

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA E CARACTERIZAÇÃO  
DE PASTAS CIMENTÍCIAS COM ADIÇÃO DE FIBRAS DE  
CELULOSE ORIUNDAS DO PAPEL KRAFT**

**LILIAN DE SOUSA ALVES**

**TESE DE DOUTORADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA E CARACTERIZAÇÃO  
DE PASTAS CIMENTÍCIAS COM ADIÇÃO DE FIBRAS DE  
CELULOSE ORIUNDAS DO PAPEL KRAFT**

**LILIAN DE SOUSA ALVES**

**ORIENTADOR: CLÁUDIO HENRIQUE DE ALMEIDA FEITOSA  
PEREIRA**

**TESE DE DOUTORADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL**

**BRASÍLIA/DF: MAIO – 2023**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL**

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA E CARACTERIZAÇÃO  
DE PASTAS CIMENTÍCIAS COM ADIÇÃO DE FIBRAS DE  
CELULOSE ORIUNDAS DO PAPEL KRAFT**

**LILIAN DE SOUSA ALVES**

**TESE SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E  
AMBIENTAL DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS  
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM  
ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL.**

**APROVADA POR:**

---

**Prof. Cláudio Henrique de Almeida Feitosa Pereira, Dr.(ENC/UnB)**  
**(Orientador)**

---

**Prof. João Henrique da Silva Rêgo, Dr. (ENC/UnB)**  
**(Examinador Interno)**

---

**Profa. Andrielli, Moraes de Oliveira, Dra. (UFG)**  
**(Examinador Externo)**

---

**Prof. Francisco Gabriel Santos Silva, Dr. (UFBA)**  
**(Examinador Externo)**

---

**Prof. Enio José Pazini Figueiredo, Dr. (UFG)**  
**(Suplente)**

**BRASÍLIA/DF, 12 DE MAIO DE 2023**

## **FICHA CATALOGRÁFICA**

ALVES, LILIAN DE SOUSA

Estudo da microestrutura e caracterização de pastas cimentícias com adição de fibras de celulose oriundas do papel kraft. [Distrito Federal] 2023.

xxi, 160p., 297 mm (ENC/FT/UnB, Doutor, Estruturas e Construção Civil, 2023).

Tese de Doutorado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

1. Fibra kraft                      2. Matriz cimentícia

3. Microestrutura                4. Compósito

I. ENC/FT/UnB

II. Título (Doutor)

## **REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA**

ALVES, L. S. (2023). Estudo da microestrutura e caracterização de pastas cimentícias com adição de fibras de celulose oriundas do papel kraft. Tese de Doutorado em Estruturas e Construção Civil, Publicação E.DM-07A/23, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 160p.

## **CESSÃO DE DIREITOS**

AUTORA: Lilian de Sousa Alves.

TÍTULO: Estudo da microestrutura e caracterização de pastas cimentícias com adição de fibras de celulose oriundas do papel kraft.

GRAU: Doutor

ANO: 2023

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa tese de doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

---

Lilian de Sousa Alves

Brasília/DF – Brasil.

[lilian\\_sousalves@hotmail.com](mailto:lilian_sousalves@hotmail.com)

## **DEDICATÓRIA**

Dedico essa conquista a minha família, em especial aos meus pais Afonso e Preciosa, e minha irmã Aline por todo amor, auxílio e compreensão.

“A persistência é a sustentabilidade do sonho.”

(Charles Xan)

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, pela dádiva da vida, pela saúde, por guiar e iluminar meus caminhos, pelas bênçãos recebidas e por essa conquista. A Nossa Senhora por sempre me sustentar e proteger sob seu manto sagrado.

Agradeço aos meus grandes amores e exemplos, meus pais Afonso Alves e Preciosa Sousa por acreditarem em mim, por todo auxílio, ensinamentos, confiança, dedicação e amor. Em especial a minha mãe, anjo na minha vida, que sem o seu cuidado, carinho e orações, esse sonho não teria sido possível; obrigada por todos os seus conselhos, pelas vezes que me ouviu, me acolheu com seu colo e abraço, obrigada por ser essa pessoa tão sábia, amiga e minha grande parceira. A minha irmã e melhor amiga Aline Alves, minha companheira que muitas vezes esteve comigo na UnB, me apoiando, incentivando e acreditando em mim, obrigada pelos seus gestos de cuidado, amor e carinho. Agradeço também a todos os familiares que mesmo distante enviaram seu apoio e torcida, em especial a tia Lu e ao tio Diogo.

Ao meu orientador Cláudio Pereira, pela confiança depositada, pelas vezes que me incentivou e não me deixou desistir dessa caminhada tão árdua, principalmente durante o período de pandemia, quando tudo parecia impossível. Obrigada por me conduzir pelos caminhos da pesquisa, pela paciência, amizade, e trocas de conhecimento ao longo do mestrado e doutorado.

Ao professor João Henrique Rêgo pela ajuda na obtenção de materiais para a pesquisa, pelas observações relevantes ao trabalho e pelos conhecimentos transmitidos.

Agradeço aos professores João Henrique Rêgo, Francisco Silva e Andrielli Oliveira que aceitaram gentilmente o convite para compor a banca, por terem dedicado seu valioso tempo na leitura deste trabalho e pelas contribuições.

Ao Prof. Dr. Elton Bauer, pelos ensinamentos repassados e por ter dedicado parte do seu tempo em me auxiliar em algum questionamento e na parte experimental desta pesquisa.

Ao Laboratório de Ensaio de Materiais (LEM/UnB) pela disponibilidade de equipamentos e instalações para realização dos ensaios, e aos seus colaboradores, Gabriel e Patrícia pela gentileza, solicitude e auxílio na parte experimental.

Aos colaboradores dos laboratórios nos quais realizei a parte experimental da tese, Patrícia Galvão e Gabriel Brito (Laboratório de Ensaio de Materiais (LEM/UnB), Ingrid Gracielle e Ana Brígida pelo auxílio na metalização das amostras para o ensaio e pela obtenção das imagens do MEV (Laboratório de Microscopia e Microanálise LMM/UnB do Instituto de Ciências Biológicas); Ao Lucas Antonietto por se colocar a disposição durante a pandemia para realizarmos os ensaios faltantes do MEV no Laboratório de Micropaleontologia (LabMicro/UnB); A Iris pela metalização das amostras durante a pandemia (Laboratório de Microsonda Eletrônica – LME/UnB); A Profa. Yovanka Ginoris por me orientar na caracterização da água (Laboratório de Análise de Águas – LAA/UnB); ao Magno do Laboratório de Estruturas (LABEST/UnB) pela sua ajuda na confecção de materiais; a Lennine Melo da Central Analítica do Instituto de Química (CAIQ/UnB) pela realização do ensaio de EDX e TG; ao Rafael Brasil do Laboratório de Difractometria de Raios-X (LDRX/UnB) do Instituto de Geociências; a Bianca e ao Prof. Paulo do Departamento de Odontologia do Hospital Universitário (HUB/UnB) por permitirem a realização da tomografia; a Maria José pela ajuda nos cálculos das equações para preparo das soluções químicas; Ao colega Divino pela ajuda na obtenção do cimento; e ao Thiago Santana pelo auxílio no ensaio de temperatura do processo de hidratação do cimento Portland.

Agradeço aos meus grandes amigos, Tiago Oliveira, Jéssica Moraes e Giancarlo Helion, obrigada por nunca terem soltado a minha mão e por participarem das fases mais importantes da minha vida. Tiago, que sorte a minha poder compartilhar toda essa jornada do doutorado com você, obrigada por me entender tão bem, por dividir momentos de alegria, tristeza, preocupações e conquistas. Obrigada pelo seu apoio, conselhos, pelo ombro amigo quando precisei, pelas vezes que me fez sorrir e por sempre ter sido tão presente na minha vida. Jéssica e Giancarlo, sou muito grata pela nossa amizade, pelas orações, incentivo e carinho. Sem vocês essa caminhada teria sido muito mais difícil; vocês me deram forças e acreditaram que tudo daria certo quando eu não podia mais.

Ao Willian Araújo Neto, agradeço por cada palavra dirigida, pela motivação, pelas vezes que dedicou o seu tempo em me ouvir e pelos conselhos, obrigada pela sua presença, por me fazer rir em momentos difíceis e pela parceria.

A todos os amigos que participaram de alguma forma dessa caminhada, que me ajudaram a esquecer as dificuldades e trouxeram alegria para os meus dias, obrigada pelos momentos de descontração, pelas boas risadas, amizade e carinho. Agradeço em especial aos amigos do EJOE, e principalmente aos meus roxinhos por me fortalecerem nos momentos de dificuldade, pelas orações e amizade.

Agradeço aos professores excepcionais que tive o prazer de conhecer e ser aluna no PECC, os quais contribuíram de forma singular para a minha formação, Eugênia Fonseca, João Henrique Rêgo, Rosa Sposto, Eliane Krauss, Elton Bauer e Cláudio Pereira.

A Universidade de Brasília e ao Programa de Pós Graduação em Estruturas e Construção Civil (PECC/UnB) pela oportunidade de realizar o Doutorado. Ao Ricardo e Victor, secretários do Programa, por sua disposição e auxílio nas solicitações.

Agradeço ao Nielsen Alves, por ainda na graduação ter me despertado o interesse pela área de materiais e construção civil, obrigada pela amizade e por ser uma parte tão relevante da minha vida profissional. Agradeço também ao Leandro Lins pelo auxílio na aquisição dos termopares e pelas trocas de conhecimento em visitas técnicas.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo auxílio financeiro que contribuiu para o desenvolvimento dessa Tese.

A todas as pessoas que, direta ou indiretamente, contribuíram para a concretização deste trabalho.

## **RESUMO**

### **ESTUDO DA MICROESTRUTURA E CARACTERIZAÇÃO DE PASTAS CIMENTÍCIAS COM ADIÇÃO DE FIBRAS DE CELULOSE ORIUNDAS DE PAPEL KRAFT**

**Autora: Lilian de Sousa Alves**

**Orientador: Cláudio Henrique de Almeida Feitosa Pereira**

**Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil**

**Brasília, maio de 2023**

A construção civil consiste em uma consumidora de recursos naturais, mas também é uma geradora de resíduos, onde destaca-se as embalagens de cimento, as quais podem ser recicladas para utilização das suas fibras em matrizes cimentícias. Existem diversos estudos de compósitos com utilização de fibras vegetais, porém os estudos referentes à utilização de fibras kraft em matriz de cimento Portland são recentes e não abordam o seu comportamento no ambiente alcalino da matriz cimentícia. O trabalho tem como objetivo a caracterização química e microestrutural dos compósitos, visando compreender a durabilidade, ocorrência de mineralização das fibras e o índice de inibição das fibras kraft quando inseridas no ambiente alcalino propiciado pelo cimento Portland. Desta forma, o programa experimental foi dividido em quatro etapas, sendo estas: materiais constituintes; produção dos compósitos; avaliação das fibras em diferentes meios alcalinos e caracterização dos compósitos. Para a produção dos compósitos foram utilizados os insumos, cimento Portland, fibras kraft e água, onde foram produzidas pastas cimentícias para a realização das análises, sendo estas com diferentes teores de adição de fibras kraft (referência, 0,5%, 1,0% e 3,0%) e relações água/cimento (0,40; 0,45 e 0,50). Os resultados obtidos, mostraram que as fibras kraft apresentaram um baixo índice de inibição com a matriz cimentícia; não houve retardo na hidratação do cimento Portland devido aos componentes inibitórios presentes na fibra kraft; ocorreu uma redução do teor de CH (hidróxido de cálcio) nas pastas o que é benéfico, pois este é responsável pela mineralização das fibras kraft, fenômeno esse observado na fibra imersa em solução de hidróxido de cálcio, devido ao elevado pH da solução e migração de produtos para a estrutura da fibra. Sendo assim, conclui-se que para as análises realizadas, as fibras kraft podem ser utilizadas em matrizes cimentícias sem que haja interferência nas suas propriedades.

**Palavras-chave:** Fibra kraft; Matriz cimentícia; Compósito; Microestrutura.

## **ABSTRACT**

### **MICROSTRUCTURE STUDY AND CHARACTERIZATION OF CEMENT PASTE WITH ADDITION OF CELLULOSE FIBERS FROM KRAFT PAPER**

**Autor: Lilian de Sousa Alves**

**Advisor: Cláudio Henrique de Almeida Feitosa Pereira**

**Postgraduate Program in Structural Engineering and Construction**

**Brasília, May 2023**

Civil construction is a consumer of natural resources, but it is also a waste generator, where cement packaging stands out, which can be recycled and reused as a fiber in cement matrices. There are several studies of composites using vegetable fibers, but studies regarding the use of kraft fibers in Portland cement matrix are recent and do not address its behavior in the alkaline environment. This work aims to study the chemical and microstructural characteristics of a composite, in order to comprehend the durability, occurrence of fiber mineralization and the inhibition index of kraft fibers when inserted in alkaline environments, such as Portland cement. Therefore, experimental tests were performed and divided into four stages: material composition; composite production; evaluation of fibers in different alkaline media and composite characterization. To produce the composites, Portland cement, kraft fibers and water were used. Analyses were performed with different kraft fibers addition ratios (reference, 0.5%, 1.0% and 3.0%) and water/cement ratios (0.40, 0.45 and 0.50). The obtained results showed that the kraft fibers presented a low index of inhibition with the cementitious matrix; there was no delay in the hydration of Portland cement due to the inhibitory components present in the kraft fiber. Moreover, there was a reduction in the content of CH (calcium hydroxide) in the cement pastes, which is beneficial, because this is responsible for the mineralization of the kraft fibers. The mineralization is a phenomenon observed in the fiber immersed in calcium hydroxide solution, due to the high pH of the solution and migration of products to the fiber structure. Therefore, it is concluded that for the analyzes carried out, kraft fibers can be used in cementitious matrices without interfering in their properties.

**Keywords:** Kraft fiber; Cement matrix; Composite; Microstructure.

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS.....	xiii
LISTA DE FIGURAS.....	xv
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES .....	xix
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 IMPORTÂNCIA DA PESQUISA .....</b>	<b>1</b>
<b>1.2 MOTIVAÇÃO.....</b>	<b>4</b>
<b>1.3 OBJETIVOS.....</b>	<b>6</b>
<b>1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO.....</b>	<b>7</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA LITERATURA .....</b>	<b>8</b>
<b>2.1 PAPEL E CELULOSE .....</b>	<b>8</b>
<b>2.1.1 Papel kraft.....</b>	<b>10</b>
<b>2.1.2 Embalagens de papel kraft .....</b>	<b>12</b>
<b>2.1.3 Processo de Polpação Kraft.....</b>	<b>16</b>
<b>2.2 FIBRAS VEGETAIS .....</b>	<b>20</b>
<b>2.3 MATERIAIS CIMENTÍCIOS REFORÇADOS COM FIBRAS VEGETAIS</b>	
<b>25</b>	
<b>2.3.1 Técnicas para melhoria do desempenho e da durabilidade de</b>	
<b>compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais .....</b>	<b>29</b>
<b>3 PROGRAMA EXPERIMENTAL .....</b>	<b>37</b>
<b>3.1 ETAPAS DO PROGRAMA EXPERIMENTAL .....</b>	<b>38</b>
<b>3.1.1 ETAPA I: MATERIAIS CONSTITUINTES .....</b>	<b>39</b>
<b>3.1.2 ETAPA II: PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS .....</b>	<b>44</b>
<b>3.1.3 ETAPA III – AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DAS</b>	
<b>FIBRAS KRAFT EM DIFERENTES MEIOS ALCALINOS .....</b>	<b>46</b>
<b>3.1.4 ETAPA IV - CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS .....</b>	<b>48</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>58</b>

<b>4.1</b>	<b>ETAPA I – MATERIAIS CONSTITUINTES .....</b>	<b>58</b>
4.1.1	Cimento Portland .....	58
4.1.2	Granulometria a laser .....	60
4.1.3	Difração de raios-X (DRX) .....	62
4.1.4	Água.....	63
4.1.5	Fibra kraft.....	63
<b>4.2</b>	<b>ETAPA III – Avaliação do comportamento das fibras kraft em diferentes meios alcalinos .....</b>	<b>65</b>
<b>4.3</b>	<b>ETAPA VI – CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS .....</b>	<b>68</b>
4.3.1	Estudo do efeito das fibras kraft no processo de hidratação do cimento Portland .....	68
4.3.2	Difração de raios-X .....	74
4.3.3	Microscopia eletrônica de varredura .....	81
4.3.4	Tomografia.....	88
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>91</b>
	<b>SUGESTÕES TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>92</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>93</b>
	<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>118</b>
	<b>APÊNDICE B.....</b>	<b>119</b>
	<b>APÊNDICE B.....</b>	<b>122</b>
	<b>APÊNDICE C .....</b>	<b>127</b>
	<b>APÊNDICE D .....</b>	<b>138</b>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resultados do setor da produção nacional de papel para os anos de 2021 e 2022 (IBÁ, 2023).....	9
Tabela 2 – Ranking dos maiores produtores de papel no mundo em 2020 (EPE, 2023). 10	
Tabela 3 - Principais processos para a obtenção da polpa química (Adaptado de SHEREVE e BRINK, 2008).....	16
Tabela 4 - Composição química das fibras vegetais (RAMESH; PALANIKUMAR; REDDY, 2017). .....	21
Tabela 5 - Composição das soluções para imersão das fibras de coco (SILVA et al., 2015). .....	32
Tabela 6 - Dados referentes a qualidade da água distribuída na região a Asa Norte, Brasília/DF, informados pela CAESB - Companhia de Saneamento Ambiental do Distrito Federal. ....	41
Tabela 7 - Traços utilizados na produção das pastas para os ensaios da pesquisa. ....	45
Tabela 8 - Classificação de Okino et al. (2004) para o material lignocelulósico de acordo com o índice de inibição calculado.....	51
Tabela 9 - Resultados obtidos nos ensaios de caracterização das propriedades físicas do Cimento Portland CP I e os respectivos valores normativos exigidos. ....	59
Tabela 10 – Resultados obtidos nos ensaios de espectroscopia por fluorescência de raios-X, massa específica e superfície específica BET para o cimento Portland CP I.....	60
Tabela 11 – Diâmetros obtidos no ensaio de granulometria a laser para o cimento Portland CP I.....	61
Tabela 12 – Produtos identificados no difratograma e suas respectivas nomenclaturas. ....	62
Tabela 13 – Resultados obtidos nos ensaios para caracterização da água do LEM/UnB. ..	63
Tabela 14 - Análise química quantitativa por espectroscopia de fluorescência de raios-X (EDX) da fibra kraft, teor em massa (%). .....	64
Tabela 15 – Análise de energia dispersiva (EDS) para obtenção da composição química das fibras kraft imersas em soluções alcalinas (água, hidróxido de cálcio e hidróxido de sódio) por um período de 03 dias. ....	67
Tabela 16 – Classificação do índice de inibição da fibra kraft após o teste de aptidão com o cimento Portland CP I utilizado nas pastas cimentícias. ....	69

Tabela 17 – Produtos identificados nos difratogramas pelo ensaio de Difração de raios-X e suas respectivas nomenclaturas. ....	74
Tabela 18 - Teor de hidróxido de cálcio (CH) e perda de massa para as pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0%, nas idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.....	79
Tabela 19 – Composição em porcentagem dos elementos presentes nos compósitos de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 03, 07, 60 e 90 dias, obtidos na análise de energia dispersiva – EDS. ....	82

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Evolução da produção brasileira de papel - 1000 Toneladas (IBÁ, 2023).....	9
Figura 2 - Imagens obtidas por MEV de diferentes regiões do papel. Imagem do papel sem cola e sem tinta (a); Imagem do papel com cola (b); Imagem do papel com tinta (c) (CARVALHO et al., 2014).....	13
Figura 3 - Etapas de fabricação do papel pelo processo de polpação química kraft (campos, 2009).....	19
Figura 4 - Estrutura molecular da celulose presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).....	21
Figura 5 - Estrutura molecular da hemicelulose presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).....	22
Figura 6 - Estrutura molecular da lignina presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).....	23
Figura 7 – Organização estrutural dos três principais componentes da parede celular da fibra (WEI e MEYER, 2015).....	23
Figura 8 - Esquema da estrutura da fibra e da macrofibra de celulose: célula individual (LAVERDE et al., 2022). ....	24
Figura 9 - Classificação dos compósitos (PICANÇO, 2005). ....	25
Figura 10 – Representação do processo de degradação alcalina das fibras naturais (WEI e MEYER, 2015). ....	27
Figura 11 - Análise termogravimétrica de uma matriz sem material pozolânico (a) e uma matriz com material pozolânico (b)(SANTOS, 2016).....	30
Figura 12 – Curvas de TG e DTG para o compósito de referência e com substituição de 50% do cimento por metacaulinita (OLIVEIRA, 2017).....	32
Figura 13 - Microscopia óptica da fibra de coco após 36 dias em solução com cimento e detalhe do cristal de hidróxido de cálcio aderido na superfície da fibra (SILVA et al., 2015).....	33
Figura 14 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco natural, sem tratamento (SILVA et al., 2015). ....	33
Figura 15 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa em água por 81 dias (SILVA et al., 2015). ....	34

Figura 16 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa por 81 dias na solução com cimento (SILVA et al., 2015).....	35
Figura 17 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa por 81 dias na solução NaOH-20 (SILVA et al., 2015).....	35
Figura 18 - Desenho esquemático das variáveis independentes e dependentes do estudo..	37
Figura 19 – Fluxograma das etapas necessárias para a realização da pesquisa.....	38
Figura 20 – Fluxograma das etapas do processo de reciclagem das embalagens de cimento Portland (ALVES, 2016).....	42
Figura 21 - Processo de lavagem das embalagens para retirada de partículas de cimento (a); Equipamento utilizado na dispersão das fibras kraft (b); Agitação em tanque com água das embalagens para obtenção da polpa celulósica (c); Processo de dispersão das fibras após retirada excesso de água (d); Fibras em processo de secagem para armazenamento (e). ...	43
Figura 22 - Aspecto macroscópico da fibra kraft seca armazenada para utilização na produção das pastas. ....	43
Figura 23 – Aspecto visual da fibra kraft pastilhada com o auxílio de uma prensa hidráulica para o ensaio de espectroscopia de fluorescência de raios-X.....	44
Figura 24 – Amostras pastas sem e com adição de fibras no estado fresco acondicionadas em moldes plásticos.....	46
Figura 25 – Imagem das fibras kraft imersas nas soluções preparadas com água deionizada, hidróxido de sódio e hidróxido de cálcio antes de serem fechadas e mantidas até a data de realização do MEV. ....	47
Figura 26 - Amostras de fibras kraft fixadas nos stubs para serem metalizadas e encaminhadas para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura. ....	48
Figura 27 – Sistema coletor de dados e caixa térmica acoplada com as amostras de ensaio para realização do teste de inibição fibra/cimento (a). Vista interna da caixa de isopor, detalhe de como as amostras são armazenadas (b).....	50
Figura 28 – Corpo de prova da pasta com adição de fibra kraft na dimensão de 40 mm (altura) x 45 mm (diâmetro) (a). Imagem do corpo de prova seccionado para retirada da parte interna para realização do ensaio de difração de raios-X (b). ....	52
Figura 29 – Corpo de prova posicionado no equipamento de tomografia de marca <i>I-CAT</i> , para a realização do ensaio e obtenção das imagens. ....	57
Figura 30 - Curva de distribuição granulométrica obtida no ensaio de granulometria a laser para o cimento Portland CP I (SOUSA, 2019).....	61

Figura 31 - Difratoograma obtido no ensaio de difração de raios-X para o cimento Portland CP I (adaptado de Sousa, 2019).....	62
Figura 32 – Imagens obtidas no ensaio de microscopia eletrônica de varredura das fibras kraft em solução com água (a), hidróxido de cálcio (b) e hidróxido de sódio (c), imersas por 01 dia.....	65
Figura 33 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das fibras kraft em solução com água (a), hidróxido de cálcio (b) e hidróxido de sódio (c), imersas por 365 dias.....	66
Figura 34 - Evolução da temperatura e tempo no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias de referência e com adição de fibras kraft (teores de 0,5%; 1,0%; 3,0%) , com relação a/c 0,40 (a); 0,45 (b) e 0,50 (c). ....	71
Figura 35 - Difratoograma de raios-X da amostra de referência, sem adição de fibra kraft. ....	74
Figura 36 - Difratoograma de raios-X da amostra com 0,5% de adição de fibra kraft ..... 75	75
Figura 37 – Difratoograma de raios-X da amostra com 1,0% de adição de fibra kraft..... 75	75
Figura 38 – Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 01 dia (a) e 90 dias (b).....	77
Figura 39 - Curvas de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibras kraft ((a) e (b)) e para as pastas com adição de 1,0% de fibras kraft ((c) e (d)) para as idades de 01 dia (esquerda) e 90 dias (direita). ....	78
Figura 40 – Teor de hidróxido de cálcio (CH) em porcentagem para as pastas de referência e com adição de fibras nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de ensaio de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias de hidratação.....	80
Figura 41 – Micrografia da pasta de referência (sem adição de fibras kraft) com idade de 90 dias, imagem com ampliação de 200x e 100µm de resolução, amostra metalizada com ouro (a); EDS da pasta de referência aos 90 dias para identificação dos compostos químicos (b).....	82
Figura 42 - Pasta com adição de fibra kraft no teor de 0,5% com 28 dias (a). Pasta com adição de fibra kraft no teor de 1,0% aos 28 dias (b). ....	83
Figura 43- Ampliação da Figura 42 para a pasta com 0,5% de adição de fibra kraft (a) e 1,0% (b) aos 28 dias de hidratação. Compósito com 0,5% (c) e 1,0% (d) de adição de fibra kraft com 1 dia de hidratação. ....	84
Figura 44 - Micrografia da pasta de referência (sem adição de fibra kraft) com idade de 01 dia (a). Pasta com adição de fibra kraft no teor de 0,5% com 01 dia (b). ....	85

Figura 45 – Micrografias do aspecto das fibras na matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibras kraft para as idades de 01 (a), 03 (b), 07 (c), 28 (d), 60 (e) e 90 (f) dias. ....	87
Figura 46 – Tomografia das amostras sem adição de fibras kraft (a) e com adição de fibras no teor de 0,5% (b) e 1,0% (c). As imagens do lado direito são referentes a vista frontal das amostras e do lado esquerdo as vistas superiores. ....	89
Figura B47 - Evolução da temperatura no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias de referência com relação a/c 0,40; 0,45 e 0,50. ....	120

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

Å	Angströms
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
a/c	Relação água/cimento
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio
AMN	Associação Mercosul de Normalização
ASTM	American Society for Testing and Materials
BET	Brunauer, Emmett, Teller
CAIQ	Central Analítica do Instituto de Química
CaO	Hidróxido de cálcio
CaOH <sub>2</sub> / CH	Hidróxido de cálcio ou portlandita
CaCO <sub>3</sub> / CO	Carbonato de cálcio ou calcita
CAESB	Companhia de Saneamento Ambiental do Distrito Federal
cm <sup>2</sup>	Centímetro quadrado
cm <sup>3</sup>	Centímetro cúbico
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CPI	Cimento Portland Comum
DRX	Difração de raios-X
EDX	Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de ferro
g	Gramas
h	Hora
H <sub>cm</sub>	Tempo para atingir a temperatura máxima no cimento/água
H <sub>m</sub>	Tempo para atingir a temperatura máxima na mistura de fibra/cimento/água
IG	Instituto de Geociências
K	Kelvin
Kg	Quilograma
kN	Quilonewton
K <sub>2</sub> O	Óxido de potássio
KV	Quilovolt

LABCON	Laboratório de Construção
LACER	Laboratório de Materiais Cerâmicos
LEM	Laboratório de Ensaio de Materiais
LME	Laboratório de Microsonda Eletrônica
$\mu\text{m}$	Micrômetro
$\text{m}^2$	Metro quadrado
$\text{m}^3$	Metro cúbico
mA	Miliampere
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mg	Miligrama
MgO	Óxido de magnésio
min	Minuto
ml	mililitro
mm	Milímetro
MnO	Óxido de manganês
MPa	Megapascal
$\text{N}_2$	Nitrogênio
NaOH	Hidróxido de sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
NBR	Norma Brasileira
NM	Norma Mercosul
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
PECC	Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil
pH	Potencial Hidrogeniônico
RCC	Resíduo da Construção Civil
RSU	Resíduo Sólido Urbano
s	Segundo
Scim	Aumento máximo de temperatura da curva na mistura cimento/água
$\text{SiO}_2$	Dióxido de silício
$\text{SO}_3$	Trióxido de enxofre
Sm	Incremento máximo de temperatura da curva na mistura de fibra/cimento/água
SrO	Óxido de estrôncio

T <sub>cim</sub>	Temperatura máxima da mistura de cimento/água
TG	Termogravimetria
TiO <sub>2</sub>	Dióxido de titânio
T <sub>m</sub>	Temperatura máxima da mistura fibra/cimento/água
UnB	Universidade de Brasília
uT	Unidade de Turbidez
URFGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
ZrO <sub>2</sub>	Dióxido de zircônio
%	Porcentagem
θ	Teta

# 1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo serão apresentadas as considerações iniciais sobre o tema abordado neste trabalho, a motivação para a realização da pesquisa e os objetivos.

## 1.1 IMPORTÂNCIA DA PESQUISA

A indústria da construção civil consiste em um importante setor para o desenvolvimento do Brasil e para o fortalecimento da sua economia (THIVES, GHISI E THIVES JÚNIOR, 2022), onde a taxa de crescimento acumulada do Produto Interno Bruto (PIB) Nacional em 2021 foi de 3,9%, enquanto o setor da construção civil foi de 5,6%, o que ressalta a importância desse setor no país (IBGE, 2021).

Embora a construção civil apresente importância para o desenvolvimento econômico e social do país, este setor também é responsável por gerar grande quantidade de resíduos que causam um impacto significativo no meio ambiente e na sociedade quando descartados de forma inadequada (CONCEIÇÃO et al., 2021). A construção civil consome grandes quantidades de recursos naturais, sendo estes em torno de 50%, entre recursos naturais renováveis e não renováveis. Além de gerar um volume elevado de resíduos, onde cerca de 40% a 60% dos resíduos sólidos urbanos (RSU) produzidos diariamente nas cidades têm origem no setor da construção civil (SILVA e FERNANDES, 2012).

Os resíduos de construção civil (RCC) geram impactos desde o consumo dos recursos naturais e modificação da paisagem, até a geração de resíduos, onde estes comprometem não só o meio ambiente, mas também os princípios sanitários das cidades (VGR, 2022). Quando não possuem destinação correta, os resíduos de construção e demolição podem ser despejados em encostas, terrenos baldios, ruas, margens de rios e até mesmo em locais irregulares, que muitas vezes se transformam em enormes lixões e podem servir de abrigo para roedores, insetos e vetores patogênicos (THIVES, GHISI e THIVES JÚNIOR, 2022), assim como os prejuízos para a sociedade, referente a contaminação e o custo para limpeza. Além desses aspectos, a deposição irregular desses resíduos causa a depreciação imobiliária das áreas em que estes foram lançados, obstrução a sistemas de drenagem

urbana, deslizamento de encostas, poluição de cursos d'água e do lençol freático (PASCHOALIN, 2017).

De acordo com o exposto, o CONAMA n° 307 estabelece que os RCC não podem ser dispostos em aterros de resíduos domiciliares, em áreas de “bota fora”, encostas, corpos d'água, lotes vagos e em áreas protegidas por lei, sendo o gerador responsável pela destinação do resíduo (PASCHOALIN, 2017).

Dentro desse contexto de resíduos da construção civil, estão inseridas as embalagens de cimento, cal e argamassa fabricadas com papel kraft multifoliado. Essas embalagens consistem em um resíduo sólido da construção civil e possuem uma baixa taxa de recuperação devido ao produto ensacado. Com o objetivo de utilização do resíduo referente as embalagens dentro do próprio ciclo da construção civil estas podem ser aproveitadas em um coprocessamento com a incineração das embalagens em fornos de cimento.

Tendo em vista que o papel kraft possui boas propriedades físicas e mecânicas, e visando uma destinação adequada para esse resíduo, pode-se realizar um processo de reciclagem das embalagens de papel kraft com a obtenção de fibras dispersas para emprego em matrizes cimentícias.

No ano de 2019 a produção nacional de cimento alcançou 50,7 milhões de toneladas (SNIC, 2019a), em 2021 foram aproximadamente 64,9 milhões de toneladas de cimento (SNIC, 2021). Considerando que o consumo de cimento ensacado é maior que o de cimento a granel, no ano de 2021 cerca de 66% do produto foi comercializado na forma ensacada, o que equivale em média a 43 milhões de toneladas. Nesse contexto, e considerando as embalagem de cimento de 50 Kg, no Brasil, apenas no ano de 2021 foram utilizadas aproximadamente 860 milhões de embalagens, gerando assim, um grande volume desse resíduo (SNIC, 2021).

Ressalta-se que a indústria do cimento atualmente conta com embalagens de 50 kg, 40 kg e 25 kg, sendo a mais usual a de 50 kg, porém o Ministério Público do Trabalho estabeleceu que a indústria do cimento tem até dezembro de 2028 para se adequar e utilizar apenas as embalagens de 25 kg, visando a saúde do trabalhador (ABCP, 2022). Desta forma, atenta-

se para uma maior geração de resíduos com a utilização de embalagens de 25 kg, onde o volume de resíduo será duplicado.

De acordo com o cenário exposto da geração de resíduos referente às embalagens de papel kraft utilizadas para embalar o cimento Portland e considerando que após sua utilização em obras estas são descartadas de maneira inadequada, ressalta-se que as embalagens possuem potencial para serem recicladas, uma vez que a sua fibra possui excelentes propriedades físicas e mecânicas. As embalagens podem passar por um processo simples de reciclagem para a obtenção de fibras kraft dispersas, as quais podem ser utilizadas em compósitos de matriz cimentícia.

A preocupação com a sustentabilidade na construção civil, assim como a utilização de materiais ecologicamente corretos incentivaram pesquisas sobre a utilização de fibras obtidas a partir de fontes vegetais renováveis em materiais compósitos de matriz cimentícia como, por exemplo, os trabalhos de: SAVASTANO; WARDEN; COUTTS, 2000; TOLÊDO FILHO et al., 2000; SAVASTANO JÚNIOR; WARDEN; COUTTS, 2001; TONOLI et al., 2010; BENTCHIKOU et al., 2012; ARDANUY et al., 2011; ALMEIDA et al., 2013. Uma combinação de propriedades mecânicas e físicas interessantes e seus benefícios ambientais tem sido o principal fator para seu uso como alternativas para reforços convencionais (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

As fibras vegetais, como reforço de matrizes frágeis à base de materiais cimentícios, têm despertado interesse nos países em desenvolvimento devido as suas vantagens, como ampla disponibilidade (material renovável) a um custo relativamente baixo se comparadas as fibras sintéticas; possuem baixa densidade e alta ductilidade quando comparadas com materiais similares nesse campo de aplicação; e também no que se refere às questões ambientais (SAVASTANO JÚNIOR, 2000; MARINELLI et al., 2008; FARUK et al., 2012; ARDANUY et al., 2015; MÁRMOL et al., 2016; FIORE et al., 2016). No entanto, a durabilidade das fibras vegetais como reforço de matrizes cimentícias é uma das deficiências mais importantes.

A durabilidade das fibras vegetais em matrizes cimentícias está relacionada ao processo de envelhecimento devido a alta alcalinidade da matriz cimentícia, induzindo a mineralização das fibras, onde os produtos de hidratação do cimento (principalmente o hidróxido de

cálcio) migram para a estrutura da fibra, e com a consequente diminuição da tenacidade do compósito a longo prazo. Além disso, em condições severas de intemperismo, o compósito absorve água, o que resulta em mudanças de volume da matriz de cimento e das fibras (FERREIRA et al., 2012; MÁRMOL et al., 2016).

O setor da construção civil apresenta como desvantagem a produção de resíduos em quase todos os seus processos, mas por outro lado esta possui como vantagem a capacidade de absorver quase que totalmente os resíduos que produz (VGR, 2022). Sendo assim, o presente trabalho pretende deixar contribuições nesta linha de pesquisa, visando a sustentabilidade na construção civil, a partir da reciclagem de embalagens de cimento Portland pós consumo para utilização das fibras em matrizes cimentícias. Desta forma são realizados ensaios de caracterização química e microestrutural de pastas cimentícias reforçadas com fibras kraft, para uma compreensão do comportamento das fibras quando inseridas em matrizes cimentícias.

No contexto do Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil da Universidade de Brasília, o presente trabalho se encontra inserido na linha de pesquisa de Tecnologia, Processos, Componentes e Materiais de Construção. Nesta linha, foi desenvolvido até o momento um trabalho referente ao estudo da adição de fibras kraft em matrizes cimentícias, com o objetivo de avaliar o teor de adição de fibras e as propriedades físicas e mecânicas do compósito produzido (ALVES, 2016).

## **1.2 MOTIVAÇÃO**

Como relevância da pesquisa destacam-se os aspectos de sustentabilidade, onde a reciclagem das embalagens de cimento e utilização das fibras kraft em matrizes cimentícias consiste em uma alternativa viável para a destinação adequada do resíduo proveniente das embalagens de cimento Portland, contribuindo para a retirada desse resíduo do meio ambiente e reduzindo o uso do solo para aterros sanitários. De acordo com Karade (2010) e Teraube (2020), o papel kraft possui boas propriedades físicas e mecânicas, ampla disponibilidade, baixo custo e baixa densidade, tornando viável a sua utilização.

Nos últimos anos foram realizados alguns estudos em âmbito nacional referente a adição de fibras kraft em matrizes cimentícia, sendo estes motivados pela maior consciência

ambiental devido aos problemas de destinação e eliminação do resíduo e o esgotamento de recursos naturais. Os estudos tiveram como principal objetivo o entendimento das propriedades físicas e mecânicas do compósito; o processo de obtenção das fibras, a partir da reciclagem das embalagens de cimento; e a influência da adição dessas fibras em matrizes cimentícias. A utilização de fibras vegetais em matrizes cimentícias pode reduzir os resíduos de construção, aumentar a eficiência e ao mesmo tempo promover o conceito de sustentabilidade. Desta forma, alguns trabalhos são citados:

- Desenvolvimento e análise preliminar do desempenho técnico de componentes de terra com a incorporação de fibras de papel Kraft provenientes da reciclagem de sacos de cimento para vedação vertical (BUSON, 2009);
- Avaliação de argamassas com fibras de papel kraft provenientes de embalagens de cimento (SANTOS e CARVALHO, 2011);
- Resíduos da construção civil: reaproveitamento do kraft e utilização do marketing verde (SOUZA et al., 2012);
- Caracterização do papel kraft de embalagens visando o emprego como fibras em compósitos cimentícios (CARVALHO et al., 2014);
- Durabilidade de argamassas com resíduos de papel kraft da construção civil (VIEIRA, 2014);
- Avaliação da aderência, bloco de concreto / argamassa com fibras kraft, de juntas de assentamento de alvenaria estrutural (MIRANDA e SILVA, 2014);
- Avaliação da adição de fibras de papel kraft, oriundas do saco de cimento, ao concreto utilizado na produção de blocos sem função estrutural (SANTANA, 2015);
- Avaliação do desempenho de revestimentos de argamassa com fibras de papelkraft provenientes de embalagens de cal (MARTINS e SOARES, 2016);
- Influência da adição de fibras de celulose (papel kraft) nas características dos blocos de concreto não estrutural (ALVES, 2016);
- Avaliação da interferência da adição de fibras de papel kraft em argamassas (DIAS, 2017);
- Aproveitamento de resíduos de papel kraft e gesso na produção de argamassas (DUTRA, KOCHER e POSSAN, 2017);
- Adição de papel kraft no concreto: estudo das propriedades mecânicas (RIBEIRO, 2017);

- Avaliação da influência da adição de fibras kraft em argamassas (PEREIRA, 2018);
- Adição de fibras de celulose (papel kraft) no concreto – verificação da absorção por capilaridade (SOUZA e ANUNCIACÃO JÚNIOR, 2019).

De acordo com a busca por pesquisas realizadas com a utilização de fibras kraft advindas de embalagens de cimento, cal e argamassa pós consumo, nota-se que foram realizados estudos sobre a utilização dessas fibras em matrizes cimentícias, avaliando em sua maioria propriedades físicas e mecânicas, não sendo encontradas informações sobre o comportamento químico e microestrutural da fibra com a matriz cimentícia, onde esta pode acarretar em processos químicos de degradação da fibra vegetal devido o ambiente alcalino da matriz cimentícia.

Diante do exposto, ressalta-se a grande relevância da pesquisa, pois esta pretende caracterizar química e microestruturalmente pastas cimentícias com adição de fibras kraft, com foco no entendimento do comportamento das fibras kraft inseridas no ambiente alcalino da matriz de cimento Portland. O entendimento do comportamento microestrutural do compósito é de suma importância, pois este afeta as propriedades físicas, mecânicas e de durabilidade do material e conseqüentemente sua aplicabilidade.

### **1.3 OBJETIVOS**

O presente trabalho possui como objetivo geral a caracterização e avaliação microestrutural de matriz cimentícias com adição de fibras kraft, visando compreender a durabilidade das fibras kraft quando inseridas no ambiente alcalino propiciado pelo cimento Portland.

- Investigar a durabilidade e as possíveis modificações na estrutura das fibras kraft inseridas em soluções alcalinas;
- Avaliar a cinética de hidratação de pastas cimentícias de referência e com diferentes teores de adição de fibras kraft durante o processo de hidratação em um sistema semi-adiabático com diferentes relações a/c para verificar a solubilização de componentes das fibras e inibição/retardo da reação de hidratação do cimento Portland;e
- Analisar a durabilidade e os aspectos microestruturais das fibras kraft e da matriz cimentícia.

## **1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO**

A apresentação deste trabalho está dividida em cinco capítulos. Neste Primeiro Capítulo tem-se a introdução com a importância do tema, motivação da pesquisa, os objetivos e a estrutura do trabalho.

O Segundo Capítulo apresenta uma revisão bibliográfica da literatura, ressaltando aspectos importantes sobre a classificação e propriedades do papel kraft, bem como das embalagens de papel kraft; aborda sobre o processo de polpação kraft, a composição das fibras vegetais; e trata sobre materiais cimentícios reforçados com fibras e tratamentos para melhorar a durabilidade do compósito.

No Terceiro Capítulo, é apresentada a parte inicial do trabalho para o entendimento do comportamento do compósito com a adição de fibra kraft e avaliação dos teores de fibra.

No Quarto Capítulo, apresenta-se a descrição do programa experimental a ser realizado e o planejamento dos ensaios e das amostras. Destaca-se neste capítulo, a caracterização dos materiais utilizados na pesquisa e os ensaios microestruturais que foram realizados para avaliar o comportamento da fibra kraft na matriz cimentícia.

O Quinto Capítulo traz os resultados e discussões da pesquisa, obtidos a partir da realização do programa experimental, e as conclusões do trabalho, sugestões para trabalhos futuros, referências utilizadas e o apêndice.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA LITERATURA**

Neste item apresenta-se uma breve revisão teórica, constante de conceitos pertinentes ao tema. Serão abordados temas como papel e celulose, fibras vegetais, materiais compósitos microestrutura dos compósitos.

### **2.1 PAPEL E CELULOSE**

O papel é produzido a partir da utilização de fibras vegetais individualizadas, as quais compõem uma folha úmida (pasta), e posteriormente é seca. Essa pasta pode ser branqueada ou não e pode conter outros componentes não fibrosos específicos para cada tipo de papel, como por exemplo, agentes de colagem, cargas minerais e corantes (FOELKEL, 2018).

