. G.; BRAZ, R. L.; AZAMBUJA, R. R.; LOIOLA, P. L.; IWAKIRI, S.; MATOS, J. L. M. Painéis cimento-madeira de Eucalyptus saligna com diferentes aditivos químicos e métodos de formação. **Floresta**, *[s.l.]*, v. 45, n. 2, p. 349-360, 2014.

CASTRO, V. G.; PARCHEN, C. F. A.; IWAKIRI, S. Produção de painéis madeira-cimento pelo método de vbro-compactação. **Ciência da Madeira**, *[s.l.]*, v. 9, p. 134-142, 2018.

ÇAVDAR A. D.; YEL, H.; TORUN, S. B.; Microcrystalline cellulose addition effects on the properties of wood cement boards. **Journal of Building Engineering**, v. 48, 2022.

CHAERUNISAA, A.Y.; SRIWIDODO, S.; ABDASSAH, M. Microcrystalline cellulose pharmaceutical excipiente. *In:* AHMAD, U.; AKHTAR, J. Pharmaceutical Formulation **Design**: recent practices. London: IntechOpen, 2019.

CHEN, H.; WYRZYKOWSKI, M.; SCRIVENER, K.; LURA, P. Prediction of selfdesiccation in low water-to-cement ratio pastes based on pore Evolution. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 49, p. 38-47, 2014.

CHENG, X. W.; KHORAMI, M.; SHI, Y.; LIU, K. Q.; GUO, X. Y.; AUSTIN, S.; SAIDANI, M. A new approach to improve mechanical properties and durability of low-density oil well cement composite reinforced by cellulose fibres in microstrutural scale. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 177, p. 499-510, 2018.

CICHOSZ, S.; MASEK, A. Cellullose Fibers Hydrophobization via a Hybrid Chemical Modification. **Polymers**, *[s.l.]*, v. 11, 2019.

CLARAMUNT, J.; ARDANUY, M.; HORTAL, J.A.G.; TOLEDO, R.D.F. The hornification of vegetable fibers to improve the durability cement mortar composites. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 33, p. 586-595, 2011.

CLARAMUNT, J.; CARRASCO, L. J. F.; VENTURA, H.; ARDANUY, M. Natural fiber nonwoven reinforced cement composites as sustainable materials for building envelopes. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 115, p. 230-239, 2016.

CORREIA, V.C.; SANTOS, S.F.; TEIXEIRA, R.S.; SAVASTANO, H. Nanofibrillated cellulose and cellulosic pulp for reinforcement of the extruded cement based materials. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 160, p. 376-384, 2018.

COSTA, A.R.D.; MASUEIRO, A.B.; GONÇALVES, J.P. Avaliação reológica sob diferentes temperaturas de pastas cimentícias aditivadas com diferentes tipos de aditivos superplastificantes à base de policarboxilatos. **Revista Matéria**, *[s.l.]*, v. 4; 2020.

COUTTS, R. S. P.; WARDEN, P. G. Sisal pulp reinforced cement mortar. Cement and Concrete Composites, [s.l.], v. 14, p. 17-21, 1992.

CSORBA, V. FODOR, M.; KOVÁCS, S.; TÓTH, M. Potential of Fourier transformed nearinfrared (FT-NIR) spectroscopy for rapid analysis of elderberry (Sambucus nigra L.) fruits. **Czech Journal of Food Sciences**, *[s.l.]*, v. 37, p. 21-29, 2019.

DELANNOY, G.; MARCEAU, S.; GLÉ, P.; GOURLAY, E.; GUÉGUEN-MINERBE, M.; DIAFIA, D.; ANZIANE, S.; FARCAS, F. Impact of hemp shiv extractives on hydration of Portland cement. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]* v. 240; 2020.

DIAS, S.; ALMEIDA, J.; SANTOS, B.; HUMBERT, P.; TADEU, A.; ANTONIO, J.; BRITO, J.; PINHÃO, P. Lightweight cement composites containing end-of-life treated wood-Leaching hydration and mechanical tests. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 317, 2022.

DUAN, F.; KWEK, D.; CRIVOI, A. Viscosity affected by nanoparticle aggregation in Al203water nanofluids. **Nanoscale Research Letters**, *[s.l.]*, v. 6, 2011.

ELSAID, A.; DAWOOD, M.; SERACINO, R.; BOBKO, C. Mechanical properties of kenaf fiber reinforced concrete. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 25, p. 1991-2001, 2011.

FAN, M.; NDIKONTAR, M. K.; ZHOU, X.; NGAMVENG, J. N. Cement-bonded composites made from tropical woods: Compatibility of wood and cement. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 36, p. 135-140, 2012.

FAN, X.; TANG, S.; LI, G.; ZHOU, X. Non-Invasive detection of protein contente in several types of plant feed materials using a hybrid near infrared spectroscopy model. **Plos One**, *[s.l.]*, v. 11, 2016.

FARRAPO, C. L.; FONSECA, C. S.; PEREIRA, T. G. T.; TONOLI, G. H. D.; SAVASTANO Jr., H.; MENDES, R. F. Cellulose associated with pet bottle waste in cement based composites. **Materials Research**, *[s.l.]*, v. 20, p. 1380-1387, 2017.

FENG, B.; LIU, J.; LU, Z.; ZHANG, M.; TAN, X. Study on properties and durability of álcali activated rice straw fibers cement composites. **Journal of Building Engineering**, *[s.l.]*, v. 63, 2023.

FERRAZ, J.M.; DEL MENEZZI, C.H.S.; SOUZA, M.R.; OKINO, E.Y.A.; MARTIN, S.A. Compatibility of pretreated coir fibres (Cocos nucifera L.) with Portland cement to produce mineral composites. **International Journal of Polymer Science**, *[s.l.]*, p. 1-7, 2012.

FERREIRA, S. R.; SILVA, F. A.; LIMA, P. R. L.; TOLEDO FILHO, R. D. Effect of hornification on the struture, tensile behavior and fiber matrix bond of sisal, jute and curauá fiber cement based composite systems. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 139, p. 551-561, 2017.

FERREIRA, S.P.C. **Desenvolvimento de compósitos cimentícios reforçados por celulose microcristalina.** 2016. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Portugal, 2016.

FERREIRA, S.R.; PEPE, M.; MARTINELLI, E.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement based matrices. **Composites Part B**, *[s.l.]*, v. 140, p. 183-196, 2018.

FERREIRA, S.R.; SILVA, L.E.; MCCAFFREY, Z.; BALLSCHMIEDE, C.; KOENDERS, E. Effect of elevated temperature on sisal fibers degradation and its interface to cement based systems. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 272; 2021.

FONSECA, A. S.; PANTHAPULAKKAL, S.; KONAR, S. K.; SAIN, M.; BUFALINOF, L.; RAABE, L.; MIRANDA, I. P. A.; MARTINS, M. A.; TONOLI, G. H. D. Improving cellulose nanofibrilation of non-wood fiber using alcaline and bleaching pre-treatments. **Industrial Crops and Products**, *[s.l.]*, v. 131, p. 203-212, 2019.

FONSECA, C. S.; SILVA, T. F.; SILVA, M. F.; OLIVEIRA, I. R. C.; MENDES, R. F.; HEIN, P. R. G.; MENDES, L. M.; TONOLI, G. H. D. Micro/nanofibrilas celulósicas de Eucalyptus em Fibrocimentos extrudados. **Cerne**, *[s.l.]*, v. 22, n. 1, p. 59-68, 2016.

FRENCH, A.; CINTRÓN, M. S. Cellulose polymorphy, crystallite size, and the segal crystallinity index. **Cellulose**, *[s.l.]*, v. 20, p. 583-588, 2013.