O processo de produção da celulose pode ser classificado como mecânico (utilizam apenas energia mecânica) ou químico (utilizam agentes químicos), os quais são utilizados para originar diferentes tipos de papel em termos de rigidez e brancura. Este processo consiste em extrair da madeira o material fibroso que é chamado de pasta, polpa ou celulose industrial. Desta forma, a celulose é submetida a um processo mecânico quando se exige um papel mais rígido, por exemplo, papel de embrulho, papel cartão e papelão. Quando se deseja um excelente papel de apresentação para escrever ou imprimir, a celulose é branqueada por um processo químico (ARQHYS, 2018).

De acordo com IBÁ (2019), a madeira utilizada na fabricação de celulose e papel têm origem principal em florestas plantadas de eucalipto (fibra curta - 0,5 a 2,0 mm) e pinus (fibra longa - 2,0 a 5,0 mm), onde a utilização de pinus representa 10% e eucalipto 80%. Estas espécies são cultivadas especialmente para este fim, evitando a derrubada de mata nativa para a fabricação de papel.

Ressalta-se que a celulose de fibra longa, é originária de espécies coníferas como o pinus (plantado no Brasil), tem comprimento entre dois e cinco milímetros. As fibras longas são utilizadas na fabricação de papéis que demandam uma maior resistência, por exemplo, para embalagens, e nas camadas internas do papel cartão, além do papel jornal (IBÁ, 2015b).

No ano de 2022, a produção brasileira de papel totalizou 11,04 milhões de toneladas (IBÁ, 2023). Na Figura 1 mostra-se a produção de papel no Brasil no ano de 2013 até 2022.

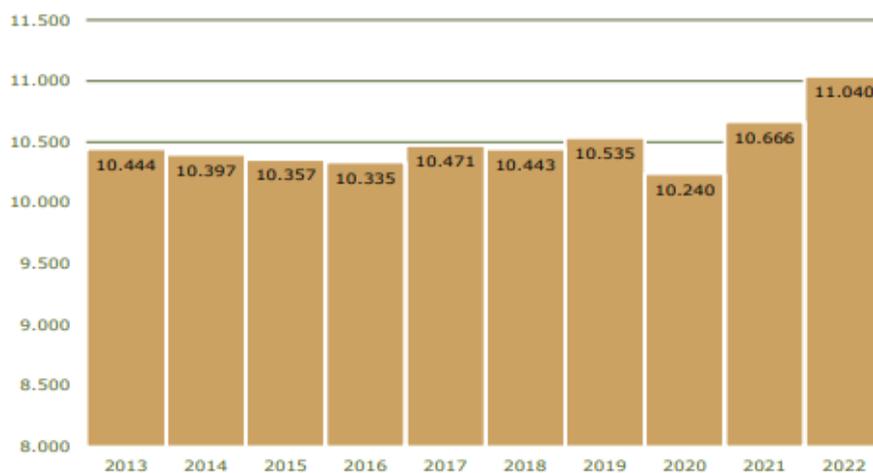


Figura 1- Evolução da produção brasileira de papel - 1000 Toneladas (IBÁ, 2023)

Como pode-se observar, a produção de papel é crescente com o passar dos anos. Deste total, destaca-se que nos anos de 2021 e 2022 o papel mais produzido foi o destinado para embalagens, como pode ser visto na Tabela 1.

Tabela 1 - Resultados do setor da produção nacional de papel para os anos de 2021 e 2022 (IBÁ, 2023).

Papel 1.000 toneladas	Total 2021	Total 2022	Var.%
<b>Produção</b>	10.666	11.040	3.5
<b>Embalagem</b>	5.730	6.131	7.0
<b>Imprimir e escrever</b>	2.303	2.223	-3.5
<b>Imprensa</b>	77	95	23.4
<b>Fins sanitários</b>	1.321	1.409	6.7
<b>Papel cartão</b>	784	728	-7.1
<b>Outros</b>	451	454	0.7

Nota-se que nos anos de 2021 e 2022 a produção de embalagens representa respectivamente aproximadamente 55% e 56% do total de papel produzido no país. No ano de 2020 a produção mundial de papel foi de 518,4 milhões de toneladas, onde 56% desse papel são destinados a produção de embalagens (EPE, 2023). Ressalta-se que os papéis para embalagens, para imprimir e escrever no ano de 2021 representaram aproximadamente 75% do total de papel produzido mundialmente (EPE, 2023).

Em relação a produção mundial de papel, destacam-se os dez principais produtores, sendo estes responsáveis pela produção de 297,7 milhões de toneladas, o que equivale a 57% da produção mundial no ano de 2020, conforme pode ser visto na Tabela 2 (EPE, 2023).

Tabela 2 – Ranking dos maiores produtores de papel no mundo em 2020 (EPE, 2023).

<b>País</b>	<b>Produção (10<sup>6</sup>t)</b>	<b>% da produção</b>
<b>China</b>	117.2	29.2%
<b>Estados Unidos</b>	66.2	16.5%
<b>Japão</b>	22.7	5.7%
<b>Alemanha</b>	21.3	5.3%
<b>Índia</b>	17.3	4.3%
<b>Coréia do Sul</b>	12.0	3.0%
<b>Indonésia</b>	12.0	3.0%
<b>Brasil</b>	10.2	2.5%
<b>Rússia</b>	9.5	2.4%
<b>Suécia</b>	9.3	2.3%

Países como a China, Estados Unidos, Japão e Alemanha se consolidaram como os quatro maiores produtores, e estes representam juntos mais de 56% da produção mundial de papel.

### **2.1.1 Papel kraft**

Os papéis possuem diversas classificações, de acordo com as suas características e usos, e podem ser: para imprimir e escrever, para embalagens, papel cartão, papéis para fins sanitários e papéis especiais (IBÁ, 2015b). Desta forma, neste item será abordado com mais detalhe sobre o papel para embalagens.

Os papéis de embalagens são desenvolvidos para proteger e acondicionar um determinado produto. Estes apresentam uma grande diversidade e podem ser tanto para embalagens leves, as quais consistem em papéis de baixa gramatura (20 a 120g/m<sup>2</sup>) ou destinados a embalagens pesadas cuja principal característica é a resistência mecânica. Estas embalagens pesadas são classificadas como krafts (IBÁ, 2015a).

Desta forma, o papel kraft pode ser definido como um tipo de papel fabricado a partir de uma mistura de fibras de celulose curtas e longas, provenientes de polpas de madeiras macias. De acordo com SBRT (2012) e IBÁ (2015a), tem-se a seguinte classificação do papel kraft:

- Kraft natural para sacos multifoliados:

Papel fabricado com pasta química sulfato não branqueada, essencialmente de fibra longa, com gramatura entre 80 g/m<sup>2</sup> e 90 g/m<sup>2</sup>. Possui boa resistência à tração e ao estouro, é altamente resistente ao rasgo. São utilizados para a fabricação de sacos e embalagens industriais de grande porte.

- Kraft extensível:

Produzido com pasta química sulfato ou soda, não branqueada, essencialmente de celulose de fibra longa, com gramatura entre 80 g/m<sup>2</sup> e 100 g/m<sup>2</sup>. Altamente resistente ao rasgo e à energia absorvida na tração, é usado para embalagem de sacos de papel.

- Kraft natural ou em cores para outros fins:

Fabricado com pasta química sulfato não branqueada, essencialmente de fibra longa, com gramatura entre 30 g/m<sup>2</sup> a 150g/m<sup>2</sup>. Estes podem ser monolúcidos ou alisados, e possuem resistência mecânica similar ao kraft natural para sacos multifoliados. Utilizados na fabricação de sacos de pequeno porte e embalagens em geral.

- Kraft branco ou em cores:

Fabricado com pasta química sulfato branqueada, essencialmente de fibra longa e com gramatura entre 30 g/m<sup>2</sup> e 150g/m<sup>2</sup>. Podem ser monolúcidos ou alisados, e são utilizados na fabricação de embalagens de pequeno porte individuais, como folha externa em sacos multifoliados, sacos de açúcar e farinha, sacolas, entre outros.

- Kraft de 1<sup>a</sup>:

Semelhante ao kraft natural ou em cores, porém este possui menor resistência mecânica. Fabricado com pelo menos 50% de pasta química, geralmente com mais de 40 g/m<sup>2</sup>, pode ser monolúcido ou não.

- Kraft de 2<sup>a</sup>:

Possui características semelhante ao kraft de 1<sup>a</sup>, porém sua resistência mecânica é inferior. Possui gramatura superior a 40 g/m<sup>2</sup>, pode ser monolúcido ou não. Utilizado para embrulhos e embalagens em geral.

### **2.1.2 Embalagens de papel kraft**

Dentre os diversos tipos de papel kraft, destaca-se o papel kraft multifoliado utilizado para produzir embalagens de cimento e argamassa. Estas embalagens permitem o preenchimento com o material ainda aquecido, e garante a qualidade do produto. Uma boa embalagem é importante, pois é responsável pela conservação do produto, permite seu transporte com segurança, otimiza a estocagem e é uma ferramenta importante de comunicação, pois informa o consumidor, auxiliando-o na utilização do produto (MARCONDES, 2007).

Considerando que cada embalagem de cimento de 50 Kg tem em média 150g, no Brasil ensacou-se aproximadamente 860 milhões dessas embalagens somente no ano de 2021, resultando assim, em um total de 129.000 toneladas desse resíduo proveniente das embalagens produzidas com papel kraft multifoliado (SNIC, 2021). Desta forma, mostra-se necessário que haja a reciclagem destas embalagens, uma vez que quase a totalidade destas são descartadas e depositadas na natureza de forma inadequada (bota-fora ou aterros).

Ressalta-se que, o grande volume de embalagens utilizadas para ensacar o cimento apresenta correlação entre a produção de cimento ensacado e o consumo das revendedoras, uma vez que as embalagens de cimento são basicamente destinadas às revendedoras para a venda final (BNDES, 1995). A cadeia de revenda é responsável pela distribuição de 2/3 de todo o cimento produzido, onde a embalagem mais utilizada é a de 50 Kg, que representa 68% de todo o cimento despachado no país no ano de 2019 (SNIC, 2019b).

Com o intuito de caracterizar o papel kraft das embalagens visando o emprego das fibras em compósitos cimentícios, Carvalho et al. (2014) desenvolveram um estudo com a realização de ensaios de caracterização morfológica, caracterização física e mecânica. A partir deste estudo obteve como conclusão que em relação a outros materiais de origem vegetal e polpas celulósicas já estudadas para os mesmos fins, as fibras de papel kraft

apresentaram características favoráveis à utilização em compósitos cimentícios, uma vez que apresentaram relação de aspecto adequado, menores valores de absorção de água, capacidade de alongamento superior à 5% e boa resistência às variações de umidade e temperatura (CARVALHO et al., 2014).

No ensaio de microscopia eletrônica de varredura (Figura 2), Carvalho et al. (2014) observaram diferentes regiões do papel das embalagens, constatando que as amostras estavam mais achatadas e com uma maior rugosidade, o que possivelmente foi provocado pela saída de água do interior da estrutura porosa da fibra, fazendo com que as lamelas se aproximassem uma da outra. Carvalho et al. (2014) destacaram que esse comportamento é positivo, pois a variação volumétrica da fibra ao longo do tempo no compósito pode causar desagregação à matriz, fazendo com que perca sua função.

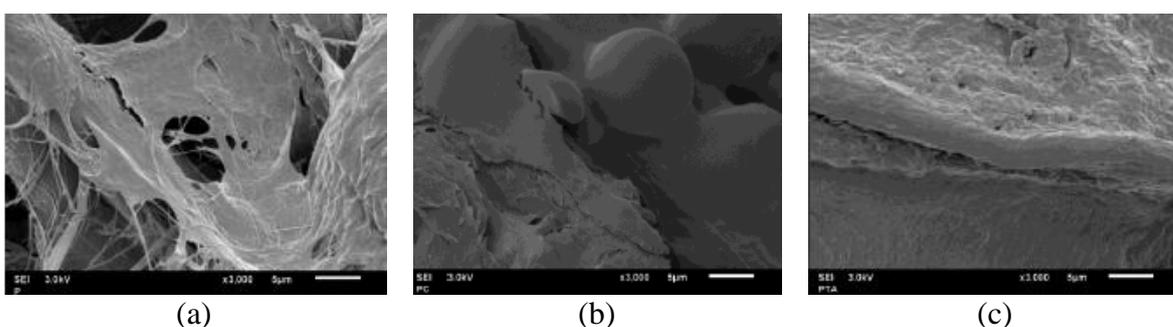


Figura 2 - Imagens obtidas por MEV de diferentes regiões do papel. Imagem do papel sem cola e sem tinta (a); Imagem do papel com cola (b); Imagem do papel com tinta (c) (CARVALHO et al., 2014)

No estudo desenvolvido por Carvalho et al.(2014), foi possível obter com o auxílio do ensaio de microscopia eletrônica de varredura, o comprimento médio das fibras, sendo este de 1,75 mm, diâmetro médio de 28  $\mu\text{m}$  e uma razão de aspecto, relação entre a maior e menor dimensão, de 62,5 apresentando-se ideal para permitir uma boa ancoragem e suportar tensões sem ruptura.

Quanto à forma das fibras, o comprimento é fator limitador do seu desempenho, pois necessitam de um comprimento mínimo para ter ancoragem à matriz, porém, se muito longas, absorvem altas tensões o que pode levar a ruptura (CARVALHO et al., 2014). De acordo com Savastano (2000), a eficiência do compósito não depende de um longo comprimento de ancoragem, visto em seu estudo que fibras com comprimentos médios entre 1 e 2 mm obtém melhor desempenho do que as fibras de maiores comprimentos,

sendo importante nesse caso a relação de aspecto bem proporcionada, ou seja, entre 50 e 200.

Em relação ao aspecto de durabilidade das fibras, Carvalho et al. (2014) destacam que não foram afetados pelas variações bruscas de temperatura e umidade, pois o seu alto valor de grau de polimerização, acima de 850 e o baixo teor de lignina, indicam uma resistência ao meio alcalino. Desta forma, Carvalho et al. (2014) concluíram que as fibras das sacarias de papel kraft são um resíduo potencial para ser reaproveitado na produção de compósitos cimentícios para a construção civil.

O estudo da adição de fibras provenientes de embalagens de cimento como reforço de matriz cimentícios, é uma proposta para o desenvolvimento de novos materiais de construção, e ao mesmo tempo um meio de reduzir a quantidade de resíduos gerados por essa atividade econômica de grande relevância no país (DIAS, 2017). Desta forma, destacam-se alguns trabalhos encontrados referente a compósitos reforçados com fibras kraft.

Carvalho e Santos (2011) em seu estudo produziram uma argamassa de assentamento com quatro teores de adição de fibras kraft, provenientes de sacos de cimentos e de cal. Para avaliação do compósito foram realizados ensaios em laboratório e em canteiro de obras. No trabalho, Carvalho e Santos (2011) concluíram que a argamassa com 10% de polpa de embalagens de cimento em substituição à areia (em massa), foi apta a ser aplicada em alvenarias de vedação de blocos cerâmicos, pois estas apresentaram desempenho superior à argamassa sem fibra. Em comparação a argamassa de referência, a argamassa com 10% de fibra apresentou um resultado 17% maior nas propriedades de resistência à compressão e de aderência. Essa argamassa, também apresentou melhores resultados quanto à retração, apresentando desempenho desejável para combater o surgimento de fissuras, principal patologia das alvenarias, aumentando a vida útil das paredes. A pesquisa mostrou ser viável no âmbito econômico, sendo os custos referentes basicamente à aquisição do equipamento para o processamento dos sacos de cimento, sendo este baixo e inferior aos gastos para a destinação e tratamento do resíduo.

Silva (2013) realizou estudo em compósitos de matriz cimentícia, no qual foram adicionadas polpas de papel kraft provenientes de embalagens de reensaque e de

embalagens descartadas, e emulsão à base de poli acetato de vinila e areia lavada fina. Tendo como objetivo avaliar as características térmicas e mecânicas desse compósito, moldou-se corpos de provas com a argamassa misturada com diferentes tipos de fibras celulósicas, e com teores de 0%, 4% e 12% de polpa. Os resultados desses ensaios demonstraram que o uso dessas fibras pode melhorar características térmicas e mecânicas de matrizes cimentícias de uso não estrutural e os materiais apresentaram módulo de elasticidade superior a argamassa sem fibras (SILVA, 2013).

Em trabalho realizado por Martins e Soares (2016), foram estudadas argamassas com fibras provenientes de embalagens de cal. Foram desenvolvidos três painéis de revestimento, sendo um de referência, um com argamassa e fibras, e outro com fibras e aditivo incorporador de ar. A quantidade de fibras a ser substituída corresponde a 7% da massa dos aglomerantes, porém a fibra foi adicionada em substituição a areia. Verificou-se que o uso de aditivo incorporador de ar prejudica algumas das propriedades da argamassa. Além disso, Martins e Soares (2016) obtiveram resultados contrários ao do estudo desenvolvido por Carvalho et al.(2014), uma vez que nos ensaios de resistência de aderência à tração os valores dos painéis com adição de fibra foram inferiores ao de referência. Os resultados foram justificados pela heterogeneidade da mistura, uso da betoneira, e pelo acréscimo de água em alguns locais no momento da aplicação da argamassa.

O trabalho desenvolvido por Alves (2016), estuda blocos de concreto com adição de fibras kraft, propondo a reutilização de sacos de cimento para a produção de blocos de Classe C (vedação), sem função estrutural e com dimensões nominais de 9 cm x 19 cm x 39 cm (largura, altura e comprimento). Os blocos foram produzidos em dois traços diferentes, um com teor de argamassa de 61% e outro com 91%, sendo também adicionando areia mix na produção do segundo traço. Os blocos foram moldados com teores de fibra de 1,0% e 0,5% em massa de material seco de fibras kraft, e também foi previsto blocos sem adição de fibras para a realização do estudo comparativo (ALVES, 2016). Dentre os resultados obtidos, observa-se que ao aumentar o teor da adição de fibra, aumenta-se a absorção de água dos blocos, e reduz a resistência à compressão. Entre os traços estudados, apenas o que possui teor de 91% de argamassa e com adição de 0,5% de fibra kraft se mostrou mais adequado para a produção desse compósito, já que apresentou valores acima dos mínimos exigidos pela norma (ALVES, 2016).

### 2.1.3 Processo de Polpação Kraft

A obtenção de polpa de madeira antecede a produção do papel, sendo definido como polpação, que consiste em um processo pelo qual a madeira é reduzida a uma massa fibrosa. Portanto, a polpação consiste na separação das fibras da madeira através da ruptura das ligações entre as estruturas, com a utilização de energia mecânica, química ou a combinação destas (SAMISTRARO e MUNIZ, 2009; NETRAMAI; KIJCHAVENGKUL; KITTIPINYOVATH, 2016).

O método mecânico para a separação das fibras consiste basicamente em triturar a madeira, separando apenas a hemicelulose, e assim produzir uma polpa de menor qualidade, de fibras curtas e amareladas, as quais são utilizadas para a fabricação de papel para jornal, revistas, embrulhos, entre outros (NAVARRO et al., 2007).

O processo de polpação química utilizado na produção do papel kraft é conhecido como kraft ou sulfato (SAVASTANO, 2000 e NETRAMAI; KIJCHAVENGKUL; KITTIPINYOVATH, 2016). Este consiste no cozimento da matéria-prima em solução alcalina, a qual é conhecida como licor branco (sulfeto de sódio e hidróxido de sódio) e tem como objetivo a dissolução da lignina (atua como um cimento, ligando as células entre si e proporcionando rigidez à madeira) com a utilização destes reagentes químicos e temperaturas elevadas, aproximadamente 170°C. Os produtos alcalinos associados à temperatura têm a função de decompor os componentes não-celulósicos (SAMISTRARO e MUNIZ, 2009). O processo de decompor a estrutura química da lignina e torná-la solúvel é chamado de deslignificação.

De acordo com o exposto anteriormente, na Tabela 3 são apresentados os demais processos de polpação química existentes.

Tabela 3 - Principais processos para a obtenção da polpa química (Adaptado de SHEREVE e BRINK, 2008).

<b>FÓRMULA QUÍMICA</b>	<b>NOMENCLATURA</b>	<b>PROCESSO QUÍMICO</b>
NaOH	Hidróxido de Sódio	Kraft ou Sulfato
Na <sub>2</sub> S	Sulfeto de Sódio	
NaOH	Hidróxido de Sódio	Soda

SO <sub>2</sub>	Dióxido de Enxofre	Sulfito e bases
Mg(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de magnésio	
Ca(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de cálcio	
NH <sub>4</sub> (OH)	Hidróxido de Amônio	

Ressalta-se que o método soda é bastante semelhante ao processo sulfato, sendo seus processos apenas alcalinos, e diferindo-se pelos reagentes utilizados (SHEREVE e BRINK, 2008).

A polpação kraft é um dos métodos mais utilizados, cerca de 90% da polpa produzida no Brasil e no mundo utiliza este método. O processo kraft possui como vantagem a elevada resistência físico-mecânica da polpa, ciclos de cozimento mais curtos em relação ao processo soda ou sulfito, permite a utilização de diversos tipos de madeira e possui uma eficiente recuperação de reagentes químicos e energia. Desta forma, destaca-se o licor negro, o qual é o principal subproduto do processo kraft e que pode ser reaproveitado, tornando o processo mais sustentável (COSTA, 2000; SMOOK, 2003; KROTSHECK, 2006; KLOCK et al., 2013).

Na polpação kraft, as toras de madeira ao serem recebidas nas fábricas de celulose, são descascadas, lavadas e posteriormente picadas em cavacos (pequenos pedaços de madeira), e direcionadas à etapa de formação da polpa. De acordo com Piotto (2003), deve-se utilizar a madeira em forma de cavacos na produção de celulose via processo químico, para facilitar a difusão dos reagentes químicos, garantindo um cozimento mais homogêneo e obtendo assim um melhor rendimento.

Após estes procedimentos, os cavacos são então transferidos por esteira transportadora aos digestores, onde passam por um processo de cozimento (período de 2 a 4 horas, dependendo da quantidade de lignina a ser removida), chamado de polpação, e são submetidos à reação com licor branco a alta pressão e temperatura. Os digestores possuem altas temperaturas e pressões, para que dissolvam componentes da madeira que não interessam ao produto final, principalmente lignina (SMOOK, 2003).

A polpa ou pasta celulósica após o processo de polpação ainda não é adequada para a produção de determinados tipos de papel, devido a sua coloração escura. Essa coloração é

relativa, principalmente, a pequenas quantidades de lignina que não foram removidas das fibras, lignina residual (COSTA, 2001).

O produto de saída do digestor consiste em uma pasta de celulose impregnada de licor negro, a qual é enviada para a depuração e lavagem para remoção de substâncias responsáveis pela coloração (COSTA, 2001 e BAJPAI, 2012). A operação de lavagem é fundamental, pois uma lavagem ineficaz deixa na pasta restos de licor negro, gerando assim um maior consumo de reagentes no estágio posterior do branqueamento. Além disso, uma boa eficiência de lavagem permite recuperar mais reagentes de cozimento, e diminuir a quantidade destes que é necessário introduzir no sistema para manter sua concentração constante ao longo do tempo em cada ciclo de cozimento (TEJEDOR, 2017).

Com o objetivo de obter polpas totalmente brancas, é necessário remover a lignina através de um processo químico de branqueamento. Esse procedimento é complexo, uma vez que a lignina residual se encontra fortemente ligada às fibras (COSTA, 2001 e BAJPAI, 2012). Desta forma, a pasta celulósica é então submetida ao processo de branqueamento, que consiste em vários estágios onde são utilizados oxigênio, peróxido de hidrogênio e dióxido de cloro, e finalmente passa pela última etapa referente a secagem (POLOWSKI, 2009; DOE, 2005; SIXTA, 2006). Ressalta-se que o papel kraft utilizado em embalagens de cimento consiste em polpa química não branqueada.

O processo de branqueamento também pode ser realizado por um tratamento da pasta com cloro, seguido por uma extração alcalina com soda caustica e posteriormente aplica-se uma série de combinações ou sequências em que se alternam o dióxido de cloro, o hipoclorito e a soda caustica. Sendo assim, destaca-se que o branqueamento com o oxigênio possui a vantagem de combater a poluição causada pelos produtos derivados do cloro (LÉBEIS, 2003).

Quando a polpa celulósica atinge um nível de brancura adequado, passa-se à etapa de formação da folha, que é o produto final das fábricas de celulose. Este processo é realizado em uma máquina especial, na qual a polpa é continuamente depositada sobre uma tela, onde a água é removida pela parte de baixo da tela, por vácuo, e em seguida a celulose é seca e enrolada em grandes bobinas (SANTOS, 2001).

Na Figura 3, apresenta-se um fluxograma das etapas industriais de fabricação do papel pelo processo kraft e a fase de branqueamento.

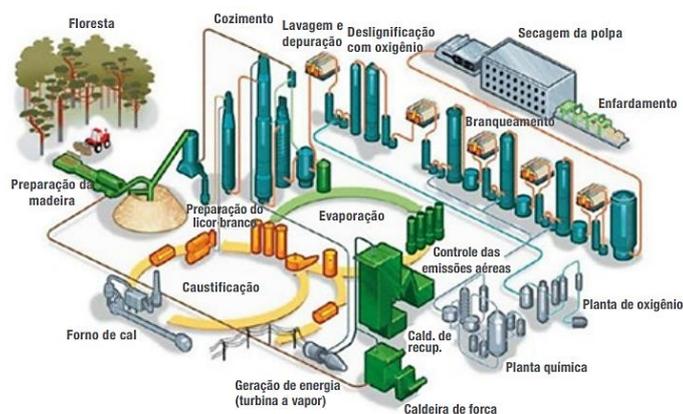


Figura 3 - Etapas de fabricação do papel pelo processo de polpação química kraft (campos, 2009).

Durante o processo kraft, há formação de compostos voláteis de enxofre (mercaptanas) que liberam mau cheiro. Esses compostos são classificados, usualmente, como Gases Não-Condensáveis (GNC), que podem ser diluídos ou concentrados. Para reduzir o odor e também a emissão de partículas (Sox - óxido de enxofre, CO - óxido de carbono e Nox - óxido de nitrogênio) para a atmosfera, instalam-se incineradores de gases. Porém, nem todas as empresas do setor possuem sistema de coleta e queima dos gases diluídos (apenas dos concentrados). Por isso, em muitas ainda é comum perceber esse cheiro forte em seu entorno (AMDA, 2017).

Na polpação kraft durante o cozimento da madeira, gera-se um efluente conhecido como “licor negro”, o qual é resultante dos agentes químicos utilizados, da lignina dissolvida e dos carboidratos (BAJPAI, 2008 e TRAN, 2007). Este é separado e enviado para evaporadores para elevar a concentração de sólidos e em seguida para uma caldeira de recuperação. Neste equipamento, o licor negro é utilizado como combustível para a produção de vapor e energia elétrica, e assim são recuperados cerca de (96 a 97) % dos reagentes químicos utilizados na polpação. Caso este efluente não fosse tratado antes de ser despejado nos cursos d’água, poderia causar graves impactos ambientais, pois para ser processado pela natureza, retira todo o oxigênio da água (AMDA, 2017 e ALVES et al., 2015).

A polpação química para obtenção de celulose possui um baixo rendimento, o qual se encontra na faixa de 40% a 60%, porém a celulose produzida é de alta qualidade. Essas polpas de alta qualidade são utilizadas para a produção de papéis que exigem melhores propriedades (SMOOK, 2003; KROTSCHHECK, 2006; TUTUS et al., 2010).

## **2.2 FIBRAS VEGETAIS**

As fibras naturais podem ser subdivididas em vegetais, animais e minerais. As fibras minerais são formadas por cadeias cristalinas com grande comprimento. As fibras de origem animal têm cadeias proteicas (GIACOMIN, 2003; ONUAGULUCHI e BANTHIA, 2016), enquanto as fibras vegetais apresentam natureza celulósica, a qual consiste em um polímero natural, como o material de reforço principal (SAVASTANO JÚNIOR et al., 1999).

Estas fibras vegetais consistem em estruturas alongadas, de seção transversal arredondada (FIBRENAMICS, 2017), as quais são agrupadas em diferentes categorias e podem ser classificadas de acordo com sua origem em: fibras do caule, folha, fruto/semente, talo, gramíneas/cana e da madeira. Desta forma, as propriedades das fibras vegetais variam consideravelmente, dependendo de onde estas são retiradas (RAMESH; PALANIKUMAR; REDDY, 2017).

As fibras advindas das folhas possuem maior interesse para serem utilizadas como reforço, embora fibras do talo, do caule e do fruto também possam ser utilizadas. Destaca-se que as fibras das folhas são mais grossas que as fibras dos talos e são chamadas de fibras “duras”, enquanto as fibras do talo são chamadas de fibras “macias” e, portanto, mais próprias para fins têxteis (RAMESH; PALANIKUMAR; REDDY, 2017).

No Brasil, as duas principais fibras de madeira utilizadas para a produção de celulose para a fabricação de papel são as árvores plantadas de pinus (fibras longas, 2,0 mm a 5,0 mm) e de eucalipto (fibras curtas, 0,5 mm a 2,0 mm), responsáveis por mais de 98% do volume produzido. A celulose também pode ser obtida de outros tipos de plantas, não-madeiras, como bambu, babaçu, sisal e resíduos agrícolas como o bagaço de cana-de-açúcar

(IBÁ, 2017). As fibras longas são as preferidas para papéis com elevada resistência mecânica, como os destinados à embalagem (OLIVEIRA e CHERUBIN, 2015).

Os componentes lignocelulósicos, celulose, hemicelulose e lignina, são os três principais componentes das paredes celulares da planta (ZHANG e LYND, 2004), sendo que a proporção de cada componente depende de fatores como o tipo de fibra, condição de crescimento, dimensão, idade, localização na planta, extração e método de processamento (RAMESH; PALANIKUMAR; REDDY, 2017; PRAMBAUER; PAULIK; BURGSTALLER, 2015). Pequenas proporções de proteínas, lipídeos (gorduras, ceras e óleos) e cinzas normalmente também estão presentes (ZHANG e LYND, 2004). De acordo com o exposto, pode ser visto na Tabela 4 a composição química de algumas fibras vegetais.

Tabela 4 - Composição química das fibras vegetais (RAMESH; PALANIKUMAR; REDDY, 2017).

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Cera (%)
<b>Bambu</b>	34,5	20,5	26	-
<b>Eucalipto</b>	41,7	32,56	25,4	0,22
<b>Sisal</b>	60	11,5	8	-
<b>Algodão</b>	89	4	0,75	0,6
<b>Juta</b>	67	16	9	0,5

A celulose  $(C_6H_{10}O_5)_n$  é o principal constituinte da fibra natural, a qual proporciona resistência, estabilidade e rigidez às fibras (SOOD e DWIVEDI, 2017). Consiste em um polímero de cadeia longa composto de um só monômero de glicose, classificado como polissacarídeo (similar ao açúcar) ou carboidrato, os quais são ligados por ligações  $\beta$ -1,4 e a unidade básica de repetição é a celobiose (WEI e MEYER, 2015). Na Figura 4, pode-se observar a estrutura molecular da celulose presente nas fibras.

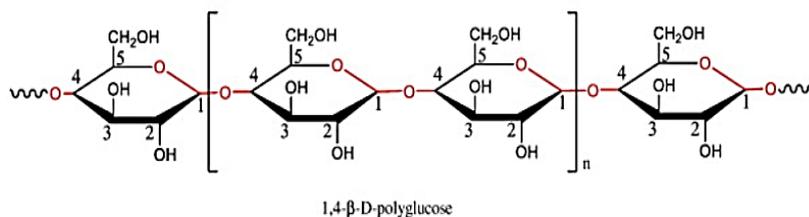


Figura 4 - Estrutura molecular da celulose presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).

A celulose é o componente essencial de todas as plantas e o polímero natural existente em maior abundância, possui fortes ligações de hidrogênio, sendo altamente hidrofílica (AGARWAL; BROUTMAN; CHANDRASHEKHARA, 2006). Industrialmente a celulose é processada para a produção de papéis e fibras.

O termo hemicelulose é utilizado para os polissacarídeos que ocorrem normalmente associados à celulose em paredes celulares. A hemicelulose consiste de vários monossacarídeos polimerizados, incluindo carboidratos de cinco carbonos (como xilose e arabinose), carboidratos de seis carbonos (como galactose, glucose e manose), ácido 4-O-metil glucurônico e resíduos de ácido galactorônico (SILVA et al., 2009).

A hemicelulose difere da celulose em três importantes aspectos. Em primeiro lugar, ela contém várias unidades de açúcares já a celulose tem apenas as unidades 1,4-βD glucopiranosose. Em segundo, apresenta um considerável grau de ramificação de cadeias poliméricas, enquanto a celulose é um polímero estritamente linear. Em terceiro, o grau de polimerização é cerca de um décimo a um centésimo daquele encontrado para a celulose. Normalmente a hemicelulose atua como um elemento de ligação entre a celulose e a lignina, não estando diretamente correlacionada à resistência e dureza das fibras. Ao contrário da celulose, os constituintes da hemicelulose diferem de planta para planta (AGARWAL; BROUTMAN; CHANDRASHEKHARA, 2006). A hemicelulose é insolúvel em água, mas se dissolve em meios alcalinos (PRINSEN, 2010).

Na Figura 5, pode-se observar a estrutura molecular da hemicelulose presente nas fibras.

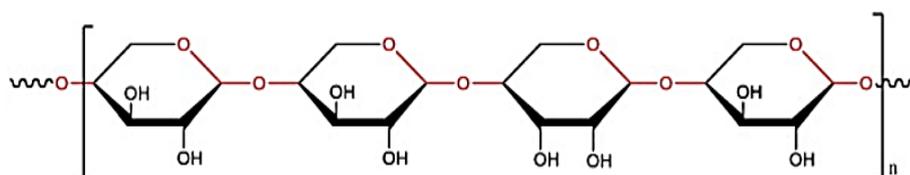


Figura 5 - Estrutura molecular da hemicelulose presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).

A lignina, por sua vez, é uma macromolécula sintetizada por via radicalar a partir de três álcoois p-hidróxi-cinâmílicos precursores: p-cumarílico, coniferílico e sinapílico. Consiste em um polímero complexo de estrutura amorfa com alta solubilidade em meio alcalino, com constituintes aromáticos e alifáticos, que une as fibras celulósicas formando a parede

celular, conforme pode ser visto na Figura 6 (AGARWAL; BROUTMAN; CHANDRASHEKHARA, 2006).

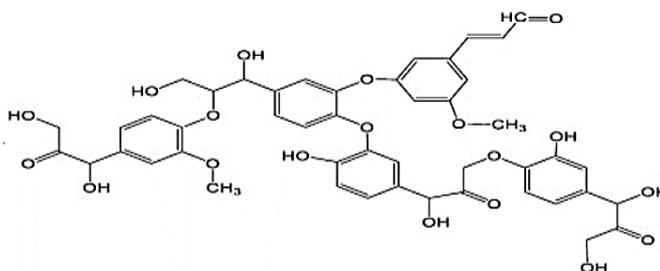


Figura 6 - Estrutura molecular da lignina presente em fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).

A lignina fornece resistência à compressão ao tecido celular e às fibras, enrijecendo a parede celular e protegendo os carboidratos (açúcares) contra danos físicos e químicos. Sua concentração nas fibras influencia a estrutura, as propriedades, a morfologia, a flexibilidade e a taxa de hidrólise. Fibras com alto teor de lignina são de excelente qualidade e bastante flexíveis (AGARWAL; BROUTMAN; CHANDRASHEKHARA, 2006).

A lignina e a hemicelulose formam uma matriz ao redor das microfibrilas de celulose (PRINSEN, 2010). Na Figura 7, pode ser observada a organização estrutural da celulose, lignina e hemicelulose.

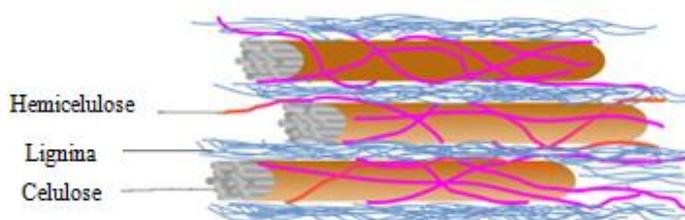


Figura 7 – Organização estrutural dos três principais componentes da parede celular da fibra (WEI e MEYER, 2015).

As cadeias de celulose formam microfibrilas, que são mantidas unidas por hemicelulose amorfa e lignina e formam fibrilas. As fibrilas são montadas em várias camadas para construir a estrutura da fibra. Fibras ou células são cimentadas juntas na planta pela lignina, que pode ser dissolvida pela alcalinidade da matriz cimentícia (AGOPYAN et al., 2005).

A microestrutura das fibras vegetais é composta por células individuais conectadas por uma lamela média. Cada célula de fibra tem paredes envolvendo uma cavidade interna chamada lúmen (Figura 8) (LAVERDE et al., 2022). As paredes são compostas por microfibrilas de cadeias de celulose que reforçam a lignina e a hemicelulose na matriz. As microfibrilas são enroladas helicoidalmente ao longo do eixo da fibra, que é oco, fornecendo resistência, pois é necessária uma grande quantidade de energia para desenrolar essas fibrilas orientadas (JOHN e THOMAS, 2008).

A fibra é cercada por uma parede intermediária altamente lignificada e rígida e paredes primárias e secundárias. Esta última é dividida em paredes externa ( $S_1$ ), principal ( $S_2$ ) e interna ( $S_3$ ) (BENIN et al., 2020) (GODARA, 2019).

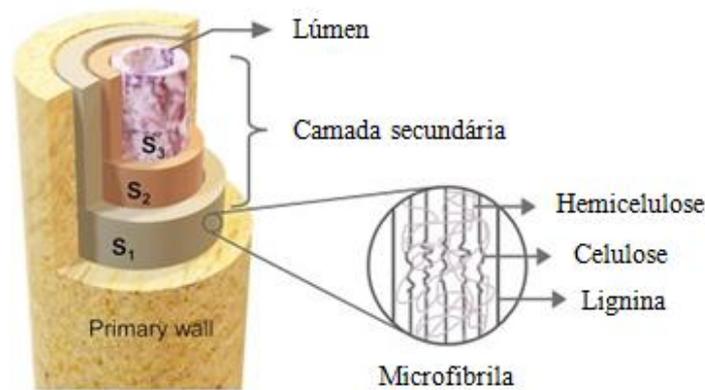


Figura 8 - Esquema da estrutura da fibra e da microfibrila de celulose: célula individual (LAVERDE et al., 2022).

A região central da fibra apresenta uma cavidade de seção elíptica denominada lúmen e possui dimensão de 05  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ , sendo o grande responsável pela elevada absorção de água e baixa massa específica aparente, características comuns às fibras vegetais. Além disso, substâncias agressivas costumam penetrar no lúmen, a exemplo dos compostos hidratados do cimento, em compósitos com matriz cimentícia causando reações degradantes dos componentes da fibra. Esses compostos podem ainda sofrer cristalização nessa cavidade central e demais vazios das fibras, causando enrijecimento desse reforço e sua conseqüente fragilização (SAVASTANO JÚNIOR, 2000).

As diversas células que compõem a fibra, encontram-se aglomeradas pela lamela intercelular, a qual é composta de hemicelulose, pectina e principalmente lignina (70%, em média). A região central da fibra também pode apresentar uma cavidade denominada

lacuna. As lacunas e lúmens são responsáveis pela grande incidência de poros permeáveis nas fibras, o que acarreta elevada absorção de água e massa específica aparente bastante inferior a real (SAVASTANO JÚNIOR, 2000).

### 2.3 MATERIAIS CIMENTÍCIOS REFORÇADOS COM FIBRAS VEGETAIS

Os materiais cimentícios reforçados com fibras vegetais são denominados de compósitos, os quais, de acordo com Callister (2016), consistem em: “qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades”.

Desta forma, os compósitos são materiais formados por, no mínimo, dois componentes ou fases: fase matriz, que pode ser polimérica, metálica ou cerâmica, onde pode-se destacar a matriz cimentícia, e fase dispersa, geralmente composta por fibras ou partículas que são empregadas para modificar as propriedades mecânicas, físicas ou químicas do material como um todo (PEREIRA, 2002). A interação química e/ou física entre as duas fases é necessária para que ocorra a transferência de esforços mecânicos da matriz para os reforços fibrosos (BRASKEM, 2002).

A Figura 9 apresenta a classificação dos principais tipos de compósitos com os seus respectivos tipos de matriz e fibras que podem ser incorporadas.

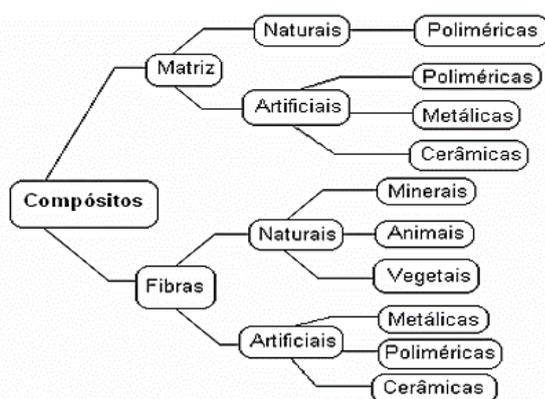


Figura 9 - Classificação dos compósitos (PICANÇO, 2005).

Os compósitos possuem como finalidade, prover características específicas para o material resultante, de acordo com a aplicação desejada. A maioria dos compósitos são criados para

melhorar as combinações de características mecânicas como, por exemplo, rigidez, dureza e resistência a altas temperaturas (CALLISTER e RETHWISCH, 2007).

O uso de fibras vegetais para reforçar matrizes frágeis como argamassa ou concreto constitui uma possibilidade interessante que oferece muitas vantagens em relação à utilização de outras fibras ou reforços. As fibras vegetais possuem um bom desempenho mecânico, apresentam disponibilidade, consistem em uma fonte renovável e são biodegradáveis e, portanto, “ecologicamente corretas” (CLARAMUNT et al., 2011; MÁRMOL et al., 2016). Estas requerem apenas um baixo grau de industrialização para o seu processamento, sendo que a energia necessária para a sua produção é pequena, logo os seus custos também são baixos comparado a outras fibras comercialmente disponíveis (MOHR; NANKO; KURTIS, 2005; SILVA et al., 2010).

O principal objetivo da utilização de reforço de fibras vegetais em compósitos cimentícios é melhorar sua tenacidade (energia total absorvida) e desempenho pós-fissuração, transformando assim um material frágil em um pseudo-dúctil (TOLEDO FILHO, 2000; JARABO et al., 2013). Estes compósitos apresentam um comportamento de suavização de tensões com baixa resistência final à tração, resultando em produtos que são mais adequados para aplicações não estruturais (SILVA et al., 2010).

As fibras vegetais em compósitos cimentícios podem contribuir para reduzir a propagação de fissuras, condutividade térmica e melhorar o desempenho acústico aumentando a absorção sonora (NEITHALATH; WEISS; OLEK, 2004; TOLEDO FILHO et al., 2005; BENTCHIKOU, 2012; JARABO et al., 2013). Além disso estes compósitos exibem maior tenacidade, ductilidade, capacidade de flexão e as fibras possuem natureza hidrofílica, sendo candidatas ideais para matrizes hidráulicas (CLARAMUNT et al., 2011; ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

As fibras de carbono e vidro são utilizadas extensivamente como reforço, ao contrário das fibras vegetais, são de produção cara, de difícil reciclagem e não são biodegradáveis (SAHEB, 1999; SPOLJARIC, 2009). Os benefícios de utilização em larga escala de fibras naturais como matérias-primas para compósitos à base de cimento são imensos em termos de conservação ambiental, energética e de recursos (ONUAGULUCHI e BANTHIA, 2016).