FU, T.; MOON, R.J.; ZAVATTIERI, P.; YOUNGBLOOD, J. WEISS, W. J. Cellulose nanomaterials as additives for cementitious materials. **Cellulose-Reinforced Nanofibre Composites**, *[s.l.]*, v. 20, p. 455-482, 2017.

GAUDREAULT. R.; VEN, T. G. M.; WHITEHEAD. Mechanisms of flocculation with poly(ethylene oxide) and novel cofactors. **Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects**, *[s.l.]*, v. 268, p. 131–146, 2005.

GENOMIC Science Program, U.S. DOE Genomic Science Program. Department of Energy Genome Programs. **Image gallery**. 2016. Dispónível em: http://genomics.energy.gov. Acesso em: 09 set. 2023.

GRANDES, F. A. **Mapeamento dinâmico da distribuição de pressão interfacial de argamassas em squeeze flow**. 2019. Dissertação (mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

GRANDES, F.A.; SAKANO, V.K.; REGO, A.C.A.; CARDOSO, F.A.; PILEGGI, R.G. Squeeze flow coupled with dynamic pressure mapping for the rheological evaluation of cement-based mortars. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 92; p. 18-35; 2018.

GWON S.; CHOI Y.C.; SHIN M. Effect of plant cellulose microfibers on hydration of cement composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 267, 2021.

GWON, S.; AHN, E.; SHIN, M.; KIM, J.; KIM, G. Assessment of internal curing of cellulose microfibers-incorporated cement composites using destructive and nondestructive methods. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 352, 2022.

HADDAD, L. D. O.; NEVES, R. R.; OLIVEIRA, P. V.; SANTOS, W. J.; CARVALHO, A. N. J. Influence of particle shape and size distribution on coating mortar properties. Journal of Materials Research and Technology, *[s.l.]*, v. 9, p. 9299-9314, 2020.

HE, S.; CHAI, J.; YANG, Y.; CAO, J.; QIN, Y.; XU, Z. Effect of não-reinforcing phase on the early hydration of cement paste: A review. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 367, 2023.

HISSEINE, O. A.; WILSON, W.; SORELLI, L.; TOLNAI, B.; HAMOU, A. T. Nanocellulose for improved concrete performance: A macro-to-micro investigation for disclosing the effects of cellulose filaments on the strength of cement systems. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 206, p. 84-96, 2019.

HISSEINE, O.A.; OMRAN, A.F.; TAGNIT-HANNOU, A. Influence of cellulose filaments on cement paste and concrete. **Journal of Materials in Civil Engineering**, *[s.l.]*, v. 30; 2018.

HOFSTRAND, A.D.; MOSLEMI, A.A.; GARCIA, J.F. Curing characterisitics of Wood particles from nine northern Rocky Mountain species mixed with portland cement. **Forest**, *[s.l.]*, v. 34, n.2, p. 57 – 61, 1985.

HOPPE FILHO, J. **Sistemas cimento, cinza volante e cal hidratada: mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto**. 2008. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

HOPPE FILHO, J.; RODRIGUES, C. S.; RIBEIRO, L. S. O. P.; MEDEIROS, M. H. F. Evaluation of sample drying methods to determine the apparent porosity and estimation of degree of hydration of Portland cement pastes. **Journal of Building Pathology and Rehabilitation**, *[s.l.]*, v. 6, n. 1, p. 1-11, 2021.

HOYOS, C. G.; ZULUAGA, R.; GANÁN, P.; PIQUE, T. M.; VAZQUEZ, A. Cellulose nanofibrils extrated from fique fibers as bio-based cement additive. **Journal of Cleaner Production**, *[s.l.]*, p. 1540-1548, 2019.

HOYOS, C.G.; CRISTIA, E.; VÁZQUEZ, A. Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based composites. **Materials and Design**, *[s.l.]*, v. 52, p. 810-818, 2013.

HUNEK, D. B.; FRANCZAK, M.G.; CHARGOT, M.S.; LAGOD, G. Effect of eco-friendly cellulose nanocrystals on physical properties of cement mortars. **Polymers**, *[s.l.]*, v. 11, 2019.

HWANG, C.L.; TRAN, V.; HONG, J.W.; HSIEH, Y.C. Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior and impact resistance of cementitious composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 127, p. 984-992, 2016.

IBRAHIM, M. M.; ZAWAWY, W. K.; NASSAR, M. A. Synthesis and characterization of poly (vinyl alcohol)/nanospherical particle films. **Carbohydrate Polymers**, *[s.l.]*, v. 79, p. 694-699, 2010.

ILYAS, R.A.; SAPUAN, S.M.; IBRAHIM, R.; ATIKAH, M.S.N.; ATIQAH, A.; ANSARI, M.N.M.; NORRRAHIM, M.N.F. Production, Processes and Modification of Nanocrystalline: Cellulose from Agro-Waste: A review. **Nanocrystalline Materials**, *[s.l.]*, 2019.

INAGAKI, T.; SIESLER, H. W.; MITSUI, K.; TSUCHIKAWA, S. Difference of the crystal structure of cellulose in wood after hydrothermal and aging degradation: A NIR spectroscopy and XRD study. **Biomacromolecules**, *[s.l.]*, v. 11, p. 2300–2305, 2010.

IOZZI, M. A.; MARTINS, G.S.; MARTINS M.A.; FERREIRA, F. C.; JOB, A. E.; MATTOSO, L. H. C. Estudo da influência de Tratamentos Químicos da Fibra de Sisal nas Propriedades de Compósitos com Borracha Nitrílica. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, *[s.l.]*, v. 20, n. 1, p. 25-32, 2010. ISHIHARA, M. K.; SILVA, G. J. B.; FINZI-QUINTAO, C. M.; NOVACK, K. M. Moringa Oleifera seed peel sctruture and its performance in cementitious composite. **Materials Research**, *[s.l.]*, v. 24; 2021.

ISLAM, S. M.; HUSSAIN, R. R.; MORSHED, M. A. Z. Fiber-reinforced concrete incorporatinglocally available natural fibers innormal and high-strength concrete anda performance analysis with steelfiber reinforced composite concrete. **J Composite Materials**, *[s.l.]*, v. 46, p. 111-122, 2011.

ISO. International Organization for Standardization. **ISO 8355:1987**. Cement-bonded particleboards: Boards of Portland or equivalent cement reinforced with fibrous wood particles. ISO, 1987.

IWAKIRI, S. Painéis de Madeira Reconstituída. Curitiba: FUPEF, 2005.

IWAKIRI, S.; PRATA, J. G. Utilização da madeira Eucalyptus grandis e Eucaluptus dunnii na produção de painéis cimento-madeira. **Cerne**, *[s.l.]*, v. 4, n. 1, 2008.

IWAKIRI, S.; SILVA, L. S.; TRIANOSKI, R.; BONDUELLE, G. M.; ROCHA, V. Y. Avaliação do potencial de utilixação da madeira de *Schizolobium amazonicum* "Paricá" e *Cecropia hololeuca* "Embaúba" para produção de painéis cimento-madeira. **Cerne**, *[s.l.]*, v. 18, p. 303-308, 2012.

IWAKIRI, S.; TRIANOSKI, R.; CUNHA, A. B.; PRATA, J. G.; HARA, M.; BILA, N. F.; LUIS, R. C. G.; ARAÚJO, R, D. Propriedades tecnológicas de painéis cimento-madeira produzidos com partículas de eucalipto. **Revista de Ciências Agroveterinárias**, *[s.l.]*, v. 14, n. 3, p. 217-223, 2015.

IWAKIRI, S.; TRIANOSKI, R.; FONTE, A. P. N.; CEZIMBRA, D. J.; FOMIM, I. M.; MOLLEKEN, R. Potential use of tropical pine species for woods cement panel production. **Scientia Florestalis**, *[s.l.]*, v. 45, n. 113, p. 151-159, 2017.

JABBOUR, L.; CHAUSSY, D.; EYRAUD, B.; BENEVENTI, D. Highly conductive graphite/ carbono fiber/cellulose composite papers. **Composites Science and Technology**, *[s.l.]*, v. 72, p. 616-623, 2012.

JANKAUSKAITE, V.; BALCIUNAITIENE, A.; ALEXANDROVA, R.; BUSKUVIENE, N.; ZUKIENE, K. Effect of cellulose microfiber silylation procedures on the properties and antibacterial activity of Polydimethylsiloxane. **Coattings**, *[s.l.]*, v. 10, 2020.

JIAO, L.; SU, M.; CHEN, L.; WANG, Y.; ZHU, H.; DAI, H. Natural cellulose nanofibers as sustainable enhancers in Construction cement. **Plos ONE**, *[s.l.]*, v. 11; 2016.

JONGVISUTTISUN, P.; LEISEN, J.; KURTIS, K.E. Key mechanisms controlling internal curing performance of natural fibers. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 107, p. 206-220, 2018.

JUÁREZ, C.; BURÁN, A.; VLADEZ, P.; FAJARDO, G. Performance of "*Agave lecheguilla*" nautral fiber in Portland cement composites exposed to severe environment conditions. **Building and Environment**, *[s.l.]*, v. 42, p. 1151-1157, 2007.

KABIR, M. M.; LAU, H. W. K. T.; CARDONA, F. Chemical treatments on plant – based natural fibre reinforced polymer composites. **Composites: Part B**, *[s.l.]*, v. 43, p. 2883-2892, 2012.

KAMEL, S.; ALI, N. K.; JAHANGIR, S.; SHAH, A. Pharmaceutical significance of cellulose: a review. **Express Polymer Letters**, *[s.l.]*, v. 2, p. 758-778, 2008.

KANTRO, D. L. Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste – a miniature slump test. **Cement, Concrete and Aggregates**, *[s.l.]*, v. 2, n. 2, p. 95-102, 1980.

KAWASHIMA, S.; SHAH, S.P. Earlyáge autogenous and drying shrinkage behavior of cellulose fiber-reinforced cementitious materials. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 33, p. 201-208, 2011.

KESIKIDOU, F.; STEFANIDOU, M. Natural fiber-reinforced mortars. Journal of Building Engineering, [s.l.], v. 25, 2019.

KHAN, M.; ALI, M. Effect of super plasticizer on the properties of médium strength concrete prepared with coconut fiber. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 182, p. 703-715, 2018.

KIM, M., PARK, Y., OKOLI, O., ZHANG, C. Processing, characterization, and modeling of carbon nanotube-reinforced multiscale composites. **Composites Science and Technology**, *[s.l.]*, v. 69, p. 335–342, 2009.

KONTTURI, E.; TAMMELIN, T.; OSTERBERG, M. Cellulose-Model films and the fundamental approach. **Chemical Society Reviews**, *[s.l.]*, v. 35, p. 1287-1304, 2007.

KRAMER, K.; EBEL, S. Application of NIR reflectance spectroscopy for the identification of pharmaceutical excipientes. **Analytica Chimica Acta**, *[s.l.]*, v. 420, p. 155-161, 2000.

KUNITZ, P. E. Otimização de processo Hatschek pelo uso de polímeros floculantes na produção de fibrocimento. 2017. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

LATORRACA, J. V. F.; IWAKIRI, S. Efeito da cura a vapor sobre as propriedades mecâncias de painéis de cimento-madeira. **Revista Floresta e Ambiente**, *[s.l.]*, v. 8, n. 1, p. 84, 2001.

LAU, K.; HUNG, P.; ZHU, M.H.; HUI, D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. **Composites Part B**, *[s.l.]*, v. 136, p. 222-233, 2018.

LEE, A. W. C.; HONG, Z. Compressive strength of cylindrical samples as an indicator of wood-cement compatibility. Forest, [s.l.], v. 36, p. 87-90, 1986.

LEE, G. W.; CHOI, Y. C.; Effect of abaca natural fiber on the setting behavior and autogenous shrinkage of cement composite. **Journal of Building Engineering**, *[s.l.]*, v. 56, 2022.

LEE, H. V.; HAMID, S. B. A.; ZAIN, S. K. Conversion of lignocellulosic biomass to nanocellulose: structure and chemical process. **The Scientific World Journal**, *[s.l.]*, 2014.

LENGOWSKI, E. C.; BONFATTI, E. A. J.; KUMODE, M. M. N.; CARNEIRO, M. E.; SATYANARAYANA, K. G. Nanocellulose-reinforced adhesives for wood-based panels. **Sustainable Polymer Composites and Nanocomposites**, *[s.l.]*, p. 1001-1026, 2019.

LENGOWSKI, E. C.; MUNIZ, G. I. B.; ANDRADE, A. S.; SIMON, L. C.; NISGOSKI, S. Morphological, physical and termal characterization of microfibrillated cellulose. **Revista árvore**, *[s.l.]*, v. 42, 2018.

LI, J.; ZHANG, J.; WU, X.; ZHAO, J.; WU, M.; HUAN, W. A nanocomposite paper comprising calcium silicate hydrate nanosheets and cellulose nanofibers for high-performance water purification. **The Journal the Royal Society of Chemistry**, *[s.l.]*, v. 10, 2020.

LIMA, A. J. M.; IWAKIRI, S.; SATYANARAYANA, K. G.; RAMÍREZ, M. G. L. Preparation and characterization of wood-cement particleboards produced using metakaolin, calcined ceramics and residues of *Pinus* spp. **Journal of Building Engineering**, *[s.l.]*, v. 32, 2021.

LISBOA, P. S. A.; MACHADO, M. S.; BRANDES, R.; HENTGES, T. I.; VANIN, D. V. F. The influence of microcrystalline cellulose on cement pastes early hydration modulus of rupute. **Materials Chemistry and Physics**, *[s.l.]*, v. 270, 2021.

LIU, K.; CHENG, X.; MA, Y.; GAO, X.; ZHANG, C.; LI, Z.; ZHUANG, J. Analysis of interfacial nanostruture and interction mechanisms between cellulose fibres and calcium silicate hydrates using experimental and mocelular dynamics simulation data. **Applied Surface Science**, *[s.l.]*, v. 506, 2020.

LIU, K.; WEN, Z.; ZHENG, Y.; XU, Y.; YU, J.; YE, J.; ZHANG, W.; ZHONG, W.; GAO, X.; LIU, H. Microstrutural feature of cellulose fibre in cement-based composites at diferente curing temperature. **Journal of Building Engineering**, *[s.l.]*, v. 63, 2023.

LIU, W.; MISRA, M.; ASKELAND, P.; DRZAL, L.T.; MOHANTY, A.K. Green composites from soy based plastic and pineapple leaf fiber: Fabrication and properties evaluation. **Polymer**, *[s.l.]*, v. 46, p. 2710-2721, 2005.

LONG, W. J.; TAO, J. L.; LIN, C.; GU, Y.; MEI, L.; DUAN, H. B.; XING, F. Rheology and buildability of sustainable cement-based composites containing micro-crystalline cellulose for 3D-printing. **Journal of Cleaner Production**, *[s.l.]*, 2019.