Apesar das vantagens citadas anteriormente, a principal preocupação dos compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais é referente a durabilidade a longo prazo das fibras no ambiente alcalino do cimento (TOLEDO FILHO et al., 2000; TOLEDO FILHO et al., 2003; MOHR; NANKO; KURTIS, 2005; ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

De acordo com Juárez et al. (2007), a durabilidade está relacionada à capacidade concreta de resistir a danos causados por fatores externos como: variações de umidade e temperatura do ambiente, ataque de sulfato ou cloreto, entre outros; e por fatores internos como: pelas reações químicas entre a fibra e a matriz, alta relação água/cimento e mudanças volumétricas devido à hidratação da pasta.

As fibras vegetais passam por um processo de degradação alcalina devido à alta alcalinidade da matriz cimentícia, e esse processo pode ser visto na Figura 10, onde esse processo foi dividido em quatro etapas.

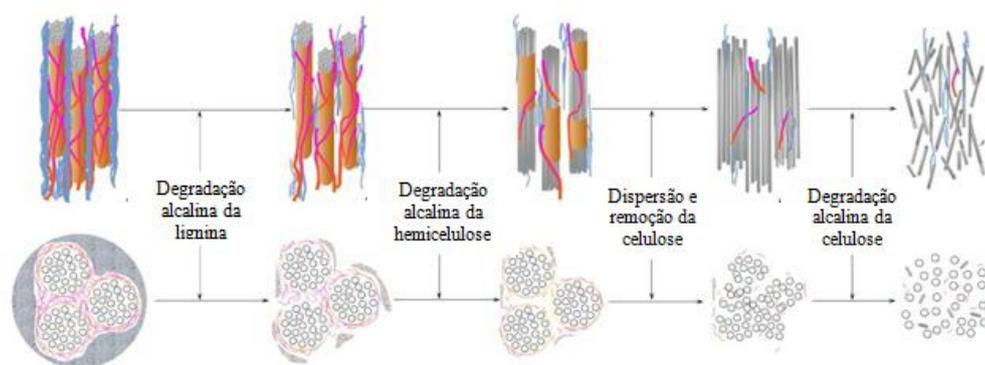


Figura 10 – Representação do processo de degradação alcalina das fibras naturais (WEI e MEYER, 2015).

A lignina e a hemicelulose são amorfas e sensíveis ao ambiente alcalino da matriz cimentícia, podendo assim, sofrer hidrólise alcalina. Desta forma, primeiramente ocorre à degradação da lignina e parte da hemicelulose, deixando exposta a holocelulose. Posteriormente, ocorre a degradação da hemicelulose, prejudicando a integridade e estabilidade da parede celular da fibra natural. Após a degradação da lignina, hemicelulose e pontes de hidrogênio intramoleculares, as microfibrilas de celulose perdem a ligação, resultando na dispersão das fibras de celulose na matriz cimentícia e acelerando a degradação da celulose. Por último, ocorre a falha das microfibrilas de celulose, causada

pela hidrólise alcalina de regiões amorfas e causando a degradação completa da fibra (WEI e MEYER, 2015). À medida que a degradação avança os produtos de hidratação do cimento, como o C-S-H e a portlandita migram gradualmente para a parede celular, gerando o processo de mineralização e fragilização da fibra natural (WEI e MEYER, 2015).

O problema da durabilidade dos compósitos reforçados com fibras vegetais está associado a um aumento na fratura da fibra e uma redução da força de arrancamento (*pull-out*) das fibras devido a uma combinação do enfraquecimento das fibras por ataque alcalino, mineralização das fibras devido à migração dos produtos de hidratação para os lúmens e variação do volume devido à sua alta absorção de água. A extensão do ataque depende do tipo de fibra, composição da matriz de cimento, porosidade da matriz e ambiente de envelhecimento (TOLEDO FILHO et al., 2000; MOHR; NANKO; KURTIS, 2005; MOHR; BIERNACKI; KURTIS, 2006; ARDANUY et al., 2011). A ruptura da fibra faz com que o material tenha uma redução na resistência e tenacidade pós-fissura (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

As principais razões para ocorrer essa rápida degradação dos materiais cimentícios reforçados com fibras é a elevada alcalinidade da água presente nos poros da matriz de cimento Portland, com pH próximo de 13, o que leva à mineralização das fibras (TONOLI, 2009). O processo de mineralização é resultante da migração de produtos de hidratação do cimento, principalmente hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ), para a cavidade central, paredes e vazios da fibra, onde cristalizam, podendo provocar a ruptura sem o alongamento adequado contribuindo para a perda das propriedades do compósito cimentício (MELO FILHO; SILVA; TOLEDO FILHO, 2013; SILVA et al., 2010).

A zona de transição, região da matriz em torno da fibra, é caracterizada pela porosidade elevada, permitindo assim o acúmulo de água e uma maior concentração de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ). Ressalta-se que a elevação da temperatura ambiente provoca uma sensível aceleração na velocidade de degradação (SAVASTANO JÚNIOR, 2000; LAVERDE et al., 2022).

Segundo Savastano Júnior (2000), o ataque biológico às fibras vegetais através de fungos xilófagos, não representa grandes preocupações, pois as matrizes cimentícias possuem pH alcalino, sendo este capaz de inibir a ação dos fungos.

### **2.3.1 Técnicas para melhoria do desempenho e da durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais**

Uma das propriedades fundamentais dos compósitos reforçados com fibras é a interação fibra-matriz, pois afeta consideravelmente o desempenho da mistura quando submetida a esforços mecânicos. O estudo e a compreensão desta interação são de suma importância para prever o comportamento dos compósitos (MACHADO, 2014; MÁRMOL et al., 2016).

O uso de fibras vegetais para reforçar uma matriz à base de cimento tem seu ponto mais fraco em termos de durabilidade. A alcalinidade da matriz e a instabilidade volumétrica das fibras são as principais causas da perda de resistência dos compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais. Esta instabilidade volumétrica resulta em uma perda parcial do contato físico da matriz com as fibras, danificando a zona de transição da interface (CLARAMUNT, 2011; FERREIRA, 2017).

Devido as deficiências já citadas, é importante reduzir a alcalinidade da matriz cimentícia ou realizar um tratamento superficial das fibras vegetais, aplicando tratamentos químicos ou físicos capazes de aumentar a capacidade de interação fibra-matriz, mitigando a alta absorção de água das fibras vegetais e provocando uma melhor distribuição de tensões para o reforço, proporcionando, assim um melhor comportamento mecânico do compósito (MATOSKI, 2005; MACHADO, 2014; FERREIRA et al., 2017).

As fibras vegetais em soluções alcalinas apresentam possíveis causas para a sua deterioração e estas estão associadas a dois mecanismos diferentes. O primeiro mecanismo consiste na decomposição química da lignina e hemicelulose na lamela média que quebra a ligação entre as fibras individuais e o segundo consiste na mineralização da fibra pela deposição do hidróxido de cálcio nas suas paredes celulares (SANTOS, 2016).

O tratamento das fibras vegetais gera uma espécie de limpeza da superfície das fibras, modifica sua química, diminui a absorção de umidade e aumenta a rugosidade da superfície (TON-THAT e DENAULT, 2007). Tendo em vista que as fibras possuem grupos hidroxila da celulose e da lignina, estas estão sujeitas a modificações químicas. As modificações químicas podem ativar esses grupos e podem introduzir novas porções que podem efetivamente levar a um intertravamento químico com a matriz (LOPES et al., 2010; KUNDU et al., 2012).

No trabalho realizado por Santos (2016), este ressalta que alguns autores observaram que modificações nas matrizes de cimento Portland, como substituição parcial do cimento por material pozolânico (material silicioso ou silico-aluminoso, natural ou artificial, que contém um elevado teor de sílica em forma reativa (SiO<sub>2</sub>), capaz de reagir com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>), na presença de água, dando origem a silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), responsáveis pela resistência mecânica do cimento, têm sido realizadas com objetivo de se obter uma matriz livre de hidróxido de cálcio.

Na Figura 11, apresenta-se uma análise termogravimétrica de uma matriz cimentícia de referência e outra amostra com adição pozolânica nessa matriz.

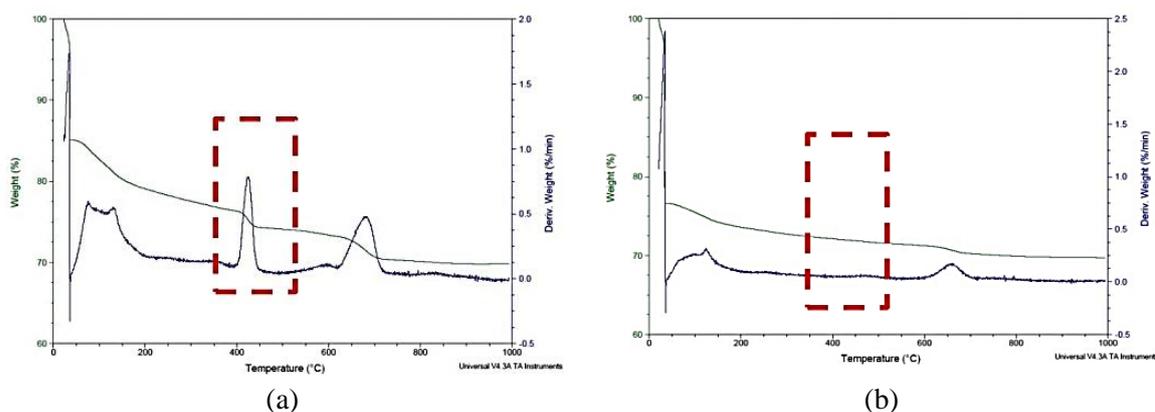


Figura 11 - Análise termogravimétrica de uma matriz sem material pozolânico (a) e uma matriz com material pozolânico (b)(SANTOS, 2016).

Na Figura 11(a), a qual representa uma matriz sem pozolanas, nota-se na faixa de temperatura de 400° C a 600° C um pico referente ao hidróxido de cálcio presente na matriz. Já para a Figura 11 (b), nessa mesma faixa de temperatura o pico não existe mais, sendo este devido a adição de material pozolânico na matriz cimentícia (GRAM, 1983; TOLEDO FILHO et al., 2003; LIMA, 2004; AGOPYAN et al., 2005;

SAVASTANO et al., 2009; SILVA et al., 2010; CLARAMUNT et al., 2011; FIDELIS, 2014).

Em trabalho realizado por RODRIGUES *et al.* (2010), foram investigadas a durabilidade de compósitos reforçados com fibras de bambu, em forma de polpa, através de ensaios de flexão. Com o intuito de reduzir o teor de hidróxido de cálcio na matriz, os autores realizaram substituição parcial do cimento por cinza da casca do arroz, foram utilizados dois tipos de cinza, uma com alto teor de carbono e outra com baixo teor que é obtido por diferentes processos de queima. Foram obtidos melhores resultados para os compósitos com cinza com baixo teor de carbono. Foi possível observar que um teor 30% de substituição não prejudicou a resistência à flexão e a rigidez dos compósitos e melhorou a adesão interfacial. Além da redução da alcalinidade da matriz, devido à reação pozolânica, as partículas não reagidas de cinza, bem como os produtos de hidratação, preencheram os poros da matriz e interface, causando redução na porosidade total do compósito, levando à melhoria da resistência e menor susceptibilidade à deterioração das fibras (OLIVEIRA, 2017).

Oliveira (2017) realizou um trabalho tendo como objetivo a substituição parcial do cimento por resíduo de tijolo moído, visando a redução do hidróxido de cálcio ( $\text{CaOH}_2$ ) que é gerado durante o processo de hidratação do cimento. Para avaliação da redução do hidróxido de cálcio na matriz foi realizado o ensaio de termogravimetria derivada (DTG). O estudo obteve como resultado que a substituição parcial do cimento por 50% de metacaulinita, produzida do resíduo de tijolo moído, proporcionou maior consumo do hidróxido de cálcio aos 28 dias, contribuindo no aumento da aderência, resistência e durabilidade das telhas os quais apresentaram bom comportamento nos ensaios de permeabilidade, flexão e resistência ao impacto. Uma matriz com menor consumo de cimento é favorável não só às fibras vegetais, as quais sofrem degradação em ambiente alcalino, mas também ao meio ambiente, pois a produção de cimento é responsável pela alta emissão de  $\text{CO}_2$ .

A partir do ensaio de termogravimetria realizado por Oliveira (2017), na Figura 12 pode-se observar as curvas de DTG. O pico entre  $50^\circ$  e  $200^\circ\text{C}$  corresponde à decomposição da etringita e do silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Entre  $400^\circ$  e  $500^\circ\text{C}$  ocorre a desidroxilação (desidratação) do hidróxido de cálcio e entre  $600^\circ$  e  $700^\circ\text{C}$  ocorre a

carbonatação do carbonato de cálcio (DWECK et al., 2009; NEVES JUNIOR et al., 2012; ROCHA et al., 2013; MELO FILHO et al., 2013; FIDELIS, 2014).

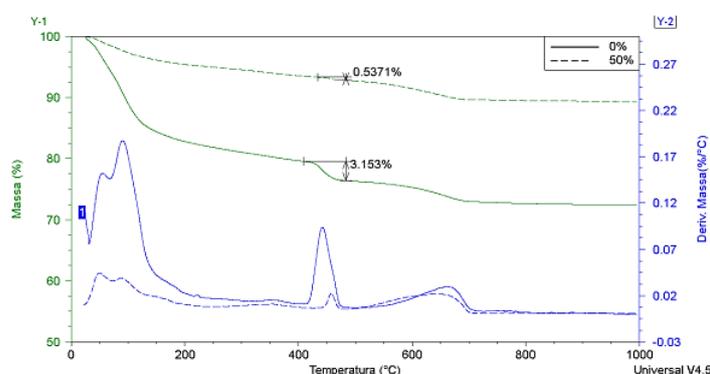


Figura 12 – Curvas de TG e DTG para o compósito de referência e com substituição de 50% do cimento por metacaulinita (OLIVEIRA, 2017).

A quantidade de hidróxido de cálcio está relacionada às reações de hidratação do cimento. Conforme pode ser observado, houve consumo do teor de hidróxido de cálcio (CH) na matriz com 50% de substituição do cimento. Esse comportamento evidencia o potencial pozolânico do resíduo cerâmico, o que proporcionará uma maior durabilidade e resistência ao compósito. Caso não houvesse uma redução do CH, ocasionaria uma acelerada degradação das fibras de juta e malva, diminuindo a resistência mecânica dos compósitos (OLIVEIRA, 2017).

O estudo desenvolvido por Silva et al. (2015), teve como objetivo simular de forma acelerada a degradação de fibras de coco imersas em soluções alcalinas (Tabela 5) de cimento e hidróxido de sódio em diferentes concentrações.

Tabela 5 - Composição das soluções para imersão das fibras de coco (SILVA et al., 2015).

Amostra	Cimento (g)	Hidróxido de sódio (g)	Água (g)
Água 60	-	-	60
Cimento 15	15	-	45
NaOH 01	-	1	59
NaOH 10	-	10	50
NaOH 20	-	20	40

O autor obteve como conclusão desse estudo que as amostras de fibras de coco que foram avaliadas pela técnica de gravimetria demonstraram que, ao final do ensaio, ocorreu perda

de massa das amostras para todas as soluções avaliadas, porém as fibras colocadas em água pura obtiveram a menor variação de massa, sendo essa de 6,98% (SILVA et al., 2015).

Para as fibras colocadas no meio com cimento, houve um aumento de massa em relação a massa inicial, com 21 dias do experimento chegou-se a 85,7% (SILVA et al., 2015). Savastano Júnior e Agopyan (1999) explicam esse aumento de massa, onde este pode ser atribuído aos cristais de hidróxido de cálcio formados no processo de hidratação do cimento, os quais ficam aderidos nas paredes das fibras e mesmo após procedimentos de lavagem e secagem, eles permaneceram aderidos à fibra de coco (Figura 13).

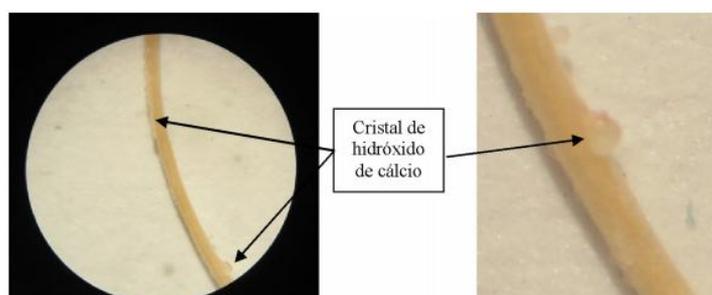


Figura 13 - Microscopia óptica da fibra de coco após 36 dias em solução com cimento e detalhe do cristal de hidróxido de cálcio aderido na superfície da fibra (SILVA et al., 2015).

Na pesquisa de Silva et al. (2015), foram obtidas imagens das fibras por microscopia eletrônica de varredura aos 81 dias, após o término do ensaio de gravimetria. Na Figura 14 são vistas micrografias da fibra de coco natural, notando-se pequenas irregularidades na superfície da fibra cujas camadas de cutículas revestem a fibra e as partículas globulares se apresentam como saliências fixadas em cavidades específicas da própria fibra.

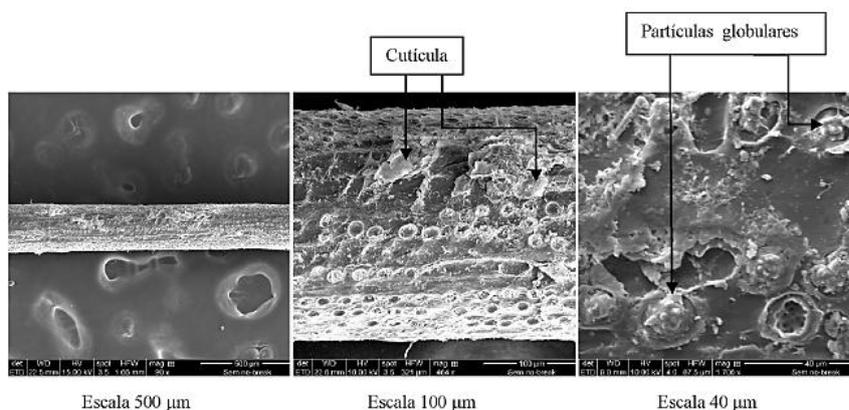


Figura 14 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco natural, sem tratamento (SILVA et al., 2015).

Para a fibra que esteve apenas em contato com a água (Figura 15), pode-se perceber que o contato com a água promoveu a retirada de parte da camada de cutícula da fibra de coco, formando uma morfologia mais lisa e regular na sua superfície, porém as partículas globulares permaneceram fixadas às suas respectivas cavidades demonstrando que a ação da água não foi suficiente para a remoção dessas irregularidades (SILVA et al, 2015).

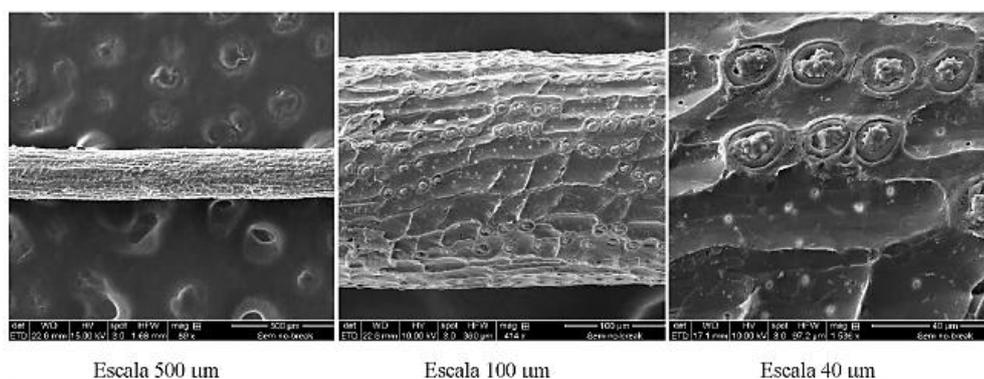


Figura 15 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa em água por 81 dias (SILVA et al., 2015).

Para as fibras imersas em solução com cimento (Figura 16), Silva et al. (2015), relata que foi possível observar que grande parte das cavidades superficiais da fibra de coco não contém mais as partículas globulares, pois a presença do cimento na solução promoveu o aumento do pH da solução para aproximadamente 13 em virtude da formação e reação dos produtos de hidratação do cimento como, por exemplo, o hidróxido de cálcio. Esta alteração das condições químicas da solução associada à presença de água, além de promover a retirada da camada de cutícula também contribuiu para a eliminação das partículas globulares deixando em evidência as cavidades (SILVA et al., 2015). Toledo Filho et al. (2000) avaliaram a durabilidade de fibras de coco expostas a soluções alcalinas de hidróxido de cálcio pH 12 e constataram que as fibras perderam completamente sua resistência depois de 300 dias, podendo essa fragilização ser associada a mineralização da fibra.

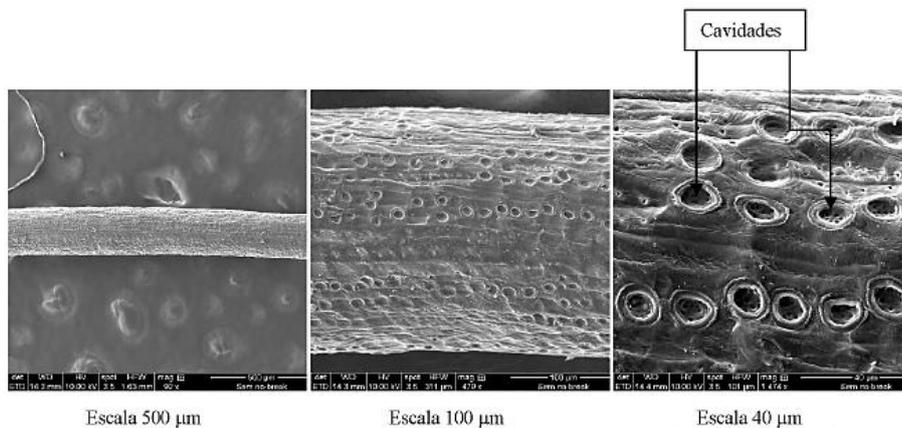


Figura 16 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa por 81 dias na solução com cimento (SILVA et al., 2015).

Silva et al. (2015), ao observar as amostras de fibras de coco colocadas em solução de hidróxido de sódio e água (NaOH-20) nota que nesta condição a fibra de coco está em processo de desfibrilação e ruptura da microfibras, onde os vazios deixados pela lignina são tão pronunciados que as microfibras começam a se separar individualmente (Figura 17).

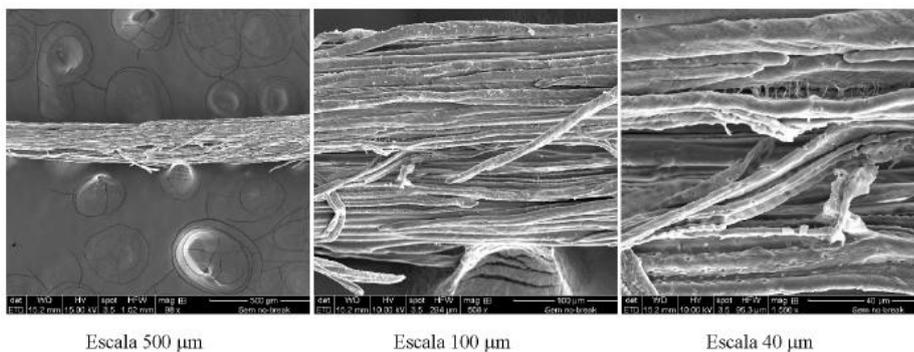


Figura 17 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura em diferentes resoluções da fibra de coco imersa por 81 dias na solução NaOH-20 (SILVA et al., 2015).

Ao final dos ensaios ressalta-se que com o aumento da concentração das soluções alcalinas e do tempo de contato com as fibras de coco, verifica-se uma modificação maior da superfície da fibra através da retirada dos constituintes superficiais, como cutículas, partículas globulares, cavidades e também lignina. Desta forma, tem-se que a fibra de coco imersa na solução NaOH-01, por 81 dias nas condições testadas, poderia simular o processo de degradação que se desenvolve em compósitos cimentícios a longo prazo (SILVA et al., 2015).

Existem diversos materiais com atividade pozolânica, os quais podem ser utilizados para a produção de matrizes cimentícias com redução da alcalinidade. Desta forma, a ABNT NBR 12653:2015 define os materiais pozolânicos como: “materiais silicosos ou sílico aluminosos que, por si só, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que quando finamente divididos e na presença de água reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes.” Sendo estes materiais divididos em:

- Pozolanas naturais – Materiais de origem vulcânica, geralmente de caráter petrográfico ácido (mais que 65% de  $\text{SiO}_2$ ) ou de origem sedimentar com atividade pozolânica.
- Pozolanas artificiais – Materiais provenientes de tratamento térmico ou subprodutos industriais com atividade pozolânica.
- Argilas calcinadas – Materiais provenientes de calcinação de certas argilas submetidas a temperaturas, em geral, entre 500°C e 900°C, de modo a garantir a sua reatividade com o hidróxido de cálcio.
- Cinzas volantes – Resíduos finamente divididos que resultam da combustão de carvão mineral pulverizado ou granulado com atividade pozolânica.
- Outros materiais - Materiais não-tradicionais, tais como: escórias siderúrgicas ácidas, cinzas de resíduos vegetais, rejeito de carvão mineral.

As fibras vegetais apresentam baixa durabilidade no ambiente alcalino da matriz cimentícia (TIAN EL AT., 2016 E PIZZOL, 2014), uma vez que as partículas de cimento Portland se dissolvem na água liberando álcalis, principalmente portlandita, que posteriormente precipita na superfície ou no interior das fibras, ocasionando em fibras mais mineralizadas e frágeis (MELO FILHO, SILVA E TOLEDO FILHO, 2013), que perdem sua capacidade de reforço. Desta forma, as adições minerais como as pozolanas possuem poder reativo capaz de reagir com o óxido ou hidróxido de cálcio e formar composto com propriedades cimentantes.

### 3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Neste capítulo serão apresentadas as etapas realizadas para o desenvolvimento do programa experimental, as misturas utilizadas e variáveis do estudo. Neste item também constam os laboratórios onde foram realizadas as análises, a descrição e caracterização dos materiais utilizados na produção das pastas cimentícias e os métodos de ensaio. O programa experimental desta tese foi elaborado com o intuito de investigar a microestrutura e caracterizar pastas cimentícias com adição de fibras kraft.

Para atender aos objetivos desta pesquisa o programa experimental foi dividido em quatro etapas: (I) Materiais constituintes; (II) Produção dos compósitos; (III) Avaliação do comportamento das fibras kraft em diferentes meios alcalinos; e (IV) Caracterização dos compósitos.

As variáveis da pesquisa apresentadas na Figura 18 são classificadas em dependentes e independentes, onde as independentes são aquelas que afetam outras variáveis, mas não precisam estar relacionadas entre si. As variáveis dependentes são afetadas ou explicadas pelas variáveis independentes, variando de acordo com mudanças nas variáveis independentes.

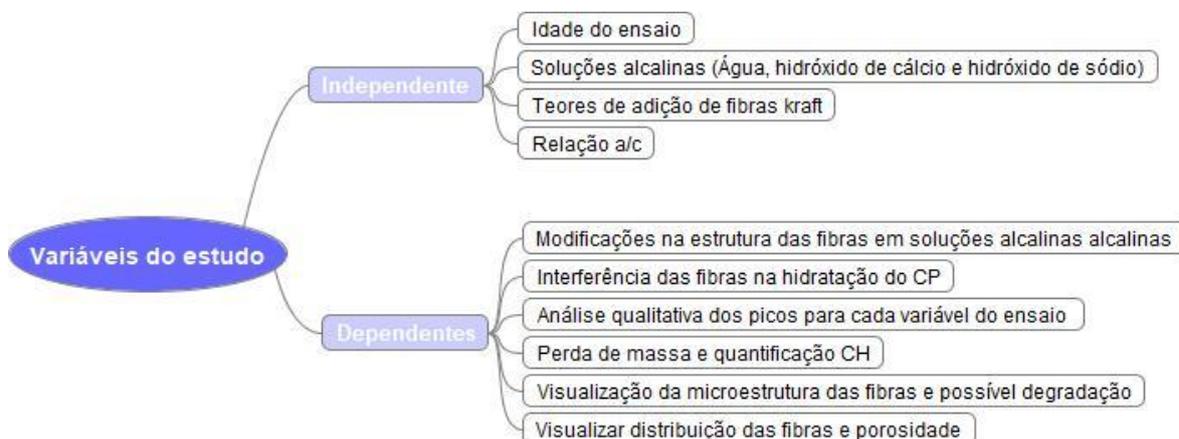


Figura 18 - Desenho esquemático das variáveis independentes e dependentes do estudo.

### 3.1 ETAPAS DO PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental constitui-se de quatro etapas principais, conforme mostra o fluxograma na Figura 19.

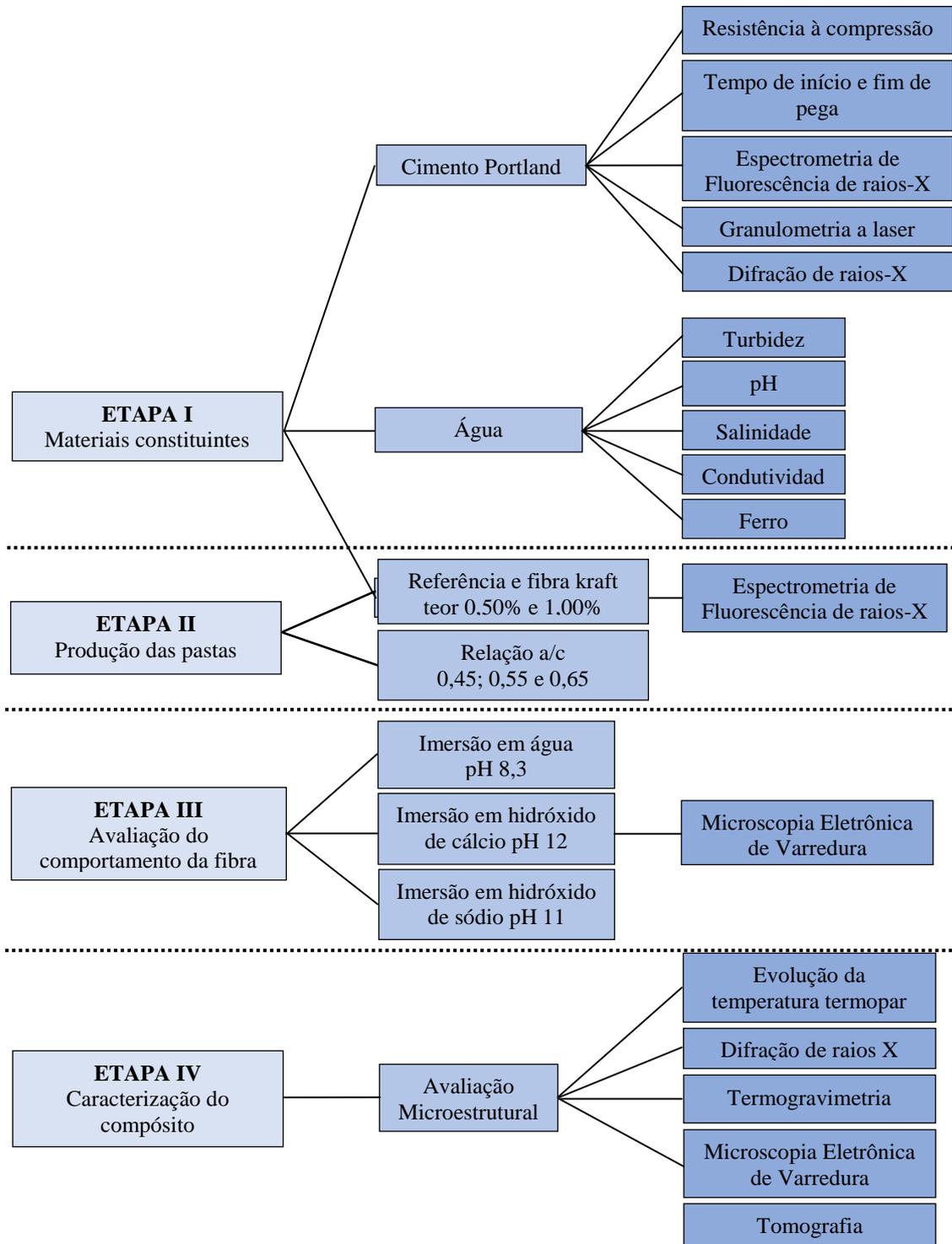


Figura 19 – Fluxograma das etapas necessárias para a realização da pesquisa

### *Etapa I – Materiais constituintes*

A primeira etapa do programa experimental consiste na apresentação e caracterização dos materiais que foram utilizados para o desenvolvimento desta pesquisa.

### *Etapa II – Produção dos compósitos*

Essa etapa consiste na produção das pastas com as variáveis do estudo para avaliação microestrutural.

### *Etapa III – Avaliação do comportamento das fibras kraft em diferentes meios alcalinos*

Nesta etapa, são realizados ensaios com a fibra para avaliação do seu comportamento em diferentes meios alcalinos.

### *Etapa IV – Caracterização dos compósitos*

Apresenta os ensaios microestruturais que foram realizados para a caracterização do compósito e para o entendimento do comportamento desse material.

## **3.1.1 ETAPA I: MATERIAIS CONSTITUINTES**

São descritos os materiais utilizados para o desenvolvimento do programa experimental da pesquisa, bem como a sua caracterização. Os materiais utilizados na produção dos compósitos cimentícios foram: aglomerante (Cimento Portland Comum), água proveniente da rede pública de abastecimento e fibras kraft oriundas de um processo de reciclagem de embalagens de cimento.

### ***3.1.1.1 Cimento Portland***

Para a produção das pastas da pesquisa, foi utilizado o Cimento Portland Comum CP I - 40 (ABNT NBR 16697:2018), fabricado pela Votorantim Cimentos com a marca Poty para obras especiais, comercializado no município de Ximboá no estado de Tocantins, em embalagens de 50 Kg. Ressalta-se que o cimento utilizado para esta pesquisa foi adquirido em um único lote.

O Cimento Portland Comum (CP I - 40) foi escolhido por ser um cimento sem qualquer adição além do sulfato de cálcio (gesso), utilizado como retardador da pega, com o intuito de avaliar o comportamento das fibras kraft na matriz cimentícia sem a interferência de adições. A classe de resistência do cimento Portland não exerce interferência nos parâmetros avaliados nessa pesquisa, sendo escolhido o CP I-40 apenas pela disponibilidade.

De acordo com Toledo Filho et al. (2003), Lima (2004), Silva et al. (2010) e Fidelis (2014), as adições com atividade pozolânica são utilizadas para o tratamento de matrizes cimentícias com fibras vegetais com a finalidade de se obter uma matriz livre de hidróxido de cálcio, evitando a mineralização das fibras vegetais, uma vez que adições como a pozolana reduzem a alcalinidade da matriz cimentícia. Por estas razões a presente pesquisa utiliza o cimento Portland comum CP I sem adições para evitar interferências.

Os ensaios de caracterização do Cimento Portland utilizado na pesquisa foram realizados no Laboratório de Ensaio de Materiais da Universidade de Brasília (LEM/UnB) e a análise química por Espectrometria de Fluorescência de raios-X foi realizada na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília (CAIQ/UnB), no equipamento de Espectrômetria de Fluorescência de Raios-X da marca Shimadzu e modelo EDX 720.

O ensaio de fluorescência de raios-X foi utilizado para caracterizar quimicamente o cimento por meio da análise quantitativa da concentração de elementos na amostra. Para o ensaio foi necessária uma pequena quantidade de material, aproximadamente 08 gramas, o qual foi inserido no fundo do porta-amostra.

Os ensaios de caracterização de granulometria a laser, difração de raios-X e área específica B.E.T, foram realizados por Sousa (2019), o qual utilizou o cimento Portland CP I - 40 da mesma marca e lote dessa pesquisa.

A partir do ensaio de granulometria a laser é possível conhecer a distribuição granulométrica do material. O ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LACER/UFRGS), no equipamento Cilas Particle Size 1180, capaz de fornecer a distribuição granulométrica de partículas entre 0,04  $\mu\text{m}$  e 2.500  $\mu\text{m}$  de dimensão, o meio dispersante utilizado no ensaio foi o álcool (99,8%) (SOUSA, 2019).

A técnica de difração de raios-X consiste em uma análise qualitativa e permite conhecer as fases cristalinas do material. O ensaio foi realizado no Instituto de Geociências da Universidade de Brasília (IG/UnB), no equipamento BRUKER D8 Advance. Os parâmetros de ensaio são: voltagem de 40 kV e amperagem de 40 mA, em sistema  $\theta/2\theta$ , com velocidade de varredura de 1,2°/minuto, de 5° a 60° em  $2\theta$ . A fonte de energia consiste em um filamento de tungstênio (cátodo) e o tubo de raios-X foi de cobre (ânodo), cujos comprimentos de onda são  $K\alpha$  1,5406 Å e  $K\beta$  1,3922 Å.

### 3.1.1.2 Água

A água utilizada na produção das pastas desta pesquisa é fornecida pela empresa de abastecimento público, CAESB, proveniente da rede pública de abastecimento, onde ressalta-se que o laboratório (LEM/UnB) não possui reservatório. Foram utilizadas as informações constantes nas contas de água (Tabela 6) e avaliado o atendimento para uso de acordo com os requisitos constantes na ABNT NBR 15900-1:2009.

Tabela 6 - Dados referentes a qualidade da água distribuída na região a Asa Norte, Brasília/DF, informados pela CAESB - Companhia de Saneamento Ambiental do Distrito Federal.

Qualidade da água distribuída	Parâmetros/Nº amostras	Turbidez	Cor	Cloro	Flúor	Colif. totais	Escherichia coli
	Mínimo exigido	671	153	671	0	671	671
Realizadas	703	402	702	0	703	703	
Que atenderam a legislação	694	395	693	0	687	702	
Conclusão	Amostras atenderam						

Uma amostra da água do LEM/UnB foi coletada para análise no laboratório de águas da Universidade de Brasília (PTARH/UnB) para obtenção da caracterização da água que será utilizada no desenvolvimento da pesquisa.

### 3.1.1.3 Fibras Kraft

As fibras kraft utilizadas para o desenvolvimento dessa pesquisa são provenientes de um processo denominado de reciclagem das embalagens utilizadas para ensacar cimento, através do processo de dispersão aquosa do papel kraft. Optou-se por utilizar apenas as embalagens de cimento, recolhidas em obra e de um mesmo lote, com o intuito de reduzir as variáveis, e mantendo assim uma padronização.

As etapas para o processo de reciclagem das embalagens de cimento Portland foram realizadas conforme descrito por Alves (2016) e Buson et al. (2016) e são demonstradas na Figura 20. O processo de obtenção das fibras kraft foi realizado no Laboratório de Construção da Faculdade de Arquitetura e Urbanismo da Universidade de Brasília (LABCON/UnB).



Figura 20 – Fluxograma das etapas do processo de reciclagem das embalagens de cimento Portland (ALVES, 2016).

O processo de reciclagem das embalagens ocorre a partir de uma dispersão aquosa do papel kraft, conforme as etapas descritas na Figura 20. Esse processo consiste na coleta das embalagens em canteiro de obras, onde após a utilização do cimento acondicionado essas são separadas para serem coletadas; uma limpeza prévia das embalagens para remover restos de material como cimento hidratado que pode estar na embalagem e acabar danificando o equipamento Figura 21 (a); fragmentação do papel em pedaços menores para facilitar o processo de dispersão; imersão do papel em água e agitação mecânica Figura 21 (c); obtenção da fibra; retirada do excesso de água da polpa obtida com auxílio de uma peneira; dispersão das fibras em um cortador de pequenos galhos utilizados em serviços de jardinagem Figura 21 (d), pois estas saem aglomeradas; exposição da fibra em ambiente natural para que sequem Figura 21 (e) e sejam armazenadas até o momento de sua utilização.



Figura 21 - Processo de lavagem das embalagens para retirada de partículas de cimento (a); Equipamento utilizado na dispersão das fibras kraft (b); Agitação em tanque com água das embalagens para obtenção da polpa celulósica (c); Processo de dispersão das fibras após retirada excesso de água (d); Fibras em processo de secagem para armazenamento (e).

Após a realização da secagem se obtém a fibra kraft pronta para uso, a qual foi armazenada em sacos plásticos. O aspecto da fibra kraft obtida pode ser visto na Figura 22.



Figura 22 - Aspecto macroscópico da fibra kraft seca armazenada para utilização na produção das pastas.

Ressalta-se que no processo de reciclagem as embalagens de um saco de cimento Portland de 50 Kg geram aproximadamente 150 g de fibras dispersas. Essas embalagens são de papel kraft multifoliado, as quais contém duas folhas, podendo ter gramatura de 80 g/m<sup>2</sup> a 90 g/m<sup>2</sup> (TAVES et al., 2001).

Para caracterizar quimicamente a fibra kraft foi realizado o ensaio de fluorescência de raios-X na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília (CAIQ/UnB). Este ensaio permite quantificar os elementos químicos presentes na amostra.

Para a realização do ensaio foi necessário separar 8,0 g de fibra kraft e realizar um pastilhamento desta com o auxílio da prensa hidráulica da marca Specac de até 1000 ton, utilizada para preparar amostras para a análise espectroscopia de infravermelho. A fibra pastilhada (1,2 cm de diâmetro) pode ser vista na Figura 23.



Figura 23 – Aspecto visual da fibra kraft pastilhada com o auxílio de uma prensa hidráulica para o ensaio de espectroscopia de fluorescência de raios-X

### **3.1.2 ETAPA II: PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS**

Neste item são descritas as etapas para a produção das pastas de referência e com adição de fibras kraft produzidas para a realização dos ensaios dos compósitos.

As pastas utilizadas na pesquisa foram produzidas no Laboratório de Ensaio de Materiais da Universidade de Brasília, LEM/UnB. Foram produzidas pastas de referência e pastas com adição de fibras kraft.

O teor de adição de fibra kraft adotado para a produção das pastas foi determinado de acordo com trabalho realizado por Santana (2015), o qual avaliou os teores de adição de fibras kraft de 1,0% até 5% e obteve melhores resultados para o menor teor utilizado. Desta forma, nesta pesquisa foi adotado o teor de 1,0% de fibra kraft e outro teor inferior a esse, sendo de 0,5%. Para o estudo do efeito da adição de fibras kraft no processo de hidratação do cimento Portland também foram utilizadas pastas com teor de 3,0% de fibra. As adições de fibra são em relação à massa de cimento Portland, e os traços utilizados podem ser vistos na Tabela 7.

Tabela 7 - Traços utilizados na produção das pastas para os ensaios da pesquisa.

<b>Amostras</b>	<b>Relação a/c</b>	<b>Água (g)</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Fibra (g)</b>		
<b>Referência</b>	0,40	400	1000	-		
	0,45	450				
	0,50	500				
<b>0,5% fibra kraft</b>	0,40	400		1000	5	
	0,45	450				
	0,50	500				
<b>1,0% fibra kraft</b>	0,40	400			1000	10
	0,45	450				
	0,50	500				
<b>3,0% fibra kraft</b>	0,40	400	1000			30
	0,45	450				
	0,50	500				

Para a produção das pastas foram atendidas as recomendações descritas na ABNT NBR 16606:2018. Para as pastas com adição de fibras kraft o processo de mistura foi realizado conforme descrito na norma, destacando-se apenas o momento de inserção das fibras, onde esta foi inserida nos 30 s iniciais com a mistura realizada em velocidade lenta.

Após o procedimento de mistura, as pastas frescas foram acondicionadas em moldes plásticos descartáveis de volume de 50 ml, conforme Figura 24, para evitar a utilização de produtos desmoldantes e a consequente contaminação das amostras.



Figura 24 – Amostras pastas sem e com adição de fibras no estado fresco acondicionadas em moldes plásticos.