LOPES, F. F. M.; ARAÚJO, G. T.; NASCIMENTO, J. W. B.; GADELHA, T. S.; SILVA, V. R. Estudo dos efeitos da acetilação em fibras de sisal. **Revista Brasileira de Engenharia** Agricola e Ambiental, [s.l.], v.14, n.7, p. 783-8, 2010.

LOPES, Y. L. V.; MORI, F. A.; MENDES, L. M.; LATORRACA, J. V. F.; TRUGILHO, P. F.; SILVA, G. C. Avaliação do potencial técnico da madeira e cascas de Eucalyptus grandis Hill ex Maiden na produção de painéis cimento-madeira. **Scientia Forestalis**, *[s.l.]*, n. 67, p. 111-122, 2005.

LOTURGO, B. Chapas cimentícias são alternativas rápidas para uso interno e externo. **Revista TECHNE**, São Paulo, ano 11, n. 79, p. 62-66, 2003.

MACÊDO, A. N.; LIMA A. M.; FONSECA F. O.; LAVÔR, B. V. A. Análise Estatística do Comportamento Mecânico à Compressão do Compósito Cimento – Madeira. **Revista Matéria**, *[s.l.]*, v. 16, n. 2, pp. 658 – 667, 2011.

MACÊDO, A. N.; SOUZA, A. A. C.; POMPEU NETO, B. B. Chapas de cimento-madeira com resíduos da indústria madeireira da região Amazônica. **Ambiente Construído**, *[s.l.]*, v. 12, n. 2, p. 131-150, 2012.

MARIANO, M.; KISSI, N.; DUFRESNE, A. Cellulose nanomaterials: size and surface influence on the termal and rheological behavior. **Polímeros**, *[s.l.]*, v. 28, p.93-102, 2018.

MARIMARAN, P.; SANJAY, M.R.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; JAWAID, M.; SARAVANAKUMAR, S.S. Synthesis and Characterization of cellulosic fiber from red banana peduncle as reinforcement for potential applications. **Journal of Natural Fibers**, *[s.l.]*, v. 19, 2018.

MÁRMOL, G.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO, H.; BORRACHERO, M.V.; MONZÓ, J.; PAYÁ. Mechanical and physical performance of low alkalinity cementitious composites reinforced with recycled cellulosic fibres pulp from cement kraft bags. **Ind Crop Prod**, *[s.l.]*, v. 49, p. 422-427, 2013.

MARQUES, M. L.; LUZARDO, H. M.; VELASCO, F. G.; GONZÁLEZ, L. N.; SILVA, E. J.; LIMA, W. G. Compatibility of vegetable fibers with Portland cement and its relationship with the phyfical properties. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, *[s.l.]*, v. 20, p. 466-472, 2016.

MARTINS, M. C.; LANGARO, E. A.; MACIOSKI, G.; MEDEIROS, M. H. F. External ammonium sulfate attack in concrete: Analysis of the current methodology. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 277, 2021.

MATOSKI, A.; IWAKIRI, S. Avaliação das propriedades físico-mecânicas de painéis de cimento-madeira utilizando farinha de madeira com granulometria controloda. **Revista Floresta**, *[s.l.]*, v. 37, n. 2, 2007.

MAYER, K. A.; KUQO, A.; KODDENBERG, T.; MAI, C. Seagrass- and wood-based cement boards: A comparative study in terms of physico-mechanical and structural properties. **Composites Part A**, *[s.l.]*, v 156, 2022.

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

MEJDOUB, R.; HAMMI, H.; SUNOL, J.J.; KHITOUNI, M.; MNIF, A.; BOUFI, S. Nanofibrillated cellulose as nanoreinforcement in Portland cement: Thermal, mechanical and microstrutural properties. **Journal of Composites Materials**, *[s.l.]*, v. 51, 2017.

MENDES, L. M.; LOSCI, F. A. P.; PAULA, L. E. R.; MENDES, R. F.; GUIMARÃES, J. B. MORI, F. A. Potencial de utilização da madeira de clones de *Eucalyptus urophylla* na produção de painéis cimento-madeira. **Cerne**, *[s.l.]*, v. 17, p. 69-75, 2011.

MENDES, L. M.; MENDES, S. A.; IWAKIRI, S.; CHAVES, M. D.; MORI, F. A.; MENDES, R. F. Influência da densidade do painel e da composição em camadas nas

propriedades físico-mecânicas de painéis OSB de clones de Eucalyptus spp. **Cerne**, [s.l.], v. 14, n. 4, p. 379-385, 2008.

MESSAN, A.; LENNY, P.; NECTOUX, D. Free and restrained early-age shrinkage of mortar: Inlfuence of glass fiber, cellulose ether and EVA (ethylene-vinyl acetate). **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 33, p. 402-410, 2011.

MIAO, C.; HAMAD, W. Cellulose reinforced Polymer composites and nancomposites: A critical review. **Cellulose**, *[s.l.]*, 2013.

MIGNEAULT, S.; KOUBAA, A.; PERRÉ, P. Effect of fiber origin proportion, and chemical composition on the mechanical and physical properties of wood-plastic composites. **Journal of Wood Chemistry and Technology**, *[s.l.]*, v. 34, p. 241-261, 2014.

MIN, B. H.; ERWIN, L.; JENNINGS, M. Rheological behaviour of fresh cement paste as measured by squueze flow. Journal of Materials Science, [s.l.], v. 29, p. 1374-1381, 1994.

MOHAMMADKAZEMI, F; AGUIAR, R.; CORDEIRO, N. Improvement of bagasse fibercement composites by addition of bacterial nanocellulose: na inverse gas chromatography study. **Cellulose**, *[s.l.]*, v. 24, p. 1803-1814, 2017.

MOHR, B. J.; BIERNACKI, J.J.; KURTIS, K. E. Microstrutural and chemical effects of wet/dry cycling on pulp fiber-cement composites. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 36, p. 1240-1251, 2006.

MOHR. B.J.; NANKO, H.; KURTIS, K.E. Durability of kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v.27, p. 435-448, 2005.

MOMOH, E.O.; OSOFERO, A.I. Behaviour of oil palm broom fibres (OPBF) reinforced concrete. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 221, p. 745-761, 2019.

MONTES, F.; TENGFEI, F.; YOUNGBLOOD, J. P.; WEISS, J. Rheological impacto f using cellulose nanocrystals (CNC) in cement pastes. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 235, 2020.

MORAES, K. K.; VANDERELEI, R. D.; SANTOS, V. C.; ZAMPIERI, J. P.; CAPELIN, L. Avaliação das propriedades mecâncias de compósitos de matriz cimentícia com microcelulose cristalina. **Matéria**, *[s.l.]*, v. 23, n. 3, 2018.

MORI, F.A.; LOPES, Y.L.V.; MENDES, L.M. Estudo da compatibilidade entre a madeira e as cascas de Eucalyptusgrandise cimento Portland. **Ciência Florestal**, *[s.l.]*, v. 17, p. 257-264, 2007.

MOSLEMI, A. A.; MANGALA, P. The Hydration Behavior of Kraft and CMP/RMP Pulp and Paper Sludge – Portland Cement Mixtures. **Inorganic – Bonded Wood and Fibre Composite**, [s.l.], v. 4, p. 12-18, 1995.

MUKHOPADHYAY, A.K.; JANG, S. Using cement paste rheology to predict concrete mix design problems: technical report. Austin: Texas Department of Transportation, 2009.

NASSER, R. A.; SALEM, M. Z. M.; MEFARREJ, H. A.; AREF, I. M. Use of tree pruning wastes for manufacturing of wood reinforced cement composites. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 72, p. 246-256, 2016.

NASSIRI, S.; CHEN, Z.; JIAN, G.; ZHONG, T.; HAIDER, M.M.; LI, H.; FERNANDEZ, C.; SINCLAIR, M, VARGA, T.; FIFIELD, L.S.; WOLCOTE, M. Comparison of unique effects of two contrasting types of cellulose nanomaterials on setting time, rheology and compressive strength of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 123, 2021.

OH, J. A.; AAKYIIR, M.; LIU, Y.; QIU, A.; MEOLA, T. R.; FORSON, P.; ARABY, S.; ZHUGE, Y.; LEE, S. H.; MA, J. Durable cement/cellulose nanofiber composites prepared by a facile approach. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 125, 2022.

OKINO, E.Y.A.; SOUZA, M.R.D.; SANTANA, M.A.E.; SOUSA, M.E.D.; TEIXEIRA, D.E. Chapa aglomerada de cimento-madeira de *Hevea brasiliensis*Müll. Arg. **Revista Árvore**, *[s.l.]*, v.28, n.3, p.451-457, 2004.

ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N. Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. Cement and Concrete Composites, [s.l.], v. 68, p. 96-108, 2016.

OSBORNE, B.G.; FEARN, T. Near Infrared Spectroscopy in food analysis. Harlow: Longman Scientific & Technical, 1998.

PAGANI, R. N.; KOVALESKI, J. L.; RESENDE, L. M. Methodi Ordinatio: a proposed methodology to select and rank relevant scientific papers encompassing the impact factor, number of citation, and year of publication. **Scientometrics**, *[s.l.]*, v. 105, p.2109–2135, 2015.

PAGE, J.; KHADRAOUI, F.; GOMINA, M.; BOUTOUIL, M. Inlfuence of diferente surface treatments on the water absorption capacity of flax fibres: Rheology of fresh reinforced-mortars and mechanical properties in the hardened state. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 199, p. 424-434, 2019.

PALOMAR, I.; BARLUENGA, G.; PUENTES, J. Lime-cement mortars for coating with improved thermal and acoustic performance. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 75 p. 306–314, 2015.

PARVEEN, S.; RANA, S.; FANGUEIRO, R.; PAIVA, M.C. A novel approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with enhanced microstructure and mechancial performance. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 78, p. 146-161, 2017.

PAVASARS, I.; HAGBERG, J. BORÉN, H.; ALLARD, B. Alkaline degradation of cellulose: Mechanisms and Kinetics. **Journal of Polymers and the Environment**, *[s.l.]*, v. 11, n. 2, 2003.

PENG, H.; CHEN, H.; QU, Y.; LI, H.; XU, J. Bioconversion of different sizes of microcrystalline cellulose pretreated by microwave irradiation with/without NaOH. **Applied Energy**, *[s.l.]*, v. 117, p. 142-148, 2014.

PEREIRA, B. L. C.; CARNEIRO, A. C. O.; CARVALHO, A. M. M. L.; TRUGILHO, P. F.; MELO, I. C. N. A.; OLIVEIRA, A. C. Estudo da degradação térmica da madeira de
*Eucalyptus* através de termogravimetria e calorimetria. **Revista Árvore**, [s.l.], v. 37, p. 567-576, 2013.

PEREIRA, P. H. F. P.; ROSA, M. F.; CIOFFI, M. O. H.; BENINI, K. C. C. C.; MILANESE, C. A.; VOORWALD, H. J. C.; MULINARI, D. R. Vegetal fibers in polymeric composites: a review. **Polímeros**, *[s.l.]*, v. 25, p. 9-22, 2015.

PEREIRA, T.G.T.; SILVA, D.W.; EUGÊNIO, T.M.C.; SCATOLINO, M.V.; TERRA, I.C.C.; FONSECA, C.S.; BUFALINO, L.; MENDES, R.F.; MENDE, S L.M. Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion. **Materials Today: Proceedings**, *[s.l.]*, v. 31, p. 5309-5314, 2020.

PESCAROLO, A.; SILVA, S.H.L.; PINTO, M.C.C.; COSTA, M.R.M.M. A influência de microfibras de celulose no estado fresco de argamassas. **Ambiente Construído**, *[s.l.]*, v. 2, p. 179-190, 2022.

PETER, P.; SOH, N. M. Z. N.; AKASAH, Z. A.; MANNAN, M. A. Durability evaluation of cement board produced from untreated and pre-treated empty fruit bunch fibre through acceleratin ageing. **The 2nd Global Congresso n Construction, Material and Structural Engineering**, *[s.l.]*, v. 713, 2020.

PHAN, T.H.; CHAOUCHE, M. Rheology and stability of self-compacting concrete cement pastes. **Applied Rheology**, *[s.l.]*, v. 15, 2005.

PIZZOL, V.D.; MENDES, L.M.; SAVASTANO, H.; FRÍAS, M.; DAVILA, F.J.; CINCOTTO, M.A.; JHON, V.M.; TONOLI, G.H.D. Mineralogical and microstructural changes promoted by accelerated carbonation and ageing cycles of hybrid fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 68, p. 750-756, 2014.

QUARCIONI, V.A. Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland: Estudo em pasta. 2008. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

RAABE, J.; SANTOS, L.P.; MENEZZI, C.H.S.; TONOLI, G.H.D. Effect of nano-silica deposition on cellulose fibers n the initial hydration of the Portland cement. **Bioresources**, *[s.l.]*, 2018.

RAABE, J.; SILVA, D. W.; MENEZZI, H. S.; TONOLI, G. H. D. Impacto of nanosilica deposited on cellulose pulp fibers surface on hydration and fiber-cement compresive strength. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 326, 2022.

RANI, K.; GOMATHI, T.; VIJAYALAKSHMI, M.; SARANYA, P. N. S. Banana fiber cellulose nano crystals grafted with butyl acrylate for heavy metal lead (II) removal. **International Jounal of Biological Macromolecules**, *[s.l.]*, v. 131, p. 461-472, 2019.

ROCHA, D.L.; TAMBARA-JUNIOR, L.U.D.; MAVILA, M.T.; PEREIRA, E.C.; SOUZA, D.; AZEVEDO, A.R.G. A review of the use of natural fibers in cement composites: Concepts, applications and Brazilian history. **Polymers**, *[s.l.]*, v. 14, 2022.

ROJAS, J.; BEDOYA, M.; CIRO, Y. Current Trends in the Production of Cellulose Nanoparticles and Nanocomposites for Biomedical Applications. **Cellulose-Fundamental Aspects and Current Trends**, *[s.l.]*, p. 194-228, 2015.

ROMANO, R. C. O.; CINCOTTO, M.A.; PILEGGI, R.G. Incorporação de ar em materiais cimentícios: uma nova abordagem para o devenvolvimento de argamassas de revestimento. **Ambiente Construído**, *[s.l.]*, n. 2, p. 289-308, 2018.

ROMÃO, B. M. V.; DINIZ, M. F.; PARDINI, L. C.; DUTRA, R. C. L. Aplicação de FT-MIR e FT-NIR ao estudo de reação de cura de sistemas epoxídicos. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, *[s.l.]*, v. 14, p. 142-149, 2004.

ROSSETTO, H. L. **Contribuições para a ciência e engenharia dos materiais cimentícios**: Processamento, Durabilidade e Resistência mecânica. 2007. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

ROWE, R.; SHESKEY, P. Handbook of pharmaceutical excipientes. 6. ed. London: Pharmaceutical press, 2003.

ROWELL, R. M. (ed.). Handbook of wood chemistry and wood composites. Estados Unidos: CRC Press, 2005.

SABARISH, K.V.; PAUL, P; BHUVANESHWARI; JONES, J. An experimental investigation on properties of sisal fiber used in the concrete. **Materials Todfay: Proceedings**, *[s.l.]*, v. 22, p. 439-443, 2020.