Posterior a moldagem, as pastas ficaram em repouso em uma bancada protegidos com uma placa de vidro colocada por cima das amostras com o intuito de minimizar a perda de água da pasta para o meio ambiente e após as 24 horas iniciais, estes foram levados para a câmara úmida onde permaneceram em cura, submersos em água saturada de cal até a data de cada ensaio dessa pesquisa.

### **3.1.3 ETAPA III – AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DAS FIBRAS KRAFT EM DIFERENTES MEIOS ALCALINOS**

Esta etapa do estudo possui como objetivo, avaliar com o auxílio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise de energia dispersiva (EDS), o efeito que uma solução alcalina exerce sobre a fibra kraft, simulando assim o ambiente agressivo, no qual as fibras estão submetidas dentro da matriz cimentícia.

O ensaio de Microscopia eletrônica de varredura para as idades de 01 e 03 dias foi realizado no Laboratório de Microscopia e Microanálise LMM/UnB do Instituto de Ciências Biológicas no equipamento JEOL JSM 7001F, assim como a análise de energia dispersiva (EDS). As imagens foram obtidas sob tensão de aceleração de 15 kV. Para a idade de 365 dias e devido as condições da pandemia o ensaio não pôde ser realizado no mesmo laboratório, sendo este realizado no Laboratório de Micropaleontologia (LabMicro/UnB) no Instituto de Geociências no equipamento JEOL NEOSCOPE JCM-5000 com aceleração de 10 kV.

Esse estudo consiste na imersão de 300 g de fibra kraft em 01 litro de solução alcalina, sendo estas soluções de, hidróxido de sódio (pH 11), hidróxido de cálcio (pH 12) e água deionizada (pH 8,3), esta última consiste em uma comparação com as demais soluções. As soluções foram preparadas com água deionizada, sódio e soda cáustica. As concentrações das soluções foram calculadas para 01 litro de água, sabendo a massa molar dos elementos e de acordo com o pH desejado, foi obtida a quantidade em massa de sódio (0,04 g) e soda cáustica (0,37 g).

As soluções foram mantidas cobertas e para cada idade de ensaio foi determinado o pH da solução com o auxílio de um medidor de pH. As soluções que não mantiveram o valor inicial de pH foram substituídas. As fibras permanecem imersas nessas soluções até as idades de ensaio de microscopia eletrônica de varredura de 01, 03 e 365 dias, idades nas quais foi possível realizar o ensaio devido a pandemia covid (Figura 25).



Figura 25 – Imagem das fibras kraft imersas nas soluções preparadas com água deionizada, hidróxido de sódio e hidróxido de cálcio antes de serem fechadas e mantidas até a data de realização do MEV.

Ao atingir a idade de ensaio determinada, as amostras foram retiradas das soluções, lavadas em água corrente e secas ao ar livre por um período de 24 horas, posteriormente foram encaminhadas para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura.

Para a realização do ensaio foi necessário um preparo prévio, o qual consiste na fixação da amostra a ser analisada nos stubs (porta-amostra) e posteriormente realizou-se a metalização das amostras para torná-las condutora (Figura 26). A metalização das amostras foi realizada no Laboratório de Microscopia e Microanálise (LMM/UnB), o qual utilizou o ouro como superfície condutora e no Laboratório de Microsonda Eletrônica (LME/UnB) a

metalização foi realizada com carbono. Após serem metalizadas as amostras foram inseridas no equipamento para a realização do ensaio.

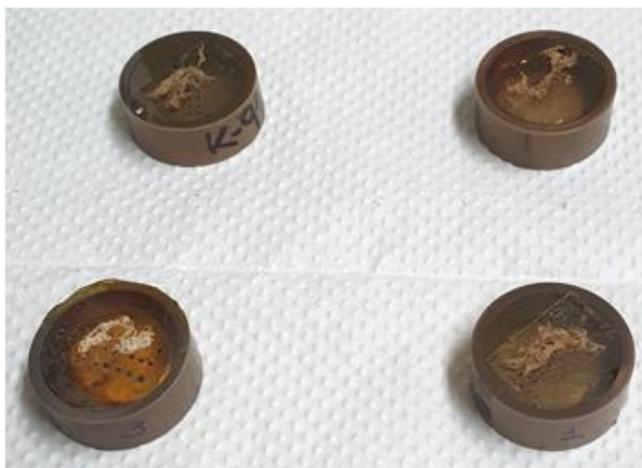


Figura 26 - Amostras de fibras kraft fixadas nos stubs para serem metalizadas e encaminhadas para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura.

A técnica de microscopia eletrônica de varredura será utilizada para verificar possíveis modificações na estrutura da fibra e a ocorrência de processos de degradação, uma vez que Tolêdo Filho, et al. (2000), cita que a fragilização das fibras pode ser associada principalmente com a sua mineralização devido à migração de produtos de hidratação para o interior da fibra, em especial o hidróxido de cálcio.

Além do exposto, Savastano (2000) chama atenção para a elevada alcalinidade da água presente nos poros da matriz de cimento Portland, pH superior a 13, onde esta é uma das principais razões para uma rápida degradação das fibras. A região da matriz em torno da fibra (zona de transição) é caracterizada pela elevada porosidade, permitindo acúmulo de água, e pela presença de grandes quantidades de hidróxido de cálcio, propiciando elevada alcalinidade.

#### **3.1.4 ETAPA IV - CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS**

Neste item são abordados os ensaios realizados para o entendimento do comportamento das pastas cimentícias com adição de fibra kraft. Foram realizados ensaios microestruturais

de avaliação da evolução da temperatura em pastas, difração de raios-X, termogravimetria, microscopia eletrônica de varredura e tomografia.

#### ***3.1.4.1 Estudo do efeito das fibras kraft no processo de hidratação do cimento Portland***

Nos materiais cimentícios com adição de fibras vegetais, como a fibra kraft, uma das preocupações é referente a durabilidade do material, pois envolve a incompatibilidade da matriz frágil com a fibra vegetal.

O processo de hidratação do cimento Portland consiste em uma reação exotérmica com liberação de calor, logo, ao medir o total de calor liberado ao longo do tempo, pode-se observar o comportamento de hidratação do cimento. De acordo com Lima (2009), esse consiste em um método de avaliação da compatibilidade entre a matriz cimentícia e a fibra vegetal.

De acordo com o exposto, a alteração de temperatura durante o processo de hidratação das pastas foi avaliado, com o objetivo de identificar as variações na cinética de hidratação das pastas devido a adição de fibras kraft, uma vez que materiais lignocelulósicos como a hemicelulose, amidos, açúcares, fenóis e outros extrativos podem inibir a reação de hidratação do cimento (CECHIN, 2017).

O ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaio de Materiais da Universidade de Brasília (LEM/UnB). Para a realização do ensaio, as amostras foram armazenadas em recipientes de alumínio (latas) com os termopares já fixados e posicionados de forma centralizada, com o auxílio de uma madeira na parte superior para guiar o cabo, onde os recipientes foram acondicionados em protetores térmicos individuais de isopor (Figura 27 (b)) e posteriormente colocados em caixa de isopor fechada para evitar interferências do ambiente externo (Figura 27 (a)). Cada cabo atravessou a tampa da caixa e foi inserido na amostra dentro das caixas de isopor, onde permaneceram nesse sistema até o término do ensaio.



(a)



(b)

Figura 27 – Sistema coletor de dados e caixa térmica acoplada com as amostras de ensaio para realização do teste de inibição fibra/cimento (a). Vista interna da caixa de isopor, detalhe de como as amostras são armazenadas (b).

O monitoramento experimental da alteração de temperatura foi realizado ao longo do período de hidratação para cada pasta em um sistema semi-adiabático, ou seja, que não permite troca de calor com o meio ambiente. O monitoramento foi realizado com a utilização de termopares tipo K conectados ao receptor de sinais, *datalog* da marca PICO modelo TC-08, no qual os dados são convertidos em valores de temperatura e salvos no computador, no software PicoLog Recorder, conforme descrito por Santana (2018).

Este estudo foi realizado com a pasta no estado fresco e com duas amostras para cada variável, sendo estas o teor de adição de fibras kraft (0%; 0,5%; 1,0% e 3,0%), com o objetivo de verificar se os polissacarídeos presentes nas fibras podem estar retardando a pega e se ao aumentar o teor de fibra esse retardo é maior. Outra variável do estudo consiste em analisar a evolução da temperatura das amostras com diferentes relações água/cimento (0,40; 0,45 e 0,50), pois de acordo com Zucco (1999) e Stancato (2006) pode ocorrer uma incompatibilidade a partir da água de amassamento, a qual solubiliza os açúcares presente nas fibras, entre outros inibidores e em contato com o cimento inibe a pega. Desta forma, ao aumentar o teor de fibras tem-se o objetivo de verificar se ocorrem mudanças no comportamento térmico.

Os dados de temperatura das amostras foram coletados em intervalos de 1 min, sendo o ensaio iniciado logo após o preparo das pastas e finalizado com aproximadamente 48 horas.

Para avaliar a compatibilidade da fibra kraft com o cimento, utilizou-se o método de Weatherwax e Tarkow (1964); Molesmi, Garcia e Hofstrand (1982) que utiliza a Equação 1, a qual consiste em mensurar a evolução da temperatura da mistura cimento/fibra kraft durante as primeiras 24 horas. O resultado do monitoramento da temperatura é utilizado como parâmetro para determinar índices de inibição de pega e endurecimento do cimento com a fibra kraft.

Equação 1 - Equação para o cálculo do índice de inibição desenvolvida por Weatherwax e Tarkow (1964) e adaptada por Molesmi, Garcia e Hofstrand (1982).

$$I (\%) = \left[ \frac{(T_{cim} - T_m)}{T_{cim}} \cdot \frac{(H_m - H_{cim})}{H_{cim}} \cdot \frac{(S_{cim} - S_m)}{S_{cim}} \right] \times 100 \quad (4.1)$$

Onde  $T_{cim}$  é a temperatura máxima da mistura de cimento/água ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $T_m$  é a temperatura máxima da mistura fibra/cimento/água ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $H_m$  é o tempo para atingir a temperatura máxima na mistura de fibra/cimento/água (h),  $H_{cim}$  é o tempo para atingir a temperatura máxima no cimento/água (h),  $S_{cim}$  é o aumento máximo de temperatura da curva na mistura cimento/água ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}$ ), e  $S_m$  é o incremento máximo de temperatura da curva na mistura de fibra/cimento/água ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}$ ).

Para classificar a inibição foram utilizados os critérios de Okino et al. (2004), conforme Tabela 8, a qual classifica o material lignocelulósico de acordo com índice de inibição calculado. A mistura ideal deve atingir a temperatura máxima em menor tempo, com máximo incremento (OKINO et al., 2004).

Tabela 8 - Classificação de Okino et al. (2004) para o material lignocelulósico de acordo com o índice de inibição calculado.

<b>Índice de inibição – I (%)</b>	<b>Classificação</b>
<b>I &lt; 10</b>	Baixa inibição
<b>10 &lt; I ≤ 50</b>	Média inibição
<b>50 &lt; I ≤ 100</b>	Alta inibição
<b>I &gt; 100</b>	Inibição extrema

### 3.1.4.2 Difração de raios-X

Dentre as várias técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos, destaca-se a técnica de difração de raios-X, a qual consiste em uma análise qualitativa,

onde esta é utilizada para a identificação dos picos dos materiais cristalinos, os quais são posteriormente classificados com o auxílio de uma biblioteca digital, a qual possui o pico de diversos materiais.

O ensaio de difração de raios-X foi realizado no Laboratório de Difractometria de Raios-X, no Instituto de Geociências da Universidade de Brasília, no equipamento Goniometer Ultima IV, da marca Rigaku com tubo de cobre e filtro de níquel, com tensão de 30 kV e amperagem de 15 mA, sua varredura foi de 2° a 70° com 2° por minuto

Nesta análise foram utilizadas amostras de referência e amostras com adição de fibras kraft no teores de 0,5% e 1,0% com relação a/c de 0,5 para a idade de 91 dias, onde foram utilizados aproximadamente 04 gramas do material para cada análise realizada.

Para a realização da difração de raios-X foi necessário preparar as amostras antes. A primeira etapa consiste em seccionar os corpos de prova (Figura 28), posteriormente a amostra foi colocada em um almofariz para que se transforme em um pó bem fino, de granulometria passante na peneira de número 200 ASTM C117-17 (0,075 mm). Essa amostra foi levada ao laboratório onde foi colocada na lâmina para a realização do ensaio e obtenção do difratograma.



(a)

(b)

Figura 28 – Corpo de prova da pasta com adição de fibra kraft na dimensão de 40 mm (altura) x 45 mm (diâmetro) (a). Imagem do corpo de prova seccionado para retirada da parte interna para realização do ensaio de difração de raios-X (b).

Para que o ensaio fosse realizado na idade desejada de 91 dias, foi necessário paralisar a hidratação do cimento Portland. Este procedimento foi realizado a partir da imersão da amostra em álcool isopropílico durante 24 horas, com posterior secagem em estufa a 60°C

durante 24 horas, conforme descrito por Quarcioni (2008); Kirchheim, et al. (2010); Galvão (2011) e utilizado por Andrade (2017). Após esse processo, os fragmentos das amostras foram mantidos em sacos plásticos fechados com sílica gel e cal sodada para evitar o ingresso de umidade até a realização do ensaio.

Essa técnica foi empregada nessa pesquisa para identificação das fases cristalinas das pastas de cimento e para uma análise da possível interferência da fibra kraft nos produtos de hidratação do cimento Portland, pois produtos como o hidróxido de cálcio podem migrar para as estruturas da fibra kraft e gerar o processo de mineralização da fibra.

### **3.1.4.3 Análise termogravimétrica**

As análises térmicas consistem em uma técnica utilizada para medição de massa de uma amostra submetida a variações de temperatura em função do tempo, e são utilizadas para estudar as transformações que ocorrem durante o aquecimento do material, sendo estas específicas de cada fase.

A análise termogravimétrica foi realizada na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília (CAIQ/UnB), no analisador termogravimétrico de marca Shimadzu, modelo DTG-60H. Os parâmetros de ensaio foram: tipo de amostra em pó, taxa de aquecimento de 10 °C/min, temperatura inicial de 35°C, temperatura máxima de 1000°C, em cadinho de platina. O aquecimento foi realizado sob atmosfera de nitrogênio ( $N_2$ ) com fluxo de 30 ml/min e massa da amostra analisada de aproximadamente 10 mg.

O ensaio foi realizado para as pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% , com relação a/c de 0,50, para as idades de: 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias e foi necessário preparar a amostra antes das análises. O preparo das amostras para a realização deste ensaio foi o mesmo utilizado para o ensaio de difração de raios-X, onde também foi necessário paralisar a hidratação do cimento. Com o material já em pó, este foi inserido em um eppendorf e encaminhado para o laboratório.

Ao avaliar a massa perdida em função da temperatura da amostra, tem-se a curva de TG, essa curva pode ser derivada em função da temperatura, para obtenção da curva de DTG,

que mostra a diferença de perda de massa em cada temperatura. Através das curvas termogravimétricas, é possível identificar eventos térmicos que ocorrem no material e quantificar a perda de massa desse evento. Conforme explicado por Sousa (2019), a curva de TG permite identificar a perda de massa em um intervalo, já a curva de DTG possibilita encontrar com precisão o intervalo de temperatura em que ocorre o evento térmico.

A análise termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG) foram utilizadas para avaliar a perda de massa, em função do aumento da temperatura, e a natureza dos produtos de hidratação dos compósitos com adição de fibras kraft. A técnica também foi utilizada para avaliar a influência das fibras kraft na matriz cimentícia, pois esta permite acompanhar o processo de hidratação do cimento ao longo do tempo e calcular o grau de inibição da fibra sobre o cimento a partir do teor de hidróxido de cálcio ou portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , (CH)) presente na pasta (CASTRO, 2021), uma vez que a fibra kraft pode reagir com o CH formado pela hidratação do cimento Portland e interferir nas propriedades físicas e mecânicas do compósito.

O teor CH será calculado pela perda de massa ocasionada pela decomposição do hidróxido de cálcio:  $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$ . Conhecendo a massa molar desses elementos e pela Equação 4.1, determina-se o teor de CH do compósito (RAABE, 2019).

$$\text{Teor de CH} = \frac{74}{18} \times L_1 \quad (4.1)$$

Onde,  $L_1$  representa a perda de massa da decomposição do hidróxido de cálcio obtido nas curvas TG / DTG.

#### **3.1.4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) consiste em uma técnica eficiente de microanálise, permitindo a observação de imagens de sólidos não transparente a elétrons, através da geração de imagens ampliadas, tridimensional e de alta resolução, podendo ser utilizada juntamente com espectrômetro de dispersão de energia (EDS - *Energy-Dispersive X-Ray Spectrometry*), o qual possibilita a obtenção do espectro inteiro de raios-X,

permitindo a obtenção de dados quantitativos dos constituintes da amostra, conforme explicado por Goldstein et al. (2018).

O ensaio foi realizado no Laboratório de Microscopia e Microanálise LMM/UnB do Instituto de Ciências Biológicas no equipamento JEOL JSM 7001F. O MEV foi realizado nas idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias para as pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,00%, com relação a/c 0,50. As observações foram realizadas sob tensão de aceleração de 15 kV. Os diferentes teores de fibra foram utilizados para verificar a sua distribuição na matriz cimentícia.

Com o intuito de observar a forma como a microestrutura evolui ao longo do tempo durante o processo de hidratação, é necessário interromper o processo de hidratação, removendo a água livre. Mesmo para amostras endurecidas, a água livre deve ser removida antes de expor as amostras ao alto vácuo da câmara do microscópio ou como um primeiro passo no processo de polimento (SCRIVENER et al., 2016).

Desta forma para o ensaio de MEV foi necessário paralisar a hidratação do cimento. Para este procedimento, foi utilizada a mesma metodologia de paralisação descrita para o ensaio de difração de raios-X, o qual consiste na imersão do material em álcool isopropílico durante 24 horas, após esse período a amostra é levada a estufa por 24 horas a uma temperatura de 60°C (QUARCIONI (2008); KIRCHHEIM, et al. (2010); GALVÃO (2011); ANDRADE (2017)). As amostras são guardadas em sacos plásticos com sílica gel e cal sodada para evitar o ingresso de umidade até a realização do ensaio.

Após o processo de paralisação da hidratação, as amostras passaram por um processo de preparo para a realização da microscopia eletrônica de varredura, o qual consiste em:

- 1- Fraturar as amostras com auxílio de uma marreta em tamanho compatível com o porta amostra e retirar a parte externa da amostra, selecionando o centro para evitar contaminação;
- 2- Fixação do material no porta-amostra com auxílio de fita dupla face;
- 3- Metalização das amostras com ouro, para torná-las condutora, permitindo a obtenção de imagens com uma boa resolução;
- 4- Inserção do porta-amostra no MEV para a realização do ensaio.

Neste estudo, a técnica de microscopia eletrônica de varredura foi utilizada aliada com a espectrometria de energia dispersiva (EDS), com o intuito de verificar a distribuição e dispersão das fibras, assim como visualizar a zona de transição entre a fibra kraft e a matriz cimentícia, uma vez que essa região pode apresentar uma porosidade elevada, pois está permite o acúmulo de água e uma maior concentração de hidróxido de cálcio na cavidade central, paredes e vazios da fibra, caracterizando o fenômeno de mineralização das fibras, o qual influência nas propriedades finais do compósito e verificar a natureza química dos elementos presentes na amostra, bem como realizar medida da largura das fibras.

#### **3.1.4.5 Tomografia**

A análise de tomografia foi realizada no departamento de odontologia do Hospital Universitário de Brasília (HUB). Assim como a microtomografia a tomografia é uma técnica não destrutiva, a qual consiste na aquisição de imagens a partir da projeção de raios-X em diferentes ângulos ao redor de uma amostra. Onde matematicamente esse conjunto de imagens é convertido em seções que representam uma imagem tridimensional. O ensaio de tomografia permite a reconstrução tridimensional da amostra e revela detalhes sobre as formas e composição das estruturas internas do material, mas diferentemente, a microtomografia é utilizada para análises de pequenos materiais, o que torna o seu custo menor.

A microtomografia permite a reconstrução da amostra a partir da escolha de parâmetros, recriando uma imagem de qualidade mais apurada, onde os parâmetros podem ser ajustados manualmente, sendo possível visualizar apenas matriz cimentícia ou se preferir só as fibras, além de fornecer a visualização do compósito como um todo. A microtomografia permite avaliar quantitativamente e qualitativamente o volume e a distribuição de espessura de poros e fibras, e sua distribuição dentro do material.

Para o ensaio de tomografia foram utilizados os corpos de prova cilíndricos moldados de dimensões de 40 mm (altura) x 45 mm (diâmetro) e corpos de prova de 55 mm (altura) x 45 mm (diâmetro). Estes foram ensaiados na idade de 365 dias. O ensaio não exige um preparo da amostra, uma vez que esta é apenas inserida no aparelho conforme Figura 29.

Para a realização do ensaio foi necessário apenas um corpo de prova de cada variável, referência (sem fibra kraft), adição de fibras nos teores de 0,5% e 1,0%.



Figura 29 – Corpo de prova posicionado no equipamento de tomografia de marca *I-CAT*, para a realização do ensaio e obtenção das imagens.

A radiação, energia usada na tomografia, é produzida pelo tomógrafo e emitida enquanto o conjunto formado por tubo de raio-X e detectores gira em torno do material. O detector de fótons fica posicionado oposto ao tubo, por onde saem os feixes de raios-X. Após atravessar a amostra analisada, a radiação é captada, em forma de fótons, pelos detectores, onde são convertidos em sinal analógico enviado para o computador, que com o auxílio do software I-CAT NG (Imaging Sciences International, Inc, Hatfield, PA; 120 kVp, 3-8 mA) converte esse sinal em digital e gera a imagem. Os cortes frontais e superiores foram obtidos de acordo com o seguinte protocolo: tamanho do voxel de 0,125 mm , campo de visão de 8 cm (FOV), 26,9 s para aquisição. As imagens foram analisadas usando o software Xoran fornecido pelo dispositivo CBCT.

As imagens são geradas e trabalhadas pelo equipamento, possibilitando a visualização de variações de tons pela diferença de densidade de cada material presente na pasta

(CHRIST, 2014), onde tons mais escuros apresentam menor densidade, pois absorvem menos radiação.

A técnica de tomografia foi realizada com o intuito de avaliar a estrutura interna do compósito, com a obtenção de dados referentes à porosidade e a distribuição espacial das fibras kraft dentro da matriz cimentícia. Uma má distribuição das fibras na matriz pode interferir nas propriedades mecânicas do compósito e demonstrar uma ineficiência do processo de moldagem das pastas.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

São apresentados e discutidos os resultados obtidos no programa experimental, onde foram realizados ensaios de caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, avaliação das fibras em diferentes meios alcalinos e a caracterização dos compósitos.

### **4.1 ETAPA I – MATERIAIS CONSTITUINTES**

Neste item são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios de caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, com o objetivo de conhecer sua composição química e auxiliar no entendimento do seu comportamento e influência nos compósitos.

#### **4.1.1 Cimento Portland**

Na pesquisa foi utilizado o Cimento Portland CP I – 40, sem adições, produzido pelo grupo Votorantim Cimentos, para que seja possível verificar o seu comportamento com as fibras kraft, sem interferência das adições.

Na Tabela 9, são apresentados os resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão, tempo de início e fim de pega e determinação da pasta de consistência normal.

Os resultados e limites normativos de resistência à compressão expressos na Tabela 9 são referentes à média dos valores obtidos a partir da ruptura de quatro corpos de prova para cada idade, conforme estabelecido por norma. Os resultados individuais do ensaio de resistência à compressão para os corpos de prova e o desvio relativo máximo são apresentados no Apêndice A.

Tabela 9 - Resultados obtidos nos ensaios de caracterização das propriedades físicas do Cimento Portland CP I e os respectivos valores normativos exigidos.

Propriedades		Método de ensaio	Resultado	Limites
<b>Tempo de pega</b>	Início de pega (h)	ABNT NBR	02:10	$\geq 1$
	Fim de pega (h)	16607:2018	03:15	$\leq 10$
<b>Determinação da pasta de consistência normal</b>	Quantidade de água (g)	ABNT NBR	138	-
	Consistência (mm)	16606:2018	6	$6 \pm 1$
<b>Resistência à compressão</b>	3 dias (MPa)	ABNT NBR	24,28	$\geq 15,0$
	7 dias (MPa)	7215:1996*	29,24	$\geq 25,0$
	28 dias (MPa)		40,02	$\geq 40,0$

\*A Norma ABNT NBR 7215:1996 foi atualizada em 2019, porém os ensaios da pesquisa foram realizados com a norma antiga, e os mesmos não foram prejudicados pelas alterações.

Diante da tabela apresentada, observa-se que no ensaio para verificação do tempo de início e fim de pega os requisitos normativos foram atendidos. No ensaio de determinação da pasta de consistência normal foi obtido o teor de água de 27,6%, o que equivale a 138 g de água, e a consistência obtida foi de 6 mm que está de acordo com o exigido por norma. Os valores obtidos no ensaio de resistência à compressão, nas três idades, estão dentro dos valores exigidos pela norma para este tipo de cimento. Ressalta-se que o ganho de resistência da idade de 3 a 7 dias foi de 4,96 MPa e de 7 a 28 dias esse ganho foi de 10,78 MPa.

Na Tabela 10, são apresentados os resultados de caracterização físico-química do cimento Portland CP I, obtidos nos ensaios espectroscopia por fluorescência de raios-X, superfície específica BET e massa específica.

Tabela 10 – Resultados obtidos nos ensaios de espectroscopia por fluorescência de raios-X, massa específica e superfície específica BET para o cimento Portland CP I.

Propriedades	Método de ensaio	Resultados	Limite*	
Composição química	ABNT NBR 14656:2001	SiO <sub>2</sub> (%)	16,25	-
		CaO (%)	67,23	-
		MgO (%)	3,71	≤ 6,5%
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	4,05	-
		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	4,03	-
		K <sub>2</sub> O (%)	0,64	-
		SO <sub>3</sub> (%)	3,52	≤ 4,5%
		TiO <sub>2</sub> (%)	0,24	-
		SrO (%)	0,19	-
		Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,07	-
		MnO	0,06	-
		ZrO <sub>2</sub>	0,02	-
		Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	ASTM C1069:2014	3,32
Área específica B.E.T. (m <sup>2</sup> /g)	ASTM C1069:2014	2,86	-	

A partir dos resultados obtidos no ensaio de fluorescência de raios-X, foram verificados o atendimento aos requisitos normativos, onde verificou-se que o cimento Portland utilizado atende aos limites estabelecidos pela ABNT NBR 16697:2018 para o óxido de magnésio ( $\leq 6,5$ ), e trióxido de enxofre ( $\leq 4,5$ ).

Os dados referentes aos ensaios de massa específica, superfície específica BET e granulometria a laser foram caracterizados por Sousa (2019) na Universidade de Brasília, o qual utilizou a mesma marca e lote de cimento Portland CP I dessa pesquisa.

#### 4.1.2 Granulometria a laser

A distribuição granulométrica do cimento Portland CP I obtida pelo ensaio de granulometria a laser é apresentada na Figura 30.

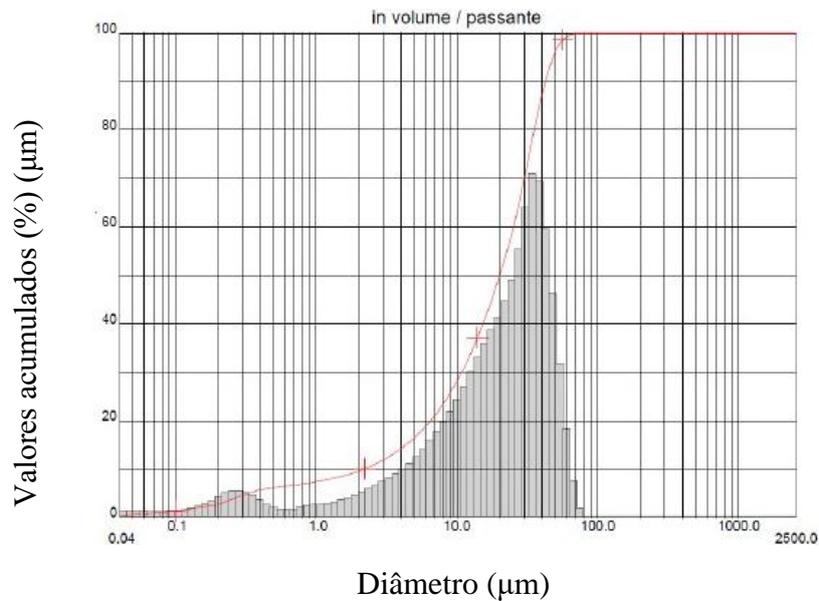


Figura 30 - Curva de distribuição granulométrica obtida no ensaio de granulometria a laser para o cimento Portland CP I (SOUSA, 2019).

O histograma apresenta a distribuição granulométrica em função do diâmetro dos grãos, possibilitando conhecer a uniformidade das partículas, quanto menos picos no histograma, mais uniforme é o material. Desta forma, o histograma apresentado possui dois picos, caracterizando um material com boa uniformidade e diâmetro de 0,04 µm a 80 µm. A curva representa a porcentagem acumulativa, a qual apresenta o mesmo comportamento do histograma.

No ensaio de granulometria a laser também foram obtidos os diâmetros máximos para o cimento Portland CP I, o qual pode ser visto na Tabela 11.

Tabela 11 – Diâmetros obtidos no ensaio de granulometria a laser para o cimento Portland CP I.

	D10	2,19
<b>Diâmetro (µm)</b>	D50	20,17
	D90	42,60

Na Tabela 11, foram apresentados os resultados do ensaio de granulometria a laser, o qual permitiu a obtenção dos diâmetros de partículas D10, D50 e D90, onde nota-se que 90% das partículas possuem diâmetro inferior a 42,60 µm e o diâmetro D50 de 20,17 µm.

### 4.1.3 Difração de raios-X (DRX)

Como resultado da difração de raios-X, obtém-se um difratograma que apresenta as principais fases cristalinas presentes na amostra, como pode ser visto na Figura 31 e na Tabela 12, são apresentados os principais produtos identificados e a nomenclatura, utilizada na química do cimento, adotada na identificação do difratograma.

Tabela 12 – Produtos identificados no difratograma e suas respectivas nomenclaturas.

Composto	Fórmula química	Legenda
Silicato de Cálcio (Belita)	$\text{Ca}_2\text{SiO}_4$	<b>B</b>
Silicato de Cálcio (Alita)	$\text{Ca}_3\text{SiO}_5$	<b>A</b>
Ferrita de cálcio/ Srebrodolskita	$\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$	<b>F</b>
Óxido de alumínio e cálcio hidróxido hidratado	$\text{Ca}_6\text{Al}_2\text{O}_6(\text{OH})_6 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$	<b>O</b>

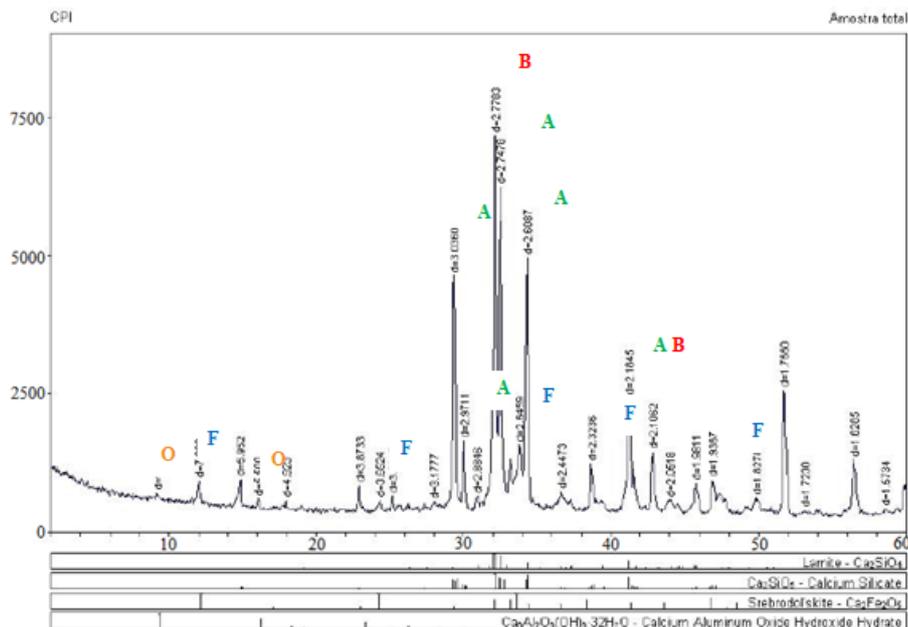


Figura 31 - Difratograma obtido no ensaio de difração de raios-X para o cimento Portland CPI (adaptado de Sousa, 2019).

A partir do difratograma obtido, observam-se picos com maiores intensidades e frequência que são referentes à alita e belita. Foram verificados, em menor intensidade e frequência, picos referentes à ferrita de cálcio, óxido de alumínio e cálcio hidróxido hidratado.

A Alita ( $\text{C}_3\text{S}$ , Silicato tricálcico) tem aspecto de um cristal hexagonal, e reage rapidamente com a água, sendo responsável pelo ganho da resistência mecânica nos primeiros 28 dias.

Já a Belita (silicato dicálcico,  $C_2S$ ) é menos reativa, mas contribui para as resistências acima de 28 dias (MEHTA e MONTEIRO, 1994). Na hidratação, a alita e a belita formam o silicato hidratado de cálcio (C-S-H) e o hidróxido de cálcio ( $Ca(OH)_2$ ).

#### 4.1.4 Água

A água do LEM/UnB utilizada na pesquisa não é uma água armazenada, esta é fornecida diretamente pela rede de distribuição da CAESB, sendo assim, os resultados obtidos nos ensaios de análise da água são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 – Resultados obtidos nos ensaios para caracterização da água do LEM/UnB.

<b>Parâmetro</b>	<b>Valor obtido</b>	<b>VPM*</b>	<b>Norma</b>
<b>Turbidez</b>	0,92 UTN	5,0 UTN	Ministério da Saúde
<b>pH</b>	6,58	< 6,0 ou pH > 9,0	Portaria 518
<b>Salinidade</b>	0,0%	< 0,50%	CONAMA 274
<b>Condutividade</b>	19,8 mS/cm	-	-
<b>Ferro</b>	0,01	2,4	Ministério da Saúde Portaria 2.914

\*Valor máximo permitido

A água ensaiada não apresenta ferro na forma iônica e possui uma baixa condutividade (19,8 mS/cm). De acordo com os ensaios realizados, não foram observadas substâncias indesejadas na água e os parâmetros avaliados atendem os requisitos normativos, possibilitando assim a sua utilização na pesquisa para o preparo das pastas cimentícias.

De acordo com a ABNT NBR 15900-1:2009, a água para amassamento do concreto fornecida pela rede pública de abastecimento não necessita ser ensaiada.

#### 4.1.5 Fibra kraft

Na Tabela 14, são apresentados os resultados do ensaio de fluorescência de raios-x (EDX), utilizado para determinar os principais elementos químicos presentes na fibra kraft.

Tabela 14 - Análise química quantitativa por espectroscopia de fluorescência de raios-X (EDX) da fibra kraft, teor em massa (%).

	<b>Propriedades</b>	<b>Resultados</b>
<b>Composição química</b>	Cálcio - Ca (%)	60,82
	Ferro - Fe (%)	15,60
	Silício - Si (%)	8,73
	Alumínio - Al (%)	5,73
	Enxofre - S (%)	2,75
	Titânio - Ti (%)	2,38
	Potássio - K (%)	1,48
	Manganês - Mn (%)	0,83
	Estrôncio - Sr (%)	0,77
	Bromo - Br (%)	0,46
	Cobre - Cu (%)	0,42

De acordo com a Tabela 14, o elemento presente na polpa celulósica (fibra kraft) com maior concentração é o cálcio, que representa 60,82% em massa e posteriormente encontra-se o ferro com 15,60% em massa. Karade, Irlle e Maher (2006), destacam que o cálcio, assim como, o potássio podem afetar a hidratação inicial do cimento Portland, ocasionando um retardo. A presença elevada de extrativos acarreta a diminuição da temperatura de hidratação do cimento (IWAKIRI; PRATA, 2008).

Outros elementos químicos também foram detectados na amostra com menores concentrações mássicas, entre eles apresenta-se o potássio, o qual desempenha influência no desenvolvimento da planta. Alguns elementos como o alumínio e outros metais podem ser do cimento, uma vez que as fibras kraft são resultantes de embalagens de cimento Portland.

As fibras vegetais possuem em sua estrutura celulose, hemicelulose e lignina, bem como materiais inorgânicos e componentes não estruturais, como água e minerais. Alguns elementos inorgânicos são comuns na estrutura das fibras vegetais, como o cálcio, silício, magnésio e potássio, e estes são denominados de teor de cinzas, onde sua composição pode variar de acordo com a idade da fibra vegetal, podendo ocorrer uma diminuição nos teores,

de potássio, cobre, fósforo, zinco e ferro, e um aumento nos teores cálcio, magnésio e manganês (MARINHO et al., 2012).

#### 4.2 ETAPA III – AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO DAS FIBRAS KRAFT EM DIFERENTES MEIOS ALCALINOS

As fibras kraft imersas em soluções alcalinas de hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de cálcio (CaOH) e água por 01 dia foram avaliadas a partir da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e podem ser vistas na Figura 32. As micrografias referentes a imersão por 03 dias são apresentadas no anexo , onde ressalta-se que não foram notadas diferenças na estrutura das fibras em relação as micrografias com idade de 01 dia.

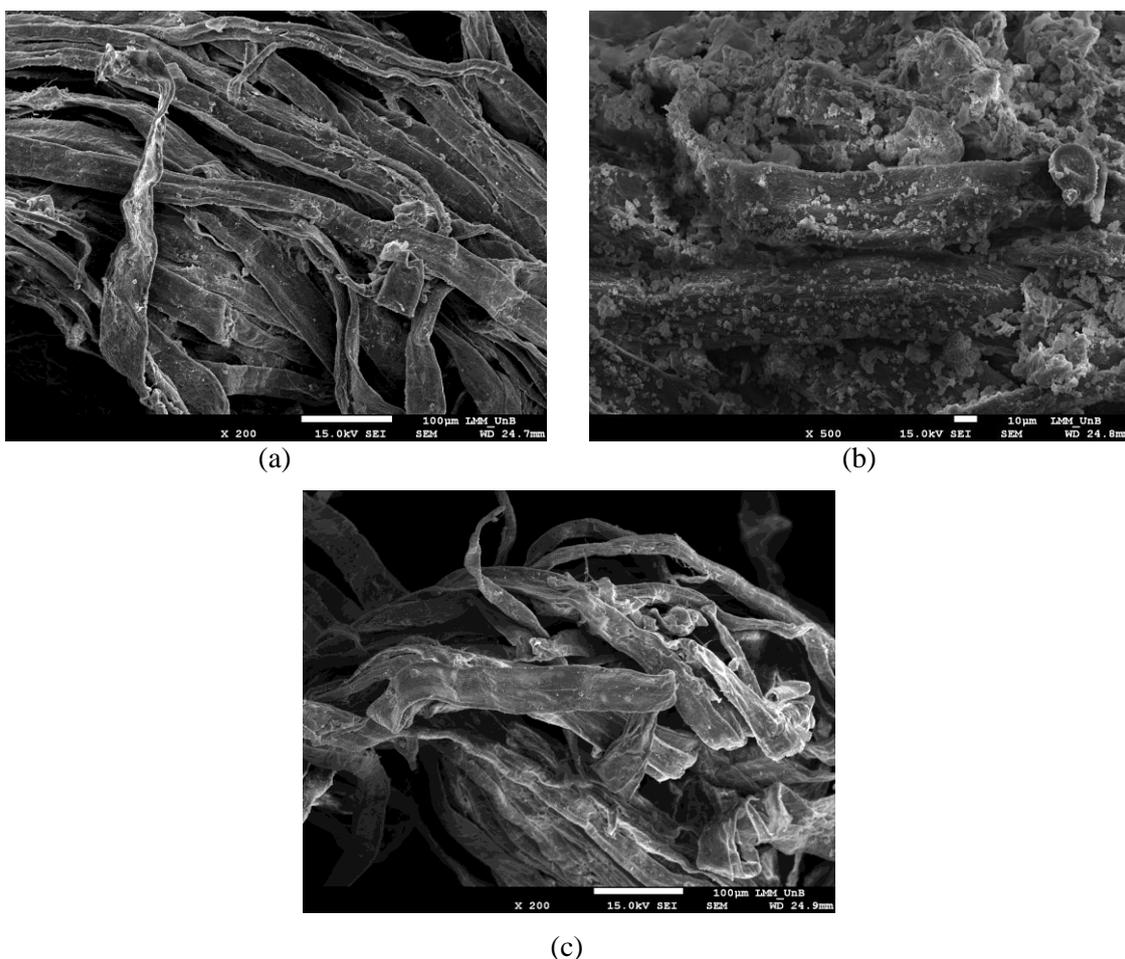


Figura 32 – Imagens obtidas no ensaio de microscopia eletrônica de varredura das fibras kraft em solução com água (a), hidróxido de cálcio (b) e hidróxido de sódio (c), imersas por 01 dia.

A partir das micrografias nota-se que as fibras imersas em solução com água e hidróxido de sódio apresentam as mesmas características, não sendo notadas diferenças na sua estrutura. Verifica-se através das imagens que as fibras kraft são irregulares (rugosas) e possuem algumas impurezas em sua superfície. A fibra kraft possui estrutura achatada e em formato de fita. Para as fibras imersas em solução de hidróxido de cálcio, pode-se notar que estas apresentam a deposição de material na sua superfície e podem estar iniciando um processo de degradação da fibra, observado pela sua superfície mais rugosa e aspecto inchado.

Para as fibras imersas em soluções por 365 dias são apresentadas as micrografias da Figura 33.