SAIN, S.; SENGUPTA, S.; KAR, A.; MUKHOPADHYAY, A.; SENGUPTA, S.; KAR, T.; RAY, D. Effect of modified cellulose fibres on the biodegradation behaviour of in-situ formed PMMA/cellulose composites in soil environment: Isolation and identification of the composite degrading fungus. **Polymer Degradation and Stability**, *[s.l.]*, v. 99, p. 156-165, 2014.

SAKURADA, I.; NUKUSHINA, Y. I. T. Experimental determination of the elastic modulus of crystalline regions of oriented polymers. **J Polym Sci**, *[s.l.]*, v. 57, p. 651–660, 1962.

SALAM, A.L.L.A., JAMEEL, H., A novel cellulose nanocrystalsbased approach to improve the mechanical properties of recycled paper. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, *[s.l.]*, v. 12, p. 1584-1592, 2013.

SAMIR, A. M. A. S.; ALLOIN, F.; DUFRESNE, A. Review of recent research into cellulosic whiskers, thein properties and their application in nanocomposite field. **Biomacromolecules**, *[s.l.]*, v. 6, p. 612–626, 2005.

SANTOS, S.F.; TONOLI, G.H.D.; MEJIA, J.E.B.; FIORELLI, J.; SAVASTANO, H. Nonconventional cement-based composites reinforced with vegetable fibers: A review of strategies to improve durability. **Materiales de Construcción**, *[s.l.]*, v. 65, 2015.

SATHIPARAN, N.; RUPASINGHE, M.N.; PAVITHRA, B.H.M. Performance of coconut coir reinforced hydraulic cement mortar for surface plastering application. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 142, p. 23-30, 2017.

SAVASTANO JR, H. **Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal**: Reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo. 2000. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000. SAVASTANO JR, H.; SANTOS, S. F.; RANDONJIC, M.; SOBOYEJO, W. O. Fracture and fatigue of natural fiber-reinforced cementitious composites. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 31, p. 232-243, 2009.

SAWSEN, C.; FOUZIA, K.; MOHAMED, B.; MOUSSA, G. Optimizing the formulation of flax fiber-reinforced cement composites. **Construction and Bulding Materials**, *[s.l.]*, v. 54, p. 659-664, 2015.

SCHWANNINGER, M.; RODRIGUES, J. C.; FACKLER, K. A review of band assignments in near infrared spectra of wood and wood componentes. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, *[s.l.]*, v. 19, p. 287-308, 2011.

SHARMA, A.; THAKUR, M.; BHATTACHARYA, M.; MANDAL, T. Commercial application of cellulose nano-composites – A review. **Biotechnology Reports**, *[s.l.]*, 2018.

SHENK, J.S.; WORKMAN, J.J; WESTERHAUS, M. O. Handbook of Near-Infrared Analysis. Nova York, EUA: D.A. Burns, 2001.

SILVA, E. R.; COELHO, J. F. J.; BORDADO, J. C. Strength improvement of mortar composites reinforced with newly hybrid-blended fibres: Influence of fibres geometry and morphology. **Construction and Bulding Materials**, *[s.l.]*, v. 40, p. 473-480, 2013.

SILVA, L.; PARVEEN, S.; FILHO, A.; ZOTTIS, A.; RANA, S.; VANDERLEI, R.; FANGUEIRO, R. A facile approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with improved microstruture and mechanical performance. **Powder Technology**, *[s.l.]*, v. 338, p. 654-663, 2018.

SIQUEIRA, G.; BRAS, J.; DUFRESNE, A. Cellulosic Bionanocomposites: A review of preparation, properties and applications. **Polymers**, *[s.l.]*, v. 2, p. 728-765, 2010.

SIST. Slovenski Standard. EN 310:1993. Wood-based panels - Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength. SIST, 1993a.

SIST. Slovenski Standard. EN 317, 1993. Particleboards and fibreboards - Determination of swelling in thickness after immersion in water. SIST, 1993b.

SIST. Slovenski Standard. EN 323, 1993. Wood-based panels - Determination of density. SIST, 1993c.

SONIA, A.; DASAN, P. Chemical, morphology and thermal evaluation of cellulose microfibers obtained from Hibiscus sabdariffa. **Carbohydrate Polymers**, *[s.l.]*, v. 92, p. 668-672, 2013.

SOROUSHIAN, P.; WON, J.P.; HASSAN, M. Durability characteristics of CO2-cured cellulose fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 34, p. 44-53, 2012.

SOUZA FILHO, A. S.; PARVEEN, S.; RANA, S.; VANDERLEI, R.; FANGUEIRO, R. Micro-structure and mechanical properties of microcrystalline cellulose-sisal fiber reinforced cementitious composites developed using cetyltrimethylammonium bromide as the dispersing agent. **Cellulose**, *[s.l.]*, v. 28, p. 1663-1686, 2021.

SOUZA, L. O.; CORDAZZO, M.; SOUZA, L. M. S.; TONOLI, G.; SILVA, F. A.; MECHTCHERINE, V. Investigation of dispersion methodologies of microcrystalline and nano-fibrillated cellulose on cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 126, 2022.

SULUB, Y.; WABUYELE, B.; GARGIULO, P.; PAZDAN, J.; CHENEY, J.; BERRY, J.; GUPTA, A.; SHAH, R.; WU, H.; KHAN, M. Real-time on-line blend uniformity monitoring using nearinfrared reflectance spectrometry: a noninvasive off-line calibration approach, **Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis**, *[s.l.]*, v. 49, 2009.

SUN, C. C. Mechanism of moisture induced variations in true density and compaction properties of microcrystalline cellulose. **International Journal of Pharmaceutics**, *[s.l.]*, v. 346, p. 93-101, 2008.

SUNOL, J. J.; MIRALPEIX, D.; SAURINA, J.; CARRILLO, F.; COLOM, X. Thermal behavior of cellulose fibers with enzymatic or Na2CO3 treatment. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, [s.l.], v. 80, p. 117-121, 2005.

SURYADI, H.; SUTRIYO, S.; ANGELINE, M.; MURTI, M.W. Characterization of microcrystalline cellulose obtained from enzymatic hydrolysis of apha-cellulose and its application. **Journal of Young Pharmacists**, *[s.l.]*, v. 10, 2018.

SZAFRANIEC, M.; BLICHARZ, E. G.; HUNEK, D. B.; LANDIS, E. N. A critical review on modification methods of cement composites with nanocellulose and reaction conditions during nanocellulose production. **Materials**, *[s.l.]*, v. 15, 2022.

TAPPI. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. **T 413 - Determinação do teor de cinzas da madeira**, 2008.

TAYLOR, H.F.W. Cement Chemistry. 2. ed, London: Thomas Telford, 1998.

TINGAUT, P.; ZIMMERMANN, T.; SEBE, G. Cellulose nanocrystals and microfibrillated cellulose as building blocks for the design of hierarchical functional materials. **Journal of Materials Chemistry**, *[s.l.]*, v. 24, 2012.

TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; JOAQUIM, A. P.; SAVASTANO, H. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Bulding Materials**, *[s.l.]*, v. 24, p. 193-201, 2010.

TONOLI, G.H.D.; FILHO, U.P.R.; SAVASTANO JR. H.; BRAS, J.; BELGACEM, M.N.; LAHR, F.A.R. Cellulose modified fibres in cement based composites. **Composites: Part A**, *[s.l.]*, v. 40, 2009.

TOUTOU, Z.; ROUSSEL, N.; LANOS, C. The squeezing test: A tool to identify firm cementbased material's rheological behavior and evaluate their extrusion ability. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 35, p. 1891-1899, 2005.

TSUCHIKAWA, S.; SIESLER, H. W. Near-Infrared Spectroscopic Monitoring of the Di\_usion Process of Deuterium-Labeled Molecules in Wood. Part I: Softwood. **Applied Spectroscopy**, *[s.l.]*, v. 57, p. 667–674, 2003.

WATANABE, A.; MORITA, S.; OZAKI, Y. Temperature-dependent structural changes in hydrogen bonds in microcrystalline cellulose studied by infrared and near-infrared spectroscopy with perturbation-correlation moving-window two-dimensional correlation analysis, **Applied Spectroscopy**, *[s.l.]*, p. 606-611, 2006.

WEATHERWAX, R. C.; TARKOW, H. Effect of wood on seting of Portland cement. Forest Products Journal, v. 14, p. 567-568, 1964.

WEI, J.; MA, S.; THOMAS, D. Correlation between hydration of cement and durability of natural fiber-reinforced cement composites. **Corrosion Science**, *[s.l.]*, v. 106, p. 1-15, 2016.

WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Cement and Concrete Research**, *[s.l.]*, v. 74, p. 1-16, 2015.

WEI, Y.; ZHOU, M.; ANROUNG, Y.; ZU, P. Preparation of microfibillated cellulose from wood pulp through carbamate modification and colloid milling. **Applied Sciences**, *[s.l.]*, v. 10, 2020.

WESTERHOLM, M.; LAGERBLAD, B.; SILFWERBRAND, J.; FORSSBERG. Influence of fine aggregate characteristics on the rheological properties of mortars. **Cement and Concrete Composites**, *[s.l.]*, v. 30, p. 24-282, 2008.

WU, L. P.; HUANG, G. P.; HU, C. S.; LIU, W. V. Effects of cellulose nanocrystals on the acid resistance of cementitious composites. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, *[s.l.]*, v. 28, n. 11, 2021.

XIE, X.; ZHOU, Z., YAN, Y. Flexural properties and impact behaviour analysis of bamboo cellulosic fibers filled cement based composites. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 220, p. 403-414, 2019.

XING, Q.; ZHAO, F.; CHEN, S.; NAMARA, J.; DECOSTER, M.; LVOV, Y. M. Porous biocompatible three-dimensional scaffolds of cellulose microfiber/gelatin composites for cell culture. **Acta Biomaterialia**, *[s.l.]*, v. 6, p. 2132-2139, 2010.

XU, F.; ZHANG, X.; ZHANG, F.; JIANG, L.; ZHAO, Z.; LI, H. TG-FTIR for kinetic evaluation and evolved gas analysis of cellulose with diferente structures. **Fuel**, *[s.l.]*, v. 268, 2020.

YAN, L.; KASAL, B.; HAUNG, L. A review of recente research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and Polymer composites in civil engineering. **Composites Part B**, [s.l.], v. 92, p. 94-132, 2016.

YANG, Z.; XIAO, H.; ZHANG, L.; FENG, D.; ZHANG, F.; JIANG, M.; SUI, Q.; JIA, L. Fast determination of oxides contente in cement raw meal using NIR-spectroscopy and backard interval PLS with genetic algorithm. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomocelular Spectrocopy**, *[s.l.]*, v. 223, 2019.

ZENI, M.; FAVERO, D.; PACHECO, K.; GRISA, A. Preparation of microcelulose (Mcc) and nanocellulose (Ncc) from Eucalyptus Kraft Ssp pulp. **Polymers Science**, *[s.l.]*, p. 1-17, 2016.

ZHANG, Y.; JIAO, Z.; DENG, L.; XIE, L.; HE, B.; LIANG, Q.; WU, H.; L, Z. Comparison of the tensile behaviour enhancement of cement paste incorporated with µm and mm-scale

cellulose fibres at the early curing age. **Construction and Building Materials**, *[s.l.]*, v. 322, 2022.

ZHOU, Y.; FAN, M.; CHEN, L. Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: An overview. **Composites Part B: Engineering**, *[s.l.]*, v. 101, p. 31-45, 2016.

ZOHURIAAN, M. J.; SHOKROLAHI, F. Thermal studies on natural and modified gums. **Polymer Testing**, *[s.l.]*, v. 23, p. 575-579, 2004.

## APÊNDICE A - ESQUEMATIZAÇÃO DOS CORTES PARA CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA



FIGURA A.1 – Desenho esquemático da formação dos corpos de prova

# APÊNDICE B - RESULTADO DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DO ESTADO ENDURECIDO DAS PASTAS CIMENTÍCIAS

	DLLI I D. I Resisti	ncia à tração n	a flevão	Resistência à compressão				
7 dias	Resistencia a tração na nexao			Resistencia a compressao				
7 ulas Tratamento	MMF	IC95-	IC95+	MMF	1095-	1095+		
Referência	53	49	57	35.4	34.6	36.2		
MCC 0.4	3,3 4 7	43	5,1	35.7	34.0	36.5		
MCC 0.4	6.8	+, <i>5</i>	5,1 7 2	13 3	42.6	13 0		
MCC 0.8	6.4	6.0	6.8	43,5	42,0	5 22.8		
MCC 0.8	0,4	0,0	0,0	33,1 $32,3$		33,0		
FC 0.3	4,0	4,2	5,0	33,4	32,7	54,0 24,5		
FC 1.0	5,7	5,2	6,2	33,8	35,1	34,5		
FC 1.5	4,/	4,5	5,1	32,4	51,8	33,1		
FC 0.5 + MCC 0.4	4,9	4,5	5,5	30,9	16.6 15.0			
FC 1.0 + MCC 0.4	5,6	5,2	6,0	46,6	45,9	4/,4		
FC 1.5 + MCC 0.4	6,6	6,2	7,0	30,3	29,6	31,0		
FC 0.5 + MCC 0.6	5,4	5,0	5,8	40,1	39,4	40,8		
FC 1.0 + MCC 0.6	5,1	4,7	5,5	24,1	23,5	24,7		
FC $1.5 + MCC 0.6$	6,5	6,1	6,8	33,2	32,5	33,8		
FC $0.5 + MCC 0.8$	5,5	5,2	5,9	26,4	25,6	27,2		
FC 1.0 + MCC 0.8	5,4	5,1	5,8	24,6	23,9	25,2		
FC 1.5 + MCC 0.8	5,1	4,7	5,5	33,5	32,8	34,1		
28 Dias								
Referência	8,0	7,6	8,5	47,7	46,9	48,5		
MCC 0.4	4,9	4,5	5,3	43,5	42,7	44,3		
MCC 0.6	11,9	11,5	12,3	51,3	50,6	52,0		
MCC 0.8	7,9	7,5	8,3	44,1	43,4	44,8		
FC 0.5	8,3	7,9	8,7	33,0	32,2	33,8		
FC 1.0	7,5	7,1	7,9	34,6	33,8	35,4		
FC 1.5	6,5	6,1	6,9	39,7	39,1	40,3		
FC 0.5 + MCC 0.4	7,4	7,0	7,9	44,5	43,7	45,3		
FC 1.0 + MCC 0.4	6,4	6,0	6,8	50,9	50,2	51,5		
FC 1.5 + MCC 0.4	6.7	6,4	7,1	38,9	38.2	39.6		
FC 0.5 + MCC 0.6	6,1	5,7	6,5	47,1	46,4	47.8		
FC 1.0 + MCC 0.6	5,3	4,9	5.7	40,2	39.5	40,9		
FC 1.5 + MCC 0.6	7.3	6.9	7.7	38.8	38.1	39.5		
FC $0.5 + MCC 0.8$	6.5	6.1	6.9	32.2	31.6	32.9		
FC $1.0 + MCC 0.8$	6.6	6.2	7.0	29.3	28.6	30.0		
FC $1.5 + MCC 0.8$	5.0	4.6	5.4	35.5	34.8	36.3		
91 Dias	0,0	.,0	<i>c</i> ,.	00,0	2.,0	0 0,0		
Referência	9.8	9.4	10.2	49.0	48.3	49.6		
MCC 0.4	8.7	8.3	9.1	46.2	45.5	46.9		
MCC 0.6	11.2	10.8	117	54.4	53 7	55 1		
MCC 0.8	11,2	10,8	11,7	523	51.6	53.0		
FC 0 5	8.4	8.0	89	40.4	39.8	41 1		
FC 1.0	7.6	7 2	8.0	43.7	42.9	44.5		
FC 1.5	8.9	8 5	93	46.2	45.5	46.9		
FC 0.5 + MCC 0.4	7.4	6.9	7.8	52 4	517	53 1		
FC = 1.0 + MCC = 0.4	7,4	7 1	7,0	50.5	<i>J</i> 1,7 <i>A</i> 0 7	51.3		
FC = 1.0 + MCC = 0.4	7,5	67	7,7	20,3 40 7	40.0	J1,J /1 /		
FC 0.5 + MCC 0.4	65	6.1	60	16 9	46.1	47.5		
$F \subset 0.3 + WICC 0.0$ EC 1.0 $\pm$ MCC 0.6	5,5	5 1	6.0	40,0	40,1	47,5		
$F \subset 1.0 \pm MCC = 0.0$	5,5 7.6	5,1 7 2	0,0	44,5 43,9		43,2		
$F \subset 1.5 = WICC 0.0$ $E C \cap 5 = WCC \cap 9$	7,0	/,∠ 7_1	0,0 7.0	42,3	+1,0	45,2		
$F \subset 0.3 \pm MCC = 0.8$ $EC = 1.0 \pm MCC = 0.8$	/,5 7 2	/,1	1,9 7.6	40,2 445	43,3	40,9		
$FC 1.0 \pm MCC 0.8$	1,2	0,8	/,0	44,5	43,/	45,2		
FC 1.5 + MCC 0.8	6,5	0,1	6,9	40,5	39,8	41,2		