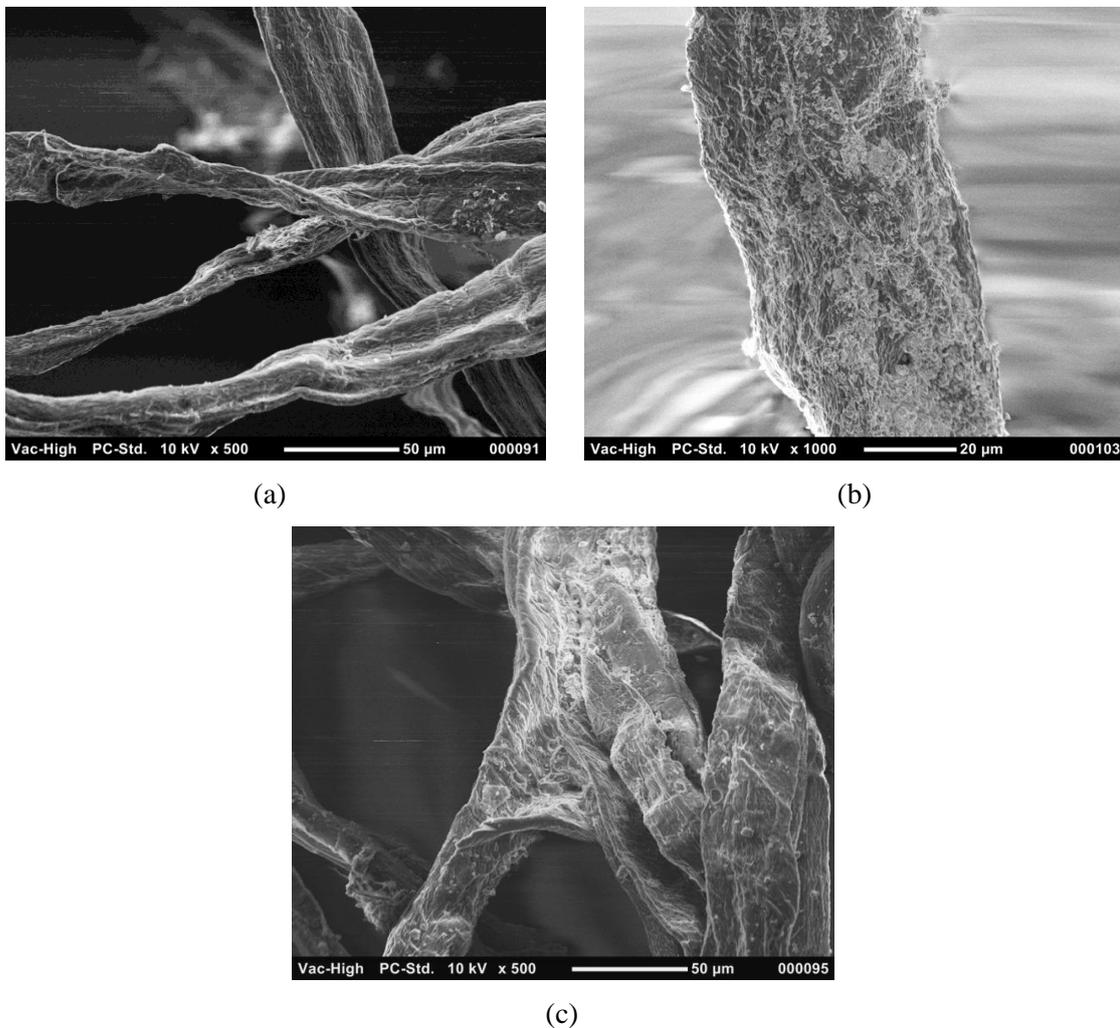


Figura 33 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das fibras kraft em solução com água (a), hidróxido de cálcio (b) e hidróxido de sódio (c), imersas por 365 dias.

Para as micrografias obtidas, a degradação das fibras kraft para as soluções de água e hidróxido de sódio não é visível, observando que as fibras estão intactas e similares as observadas com 01 dia de imersão em solução, apresentam apenas alguns pontos na superfície das fibras que podem ser compostos da água ou do cimento Portland.

Para as fibras imersas por 365 dias observa-se o efeito da exposição da fibra em solução de hidróxido de cálcio (CaOH), a qual apresenta um aspecto mais envelhecido e com a presença de impurezas na sua estrutura. Na superfície da fibra nota-se a deposição de produtos das soluções (hidróxido de sódio e hidróxido de cálcio) e a sua estrutura com aspecto mais rugoso devido ao ataque alcalino.

De acordo com o exposto, Silva et al. (2015) e Li et al. (2007) relatam que soluções alcalinas com NaOH removem a lignina, cera e óleos que cobrem a superfície externa da parede celular das fibras vegetais e despolimeriza (degradam) a celulose, podendo ter ocorrido com a fibra mostrada na Figura 33 (b), ficando mais evidente na idade de 365 dias de imersão na solução.

A solução contendo CaOH possui pH 12, que representa o maior pH entre as soluções utilizadas, consequentemente ocasionou maior degradação da fibra kraft, como evidenciado também por Yi (2021), que ao diminuir o pH da solução observou uma redução da degradação. Para a amostra imersa em água (pH de 8,3) observa-se uma menor degradação das fibras.

Na Tabela 15 são apresentados os resultados obtidos na análise de energia dispersiva (EDS) realizada para as fibras imersas em soluções alcalinas por 03 dias.

Tabela 15 – Análise de energia dispersiva (EDS) para obtenção da composição química das fibras kraft imersas em soluções alcalinas (água, hidróxido de cálcio e hidróxido de sódio) por um período de 03 dias.

<b>Soluções</b>	<b>O</b>	<b>Ca</b>	<b>Au</b>
<b>Água</b>	85,41	9,48	5,11
<b>Hidróxido de cálcio</b>	83,54	11,98	4,48
<b>Hidróxido de sódio</b>	93,74	6,26	-*

\*Amostra com falhas no processo de metalização.

A análise de energia dispersiva indica a presença de oxigênio, cálcio e ouro, sendo este último oriundo do processo de metalização da fibra para torná-la condutora. O oxigênio e o cálcio são comuns em produtos orgânicos como as fibras vegetais. A presença de cálcio também pode estar relacionada com o cimento presente nas embalagens.

Verificou-se, a partir das micrografias que compostos da solução de hidróxido de cálcio ficaram distribuídos na superfície das fibras, e pode-se observar o processo de degradação da fibra imersa nessa solução, apresentando alterações morfológicas na sua superfície, onde observa-se que esse processo é mais acentuado em idade avançada (365 dias).

A análise de imagens é complexa e delicada, pois não existem parâmetros, necessitando assim de leitura de diversos trabalhos com fibras em matrizes cimentícias para tentar verificar e estabelecer padrões de comportamento e semelhanças com a fibra kraft estudada para assim poder desenvolver uma comparação e análise das imagens.

### **4.3 ETAPA VI – CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS**

Neste item são apresentados os resultados referentes a caracterização microestrutural dos compósitos de matriz cimentícia com adição de fibras kraft.

#### **4.3.1 Estudo do efeito das fibras kraft no processo de hidratação do cimento Portland**

Nesta etapa do estudo foi avaliada a evolução da temperatura no processo de hidratação das pastas com e sem adição das fibras kraft, com o objetivo de verificar a interferência das fibras com a matriz de cimento Portland e a sua influência no processo de pega e endurecimento.

Na Tabela 16, são apresentados os valores médios de temperatura máxima de hidratação e o índice de inibição das pastas com adição de fibra kraft com teores de 0,5%; 1,0%; 3,0% e para as relações a/c de 0,40; 0,45 e 0,50, com valores médios de duas repetições, onde os valores de inibição serão analisados conforme os critérios de Okino et al.(2004) que classifica como baixa inibição valores de  $I(\%) < 10$ .

Tabela 16 – Classificação do índice de inibição da fibra kraft após o teste de aptidão com o cimento Portland CP I utilizado nas pastas cimentícias.

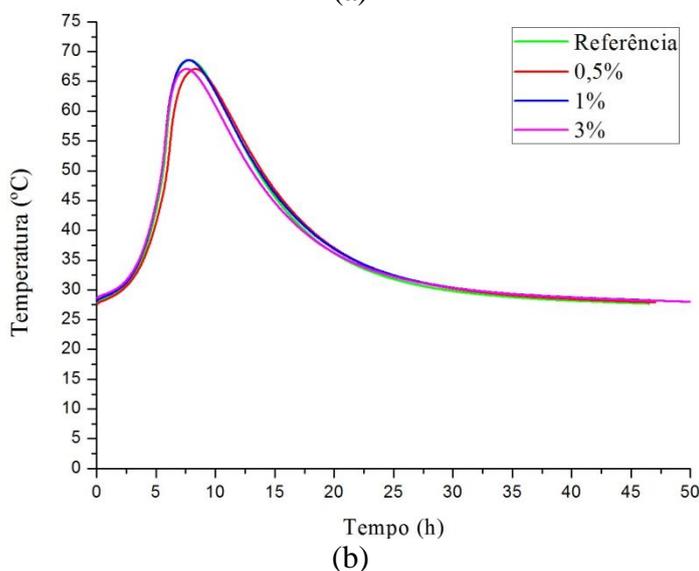
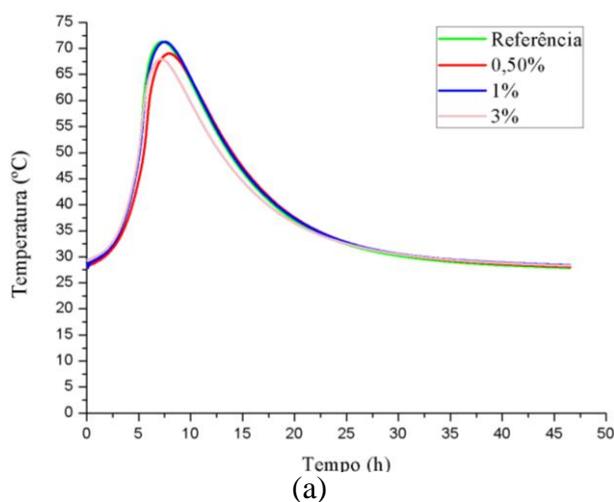
<b>Amostras</b>	<b>Relação a/c</b>	<b>T. máx. (°C)</b>	<b>Tempo (h)</b>	<b>S máx. (°C/h)</b>	<b>I (%)</b>	<b>Classificação inibição</b>
<b>Referência</b>	0,40	71,29	7,28	17,10	-	Baixa
	0,45	68,51	7,87	14,11	-	
	0,50	66,85	8,30	13,94	-	
<b>0,5% fibra kraft</b>	0,40	69,04	7,95	14,66	0,04	
	0,45	67,06	8,38	12,65	0,01	
	0,50	66,65	8,60	13,82	0,00	
<b>1,0% fibra kraft</b>	0,40	71,27	7,57	13,15	0,00	
	0,45	68,57	7,82	14,90	0,00	
	0,50	66,72	8,08	16,63	0,00	
<b>3,0% fibra kraft</b>	0,40	67,97	7,18	14,40	0,01	
	0,45	67,08	7,60	14,42	0,00	
	0,50	66,63	7,88	11,61	0,00	

A partir do acompanhamento da temperatura com termopar, o maior índice de inibição foi obtido pela pasta com 0,5% de adição de fibra kraft e relação a/c de 0,40. De modo geral, todas as pastas apresentam uma boa compatibilidade entre fibra e matriz cimentícia, os valores obtidos não se diferem do comportamento das amostras de referência. De acordo com os critérios de Okino et al. (2004), todas as pastas foram classificadas como baixa inibição, não apresentando por esse critério, interferência no processo de hidratação do cimento de forma significativa, de modo geral a fibra kraft não traz interferência nas propriedades de tempo e temperatura.

Em relação às temperaturas obtidas, ressalta-se que a maior temperatura máxima obtida foi para a relação a/c de 0,40 e a menor temperatura máxima para a relação a/c de 0,50, essas temperaturas foram registradas no intervalo de 7,18 horas a 8,6 horas. Em relação ao tempo despendido para a obtenção da temperatura máxima, esse foi maior para a relação a/c de 0,50, seguido pelas relações a/c de 0,45 e 0,40. A maior temperatura registrada durante o processo de hidratação do cimento Portland foi de 71,29°C, para a pasta de referência com relação a/c de 0,40, e a menor foi de 66,63°C para a pasta com adição de 3,0% de fibra kraft, para a relação a/c de 0,50.

Nos estudos foram utilizados três teores de adição de fibras kraft, sendo o maior teor de 3,0%, onde este é classificado como um baixo teor para verificação de comportamentos significativos como interferência na redução da temperatura e aumento do tempo devido aos componentes inibitórios que podem estar presentes nas fibras e interferir no processo de hidratação do cimento Portland, porém uma maior adição de fibras não foi possível devido a trabalhabilidade da mistura e dificuldade de homogeneização.

Na Figura 34, são apresentadas as curvas de hidratação para as pastas cimentícias de referência e com adição de fibras kraft (0,5%; 1,0% e 3,0%) para as diferentes relações a/c estudadas (0,40; 0,45 e 0,50). Foram utilizadas as médias dos valores obtidos para plotagem do gráfico. No apêndice B são apresentados os gráficos das curvas de hidratação do cimento Portland, onde cada curva foi plotada em relação ao teor de adição de fibras kraft e as curvas representam as relações a/c utilizadas.



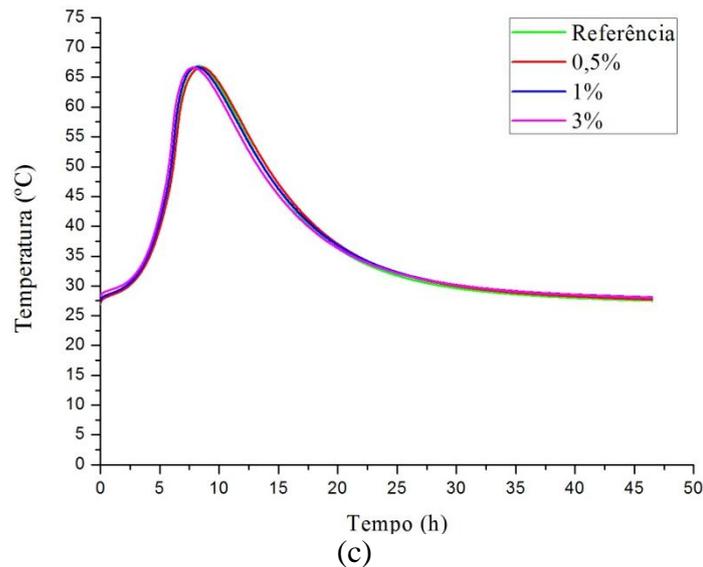


Figura 34 - Evolução da temperatura e tempo no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias de referência e com adição de fibras kraft (teores de 0,5%; 1,0%; 3,0%) , com relação a/c 0,40 (a); 0,45 (b) e 0,50 (c).

Na Figura 34 pode-se observar o tempo que cada pasta levou para atingir a temperatura máxima de hidratação. As curvas são semelhantes para as diferentes pastas avaliadas, essas semelhanças indicam que as variáveis analisadas, teor de fibra e relação a/c, não interferem na hidratação do compósito, embora apresentem uma diferença nas temperaturas máximas e os tempos para atingirem essa temperatura, não podem ser consideradas como intervenientes no processo de hidratação.

De acordo com as informações obtidas na Figura 34 e na Tabela 16, nota-se que na evolução da reação de hidratação, a pasta de referência atingiu a temperatura máxima de 71,29°C em 7,28 horas, enquanto a pasta com 3,0% de adição de fibras kraft atingiu a temperatura máxima de 67,97°C em 7,18 horas. Todos os registros de maior temperatura foram para as pastas com menor relação a/c, sendo essa de 0,40.

Analisando a Figura 34 (c), referente às curvas para os diferentes teores de adição de fibra kraft e relação a/c de 0,40, nota-se que a curva de referência e com adição de 1,0% de fibra kraft estão sobrepostas e os demais teores representaram uma discreta diferença. A diferença de temperatura máxima da pasta de referência para a pasta com adição de 3,0% de fibra foi de 3,32 °C. As curvas apresentadas para as demais relações a/c apresentaram discretas diferenças, onde as curvas encontram-se sobrepostas.

Os materiais lignocelulósicos possuem componentes inibitórios para a hidratação do cimento Portland, como a hemicelulose, amidos, açúcares, fenóis, ácidos carboxílicos, hidroxilados (CECHIN, 2017), entre outros, porém no estudo realizado, nota-se que a composição química da fibra kraft, mesmo com o maior teor de adição utilizado de 3,0%, não interferiu no processo de hidratação do cimento, os valores apresentados em estudo foram indicados como baixa inibição. Assim como as relações a/c utilizadas não apresentaram modificações no comportamento devido uma dissolução dos componentes da fibra e ocasionando um retardo na hidratação.

Desta forma, destaca-se que alguns fatores podem ter influenciado no comportamento da fibra kraft, além do baixo teor de fibras utilizados, para que esta seja classificada como baixa inibição, e estes podem ser:

- Interferência do processo industrial de polpação kraft

O principal objetivo da polpação kraft consiste na individualização das fibras pela dissolução da lignina presente, principalmente, na lamela média das madeiras, onde cerca de 90% da lignina original é removida. Além da remoção da lignina, ocorre também remoção de hemicelulose (possui várias unidades de açúcares) (BASSA, 2002).

O processo kraft consiste no cozimento dos cavacos de madeira no licor branco (solução de hidróxidos de sódio e sulfeto de sódio) a alta pressão e temperatura, onde estes produtos alcalinos associados à temperaturas elevadas têm a função de decompor os componentes não-celulósicos (SAMISTRARO e MUNIZ, 2009). Além da remoção da lignina, ocorre remoção de hemicelulose, componente esse considerado como inibidor da reação de hidratação do cimento Portland.

De acordo com o exposto, conclui-se que a polpação kraft realizada no processo de produção das embalagens de cimento, remove substâncias da madeira, que poderiam influenciar a cinética de hidratação e gerar uma consequente inibição da pega do cimento.

- Processo de reciclagem para obtenção das fibras dispersas para utilização no compósito

Uma das etapas utilizadas na metodologia da pesquisa para obtenção das fibras kraft dispersas para utilização em matrizes cimentícias, consiste em uma lavagem das

embalagens de cimento com água, para remoção de partículas de cimento que ainda podem estar presentes. Além desta etapa, as embalagens são inseridas em um tambor com água, por onde passam por um processo mecânico de agitação para dispersão das fibras.

A presença de alguns compostos químicos da fibra são responsáveis pela inibição, como açúcares e taninos, logo estes precisam ser removidos ou recomenda-se a utilização de aceleradores de pega para compensar o efeito retardador. Como um método de remoção dos componentes retardadores, sugere-se a lavagem das fibras em água fria ou quente ou ainda em uma solução alcalina (KARADE, 2010; CASTRO, 2015; BILBA, ARSENE, OUENSANGA, 2003).

Este pode ser outro fator para a baixa inibição das fibras kraft com a matriz cimentícia, uma vez que as etapas para obtenção das fibras dispersas, como a lavagem e agitação mecânica em água, podem ser vistos como um tratamento para remoção de compostos químicos inibidores a pega do cimento.

- Relação a/c da pasta

A incompatibilidade química entre o cimento e a madeira está relacionada com o fato da água de amassamento solubilizar açúcares, entre outros inibidores que, em contato com o cimento, inibem sua pega (ZUCCO, 1999; STANCATO 2006).

No estudo foram utilizadas três relações a/c (0,40; 0,45 e 0,50), onde as menores temperaturas máximas foram notadas para a maior relação a/c de 0,50, e o tempo foi maior para atingir a temperatura máxima. Os efeitos não foram acentuados para as diferentes relações a/c, tiveram discretas mudanças de valores, mas o material obteve uma tendência no comportamento, o qual consiste em uma menor temperatura máxima para maiores relações a/c e um maior tempo para atingir essa temperatura.

Ao adicionar mais água na mistura, esta influencia na hidratação do cimento com adição de fibra kraft, gerando um retardo, uma vez que os açúcares solúveis em água, como a hemicelulose e a lignina são responsáveis pelo retardo e diminuição da temperatura máxima de hidratação do cimento (BILBA, ARSENE, OUENSANGA, 2003).

### 4.3.2 Difração de raios-X

As amostras de compósitos produzidas foram caracterizadas por DRX para identificação das fases cristalinas, com o intuito de verificar se ocorre interferência na matriz cimentícia devido a adição de fibras kraft. Os difratogramas foram obtidos para a amostra de referência (Figura 35) e adição de fibras kraft nos teores de 0,5% (Figura 36) e 1,0% (Figura 37), na idade de 91 dias.

Na Tabela 17, são apresentados os principais produtos identificados no ensaio de difração de raios-X e a nomenclatura adotada para identificação nos difratogramas.

Tabela 17 – Produtos identificados nos difratogramas pelo ensaio de Difração de raios-X e suas respectivas nomenclaturas.

Composto	Fórmula química	Legenda
Portlandita	$Ca(OH)_2$	<b>P</b>
Silicato de cálcio	$Ca_3SiO_5$	<b>S</b>
Óxido de cálcio e alumínio hidratado	$Ca_3Al_2O_5 \cdot xH_2O$	<b>O</b>
Etringita	$Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12} \cdot 26H_2O$	<b>E</b>

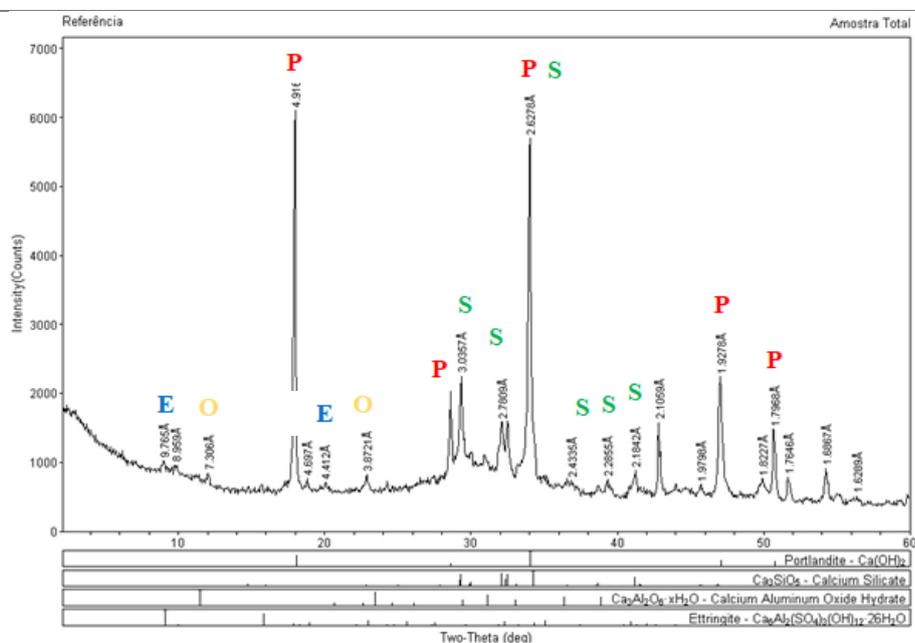


Figura 35 - Difratograma de raios-X da amostra de referência, sem adição de fibra kraft.

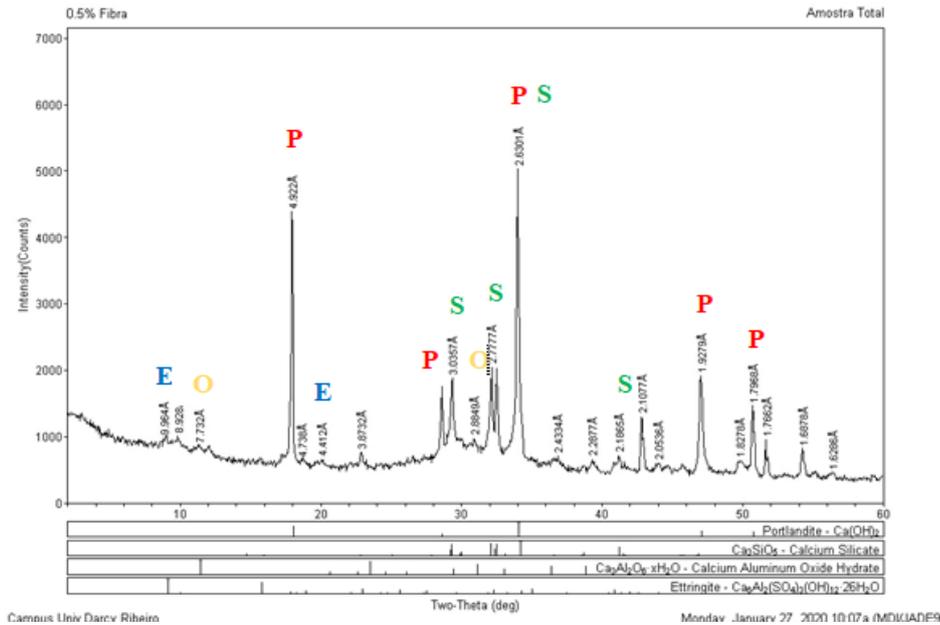


Figura 36 - Difratoograma de raios-X da amostra com 0,5% de adição de fibra kraft

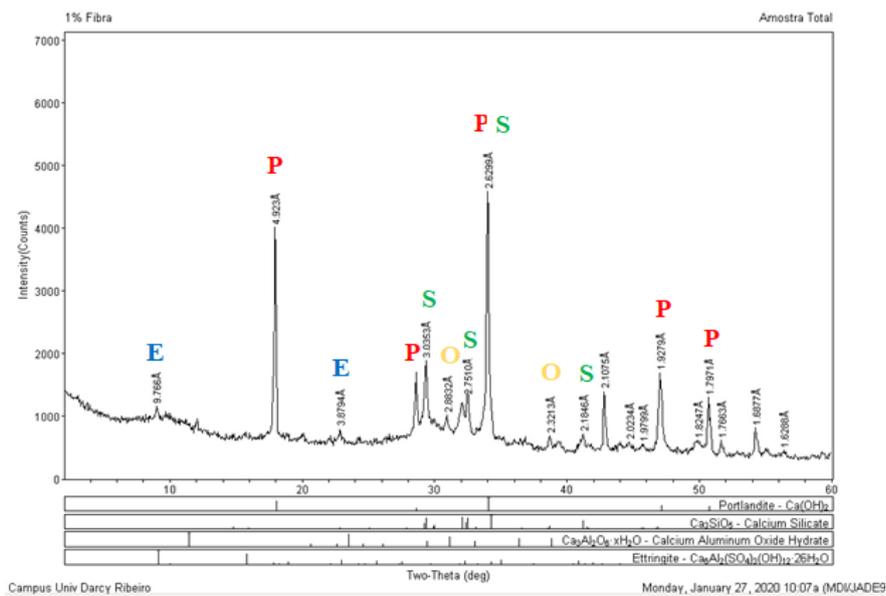


Figura 37 – Difratoograma de raios-X da amostra com 1,0% de adição de fibra kraft.

De acordo com os difratogramas obtidos no ensaio de DRX, foi possível identificar as fases cristalinas da amostra de referência (sem fibras) e das amostras com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0%. Os resultados mostram que a amostra de referência com 91 dias de hidratação, apresenta fases cristalinas semelhantes às amostras com adição de fibras kraft, pois observam-se os dois principais picos mais acentuados e característicos de portlandita (hidróxido de cálcio) e silicato de cálcio.

A partir deste ensaio, foi possível perceber uma interferência das fibras kraft nos produtos de hidratação do cimento Portland, pois ao adicionar as fibras os picos de portlandita e silicato de cálcio são reduzidos, sendo este maior para as amostras de referência (Figura 35), seguido pela amostra com adição de 0,5% (Figura 36) de fibra kraft e menor para a adição de fibras no teor de 1,0% (Figura 37).

Em trabalho realizado por Raabe (2019) com fibras de *Eucalyptus* sp. modificada com nano-sílica e adição de fibras nos teores de (1%, 3%, 5%, 7% e 9%) em matriz cimentícia, para o ensaio de DRX, este relata que a interferência do tipo de fibra e seus conteúdos nos padrões dos difratogramas são nulos, podendo utilizar as fibras sem alterar a conformação cristalina das fases mineralógicas da matriz cimentícia.

Assim como apresentado nas Figura 35, Figura 36 e Figura 37, Raabe (2019) notou que houveram alterações nos picos de portlandita e calcita devido a adição de fibras, sendo a intensidade dos picos menores para os difratogramas contendo fibras. Tem-se como hipótese que a utilização de tratamento com nano-sílica pode haver potencializado a interação das fibras com a matriz cimentícia, reduzindo a quantidade de espaços vazios na região de interface e gerado interferência na diminuição do percentual de hidróxido de cálcio, com conseqüente redução dos picos de portlandita.

De acordo com o exposto e com os resultados obtidos, conclui-se que a adição de fibras karft na matriz cimentícia é positiva, pois reduz os teores de hidróxido de cálcio do compósito, o qual pode prejudicar as propriedades mecânicas do cimento, pois a portlandita não contribui de forma efetiva para a resistência do material e sendo o produto de hidratação mais suscetível a deterioração (RAABE, 2019), como por exemplo, gerando a mineralização das fibras, que ocorre quando os produtos de hidratação, principalmente o hidróxido de cálcio migram para as estruturas das fibras e provocam perda das propriedades dos compósitos (MELO FILHO; SILVA; TOLEDO FILHO, 2013; SILVA et al., 2010). Além disso, a portlandita contribui para a redução de pH da matriz, sendo este benéfico, pois as fibras vegetais apresentam baixa durabilidade em meios alcalinos (ALMEIDA et al., 2013; RAABE, 2019).

### 5.5.3 Análise termogravimétrica

As curvas de termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG) com as temperaturas máximas obtidas nos picos foram plotadas para as pastas de referência (Figura 38), com adição de 0,5% e 1,0% de fibra kraft (Figura 39), para as idades de ensaio de 01 e 90 dias. São apresentados os termogramas nas idades de 01 e 90 dias, por serem idades iniciais e mais avançadas e por não haverem sido detectadas mudanças no padrão de comportamento nas demais idades de ensaio de 03, 07, 28 e 60 dias, os quais são apresentados no Apêndice C.

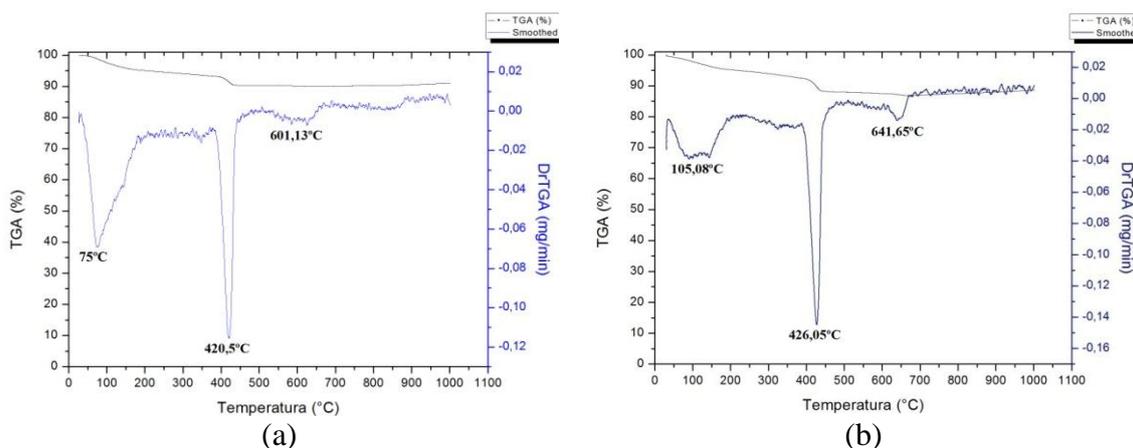


Figura 38 – Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 01 dia (a) e 90 dias (b).

A partir dos gráficos de análise térmica (TG/DTG), nota-se que as curvas foram similares para as pastas de referência nas idades de 01 e 90 dias, onde são observados três principais eventos de perda de massa. Esses eventos são descritos na literatura e por Fidelis (2014), onde na faixa de temperatura de 50 °C a 200 °C caracteriza-se pela decomposição da etringita e silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Para a faixa de temperatura de 380 °C a 450 °C ocorre a decomposição do hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH}_2)$ ) e entre 600 °C e 700 °C a decomposição do carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ).

Na Figura 39 são apresentados os termogramas para as pastas com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 01 e 90 dias.

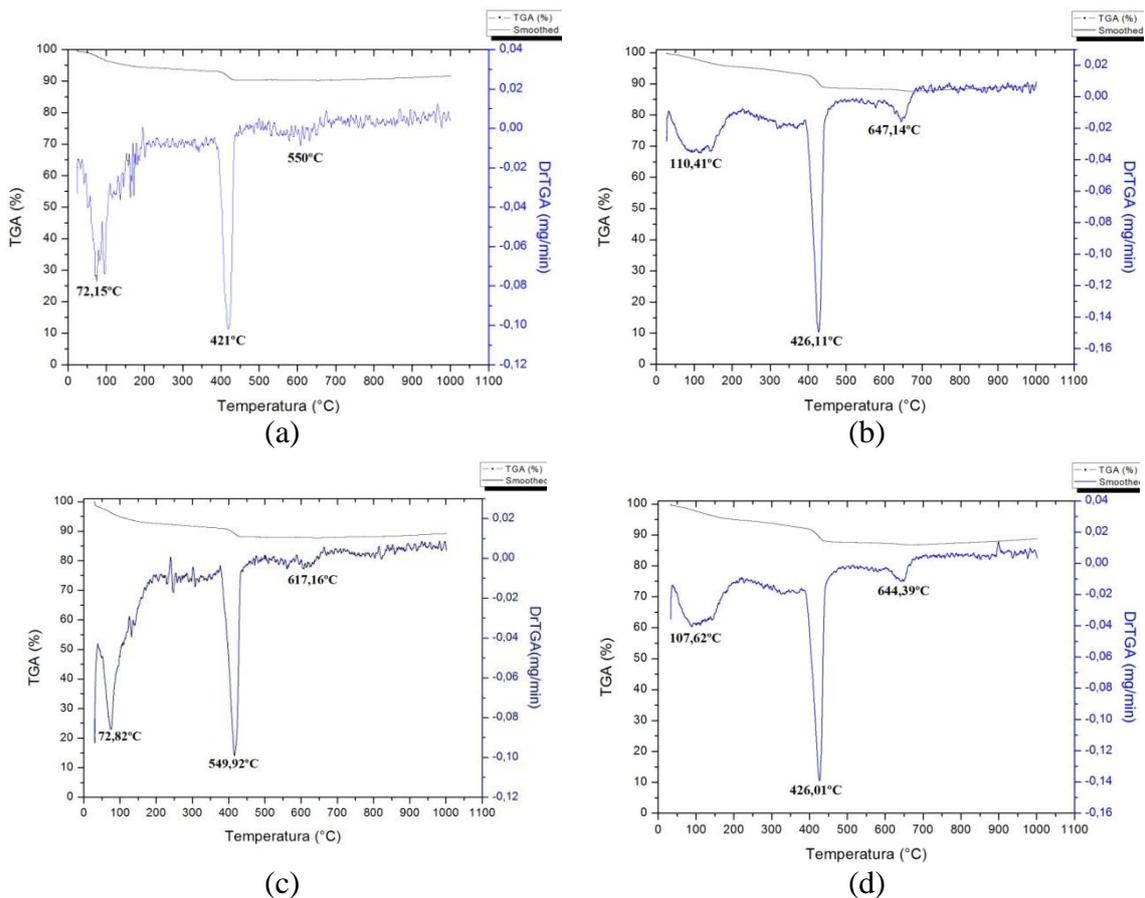


Figura 39 - Curvas de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibras kraft ((a) e (b)) e para as pastas com adição de 1,0% de fibras kraft ((c) e (d)) para as idades de 01 dia (esquerda) e 90 dias (direita).

Assim como os termogramas de referência, observa-se o mesmo padrão para as pastas com adição de fibras kraft. As perdas de massa ocorrem em faixas de temperatura similares para todas as amostras analisadas e para as diferentes idades de ensaio, inclusive para as idades de 03, 07, 28 e 60 dias.

Na curva de DTG da decomposição da etringita e C-S-H, na faixa de temperatura de 50 °C a 200 °C foi observado um aumento de temperatura e diminuição do pico para os termogramas de 90 dias. Analisando os termogramas em todas as idades estudadas (01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias) nota-se que esse aumento da temperatura e redução do pico foi gradativo.

Na Tabela 18, são apresentados os valores de perda de massa das pastas de referência e com adição de fibras kraft para as idade de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias e o teor de hidróxido de cálcio das amostras, de acordo com o balanço de massa molar.

Tabela 18 - Teor de hidróxido de cálcio (CH) e perda de massa para as pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0%, nas idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.

<b>Idade do ensaio (Dias)</b>	<b>Referência</b>		<b>0,5% de fibra kraft</b>		<b>1,0% de fibra kraft</b>	
	Perda de massa (g)	CH (%)	Perda de massa (g)	CH (%)	Perda de massa (g)	CH (%)
<b>01</b>	2,88	11,83	2,64	10,85	2,85	11,71
<b>03</b>	2,83	11,64	2,84	11,66	2,76	11,35
<b>07</b>	3,38	13,87	3,30	13,58	3,19	13,12
<b>28</b>	3,80	15,63	3,50	14,40	3,67	15,09
<b>60</b>	4,32	17,76	4,42	18,17	4,21	17,29
<b>90</b>	4,21	17,32	4,01	16,48	4,17	17,15

A partir dos valores apresentados na tabela, pode-se observar que os valores referentes à perda de massa e teor de hidróxido de cálcio são crescentes, ou seja, ao avançar a idade de hidratação da amostra ocorre uma maior perda de massa. Os maiores valores obtidos foram para as amostras de referência, onde a perda de massa e teor de CH são maiores para a idade de 60 dias, pois aos 90 dias ocorre uma redução.

Em geral, nota-se que houve uma pequena redução nos teores de CH (inferior a 1%) para as pastas com adição de 1,0% de fibra kraft, que de acordo com Raabe (2019), esse fato pode ocorrer pelo aumento das zonas de transição entre a fibra e a matriz, gerando um maior número de espaços vazios e acarretando o acúmulo de CH, podendo resultar na carbonatação dos produtos hidratados na matriz cimentícia e também podendo ocorrer o processo de mineralização das fibras, resultante da migração principalmente de hidróxido de cálcio, para as estruturas da fibra.

Para uma melhor visualização e comparação dos resultados das análises de TG/DTG das pastas de referência e com adição de fibras, no que se refere ao conteúdo de hidróxido de cálcio, apresenta-se o gráfico da Figura 40.

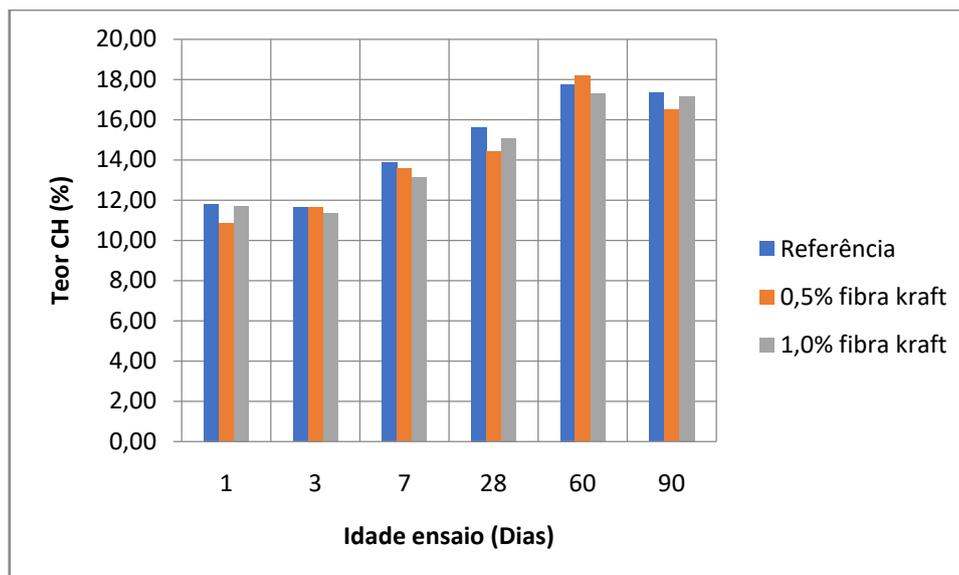


Figura 40 – Teor de hidróxido de cálcio (CH) em porcentagem para as pastas de referência e com adição de fibras nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de ensaio de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias de hidratação.

A partir do gráfico observa-se o teor de CH das amostras, onde este foi maior para as pastas de referência em todas as idades analisadas. De modo geral o teor de CH foi aumentando conforme aumentava a idade de hidratação do compósito, exceto para a idade de 90 dias que comparada com o teor obtido para a idade de 60 dias, apresentou uma redução no teor de CH de 0,11% (referência), 1,69% (adição de 0,5%) e 0,14 (1,0% de adição).

Conforme observado por Lopez et al. (2021), a celulose e a hemicelulose sofrem um processo de degradação na faixa de temperatura de 250 °C a 400 °C, com perda de massa superior a 75% e a lignina se decompõe em torno de 200 °C a 500 °C. Já na pesquisa de Çavdar; Yel; Torun (2022) foi observado que a decomposição da celulose, hemicelulose e lignina ocorre na faixa de temperatura de 380 °C a 450 °C. Nesses intervalos de temperaturas citados os termogramas estudados apresentam um pico de temperatura relevante que pode ser atribuído a decomposição do hidróxido de cálcio, assim como dos componentes da fibra kraft.

De acordo com Scrivener, Snellings e Lothenbach (2017), ao estudar matrizes cimentícias com adição de fibras vegetais é difícil obter uma análise precisa, pois podem ocorrer sobreposições de efeitos nos gráficos devido a grande quantidade de minerais e hidratos presentes, assim como foi observado nesta pesquisa, não podendo precisar qual evento está

ocorrendo, podendo haver a sobreposição dos sinais de decomposição do hidróxido de cálcio com os componentes das fibras, dificultando a identificação dos eventos, assim como a quantificação do hidróxido de cálcio.

Para detectar os eventos separados, aconselha-se realizar uma análise apenas com a fibra, porém não foi possível neste trabalho de acordo com a metodologia adotada de fibras íntegras, devido à necessidade de realização do ensaio com o material em pó e as tentativas sem sucesso de transformação da fibra em pó sem que ocorresse interferência nas suas propriedades.

Para as propriedades químicas avaliadas neste estudo, não foi possível afirmar que ocorre uma interferência da fibra kraft na matriz cimentícia, devido a sobreposição dos eventos de decomposição da fibra e do hidróxido de cálcio. A redução de CH observada nas pastas com adição de fibras kraft em relação as pastas de referência podem evitar o processo de degradação da fibra pela mineralização, uma vez que o CH eleva o pH da matriz cimentícia e migra para a estrutura das fibras.

### **4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura**

Na técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), realizada com o equipamento JEOL JSM 7001F com tensão de aceleração de 15 kV, foram obtidas micrografias da superfície de fratura dos compósitos de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0%. O ensaio foi realizado para as idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias de hidratação, onde todas as micrografias e características dimensionais das fibras podem ser vistas no Apêndice D.

A Figura 41 apresenta uma micrografia da pasta de cimento de referência, sem adição de fibras kraft, com 90 dias de hidratação e a análise de energia dispersiva (EDS) dessa amostra.

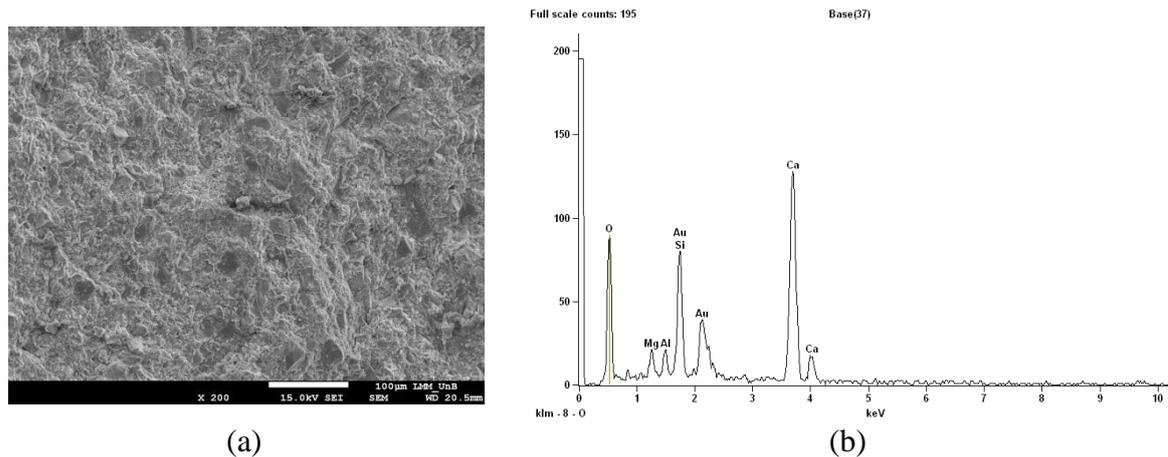


Figura 41 – Micrografia da pasta de referência (sem adição de fibras kraft) com idade de 90 dias, imagem com ampliação de 200x e 100µm de resolução, amostra metalizada com ouro (a); EDS da pasta de referência aos 90 dias para identificação dos compostos químicos (b).