TABELA B.1 – Relação das médias de todas as formulações

182 Dias

Referência	10,9	10,4	11,3	50,2	49,4	51,0
MCC 0.4	11,1	10,7	11,6	49,0	48,2	49,8
MCC 0.6	11,7	11,3	12,1	54,7	53,9	55,5
MCC 0.8	11,0	10,6	11,4	53,1	52,4	53,9
FC 0.5	8,4	7,9	8,9	48,7	47,9	49,5
FC 1.0	8,0	7,6	8,4	53,2	52,6	53,9
FC 1.5	8,2	7,8	8,6	52,3	51,6	53,0
FC 0.5 + MCC 0.4	8,1	7,8	8,5	61,1	60,4	61,9
FC 1.0 + MCC 0.4	7,5	7,1	7,9	53,0	52,2	53,8
FC 1.5 + MCC 0.4	8,7	8,3	9,0	43,7	43,1	44,3
FC 0.5 + MCC 0.6	7,1	6,7	7,5	53,3	52,6	54,0
FC 1.0 + MCC 0.6	5,6	5,2	6,1	47,2	46,5	47,9
FC 1.5 + MCC 0.6	7,9	7,5	8,3	44,4	43,8	45,0
FC 0.5 + MCC 0.8	10,3	9,9	10,7	53,4	52,6	54,2
FC 1.0 + MCC 0.8	10,5	10,0	10,9	48,3	47,6	48,9
FC 1.5 + MCC 0.8	6,3	5,9	6,7	44,2	43,4	45,0

Legenda: MME – Média Marginal Estimada. IC95- – Limite inferior do Intervalo com 95% de Confiança. IC95+ – Limite superior do Intervalo com 95% de Confiança.

	GL	SQ	MQ	F	p-valor	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> adj	R <sup>2</sup> c
Resistência à tração na Flexão						0,985	0,980	
Formulação	15	329,57	21,97	302,88	< 0,001			
Idade	3	392,29	130,76	1802,63	< 0,001			
Formulação vs Idade	45	196,84	4,37	60,30	< 0,001			
Resíduos	190	13,78	0,07					
Tratamento (Medida Repetida)	15	335,95	22,40	24,99	< 0,001			0,788
Resistência à Compressão						0,998	0,997	
Formulação	15	4312,20	287,50	1384,27	< 0,001			
Idade	3	9918,10	3306	15919,26	< 0,001			
Formulação vs Idade	45	2549,00	56,60	272,75	< 0,001			
Resíduos	174	36,10	0,20					
Tratamento (Medida Repetida)	15	4406.00	293.73	24.88	< 0.001			0.863

TABELA B.2 - Análise estatística do desempenho mecânico

Legenda: GL – Graus de Liberdade. SSQ – Soma dos Quadrados. MSQ – Média dos Quadrados. F – Estatística F.  $R^2$  – Coeficiente de Determinação.  $R^2$  adj – Coeficiente de Determinação Ajustado.  $R^2$  c – Coeficiente de Determinação Condicional.



FIGURA B.3 – Análise estatística do monitoramento da evolução da hidratação na resistência à compressão



FIGURA B.4 – Análise estatística do monitoramento da evolução da hidratação na resistência à compressão

#### Resistência à tração na flexão

### FIGURA B.5 – ANÁLISE ESTATÍSTICA DO MONITORAMENTO DA EVOLUÇÃO DA HIDRATAÇÃO NA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO





FIGURA B.6 – Análise estatística do monitoramento da evolução da hidratação na resistência à tração na flexão

#### **APÊNDICE C - RESULTADO DE DRX EM DIFERENTES IDADES ESTUDADAS**



FIGURA C.1 - Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição de microfibra de celulose aos 7 (a), 28 (b), 91 (c) e 182 (d) dias

Legenda: P = Porltandita; E = Etringita; C = Calcita; S = Silicato de cálcio hidratado; A= Alita; B = Belita; FC = Microfibra de celulose; MCC = Microcelulose cristalina.



FIGURA C.2 - Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina aos 7 (a), 28 (b), 91 (c) e 182 dias (d)

Legenda: P = Porltandita; E = Etringita; C = Calcita; S = Silicato de cálcio hidratado; A= Alita; B = Belita; FC = Microfibra de celulose; MCC = Microcelulose cristalina.



FIGURA C.3 - Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição combinada de FC's-MCC 0,4 aos 7 (a), 28 (b), 91 (c) e 182 (d) dias

Legenda: P = Porltandita; E = Etringita; C = Calcita; S = Silicato de cálcio hidratado; A= Alita; B = Belita; FC = Microfibra de celulose; MCC = Microcelulose cristalina.



FIGURA C.4 - Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição combinada de FC's-MCC 0,6 aos 7 (a), 28 (b), 91 (c) e 182 (d) dias

Legenda: P = Porltandita; E = Etringita; C = Calcita; S = Silicato de cálcio hidratado; A= Alita; B = Belita; FC = Microfibra de celulose; MCC = Microcelulose cristalina.



FIGURA C.5 - Resultado do ensaio de DRX das pastas cimentícias com adição combinada de FC's-MCC 0,8 aos 7 (a), 28 (b), 91 (c) e 182 (d) dias

Legenda: P = Porltandita; E = Etringita; C = Calcita; S = Silicato de cálcio hidratado; A= Alita; B = Belita; FC = Microfibra de celulose; MCC = Microcelulose cristalina.