Na Figura 41, foi possível analisar a microestrutura da pasta de referência com 90 dias de hidratação, onde foi possível detectar um aspecto microestrutural mais denso da pasta, não apresentando assim uma superfície com elevada porosidade, em relação as demais idades estudadas anteriores a 90 dias. Na análise de EDS foram identificados os seguintes produtos químicos: oxigênio, magnésio, alumínio, silício, cálcio e ouro, sendo este último resultante do processo de metalização da amostra para torná-la condutora.

No ensaio de fluorescência de raios-X para a polpa celulósica (fibra kraft) pode-se observar a presença de oxigênio e que o principal componente dessa fibra é o cálcio, representando aproximadamente 61% da sua composição, o qual também está presente na matriz cimentícia. Já os componentes como o magnésio, alumínio e silício são advindos do cimento Portland.

Na Tabela 19 são apresentados os resultados obtidos na análise de energia dispersiva (EDS) para os compósitos estudados (referência e adição de fibras kraft 0,5% e 1,0%) nas idades de 03, 07, 60 e 90 dias.

Tabela 19 – Composição em porcentagem dos elementos presentes nos compósitos de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 03, 07, 60 e 90 dias, obtidos na análise de energia dispersiva – EDS.

Amostra	Idade ensaio (dias)	Massa atômica (%)							
		O	Mg	Al	Si	Ca	Au	K	C
Referência	03	53,60	1,87	1,56	7,91	29,81	5,24		
	07	60,99	1,76	1,41	7,43	23,54	4,01	0,85	

	60	55,52	1,3	1,62	8,3	30,12	2,27
	90	58,01	1,91	1,57	8,84	27,76	1,92
<b>0,5% fibra kraft</b>	03	85,05				12,41	2,54
	07	89,73				4,88	3,13
	60	66,76		2,07	4,97	22,55	3,66
	90	72,69	1,56	5,04		19,13	1,58
<b>1,0% fibra kraft</b>	03	74,64		1,31	4,67	13,21	4,15
	07	78,64			3,37	16,39	1,60
	60	83,48			2,34	12,93	1,26
	90	70,41	1,29	0,96	4,20	16,50	3,84

Os elementos químicos encontrados na análise de EDS são: carbono, oxigênio, magnésio, alumínio, cálcio, potássio e silício. O silício é proveniente da matriz cimentícia, assim como o cálcio presente na matriz e nas fibras vegetais. Tendo em vista que a fibra kraft é um material orgânico, o alto teor de oxigênio e carbono são comuns, assim como a presença de potássio.

Na Figura 42 podem ser vistas as micrografias obtidas com ampliação de 20x da pasta cimentícia com adição de 0,5% e 1,0% de fibra kraft aos 28 dias de hidratação.

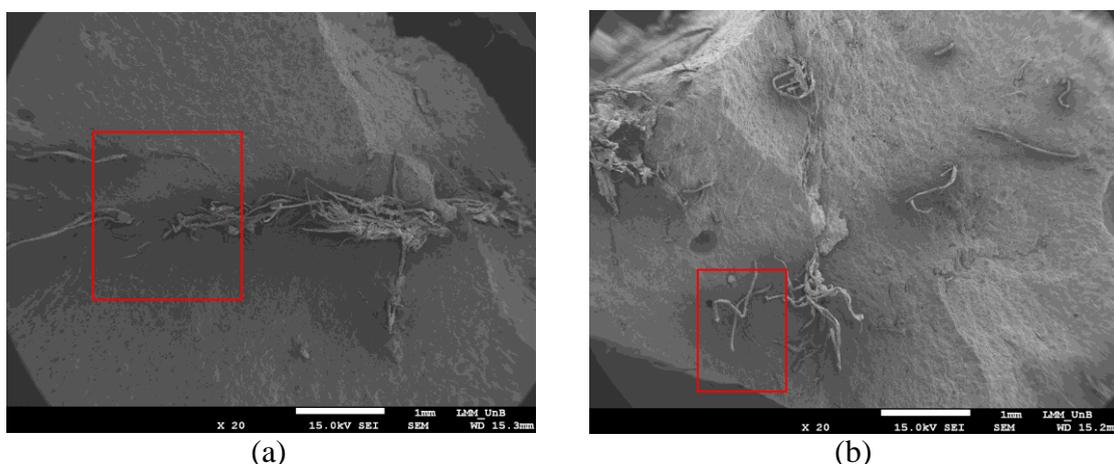


Figura 42 - Pasta com adição de fibra kraft no teor de 0,5% com 28 dias (a). Pasta com adição de fibra kraft no teor de 1,0% aos 28 dias (b).

Nota-se na micrografia (Figura 42), que a fibra não está dispersa na matriz, ela se concentra em uma região, mostrando uma aglomeração, para os dois teores de adição estudados. De acordo com Raabe (2019); Zhou, Fan, Chen (2016), a aglomeração das fibras prejudica a transferência de tensões entre a fibra e a matriz durante a solicitação de estresse, prejudicando as propriedades físicas e mecânicas do compósito.

A partir das imagens também foi possível observar, assim como na Figura 41 que a matriz cimentícia é densa, não sendo visualizada a presença de porosidade na amostra.

A Figura 43 apresenta micrografias do compósito com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% aos 28 dias. Na Figura 43 (a) e (b) são mostradas com ampliação, para uma melhor visualização, a região marcada em vermelho da Figura 42.

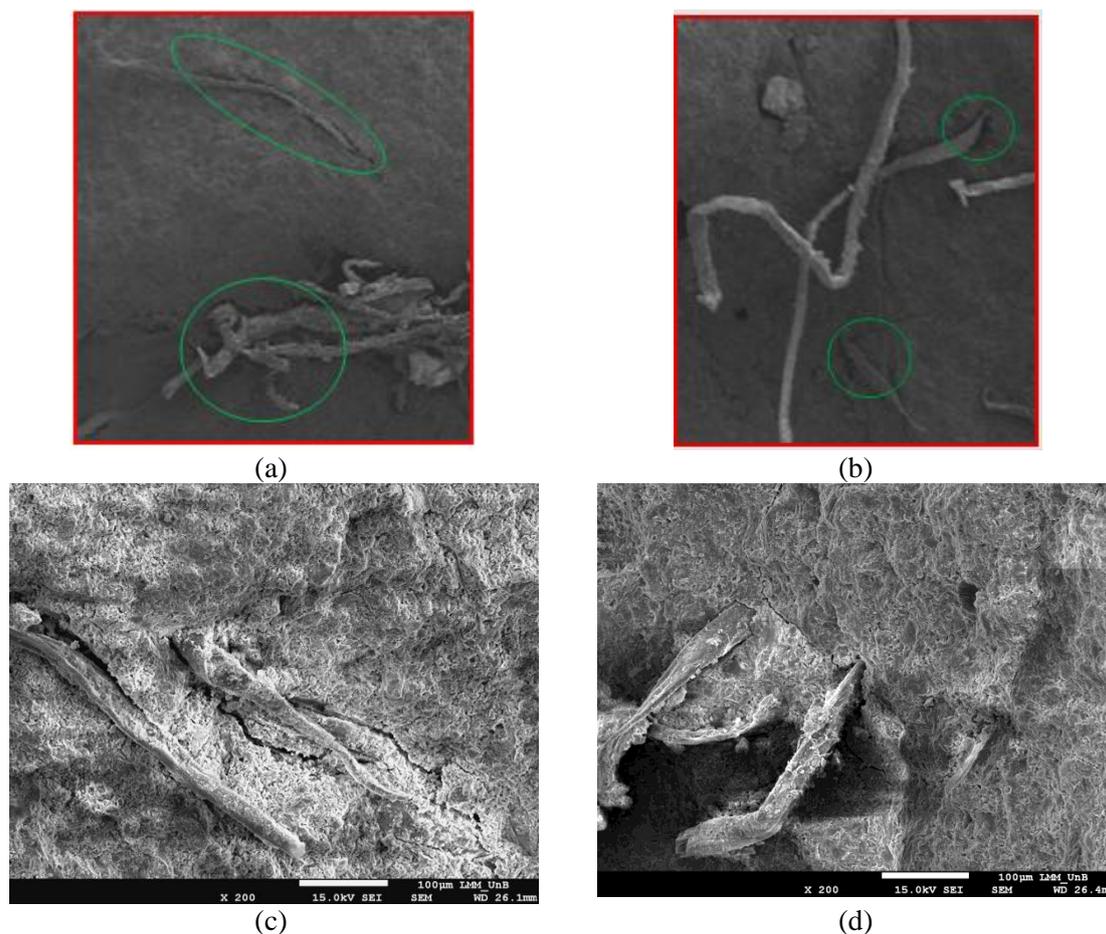


Figura 43- Ampliação da Figura 42 para a pasta com 0,5% de adição de fibra kraft (a) e 1,0% (b) aos 28 dias de hidratação. Compósito com 0,5% (c) e 1,0% (d) de adição de fibra kraft com 1 dia de hidratação.

A partir das micrografias apresentadas (Figura 43), nota-se uma região de fratura entre a fibra vegetal e a matriz cimentícia, sugerindo que a fibra não está totalmente aderida a matriz cimentícia, podendo ter ocorrido no processo de preparo da amostra para o ensaio.

No trabalho de Ballesteros et al. (2017); Laverde et al. (2022), estes ressaltam que o processo de descolamento da fibra pode ocorrer pela variação higroscópica da fibra e retração da matriz cimentícia ou ainda ser atribuído a um processo de decomposição da

fibra denominado peeling-off, o qual se refere ao descolamento da fibra na zona de transição entre a fibra e a matriz cimentícia, onde são vistas fissuras nessa região.

Neste trabalho, não foi possível determinar se houve um processo de peeling-off, variação higroscópica ou se fissuras presentes na micrografia são resultantes do processo de preparo para o ensaio, onde foi necessário fraturar a amostra com auxílio de uma marreta para adequá-las ao porta amostra do MEV.

Para observar a microestrutura das pastas e o processo de hidratação do cimento Portland, são apresentadas as micrografias da Figura 44 da pasta de referência e com adição de 0,5% de fibra kraft para a idade de 01 de hidratação.

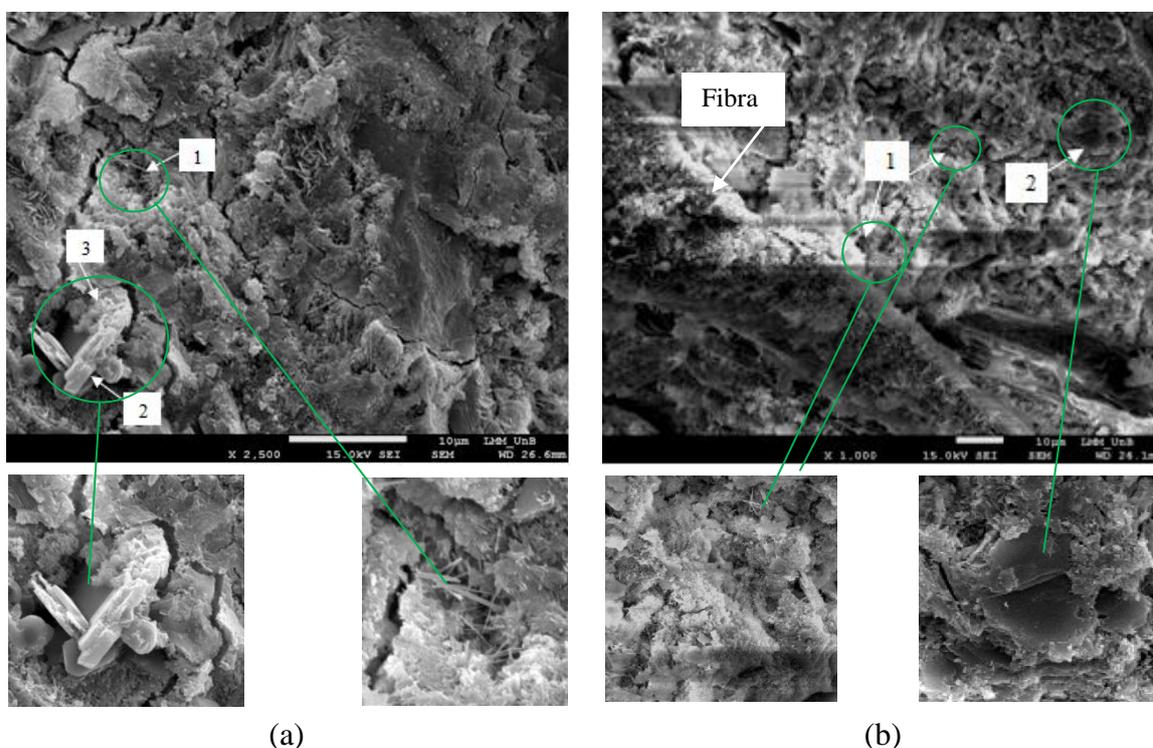
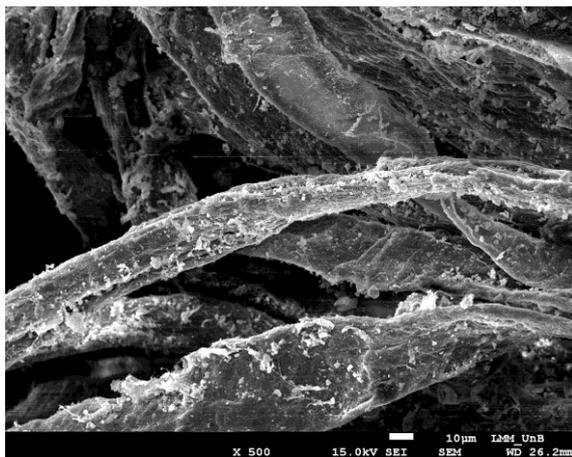


Figura 44 - Micrografia da pasta de referência (sem adição de fibra kraft) com idade de 01 dia (a). Pasta com adição de fibra kraft no teor de 0,5% com 01 dia (b).

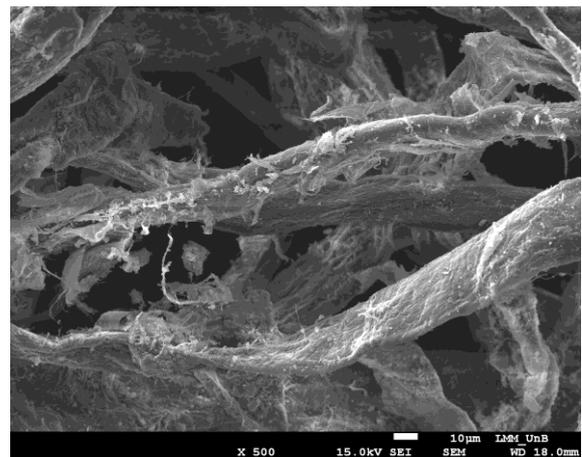
Na Figura 44, foi possível observar a presença de produtos de hidratação do cimento Portland, como a etringita (1) que possui formato de agulhas, compostos de hidróxido de cálcio (2) e partículas de silicato de cálcio hidratado, C-S-H (3). Esses produtos também são observados na superfície da fibra kraft (Figura 44 (b)) que tendem a enfraquecer o compósito, principalmente o hidróxido de cálcio, quando migra para a estrutura interna da fibra e gera o processo de mineralização, porém este também mostra que houve uma

ligação entre a fibra e a matriz cimentícia, assim como também foi observado em pesquisa de Fonseca (2021) e Machado (2019).

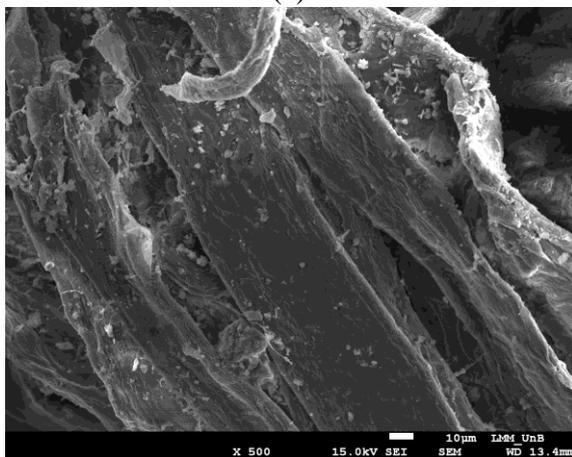
Para visualização da estrutura das fibras e verificação de possíveis processos de degradação por mineralização, são apresentadas as micrografias da Figura 45 para as idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias com adição de 0,5% de fibra kraft.



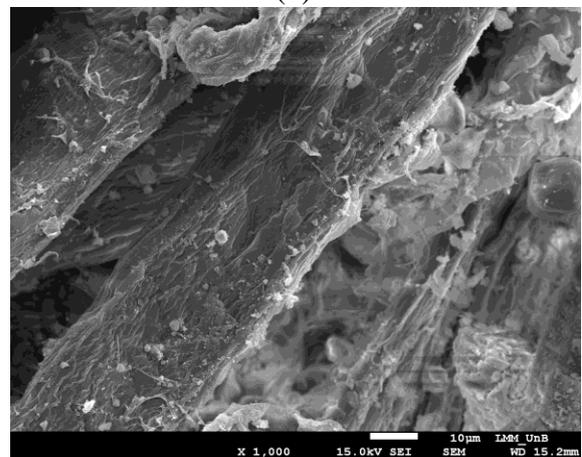
(a)



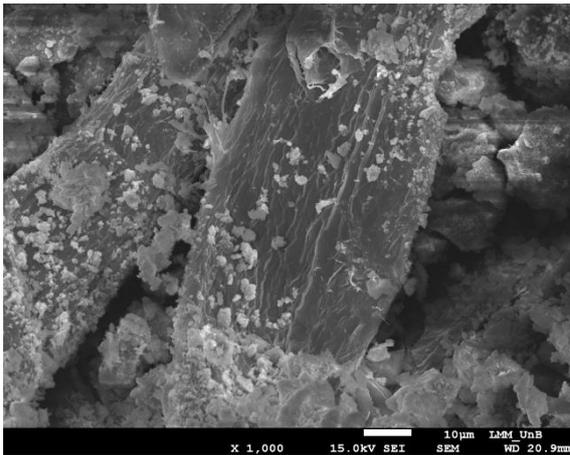
(b)



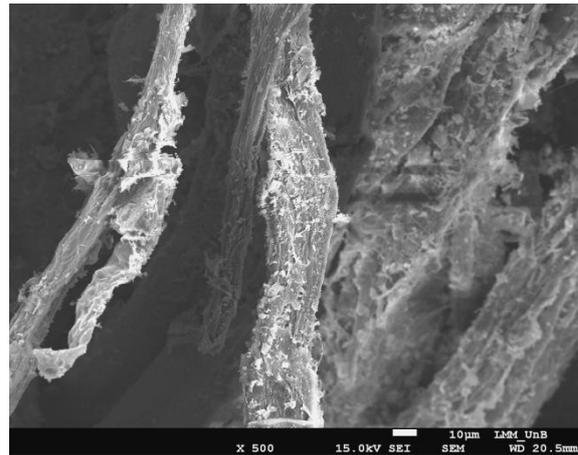
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 45 – Micrografias do aspecto das fibras na matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibras kraft para as idades de 01 (a), 03 (b), 07 (c), 28 (d), 60 (e) e 90 (f) dias.

A partir das micrografias obtidas nota-se que a fibra kraft possui uma estrutura em formato de fita, com aspecto achatado. Foi possível observar que em idades iniciais a fibra kraft apresenta uma maior quantidade de produtos de hidratação na sua superfície (Figura 45 (a)) e para as demais idades a fibra apresenta um aspecto mais “limpo”, sem tantos produtos de hidratação do cimento Portland na superfície, porém a fibra com 90 dias (Figura 45(f)) se assemelha mais a apresentada com 01 dia de hidratação, demonstrando assim uma re-precipitação dos produtos de hidratação do cimento Portland na sua estrutura.

Analisando as micrografias da Figura 45 com as micrografias para as fibras imersas em soluções de água, hidróxido de cálcio e hidróxido de sódio, ressalta-se que as fibras apresentaram aspectos semelhantes, exceto a fibra imersa em solução de hidróxido de cálcio, a qual apresentou estrutura mais rugosa e envelhecida.

São observados na estrutura da fibra kraft a presença de produtos de hidratação do cimento Portland em todas as idades estudadas, podendo demonstrar uma interação da fibra com a matriz cimentícia.

De acordo com Ardanuy, Claramunt, Toledo Filho (2015), quando produtos de hidratação, principalmente hidróxido de cálcio, são identificados no interior das fibras indica o processo de mineralização, o qual compromete o desempenho mecânico do compósito, sendo assim responsável pela fragilização das fibras. No estudo piloto desta pesquisa,

pode-se notar a influência da adição das fibras kraft nas propriedades mecânicas do compósito.

Em pesquisa desenvolvida por Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015), estes ressaltam que em matrizes cimentícias com fibras vegetais pode ocorrer o processo de degradação das fibras pela mineralização, e para melhorar a durabilidade podem ser utilizados dois processos, o primeiro consiste na modificação da composição da matriz cimentícia para reduzir ou remover os compostos alcalinos; o segundo consiste em aumentar a durabilidade do compósito através da modificação das fibras com tratamentos físicos ou químicos, para aumentar assim a estabilidade da fibra na matriz cimentícia

Para as imagens de MEV obtidas neste estudo não foi possível observar a parte interna das fibras kraft para verificação de produtos de hidratação no seu interior e possível mineralização das fibras. De acordo com as micrografias obtidas, as quais foram analisadas, pode-se afirmar que a fibra kraft não apresenta processo de mineralização.

#### **4.3.4 Tomografia**

Com o auxílio da técnica de tomografia foram obtidas as imagens dos corpos de prova de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0%, em vista frontal e superior conforme Figura 46.

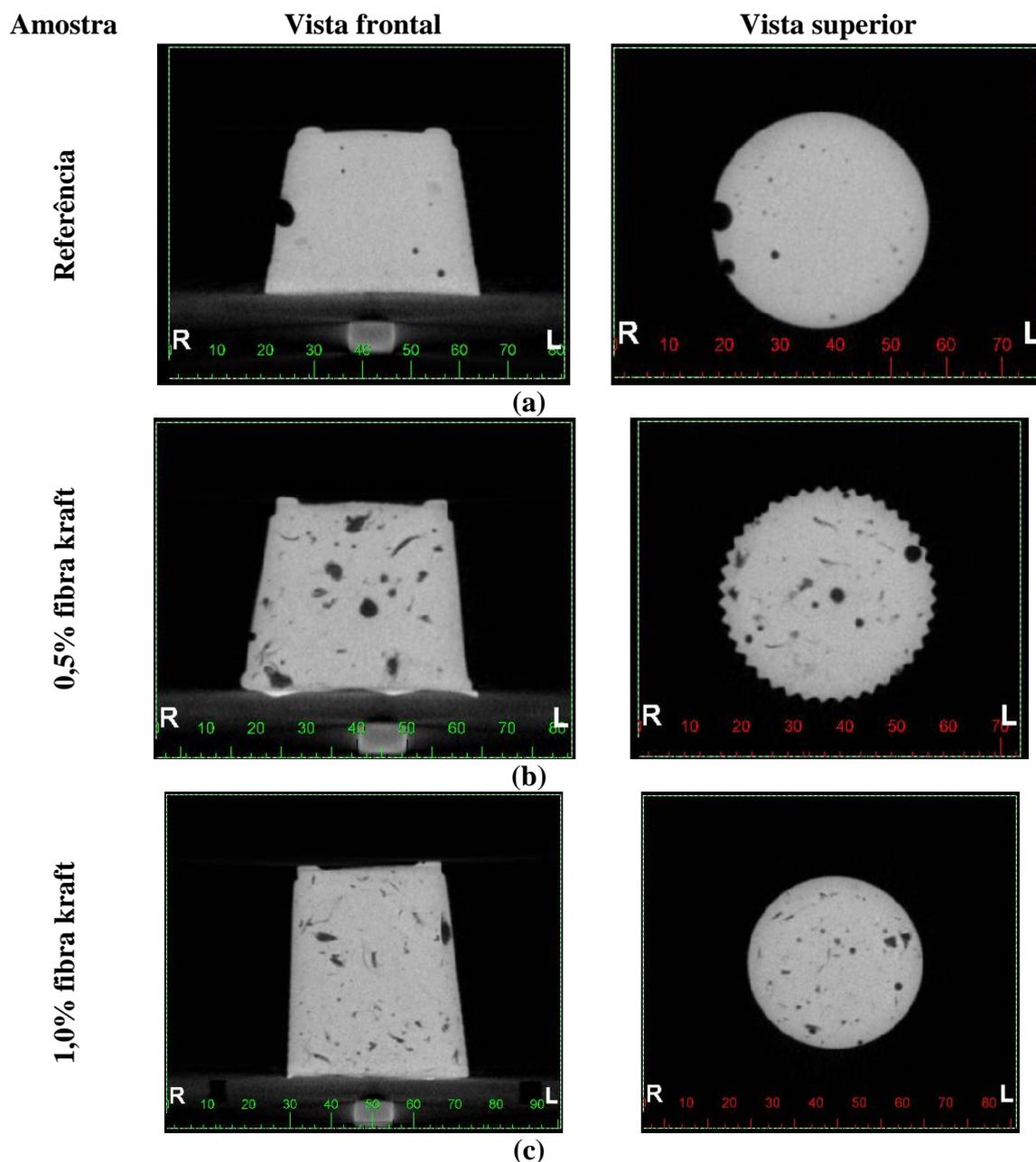


Figura 46 – Tomografia das amostras sem adição de fibras kraft (a) e com adição de fibras no teor de 0,5% (b) e 1,0% (c). As imagens do lado direito são referentes a vista frontal das amostras e do lado esquerdo as vistas superiores.

Com a técnica de tomografia foi possível obter vistas frontais e superiores das amostras com e sem adição de fibras kraft, onde pode-se observar a presença das fibras kraft e de ar aprisionado. Em relação à distribuição das fibras na matriz cimentícia a técnica não permitiu uma visualização satisfatória sobre a aglomeração das fibras como pôde ser visto, por exemplo, na microscopia eletrônica de varredura. Nas vistas frontais dos corpos de prova é possível notar com mais facilidade a presença das fibras kraft no material.

A partir da tonalidade de cinza do material nota-se que os tons mais claros consistem na matriz cimentícia e corresponde a área onde ocorre maior atenuação da radiação incidida, devido a maior densidade do material. Os tons mais escuros representam as fibras kraft inseridas na matriz cimentícia. De acordo com Silva (2014) as regiões mais escuras representam áreas onde a radiação incidente não foi atenuada ou estava abaixo do limite de detecção do tomógrafo, indicando assim, espaços vazios.

Diferentemente da tomografia, a microtomografia permite a reconstrução tridimensional do material, a partir da diferença de densidade de cada material presente na amostra, permitindo a obtenção de detalhes sobre a forma e composição das estruturas internas do material. A técnica de tomografia não permitiu a avaliação da distribuição das fibras e a porosidade do material, informação relevante para analisar não somente o resultado final da amostra, mas também todo o processo de produção do compósito.

## 5 CONCLUSÃO

De maneira geral, os objetivos propostos na tese foram alcançados. De acordo com a análise dos resultados pode-se dizer que esta pesquisa teve êxito em estudar a caracterização e avaliação microestrutural de matrizes cimentícias com fibras kraft.

Para a avaliação do comportamento das fibras kraft em diferentes meios alcalinos, foi possível observar que a fibra imersa em solução de hidróxido de cálcio (CaOH), a qual possui maior pH (pH 12) e mais próximo ao do concreto apresenta processo de degradação pelo ataque alcalino da solução, onde apresenta superfície com aspecto envelhecido, com impurezas e impregnação dos produtos da solução na sua superfície. O elevado pH ocasiona a degradação da fibra kraft, assim como ocorre em matrizes cimentícias.

O índice de inibição foi classificado como baixo para todas as relações a/c e teores de fibras estudadas, demonstrando para essa análise a compatibilidade da fibra kraft com a matriz cimentícia. Em relação à temperatura não foram constatadas grandes diferenças que evidenciassem um retardo da hidratação devido os componentes inibitórios presentes nas fibras vegetais. Alguns fatores podem ter contribuído para a compatibilidade da fibra com a matriz, como o processo industrial de polpação kraft, o processo em laboratório de reciclagem das embalagens para obtenção das fibras dispersas para utilização no compósito e a relação a/c utilizada para a produção das pastas.

Analisando os resultados em conjunto, é possível afirmar que a fibra kraft pode ser utilizada em matrizes cimentícias, uma vez que essa apresenta um baixo índice de inibição; não houve retardo na hidratação do cimento devido aos componentes inibitórios presentes na fibra; redução no teor de hidróxido de cálcio na matriz cimentícia, onde o CH pode gerar o processo de mineralização da fibra através da migração desse produto para as estruturas da fibra. Porém alguns aspectos microestruturais devem ser tratados/melhorados, para que haja uma melhor interação da fibra com a matriz e comportamento do compósito, sendo assim, deve-se considerar o aprimoramento do processo de inserção das fibras para evitar sua aglomeração e a redução da alcalinidade da matriz cimentícia com a utilização de materiais pozolânicos, metacaulim, cinzas volantes ou escória.

## SUGESTÕES TRABALHOS FUTUROS

Visando o aprofundamento da pesquisa com matrizes cimentícias reforçadas com fibras kraft e continuidade da temática abordada são sugeridas algumas pesquisas futuras:

- Avaliação da química da fibra kraft e determinação de novos teores de adição de fibras nos compósitos para verificação da interferência no processo de hidratação do cimento Portland;
- Produzir compósitos com fibra kraft com adições minerais suplementares e com cimentos Portland com adições para modificar a alcalinidade da matriz e verificar as propriedades físicas, mecânicas e químicas;
- Avaliar processo de mistura para melhorar a dispersão e a distribuição das fibras na matriz cimentícia, evitando aglomeração;
- Estudar a viabilidade técnica, econômica e ambiental da produção em escala comercial de compósitos com adição de fibras kraft.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOU-YOUSEF, H.; EL-SAKHAWY, M.; KAMEL, S. Multistage pulping by using alkali/cairo's acid treatment. **Journal of Industrial Crops and Products**, v. 21, p. 337-341, 2004.

AGARWAL, B. D.; BROUTMAN, L. J.; CHANDRASHEKHARA, K. **Analysis and performance of fiber composites**. 3 ed. Nova York: John WileyProfessio, 2006.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JÚNIOR, H. Cinzas e aglomerantes alternativos. In: Freire, W. J; Beraldo, A. L. **Tecnologias e materiais alternativos de construção**. Campinas: UNICAMP, 2003. 331p.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO, H.; JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Developments on vegetable fibre - cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v.27, p. 527-536, 2005.

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

ALVES, É. D.; PINHEIRO, O. S.; COSTA, A. O. S.; COSTA JUNIOR, E.F. Estudo do processo de obtenção celulose Kraft com ênfase no forno de cal. **Revista Liberato**, v. 16, p. 101-220, 2015.

ALVES, L. S. **Influência da adição de fibras de celulose (papel kraft) nas características dos blocos de concreto não estrutural**. Brasília: Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2016.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE, **State-of-the-art report on fiber reinforced concrete**, ACI544-1R, Detroit, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C117-17**: Standard test method for materials finer than 75- $\mu\text{m}$  (No. 200) sieve in mineral aggregates by washing. Pensilvânia, 2017.

\_\_\_\_\_. **C780**. Standard Test Method Preconstruction and Construction Evaluation of Mortars for Plain and Reinforced Unit Masonry, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012.

\_\_\_\_\_. **C1069-14**: Standard Test Method for Specific Surface Area of Alumina or Quartz by Nitrogen Adsorption, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.

ANDRADE, D. S. **Microestrutura de pastas de cimento portland com nanossílica coloidal e adições minerais altamente reativas**. Brasília: Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2017.

ANTONI, M; ROSSEN, J.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. **Journal of Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 1579-1589, 2012.

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

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; HORTAL, J. A. G.; BARRA, M. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. **Journal of Cellulose**, v. 18, p. 281-289, 2011.

ARQHYS. **Propriedades del papel**. Disponível em: <<http://www.arqhys.com/arquitectura/papel-propiedades.html>>. Acesso em: 2 fev. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. **ABCP**. A nova norma de especificação de cimento ABNT NBR 16697: saiba o que mudou e o que não mudou. Disponível em: <<https://abcp.org.br/a-nova-norma-de-especificacao-de-cimento-abnt-nbr-16697-saiba-o-que-mudou-e-o-que-nao-mudou/#:~:text=A%20norma%20de%20especifica>>

%C3%A7%C3%A3o%20do,CP%20I%2DS%20(ABNT%20NBR%205732)>. Acesso em 30 de jun de 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**. Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão: Classificação. Rio de Janeiro, 1997.

\_\_\_\_\_. **NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_. **NBR 12653**. Materiais pozolânicos - Requisitos: Classificação. Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_. **NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura e determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_. **NBR 13279**. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão: Classificação. Rio de Janeiro, 2005.

\_\_\_\_\_. **NBR 14656**. Cimento Portland e matérias-primas - análise química por espectrometria de raios-X - método de ensaio: Classificação. Rio de Janeiro, 2001.

\_\_\_\_\_. **NBR 15900-1**. Água para amassamento do concreto Parte 1: Requisitos: Classificação. Rio de Janeiro, 2009.

\_\_\_\_\_. **NBR 16606**. Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal: Classificação. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_. **NBR 16607**. Cimento Portland - Determinação dos tempos de pega: Classificação. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_. **NBR 16697**. Cimento Portland – Requisitos: Classificação. Rio de Janeiro, 2018.

\_\_\_\_\_. **NBR NM 43**. Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal: Classificação. Rio de Janeiro, 2003.

BAJPAI, P. **Chemical Recovery in Pulp and Paper Making**. PIRA International, UK, p. 166, 2008.

BAJPAI, P. **Environmentally Benign Approaches for Pulp Bleaching**. 2<sup>a</sup> ed. Amsterdam: Elsevier BV, 2012.

BALLESTEROS, J. E. M., SANTOS, S. F., MÁRMOL, G., SAVASTANO JÚNIOR, H., FIORELLI, J. Evaluation of cellulosic pulps treated by hornification as reinforcement of cementitious composites. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 100, p. 83-90, 2015.

BASSA, A. **Processo de polpação kraft convencional e modificado com madeiras de E. grandis e híbrido (E. grandis x E. urophylla)**. São Paulo: Dissertação de Mestrado, Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

BENIN, P. R.; KANNAN, S.; BRIGHT, R J.; MOSES. A. J. A review on mechanical characterization of polymer matrix composites & its effects reinforced with various natural fibres. **Journal of Materialstoday proceedings**, v. 33 part 1, p. 798-805, 2020.

BENTCHIKOU, M.; GUIDOUM, A.; SCRIVENER, K.; SILHADI, K.; HANINI, S. Effect of recycled cellulose fibres on the properties of lightweight cement composite matrix. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 34, p. 451-456, 2012.

BILBA, K.; ARSENE, M. A.; OUENSANGA, A. Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites - part I: Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 25, p. 91-96, 2003.

BRASIL. Associação Mineira de Defesa do Ambiente. **Ciclo de vida do papel**. AMDA. Disponível em: <<http://www.amda.org.br/?string=interna-projetos&cod=31>>. Acesso em: 29 ago. 2017.

\_\_\_\_\_. Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social. **A indústria de cimento no Brasil e no mundo: uma visão geral**. Rio de Janeiro: BNDES, 1995. Disponível em: <<https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/8556>>. Acesso em: 15 jan. 2020.

\_\_\_\_\_. Empresa de Pesquisa Energética. **A indústria de Papel e Celulose no Brasil e no Mundo**. EPE. Disponível em: <[https://www.epe.gov.br/sites-pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes/PublicacoesArquivos/publicacao-650/Pulp%20and%20paper\\_EPE+IEA\\_Portugu%C3%AAs\\_2022\\_01\\_25\\_IBA.pdf](https://www.epe.gov.br/sites-pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes/PublicacoesArquivos/publicacao-650/Pulp%20and%20paper_EPE+IEA_Portugu%C3%AAs_2022_01_25_IBA.pdf)>. Acesso em 20 jun. 2023.

\_\_\_\_\_. Indústria Brasileira de Árvores. **Papéis para embalagens**. São Paulo: IBÁ, 2015a. Disponível em: <<http://iba.org/pt/9-conteudo-pt/551-papeis-para-embalagens>>. Acesso em: 10 fev. de 2018.

\_\_\_\_\_. Indústria Brasileira de Árvores. **Papel**. São Paulo: IBÁ, 2015b. Disponível em: <<http://iba.org/pt/produtos/papel>>. Acesso em: 25 fev. de 2018.

\_\_\_\_\_. Indústria Brasileira de Árvores. **Relatório 2017**. São Paulo: IBÁ, 2017. Disponível em: <[http://iba.org/images/shared/Biblioteca/IBA\\_RelatorioAnual2017.pdf](http://iba.org/images/shared/Biblioteca/IBA_RelatorioAnual2017.pdf)>. Acesso em: 20 fev. 2018.

\_\_\_\_\_. Indústria Brasileira de Árvores. **Relatório 1º trimestre de 2023**. São Paulo: IBÁ, 2023. Disponível em: <<https://www.iba.org/datafiles/publicacoes/cenarios/73-cenarios.pdf>>. Acesso em: 20 jun. 2023.

\_\_\_\_\_. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Cidades e municípios – panorama**. Rio de Janeiro: IBGE, 2021. Disponível em: <<https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/contas-nacionais.html>>. Acesso em 20 maio 2023.

\_\_\_\_\_. Ministério da Saúde. **Portaria n° 2.914, de 12 de dezembro de 2011**. Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade. Brasília, DF, 12 de dez. 2011.

\_\_\_\_\_. Ministério da Saúde. **Portaria n° 518, de 25 de março de 2004**. Estabelece os procedimentos e responsabilidades relativos ao controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade, e dá outras providências. Brasília, DF, 25 de mar. 2004.

\_\_\_\_\_. Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas. **Dossiê técnico, Produção de embalagem de papel**. SBRT, 2012. Disponível em: <<http://respostatecnica.org.br/acessoDT/200>>. Acesso em: 10 fev. 2018.

\_\_\_\_\_. Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Despacho total por forma de apresentação - 2019 Jan. a Nov.** Rio de Janeiro: SNIC, 2019a. Disponível em: <<http://snic.org.br/assets/pdf/numeros/1595425086.pdf>>. Acesso em 16 jan. 2020.

\_\_\_\_\_. Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Produção nacional de cimento por regiões e estados (t) 2019**. Rio de Janeiro: SNIC, 2019b. Disponível em: <<http://snic.org.br/assets/pdf/numeros/1595425060.pdf>>. Acesso em: 16 jan. 2020.

\_\_\_\_\_. Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Relatório anual: Produção e despacho de cimento em 2020**. Rio de Janeiro: SNIC, 2020. Disponível em: <[http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio\\_anual/rel\\_anual\\_2020.pdf](http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio_anual/rel_anual_2020.pdf)>. Acesso em: 30 jun. 2022.

\_\_\_\_\_. Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Relatório anual: Produção e despacho de cimento em 2021**. Rio de Janeiro: SNIC, 2021. Disponível em: <[http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio\\_anual/rel\\_anual\\_2021.pdf](http://snic.org.br/assets/pdf/relatorio_anual/rel_anual_2021.pdf)>. Acesso em: 30 jun. 2022.

BRASKEM, S. A. **Boletim Técnico n° 8. Glossário de termos aplicados a polímeros**. Revisão 2002. Disponível em:

<[https://www.braskem.com.br/Portal/Principal/Arquivos/html/boletm\\_tecnico/Glossario\\_d\\_e\\_termos\\_aplicados\\_a\\_polimeros.pdf](https://www.braskem.com.br/Portal/Principal/Arquivos/html/boletm_tecnico/Glossario_d_e_termos_aplicados_a_polimeros.pdf)>. Acesso em: 30 de mar. 2017.

BUSON, M. A.; ALVES, L. S.; SANTANA, T. S.; PEREIRA, C. H. A. F.; ANDRADE, L. F.; PINHEIRO, D. G. L. Estudo da viabilidade e de uma metodologia de reciclagem de embalagens de cimento, cal e argamassa visando o emprego de suas fibras compósitos cimentícios. In: 6th Amazon & Pacific Green Materials Congress and Sustainable Construction Materials LAT-RILEM Conference, 6, Cali. **Anais...** Colômbia: SustainableMaterials for a Living World, 2016. P. 304-312.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia dos materiais: Uma introdução**. 9ª ed. São Paulo: LTC, 2016.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials Science and Engineering: An introduction**. 7. ed. New York: Wiley, 2007.

CAMPOS, E. S. **Curso básico de fabricação de papel com ênfase nas propriedades dos papéis de fibra curta**. Santa Catarina, 2009. Disponível em: <[http://www.eucalyptus.com.br/artigos/outros/2009\\_Fabricacao\\_Papel.pdf](http://www.eucalyptus.com.br/artigos/outros/2009_Fabricacao_Papel.pdf)>. Acesso em: 16 ago. 2017.

CARVALHO, P. E. F. **Estudo das propriedades e do desempenho de argamassas de assentamento com fibras de papel kraft**. Goiânia: Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Federal de Goiás, 2014.

CARVALHO, P. E. F.; SANTOS, L. R. **Avaliação de argamassas com fibras de papel kraft proveniente de embalagens de cimento**. Goiânia: Monografia de Graduação, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2011.

CARVALHO, P.; VIEIRA, I.; AURIONE, D.; CARDOSO, T.; CARASEK, H.; CASCUDO, O. Caracterização do papel kraft de embalagens visando o emprego como fibras em compósitos cimentícios. In: Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído, 15., 2014, Maceió. **Anais...** Maceió: ENTAC, 2014. p. 2632-2642.

CASTRO, V. G. **Compósitos madeira-cimento: um produto sustentável para o Futuro**. Mossoró: EDUFERSA, 2021.

CASTRO, V. G. **Espécies da Amazônia na produção de compósitos madeira-cimento por vibro-compactação**. Curitiba: Tese de Doutorado, Universidade Federal do Paraná, 2015.

CECHIN, L. **Análise da viabilidade de produção de painéis de cimento reforçados com biomassa vegetal e escória de alto forno**. Curitiba: Dissertação de Mestrado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2017.

CELULOSE ONLINE. **Top 10 maiores países produtores de papel do mundo**. Disponível em: <<https://www.celuloseonline.com.br/top-10-maiores-paises-produtores-de-papel-do-mundo/>>. Acesso em: 12 dez. 2017.

CHRIST, R. **Desenvolvimento de compósitos cimentícios avançados à base de pós-reativos com misturas híbridas de fibras e reduzido impacto ambiental**. São Leopoldo: Dissertação de Mestrado, Universidade do Vale do Rio do Sinos, Rio Grande do Sul, 2014.

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

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE. Resolução Conama nº 307, de 5 de julho de 2002. Estabelece diretrizes, critérios e procedimentos para a gestão dos resíduos da construção civil. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res02/res30702.html>>. Acesso em: 15 set. 2018.

\_\_\_\_\_. Resolução Conama nº 274, de 29 de novembro de 2000. Define os critérios de balneabilidade em águas brasileiras. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília. Disponível em: <[http://conama.mma.gov.br/?option=com\\_sisconama&task=arquivo.download&id=272](http://conama.mma.gov.br/?option=com_sisconama&task=arquivo.download&id=272)>. Acesso em: 11 set. 2021

CONCEIÇÃO, M.M.M.; BARROSO, L.L.; FONSECA, D.P.; FREITAS JUNIOR, W.F.; ABDULMASSIH, M.F. ; BARRETO, O. F., ET AL. Diagnosis of demolition and construction waste in Brazil. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, p. 87466-87481, 2021

COSTA, A. O. S. **Alternativas para o controle de um sistema de evaporadores de múltiplo efeito**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, p.164, 2000.

COUTTS, R. S. P. **From Forest to factory to fabrication**. In International Symposium on fibre reinforced cement and concrete, 4. E e FN Spon, London, 1992.

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, p. 103975, 2022.

DIAS, R. A. **Avaliação da interferência da adição de fibras de papel kraft em argamassas**. Brasília: Monografia de Graduação, departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2017.

DWECK, J.; CUNHA, A. L. C.; PINTO, C. A.; GONÇALVES, J. P.; BÜCHLER, P. M. Thermogravimetry on Calcined Mass Basis – Hydrated Cement Phases and Pozzolanic Activity Quantitative Analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97, p. 85-89, 2009.

EUROPEAN DISPOSABLES AND NONWOVENS ASSOCIATION. **EDANA ERT 420.2-02b**: Recommended test method particle size distribution sieve fractionation.

FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H. P.; SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. **Journal of Progress in Polymer Science**, v.37, p. 1552-1596, 2012.

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

FERREIRA, S. R.; LIMA, P. R. L.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Influência de Ciclos de Molhagem-Secagem em Fibras de Sisal Sobre a Aderência Com Matrizes de Cimento PORTLAND. **Revista Matéria**, v. 17, n. 2, p. 1024-1034, 2012.

FIBRENAMICS. **Natural Fibers**. Disponível em: <<https://www.web.fibrenamics.com/pt/conhecimento/as-fibras/fibras-naturais/>>. Acesso em: 13 mar. 2017.

FIDELIS, M. E. A. **Desenvolvimento e Caracterização Mecânica de Compósitos Cimentícios Têxteis reforçados com fibras de Juta**. Rio de Janeiro: Tese Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

FIORE, V.; SCALICI, T.; NICOLETTI, F.; VITALE, G.; PRESTIPINO, M.; VALENZA, A. A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. **Journal of Composites Part B: Engineering**, v. 85, p. 150-160, 2016.

FOELKEL, C. E. B. **Aspectos da evolução tecnológica da fabricação da celulose e do papel**. Disponível em: <[http://www.celsofoelkel.com.br/artigos/01\\_C&A\\_Evolucao%20celulose%20papel.pdf](http://www.celsofoelkel.com.br/artigos/01_C&A_Evolucao%20celulose%20papel.pdf)>. Acesso em: 12 fev. 2018.

FONSECA, R. P. **Influência de diferentes tipos de fibras vegetais amazônicas no desempenho de uma argamassa a base de cimento Portland e Metacaulim**. Florianópolis: Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Florianópolis, 2021.

GALVÃO, S. P. **Estudo microestrutural de pastas de cimento modificadas por emulsões de base acrílica e acrílica-estirenada.** Tese de Doutorado, Universidade Federal de Pernambuco. CCEN. Ciências de materiais. Recife, 2011.

GARROTE, G.; EUGENIO, M. E.; DIAZ, M. J.; LÓPEZ, A. F.; Hydrothermal and pulp processing of Eucalyptus. **Journal of Bio resource Technology**, v. 88, p. 61-68, 2003.

GIACOMIN, N. P. **Compósitos reforçados com fibras naturais para a indústria automobilística.** São Carlos: Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, 2003.

GODARA, M. S S. Effect of chemical modification of fiber surface on natural fiber composites: A review. **Journal of Materialstoday proceedings**, v. 18, part 7, p. 3428-3434, 2019.

GOLDSTEIN, J. I., et al. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. **Springer**; 4th ed., 2018.

GRAM, H. E. Durability of Natural Fibres in Concrete. **Journal of Swedish Cement and Concrete Research Institute**, p. 255, 1983.

IWAKIRI, S.; ALBUQUERQUE, C. E. C.; PRATA, J. G.; COSTA, A. C. B. Utilização de madeiras de Eucalyptus grandis e Eucalyptus dunnii para produção de painéis de partículas orientadas – OSB. Revista Ciência Florestal, Santa Maria, v. 18, p. 265 – 270, 2008.

JARABO, R.; MONTE, M. C.; FUENTE, E.; SANTOS, S. F.; NEGRO, C. Corn stalk from agricultural residue used as reinforcement fiber in fiber-cement production. **Journal of Industrial Crops and Products**, v. 43, p. 832-839, 2013.

JOHN, J. M.; THOMAS, S. Biofibres and biocomposites. **Journal of Carbohydrate Polymers**, v. 8, p.343-364, 2008.

JUÁREZ, C.; DURÁN, A.; VALDEZ, P.; FAJARDO, G. Performance of “Agave lecheguilla” natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions. **Journal of Building and Environment**, v. 42, p. 1151-1157, 2007.

KARADE, S. R. Cement-bonded composites from lignocellulosic wastes. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 24, p. 1323 - 1330, 2010.

KARADE, S. R.; IRLE, M.; MAHER, K.. Influence of granule properties and concentration on cork-cement compatibility. **Holz als Roh-und Werkstoff**, v. 64, p. 281-286, 2006.

KIRCHHEIM, A. P.; SOUZA, R.B.; DAL MOLIN, D. C. C.; MONTEIRO, P. J. M. **Álcalis incorporados ao aluminato tricálcio: efeitos na hidratação**. Ambiente construído. V. 10, n. 1, p 177 – 189. Porto Alegre – RS, 2010.

KIRCHHEIM, A. P.; SOUZA, R.B.; DAL MOLIN, D. C. C.; MONTEIRO, P. J. M. **Álcalis incorporados ao aluminato tricálcio: efeitos na hidratação**. Ambiente construído. v. 10, n. 1, p 177-189. Porto Alegre – RS, 2010.

KLOCK, U. ANDRADE, A. S.; HERNANDEZ, J; A. **Polpa e Papel**. Manual Didático. Universidade Federal do Paraná. Departamento de Engenharia e Tecnologia Florestal. 3<sup>a</sup> edição. 2013. Disponível em: <<http://www.madeira.ufpr.br/disciplina/sklock/polpaepapel/manualpolpa2013.pdf>>. Acessoem: setembro de 2017.

KROTSCHHECK, A.W. Chemical pulping. **Handbook of Pulp**. In: Sixta, H. (Ed.), WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim, Germany, p. 512–605, 2006.

KUNDU, S. P.; CHAKRABORTY, S.; ROY, A.; ADHIKARI, B.; MAJUMDER, S. B. Chemically modified jute fibre reinforced non-pressure (NP) concrete pipes with improved mechanical properties. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 37, p. 841-850, 2012.

LAVERDE, V., MARIN, A., BENJUMEA, J. M., ORTIZ, M. R. Use of vegetable fibers as reinforcements in cement-matrix composite materials: **A review, Construction and Building Materials**, v. 340, p. 127729, 2022.

LÉBEIS, V. D. L. **Viabilidade do uso do resíduo da fabricação do papel em argamassas**. Campinas: Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Estadual de Campinas, 2003.

LI, X.; TABIL, L. G.; PANIGRAHI, S. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites. A review: **Journal of Polymers and the Environment**, v. 15, p. 25-33, 2007.

LIMA, A. J. M. de. **Utilização de resíduo de *Pinus spp* e materiais cimentícios alternativos na produção de blocos para alvenaria estrutural**. Curitiba: Tese de Doutorado, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

LIMA, P. R. L. **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal**. Rio de Janeiro: Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

LIMA, P. R. L. **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal**. Rio de Janeiro: Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2004.

LOPES, F. F. M.; ARAUJO, G. T.; NASCIMENTO, J. W. B.; GADELHA, T. S.; SILVA, V. R. Study of the effects of acetylation treatments on sisal fiber. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 14, p. 783-788, 2010.

LOPEZ, L. G.; J. CLARAMUNT, J. HAURIE, L. VENTURA, H. ARDANUY, M. Study of the fire and thermal behaviour of façade panels made of natural fibre-reinforced cement-based composites. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 302, p. 124195, 2021.

MACHADO, C. X. B. **Caracterização mecânica de compósitos de matriz cimentícia contendo resíduos de construção e demolição (RCD) reforçados com fibras de sisal**. Lisboa: Dissertação de Mestrado, Curso de Engenharia Civil, Instituto Superior Técnico de Lisboa, 2014.

MACHADO, P. J. C. **Estudo da durabilidade de compósitos cimentícios com polpa de eucalipto modificados com microssílica e látex.** Uberlândia: Dissertação Mestrado, Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais, 2019.

MANALO, A. C.; WANI, E.; ZUKARNAIN, N. A.; KARUNASENA, W.; LAU, K. T. Effects of alkali treatment and elevated temperature on the mechanical properties of bamboo fibre–polyester composites. **Journal of Composites Part B: Engineering**, v. 80, p. 73-83, 2015.

MARCONDES, C. G. **Embalagem com conteúdo.** Itambé, 2007. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/embalagem-com-conteudo/>>. Acesso em: 27 ago. 2017.

MARINELLI, A. L. et al. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. **Polímeros. Revista Ciência e Tecnologia**, v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008.

MARINHO, N. P., NISGOSKI, S., KLOCK, U., ANDRADE, A. S., MUÑIZ, G. I. B. Análise química do bambu-gigante (*Dendrocalamus giganteus* Wall. Ex Munro) em diferentes idades. **Revista Ciência Florestal**, v. 22, p. 413-418, 2012.

MÁRMOL, G.; SAVASTANO JÚNIOR, H.; MONZÓ, J. M.; BORRACHERO, M. V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J. Portland cement, gypsum and flyash binder systems characterization for lignocellulosic fiber-cement. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 124, p. 208-218, 2016.

MARTINS, D. V. A.; SOARES, L. M. **Avaliação do desempenho de revestimentos de argamassa com fibras de papel kraft provenientes de embalagens de cal.** Goiânia: Monografia de Graduação, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2016.

MATOSKI, A. **Utilização de pó de madeira com granulometria controlado na produção de painéis de cimento madeira.** Curitiba: Tese de Doutorado, Universidade Federal do Paraná, 2005.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais**. São Paulo: Pini, p. 573, 1994.

MELO FILHO, J. A. **Desenvolvimento e caracterização de laminados cimentícios reforçados com fibras longas de sisal**. Rio de Janeiro: Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

MELO FILHO, J. A.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fiber cement composite systems. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 40, p. 30-39, 2013.

MOHR, B. J.; BIERNACKI, J. J.; KURTIS, K. E. Microstructural and chemical effects of wet/dry cycling on pulp fiber–cement composites. **Journal of Cement and Concrete Research**, 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. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 27, p. 435-448, 2005.

MOLESMI, A. A.; GARCIA, J. F.; HOFSTRAND, A. D. Effect of various treatments and additives on wood-Portland cement-water systems. **Journal of Wood and fiber science**, v. 15, p. 164-176, 1982.

MOTTA, L. A. C. **Melhoria do Desempenho de Fibras de Coco e Sisal Para Reforço de Matrizes Cimentícias Através de Tratamento Termomecânico e Impregnação de Resinas**. São Paulo: Tese de Doutorado, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

MOTTA, L. A. C.; JOHN V. M.; AGOPYAN V. Thermo-Mechanical Treatment to Improve Properties of Sisal Fibres for Composites. **Materials Science Forum**, v. 636-637, p. 253- 259, 2010.

NANKO, H.; ASANO, S.; OHSAWA, J. Shrinkage behavior of pulp fibers during drying. In: **TAPPI INTERNATIONAL PAPER PHYSICS CONFERENCE**, 1991, Kona. Proceedings... Kona: 1991, p. 365-374.

NAVARRO, R. M. S.; NAVARRO, F. M. S.; TAMBOURGI, E. B. Estudo de diferentes processos de obtenção da pasta celulósica para fabricação de papel. **Revista Ciências & Tecnologia**, 2007.

NEITHALATH, N.; WEISS, J.; OLEK, J. Acoustic performance and damping behavior of cellulose–cement composites. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 26, p. 359-370, 2004.

NETRAMAI, S.; KIJCHAVENGKUL, T.; KITTIPINYOVATH, P. Pulp and Paper Production. **Journal of Reference Module in Food Science**, p. 1-9, 2016.

NEVES JUNIOR, A.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R.; DWECK, J. Early Stages Hydration of High Initial Strength Portland Cement Part I. Thermogravimetric Analysis on Calcined Mass Basis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 108, p. 725-731, 2012.

OKINO, E. Y. A.; SOUZA, M. R.; SANTANA, M. A. E.; ALVES, M. V. S.; SOUSA, M. E.; TEIXEIRA, D. E. Cement bonded Wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood. **Journal of Cement & Concrete Composites**, v. 26, p. 729-734, 2004.

OLIVEIRA, A.; CHERUBIN, M. J. **Mas afinal, o que é celulose?**. Revista tecnológica do setor gráfico brasileiro, n. 91, 2015.

OLIVEIRA, M. S. **Desenvolvimento e caracterização de telhas cimentícias reforçadas com tecido de fibras vegetais da Amazônia**. Amazonas: Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Faculdade de Tecnologia do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Amazonas, 2017.

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

PACHECO, F.; CHRIST, R.; GIL, A. M.; TUTIKIAN, B.F. Aplicação de MEV e microtomografia 3D na investigação da distribuição de fibras em compósitos cimentícios avançados. **Revista IBRACON de estruturas e materiais**, v. 9, p. 824-841, 2016.

PAN, Y.; DENG, L.; LI, S.; WANG, J.; ZHANG, F. A study using a combined method of scientometric and manual analysis to review the present research of plant fibres reinforced concrete. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 341, p. 127551, 2022.

PASCHOALIN, J. A. Setor da construção e a geração de resíduos: a necessidade de discussão de um novo paradigma. **Socioambiental Online**, 2017. Disponível em: <<http://socioambientalonline.com.br/setor-da-construcao-e-a-geracao-de-residuos-a-necessidade-de-discussao-de-um-novo-paradigma/>>. Acesso em: 23 set. 2017.

PEREIRA, F. T. M. **Avaliação da influência da adição de fibras kraf tem argamassas**. Brasília: Monografia de Graduação, departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2018.

PEREIRA, Marinalva M. **Processamento de cerâmicas**. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Belo Horizonte: UFMG, 2002.

PICANÇO, M. S. **Compósitos cimentícios reforçados com fibras de curauá**. Rio de Janeiro: Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2005.

PIOTTO, Z. C. **Eco-eficiência na indústria de celulose e papel- Estudo de caso**. São Paulo: Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2003.

PIZZOL, V.D.; MENDES, L. M.; FREZZATTI, L.; SAVASTANO JR, H.; TONOLI, G.H.D. Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of

hybrid fiber-cement composites. **Journal of Minerals Engineering**, v. 59, p. 101-106, 2014.

POIRIER, N. A.; PIKULIK, I.I.; GOODING, R.; ABDULLAHI, A.A. Papermaking, In Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. **Journal of Elsevier**, p. 6739-6747, 2016.

POLOWSKI, N. V. **Modelagem e otimização de digestores kraft descontínuos utilizando redes neurais e modelo híbrido-integração de processos em tempo real**. Campinas: Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2009.

PRAMBAUER, M.; PAULIK, C.; BURGSTALLER, C. The influence of paper type on the properties of structural paper – Polypropylene composites. **Journal of Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 74, p. 107-113, 2015.

PRINSEN, P. **Composición química de diversos materiales lignocelulósicos de interés industrial y análisis estructural de sus ligninas**. Sevilla: Dissertação de Mestrado, Departamento de Biotecnología Vegetal, Facultad de Química, Universidad de Sevilla, 2010.

QUARCIONI, V. A. **Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland: estudo em pasta**. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil. São Paulo, 2008.

RAABE, J. **Compósitos de fibrocimento com fibras de polpa celulósica modificada com nano-sílica**. Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia Florestal, Universidade de Brasília. Brasília, 2019.

RAMACHANDRAN, V. S. **Thermal analysis**. In: **Handbook of Analytical Techniques in Concret Science and Technology**. Editores: RAMACHANDRAN, V.S. BEAUDOIN; J. Buiding Material series, 2001.

RAMESH, M.; PALANIKUMAR, K.; REDDY, K. H. Plantfibrebasedbio-composites: Sustainableandrenewablegreenmaterials. **Journal of Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 79, p. 558-584, 2017.

RIBEIRO, F. B. **Adição de papel kraft no concreto: estudo das propriedades mecânicas**. Palmas: Trabalho final de curso, Centro Universitário Luterano de Palmas, Tocantins, 2017.

ROCHA, C. A. A.; CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D. Influence of Stone Cutting Waste and Ground Waste Clay Brick on the Hydration and Packing Density of Cement Pastes. **Journal of Ibracon Structures and Materials**, v. 6, p. 661-680, 2013.

RODRIGUES, C. S.; GHAVAMI, K.; STROEVEN, P. Rice husk ash as a supplementary raw material for the production of cellulose - cement composites with improved performance. **Journal of Waste Biomass Valor**, v. 1, p. 241-249, 2010.

SAHEB, D. N.; JOG, J. P. Natural fiber polymer composites: A Review. **Journal of Advances in Polymer Technology**, v. 18, p. 351–363, 1999.

SAMISTRARO, G.; MUNIZ, G. I. B. Previsão das propriedades físicas do papel kraft por espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) e regressão por mínimos quadrados parciais (PLS). **Revista Química Nova**, v. 32, p. 1422-1425, 2009.

SANTANA, T. S. **Avaliação da influência da utilização de agregado miúdo reciclado em argamassas estabilizadas**. Brasília: Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2018.

SANTOS, C. P.; REIS, I. N.; MOREIRA, J. E. B.; BRASILEIRO, L. B. Papel: como se fabrica. **Revista Química e Sociedade**, n. 14, p. 3 - 7, 2001.

SANTOS, L. P. **Efeito da deposição de Nano-Sílica (SiO<sub>2</sub>) em fibras de celulose sobre a compatibilidade com matriz cimentícia**. Brasília: Trabalho de Graduação, Departamento de Engenharia Florestal, Universidade de Brasília, 2016.

SANTOS, R. D. **Estudo da influência de tratamentos na promoção da durabilidade e aderência de fibras de curauá e sisal em matrizes à base de cimento Portland.** Rio de Janeiro: Projeto final de Graduação, Departamento de Engenharia Civil da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2016.

SAVASTANO JÚNIOR, H. **Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo.** São Paulo: Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia de Construção Civil da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2000.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fiber-cement paste composites. **Journal of Cement & Concrete Composites**, v. 21, p. 49-57, 1999.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; AGOPYAN, V.; NOLASCO, A. M.; PIMENTEL, L. Plant fibre reinforced cement components for roofing. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 13, p. 433-438, 1999.

SAVASTANO JÚNIOR, R. H.; SANTOS, S. F.; RADONJIC, M.; SOBOYEJO, W. O. Fracture and Fatigue of Natural Fiber-Reinforced Cementitious Composites. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 31, p. 232–243, 2009.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; WARDEN, P.; COUTTS, R. Ground iron blast furnace slag as a matrix for cellulose-cement materials. **Journal of cement and concrete composites**, v. 23, p. 389-397, 2001.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. **Journal of cement and concrete composites**, v. 22, p. 379-384, 2000.

SCRIVENER, K.; BAZZONI, A.; MOTA, B.; ROSSEN, E. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials: **Electron microscopy.** Boca Raton, Flórida: Taylor & Francis Group, LLC, 2016.

SCRIVENER, K., SNELLINGS, R., LOTHENBACH, B. **A Practical guide to microstructural analysis of cementitious materials**. 1ª edição. Boca Raton: CRC Press, 26 de julho de 2017.

SHREVE, R. N.; BRINK Jr, J. A. **Indústrias de processos químicos**. 4ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2008.

SILVA, F. A. **Durabilidade e Propriedades Mecânicas de Compósitos Cimentícios Reforçados por Fibras de Sisal**. Rio de Janeiro: Tese de Doutorado, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; MELO FILHO, J. A.; FAIRBAIRN, E. M. R. Physical and mechanical properties of durable sisal fiber–cement composites. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 24, p. 777-785, 2010.

SILVA, L. F. **Aquisição, processamento e análise de imagens 3D: MicroTC e FIB-SEM na caracterização de defeitos em solda molhada**. Rio de Janeiro: Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2014.

SILVA, M. A. **Obtenção e caracterização de compósitos cimentícios reforçados com fibras de papel de embalagens de cimento**. Belo Horizonte: Dissertação de Mestrado, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2013.

SILVA, R.; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Revista Química Nova**, v. 32, p. 661-671, 2009.

SILVA, V. A.; FERNANDES, A. L. T. Cenário do gerenciamento dos resíduos da construção e demolição (RCD) em Uberaba-MG. **Revista Sociedade & Natureza**, n. 2, p. 333-344, 2012.

SILVA, E. J.; MARQUES, M. L.; VELASCO, F. G.; FORNARI JUNIOR, C. C. M.; LUZARDO, F. H. M. Degradação da fibra de coco imersa em soluções alcalinas de

cimento e NaOH. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 19, n. 10, p. 981–988, 2015.

SIXTA, H., 2006. **Handbook of Pulp**. In: Sixta, H. (Ed.), WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KgaA, Weinheim, Germany, pp. 2–19.

SMOOK, G.A. **Handbook for Pulp and Paper Technologists**. Joint Textbook Committee of the Paper Industry of the United States and Canada, 2003.

SOOD M.; DWIVEDI G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: **A review, Egyptian Journal of Petroleum**, 2017.

SOUSA, M. I. C. **Microestrutura de pastas de cimento ternárias com metacaulim e nanossílica**. Brasília: Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2019.

SOUZA, L. G. Q. ANUNCIÇÃO JÚNIOR, N. C. Adição de fibras de celulose (papel kraft) no concreto – verificação da absorção por capilaridade. **Revista Brasiliense de Engenharia e Física Aplicada**, 2019.

SPOLJARIC, S.; GENOVESE, A.; SHANKS, R. A. Polypropylene–microcrystalline cellulose composites with enhanced compatibility and properties. **Journal of Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 40, p. 791-799, 2009.

STANCATO, A. C. **Caracterização de compósitos à base de resíduos vegetais e argamassa de cimento modificada pela adição de polímeros para a fabricação de blocos vazados**. Campinas: Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola, São Paulo, 2006.

TERAUBE, O.; AGOPIAN, J. C.; PETIT, E.; METZ, F.; BATISSE, N.; CHARLET, K.; DUBOIS, M. Surface modification of sized vegetal fibers through direct fluorination for eco-composites. **Journal of Fluorine Chemistry**, v. 238, p. 109618, 2020.

TAVES, S. J. L.; POIANI, L. M.; SILVA, E. R. Projeto da cooperativa dos produtores de papel ecológico e artesanal de São Carlos. In: Seminário de Metodologia para Projetos de Extensão (SEMPE), IV. 2001, São Carlos. **Anais...** São Carlos: SEMPE, 2001.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2nd ed. London: Thomas Telford, 1997.

TEJEDOR, A. S. **Tecnología de la celulosa, la industria papelera. Química Orgánica Industrial**, 2017. Disponível em: <<https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-03.php>>. Acesso em: 20 ago. 2017.

THIVES, L. P.; GHISI, E.; THIVES JÚNIOR, J. An outlook on the management of construction and demolition waste in Brazil. **Journal of Cleaner Materials**, v. 6, p. 100153, 2022.

TIAN, H.; ZHANG, Y. X.; YANG, C.; DING, Y. Recent advances in experimental study on mechanical behaviour of natural fibre reinforced cementitious composites. **Journal of Structural Concrete**, v. 17 p. 564-575, 2016.

TOLEDO FILHO, R. D.; GHAVAMI, K.; ENGLAND, G. L.; SCRIVENER, K. Development of vegetable fibre - mortar composites of improved durability. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 25, p. 185-196, 2003.

TOLEDO FILHO, R. D.; GHAVAMI, K.; SANJUÁN, M. A.; ENGLAND, G. L. Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 27, p. 537-546, 2005.

TOLEDO FILHO, R. D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G. L.; GHAVAMI, K. Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 22, p. 127-143, 2000.

TONOLI, G. H. D. **Fibras curtas de Eucalipto para novas tecnologias em fibrocimento**. São Paulo: Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, 2009.

TONOLI, G. H. D.; BELGACEM, M. N.; SIQUEIRA, G.; BRAS, J.; SAVASTANO JÚNIOR, H.; LAHR, F.A. R. Processing and dimensional changes of cement based composites reinforced with surface-treated cellulose fibres. **Journal of Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 68-75, 2013.

TONOLI, G. H. D.; SAVASTANO, H.; FUENTE, E.; NEGRO, C.; BLANCO, A.; ROCCO LAHR, F. A. Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement-based composites. **Journal of Industrial Crops and Products**, v. 31, p. 225-232, 2010.

TON-THAT, M. T.; DENAULT, J. **Development of Composites Based on Natural Fibers**. National Research Council, Industrial Materials Institute, The Institute of Textile Science, Ottawa, Canada, 2007.

TRAN, H. **Advances in the Kraft Chemical Recovery Process**. Source Third ICEP International Colloquium on Eucalyptus Pulp, March 4–7, Brazil, p. 7, 2007.

TUTUS, A.; ATES, S.; DENIZ, I. Pulp and paper production from Spruce wood with kraft and modified kraft methods. **Journal of Biotechnology**, v. 9, p. 1648-1654, 2010.

UNITED STATES. United States Department of Energy. **Energy and Environmental Profile of the U.S. Pulp and Paper Industry**. DOE. Office of Energy Efficiency and Renewable Energy, Industrial Technologies Program, Washington DC, 2005.

VGR Resíduos. **Resíduos da Construção Civil: construindo valores de sustentabilidade**. Disponível em: < <https://www.vgresiduos.com.br/blog/residuos-da-construcao-civil-construindo-valores-de-sustentabilidade/>>. Acesso em: 30 de jun de 2022.

WEATHERWAX, R. C.; TARKOW, H. Effect of wood on setting of Portland cement. **Journal of Forest Products Journal**, v. 14, p. 567-570, 1964.

WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Journal of Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 1-16, 2015.

WEI, J.; MEYER, C. Sisal fiber-reinforced cement composite with Portland cement substitution by a combination of metakaolin and nanoclay. **Journal of Materials Science**, v. 49, p. 7604-7619, 2014.

YAN, L; BOHUMIL, K.; HUANG LA. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. **Journal of Composites Part B: Engineering**, v. 92, p. 94-132, 2016.

YI,Y.; GUO, S.; LI , S.; RAHMAN, M. Z.; ZHOU, L.; SHI, C.; ZHU, D. Effect of alkalinity on the shear performance degradation of basalt fiber-reinforced polymer bars in simulated seawater sea sand concrete environment. **Journal of Construction and Building Materials**, v. 299, p. 123957, 2021.

ZHANG, Y. H. P.; LYND, L. R. Toward an aggregated understanding of enzymatic hydrolysis of cellulose: noncomplexed cellulose systems. **Journal of Biotechnology and bioengineering**, v. 88, p.797-824, 2004.

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

ZUCCO, L. L. **Estudo da viabilidade de fabricação de placas de compósitos à base de cimento e casca de arroz**. Campinas: Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 1999.

## APÊNDICE A

São apresentados os resultados individuais de resistência à compressão para os corpos de prova ensaiados nas idades de 01, 03, 07 e 28 dias, de acordo com os requisitos da ABNT NBR 7215:1996.

Tabela A1 - Resultados individuais dos corpos de prova, obtidos no ensaio de resistência à compressão para a idade de 01 dia.

Carga (Tf)	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Relativo (%)		Desvio Relativo Máximo ABNT NBR 7215:1996	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Absoluto (MPa)	
	CP	Média	CP	Máximo		CP	Média	CP	Máximo
	<b>2,86</b>	14,28		2,97				14,28	
<b>2,62</b>	13,08	13,87	5,67	7,29	DR ≤ 6%	13,08	13,53	3,32	5,54
<b>2,65</b>	13,23		4,59			13,23		2,21	
<b>2,98</b>	14,88*		7,29						-

\*O valor foi desconsiderado por ser discrepante e não atender o requisito normativo de 6% para o desvio relativo, sendo este descartado e calculada uma nova média.

Tabela A2 - Resultados individuais dos corpos de prova, obtidos no ensaio de resistência à compressão para a idade de 03 dias.

Carga (Tf)	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Relativo (%)		Desvio Relativo Máximo ABNT NBR 7215:1996
	CP	Média	CP	Máximo	
<b>4,89</b>	24,41		0,57		DR ≤ 6%
<b>4,89</b>	24,41	24,28	0,57	3,55	
<b>4,69</b>	23,41		3,55		
<b>4,98</b>	24,86		2,42		

Tabela A3 - Resultados individuais dos corpos de prova, obtidos no ensaio de resistência à compressão para a idade de 07 dias.

Carga (Tf)	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Relativo (%)		Desvio Relativo Máximo ABNT NBR 7215:1996
	CP	Média	CP	Máximo	
	6,06	30,25		3,46	
5,78	28,86	29,24	1,32	3,46	DR ≤ 6%
5,81	29,01		0,81		
5,78	28,86		1,32		

Tabela A4 - Resultados individuais dos corpos de prova, obtidos no ensaio de resistência à compressão para a idade de 28 dias.

Carga (Tf)	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Relativo (%)		Desvio Relativo Máximo ABNT NBR 7215:1996	Tensão de Ruptura (MPa)		Desvio Absoluto (MPa)	
	CP	Média	CP	Máximo		CP	Média	CP	Máximo
	7,94	39,64		2,99			39,64		0,96
7,78	38,84	40,86	4,95	6,17	DR ≤ 6%	38,84	40,02	2,95	3,91
8,33	41,59		1,77			41,59	3,91		
8,69	43,38*		6,17					-	

\*O valor foi desconsiderado por ser discrepante e não atender o requisito normativo de 6% para o desvio relativo, sendo este descartado e calculada uma nova média.

## APÊNDICE B

Apresentam-se as curvas de hidratação do cimento Portland obtidas para as relações a/c utilizadas na pesquisa (0,40; 0,45 e 0,50) e as variáveis de adição de fibras kraft (0,5%, 1,0% e 3,0%)

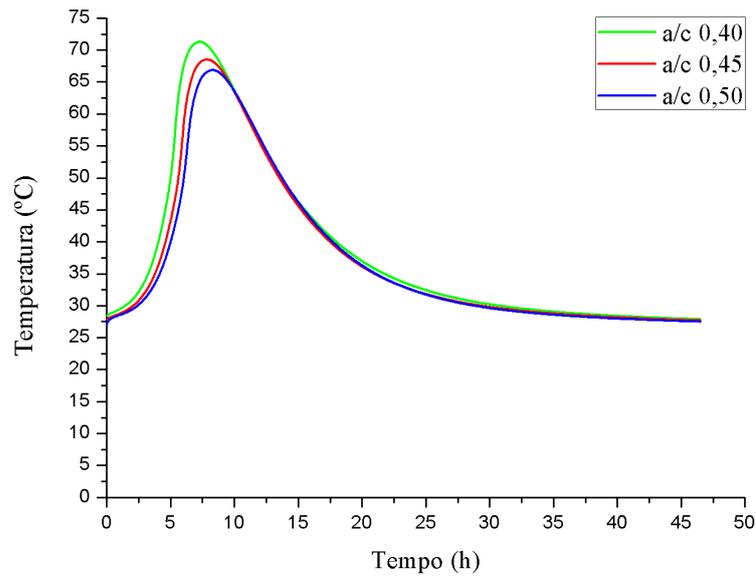


Figura B47 - Evolução da temperatura no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias de referência com relação a/c 0,40; 0,45 e 0,50.

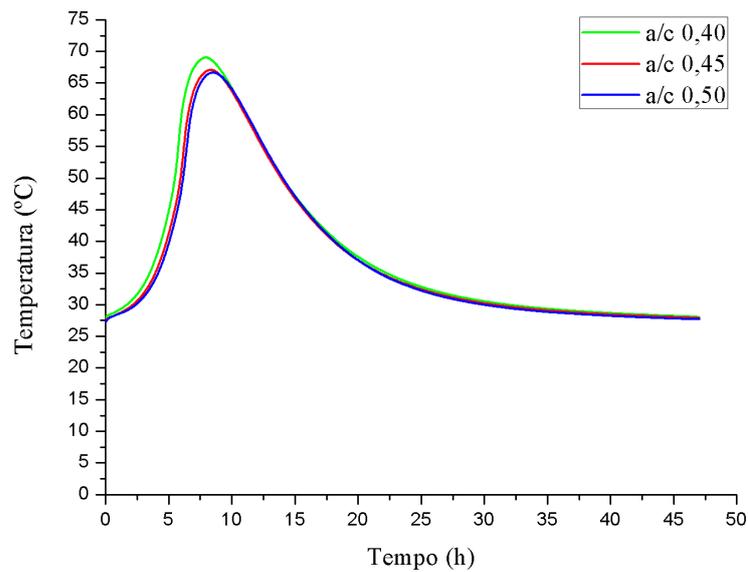


Figura B2 - Evolução da temperatura no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias com adição de fibra kraft no teor de 0,5%, para as relações a/c 0,40; 0,45 e 0,50.

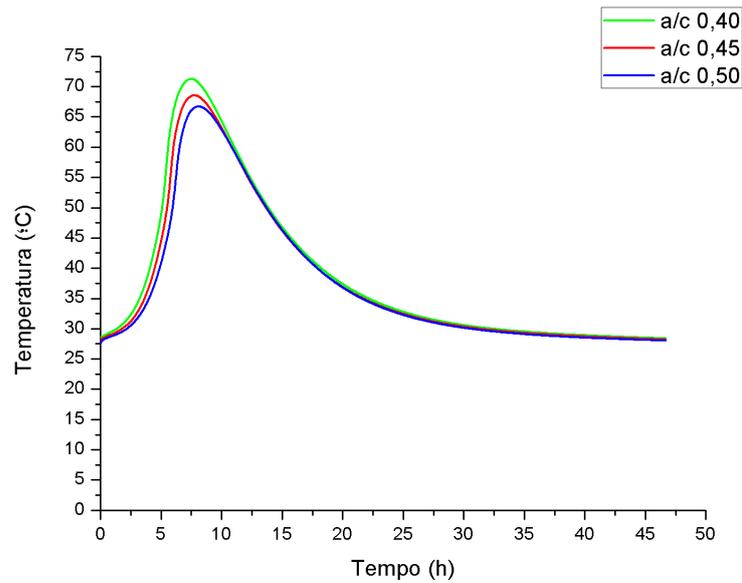


Figura B3 - Evolução da temperatura no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias com adição de fibra kraft no teor de 1,0%, para as relações a/c 0,40; 0,45 e 0,50.

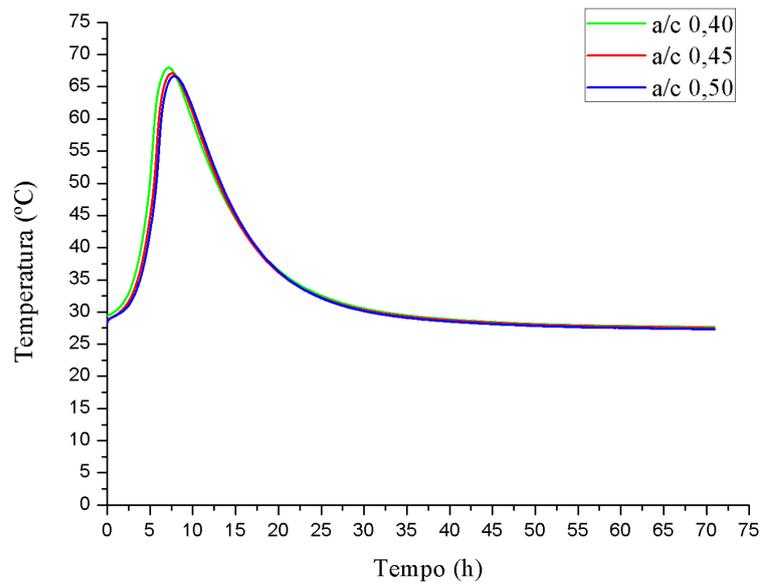


Figura B4 - Evolução da temperatura no processo de hidratação do cimento Portland para as pastas cimentícias com adição de fibra kraft no teor de 3,0%, para as relações a/c 0,40; 0,45 e 0,50.

## APÊNDICE B

São apresentadas as curvas obtidas no ensaio de TG e DTG para as pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 03, 07, 28 e 60 dias.

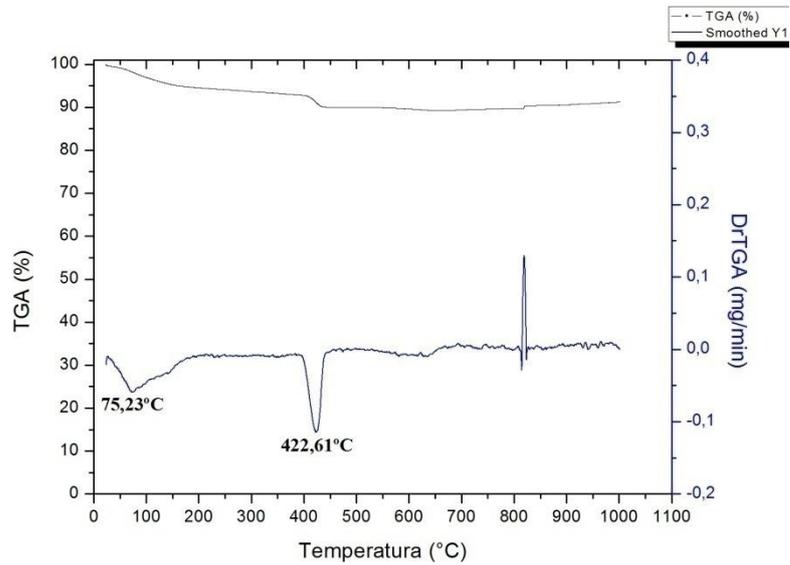


Figura C1 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 03 dias.

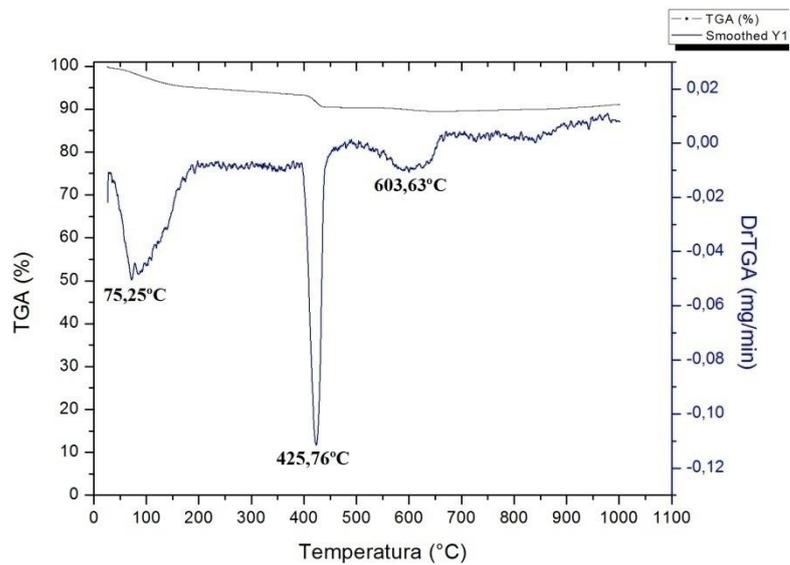


Figura C2 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibra kraft na idade de 03 dias.

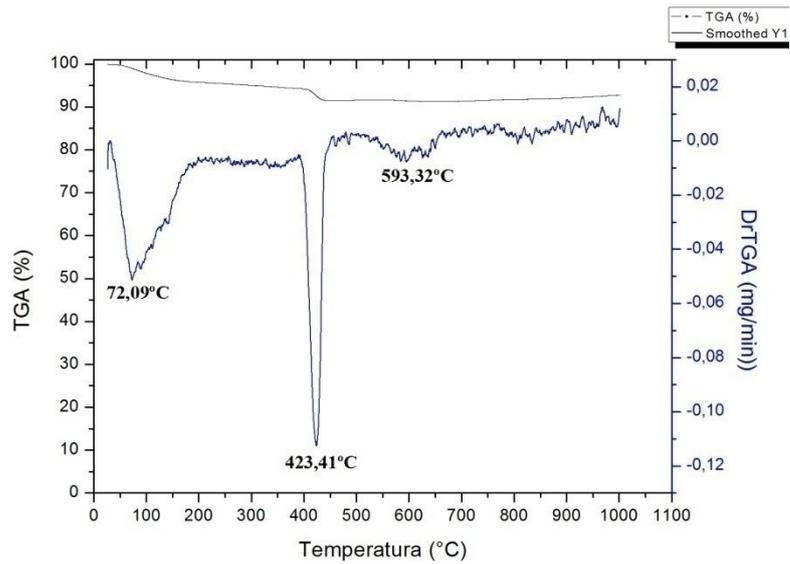


Figura C3 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 01,0% de fibra kraft na idade de 03 dias.

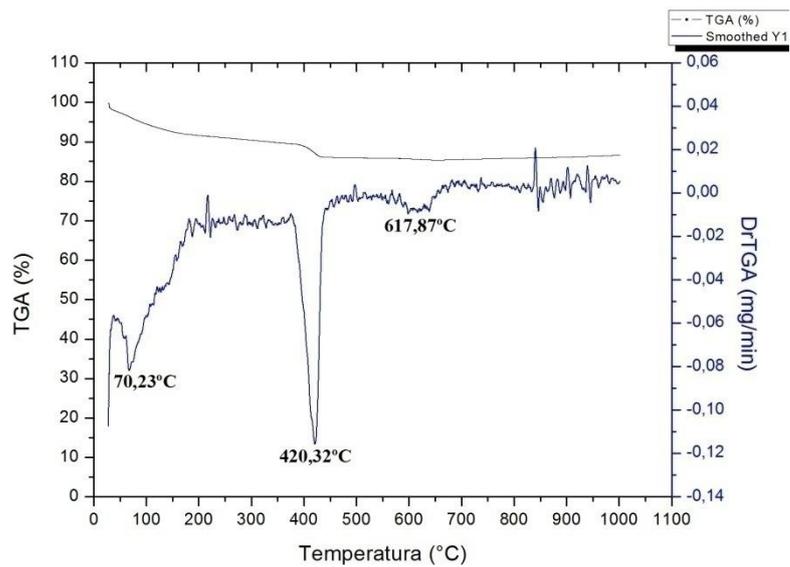


Figura C4 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 07 dias.

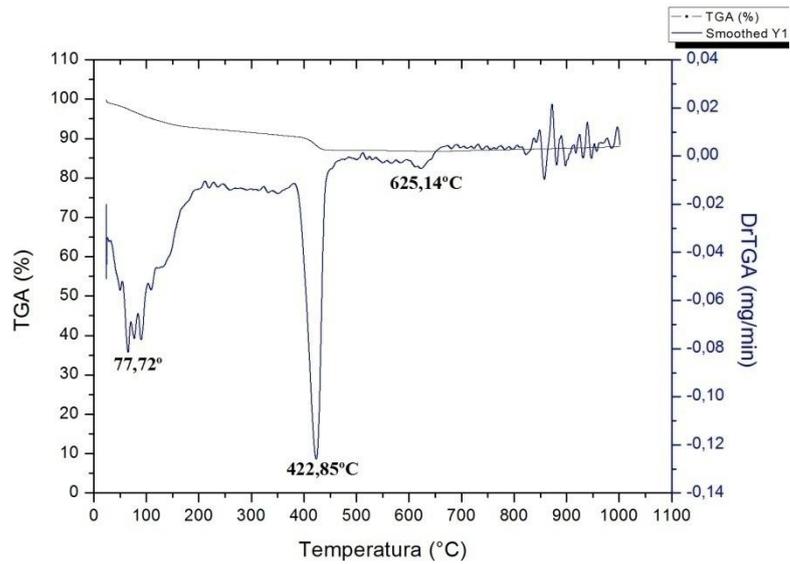


Figura C5 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibra kraft na idade de 07 dias.

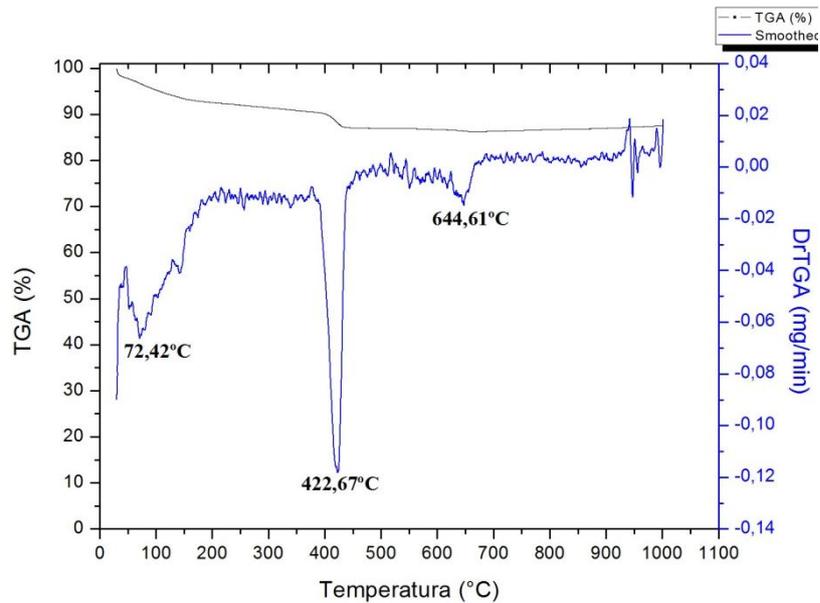


Figura C6 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 1,0% de fibra kraft na idade de 07 dias.

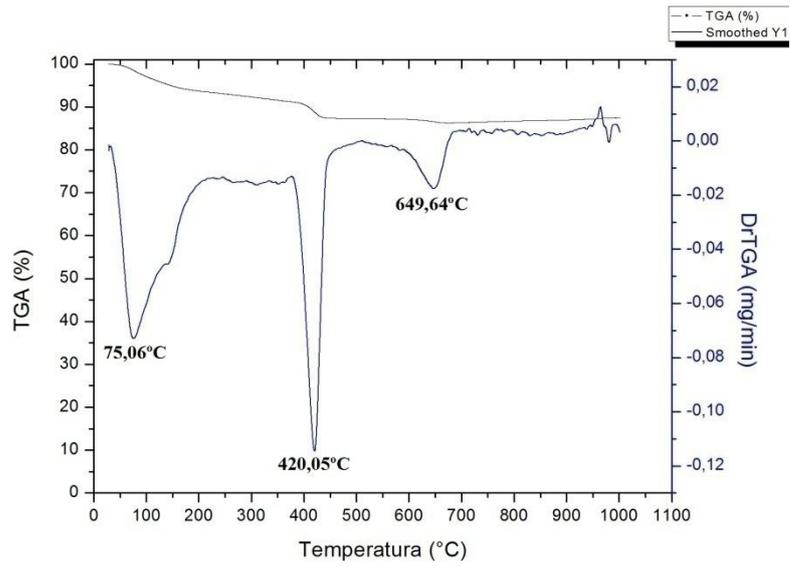


Figura C7 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 28 dias.

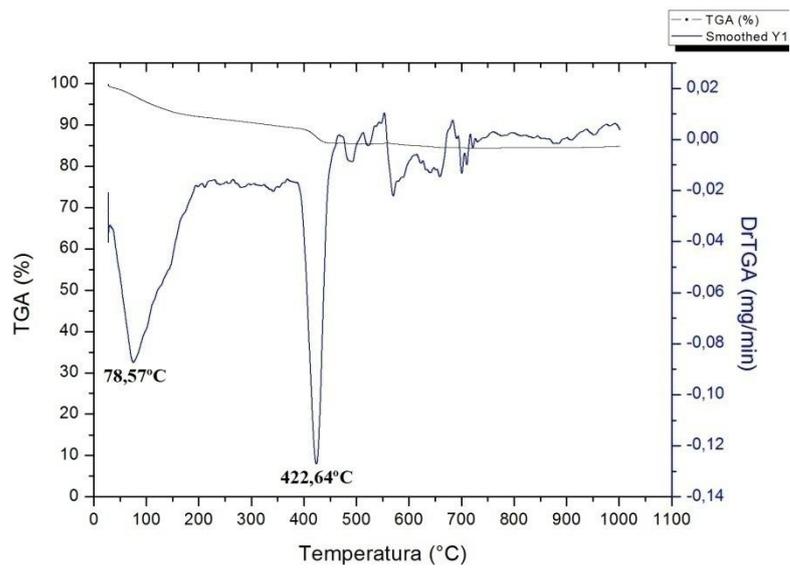


Figura C8 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibra kraft na idade de 28 dias.

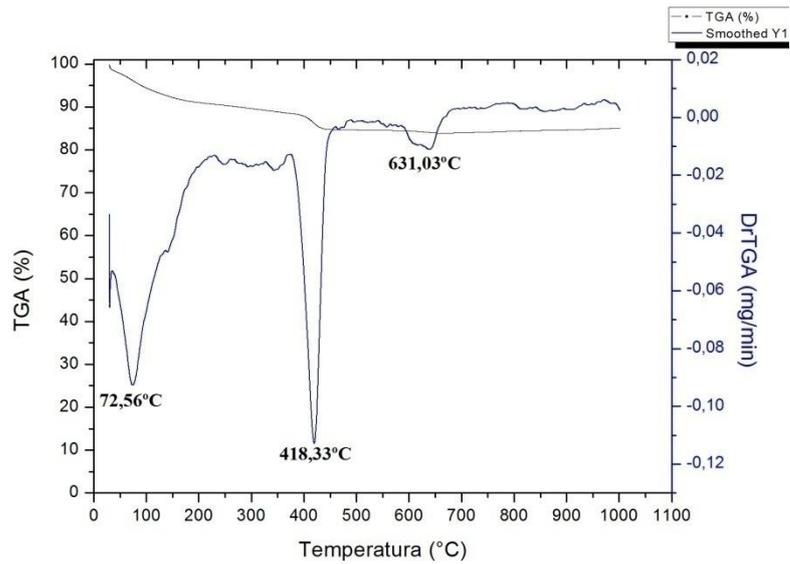


Figura C9 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 1,0% de fibra kraft na idade de 28 dias.

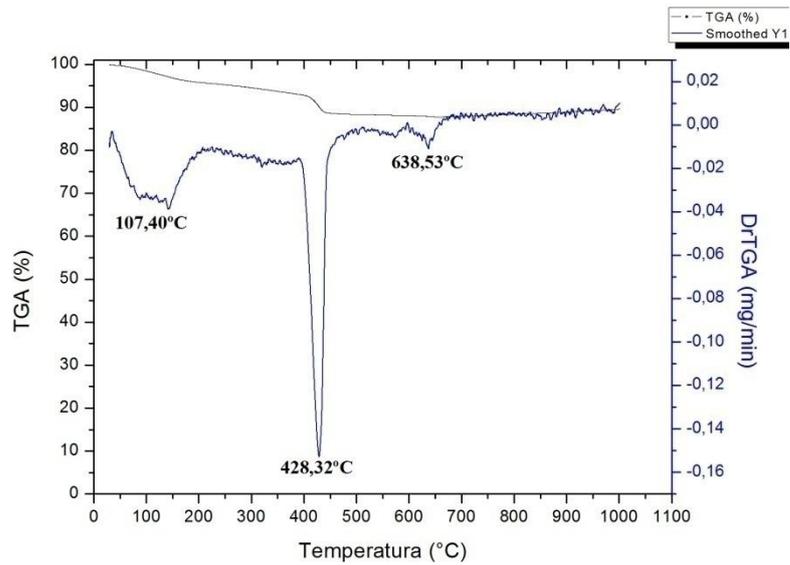


Figura C10 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia de referência (sem fibras kraft) na idade de 60 dias.

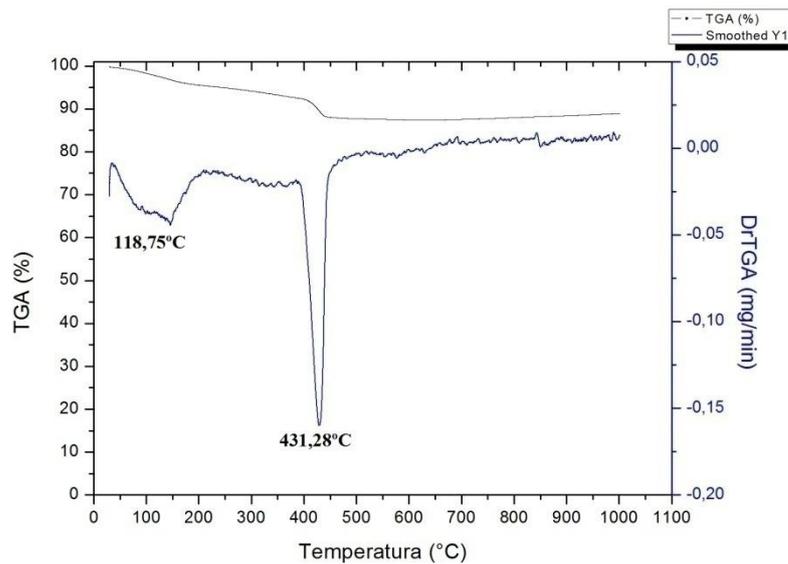


Figura C11 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 0,5% de fibra kraft na idade de 60 dias.

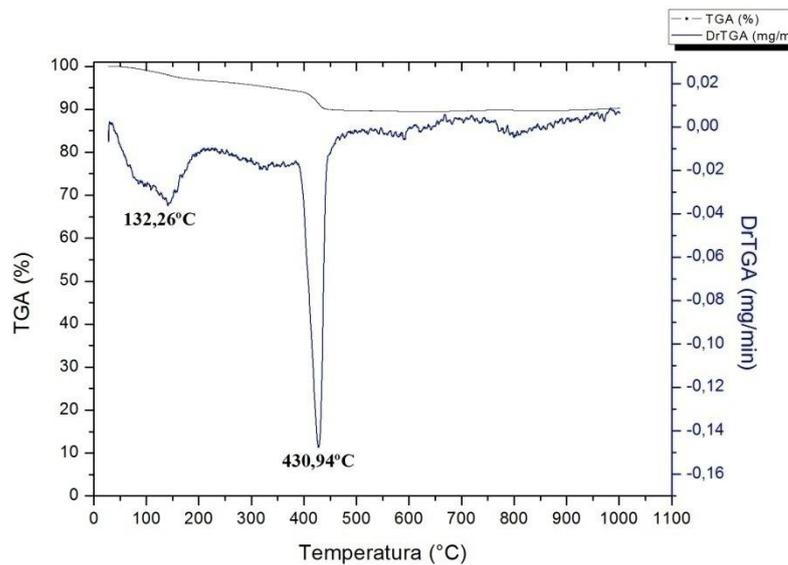
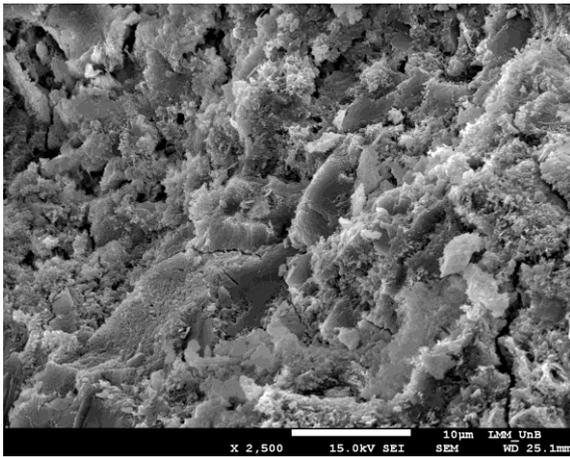


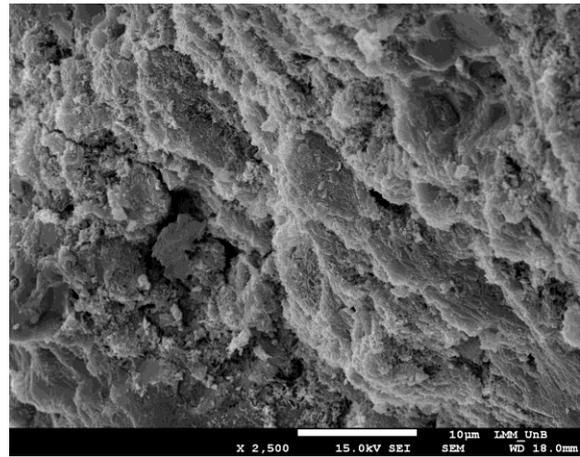
Figura C12 - Curva de TG e DTG para a matriz cimentícia com adição de 1,0% de fibra kraft na idade de 60 dias.

## APÊNDICE C

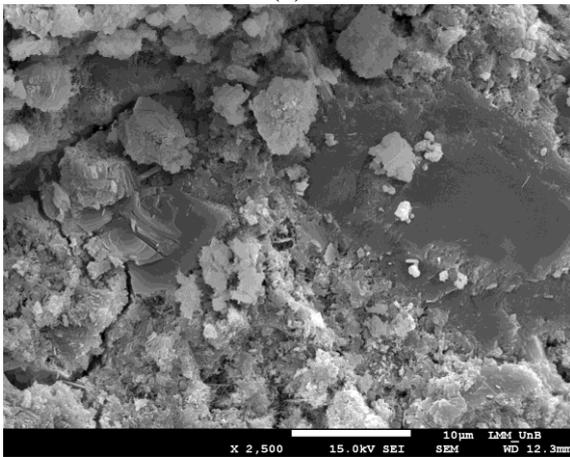
São apresentadas na Figura D1 as micrografias obtidas no ensaio de MEV para os compósitos de referência na idade de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias de hidratação.



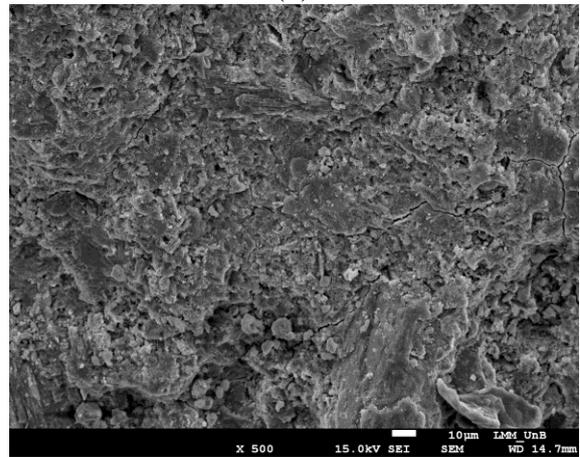
(a)



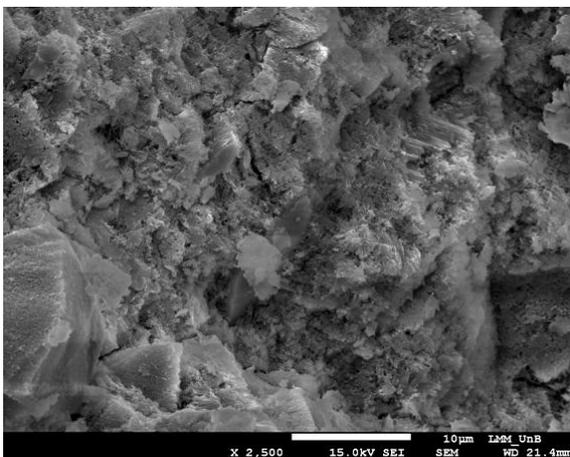
(b)



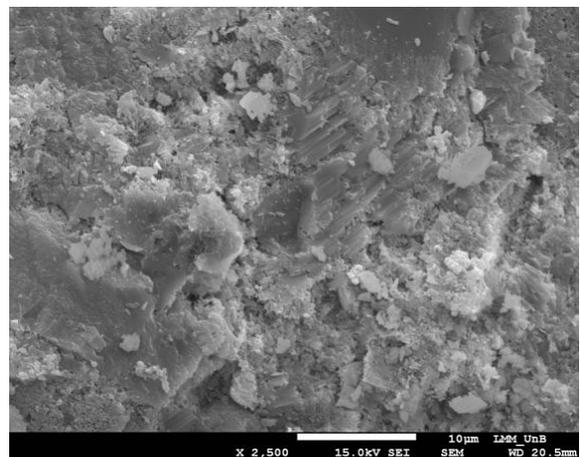
(c)



(d)



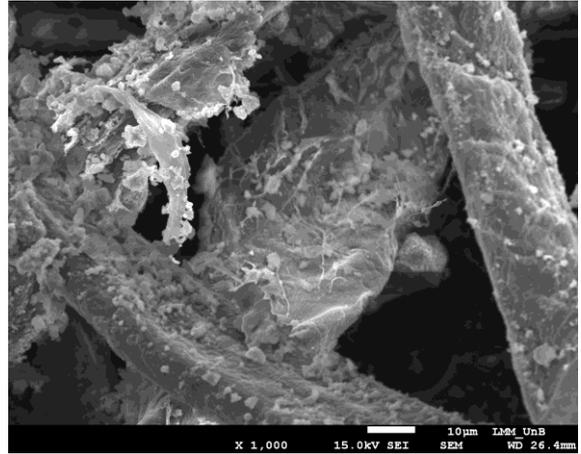
(e)



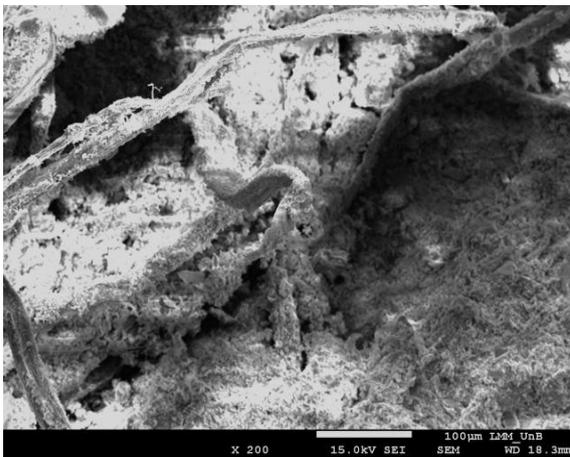
(f)

Figura D1 – Pasta cimentícia de referência, sem adição de fibra kraft nas idades de 01 (a), 03 (b), 07 (c), 28 (d), 60 (e) e 90 (f).

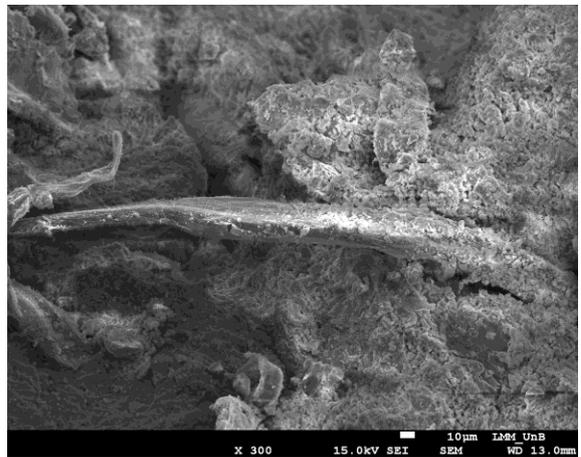
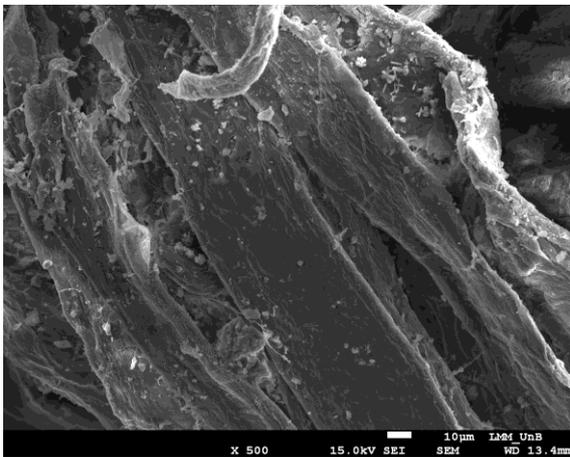
A Figura D2 apresenta as micrografias das pastas com adição de fibras kraft no teor de 0,5% de adição nas idades de hidratação de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.



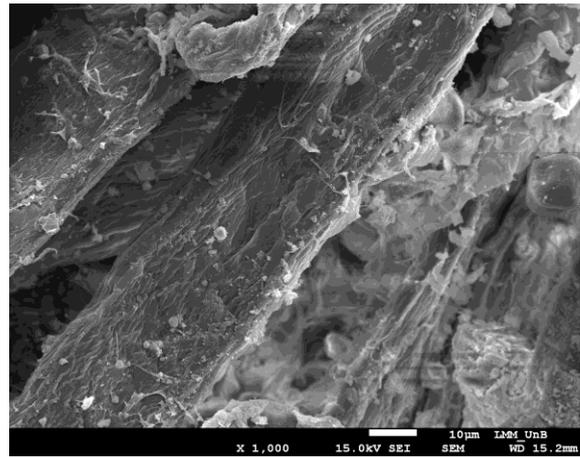
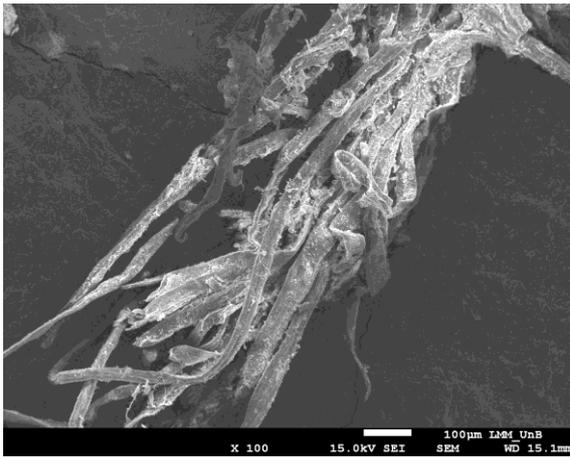
(a)



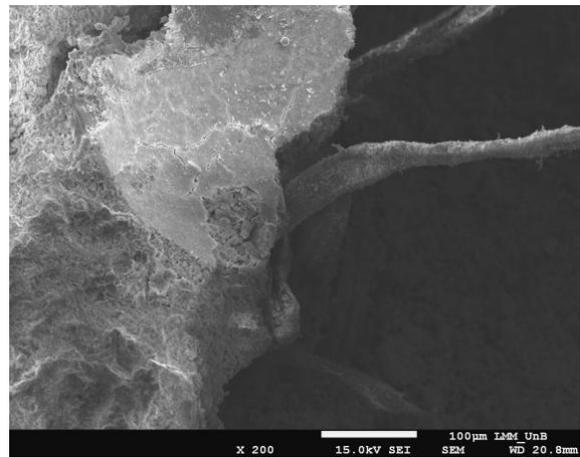
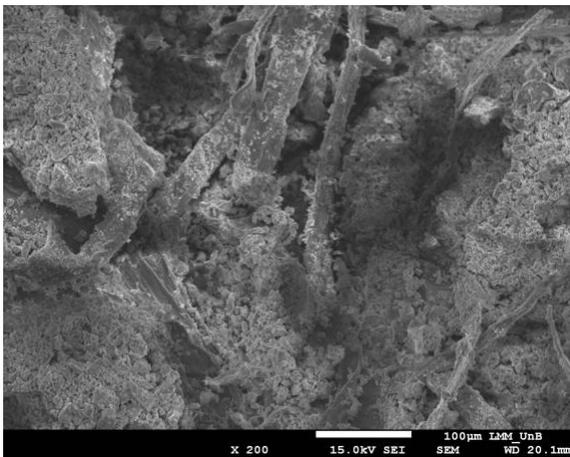
(b)



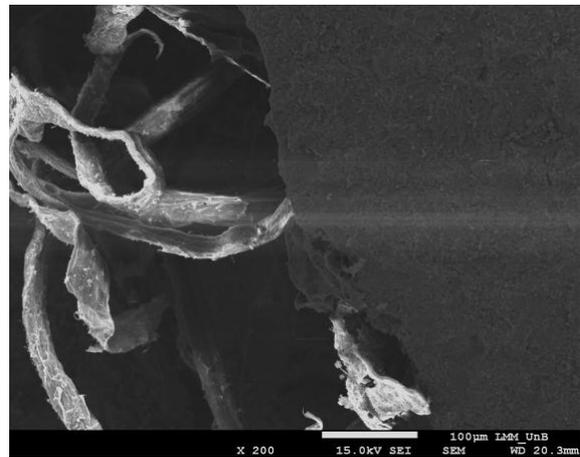
(c)



(d)



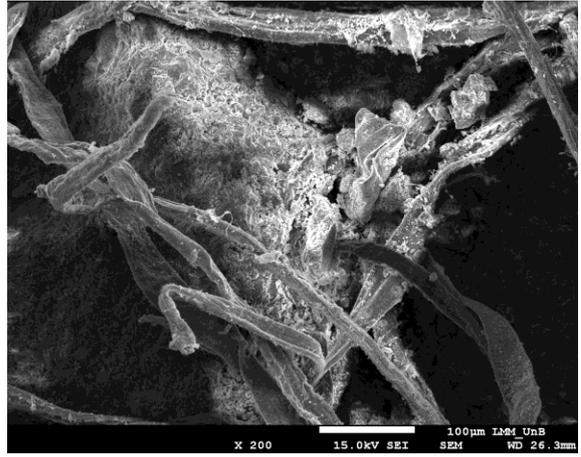
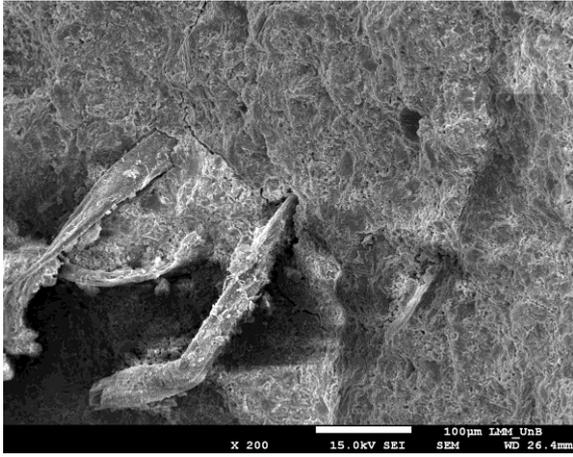
(e)



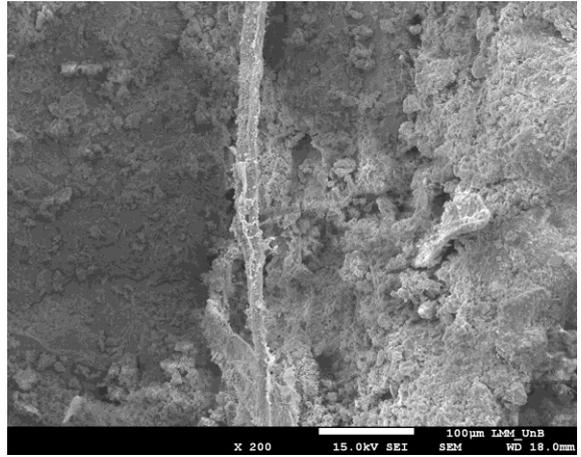
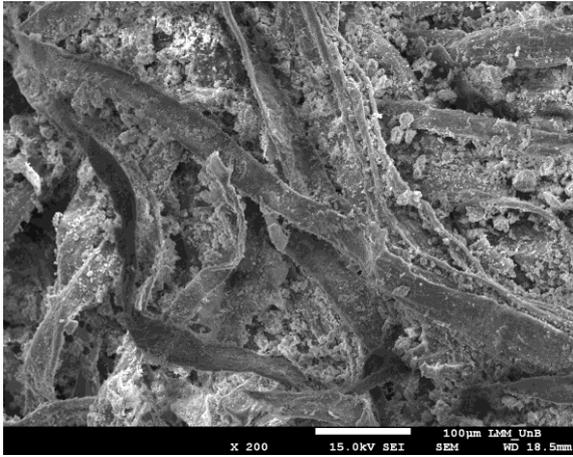
(f)

Figura D2 - Micrografia MEV das pastas cimentícias com adição de 0,5% de fibra kraft com 01 (a), 03 (b), 07 (c), 28 (d), 60 (e) e 90 (f) dias de hidratação.

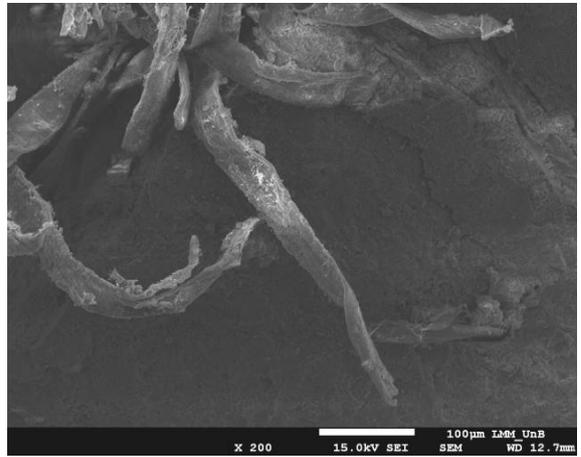
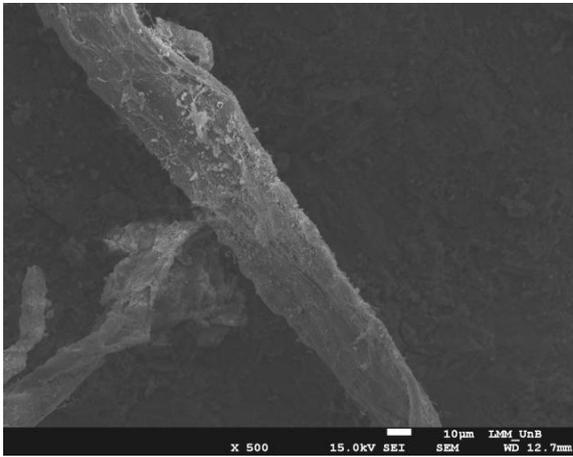
A Figura D3 apresenta as micrografias das pastas com adição de fibras kraft no teor de 1,0% de adição nas idades de hidratação de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.



(a)



(b)



(c)

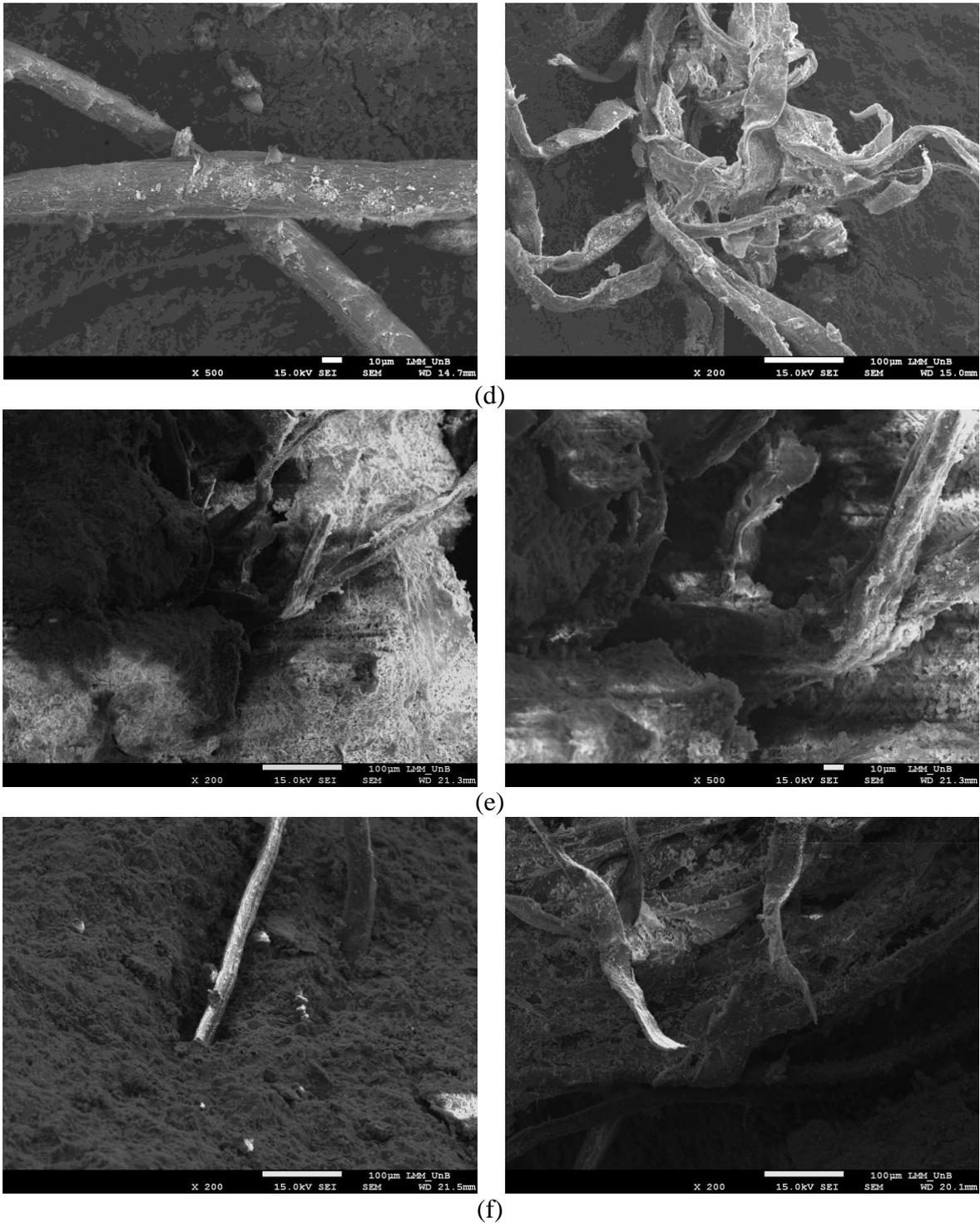


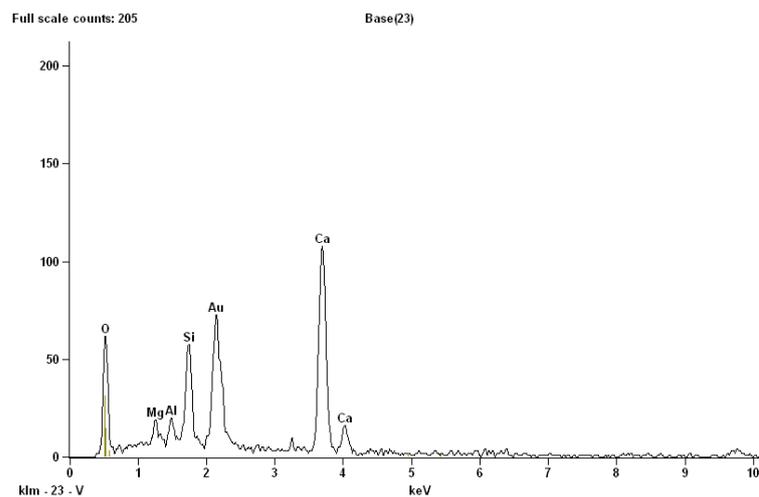
Figura D3 - Micrografia MEV das pastas cimentícias com adição de 1,0% de fibra kraft com 01 (a), 03 (b), 07 (c), 28 (d), 60 (e) e 90 (f) dias de hidratação.

Na Tabela D1 são apresentados os valores obtidos na análise de energia dispersiva (EDS) durante o ensaio de microscopia eletrônica de varredura para as pastas cimentícias de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.

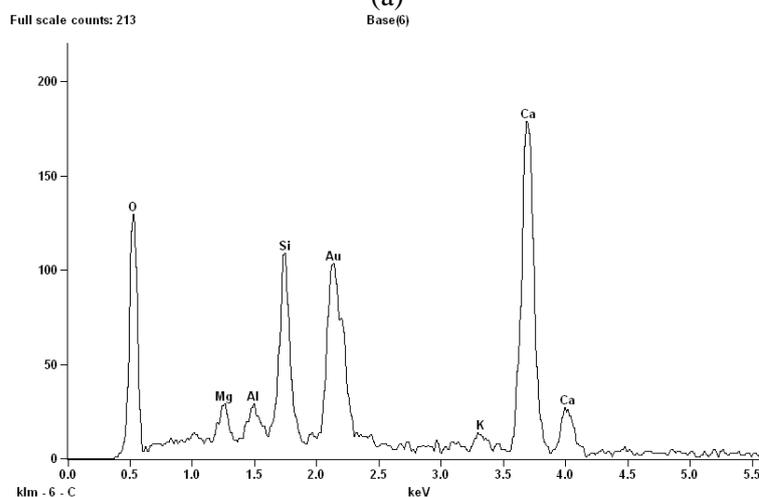
<b>Idade hidratação</b>	<b>0,5% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>1,0% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>01</b>	21,28	19,88
<b>03</b>	24,66	27,66
<b>28</b>	31,59	33,28
<b>60</b>	45,84	21,56
<b>90</b>	25,88	42,56
<b>Média</b>	29,85	28,99
<b>Desvio Padrão</b>	9,68	9,26

Tabela D1 – Medidas realizadas na análise de energia dispersiva no ensaio de microscopia eletrônica de varredura das pastas de referência e com adição de fibras kraft nos teores de 0,5% e 1,0% para as idades de 01, 03, 07, 28, 60 e 90 dias.

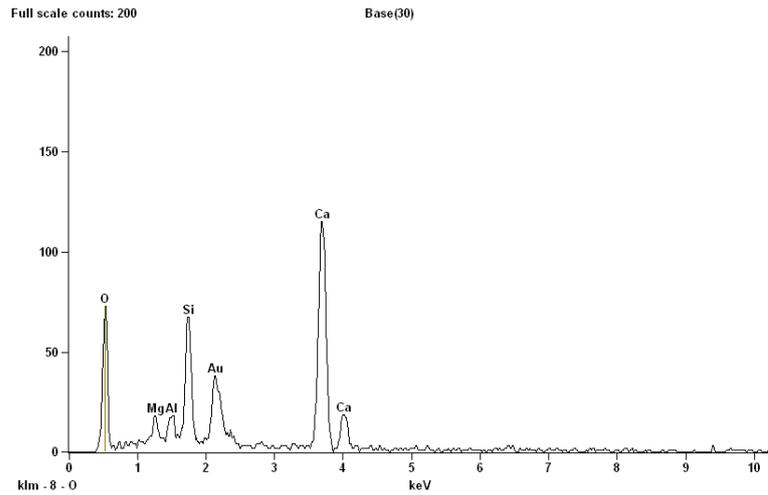
Na Figura D4 são apresentados os difratogramas da pasta de referência nas idades de 03, 07, 60 e 90 dias obtidos na análise de energia dispersiva durante o ensaio de microscopia eletrônica de varredura



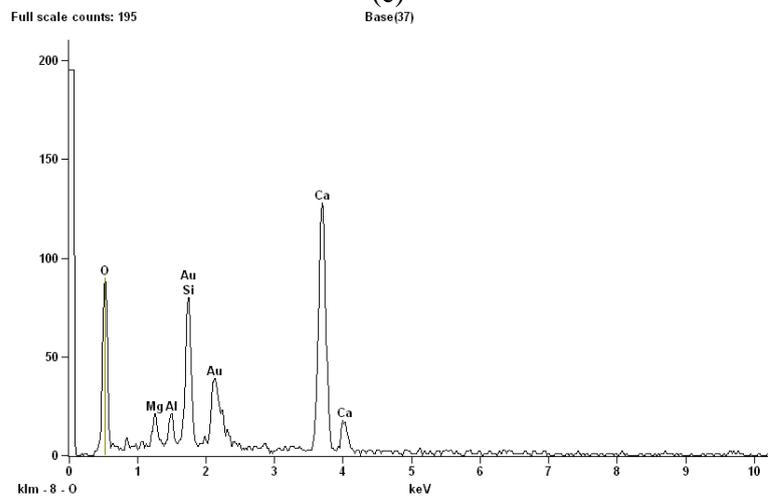
(a)



(b)



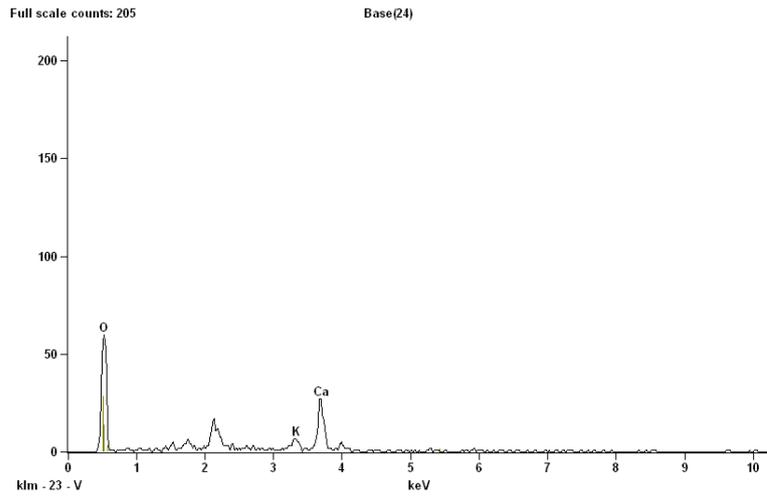
(c)



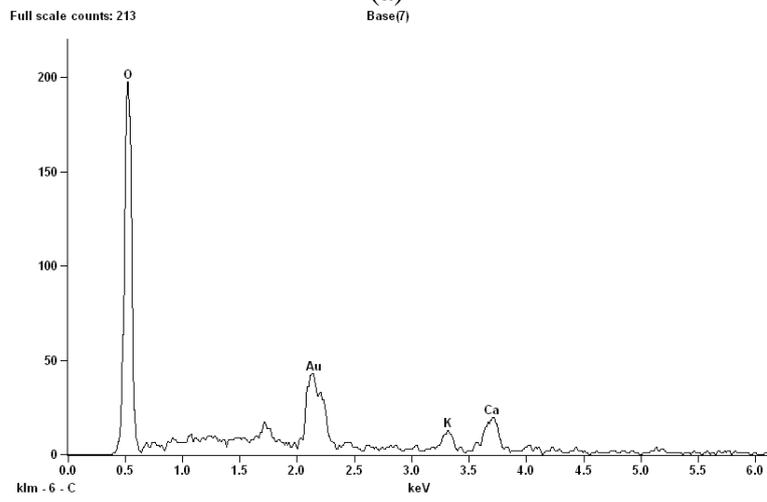
(d)

Figura D4 - Difratoograma da pasta de referência nas idades de 03 (a), 07 (b), 60 (c) e 90 (d) dias.

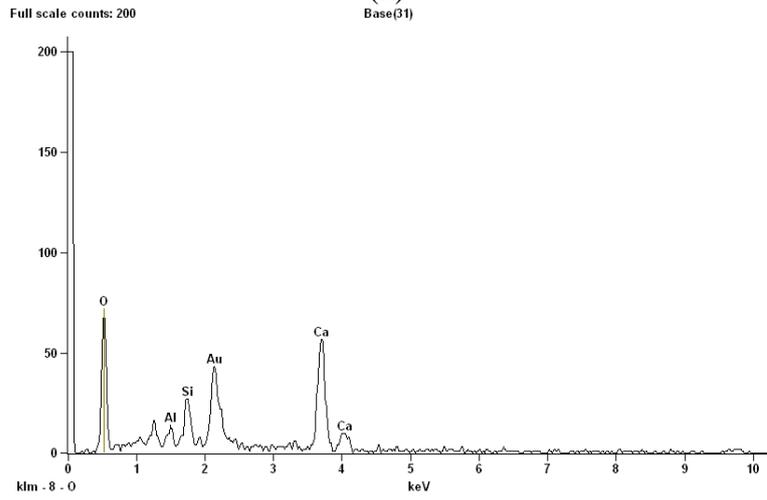
São apresentados na Figura D5 os difratogramas dos compósitos com adição de 0,5% de fibra kraft nas idades de 03, 07, 60 e 90 dias obtidos na análise de energia dispersiva durante o ensaio de microscopia eletrônica de varredura.



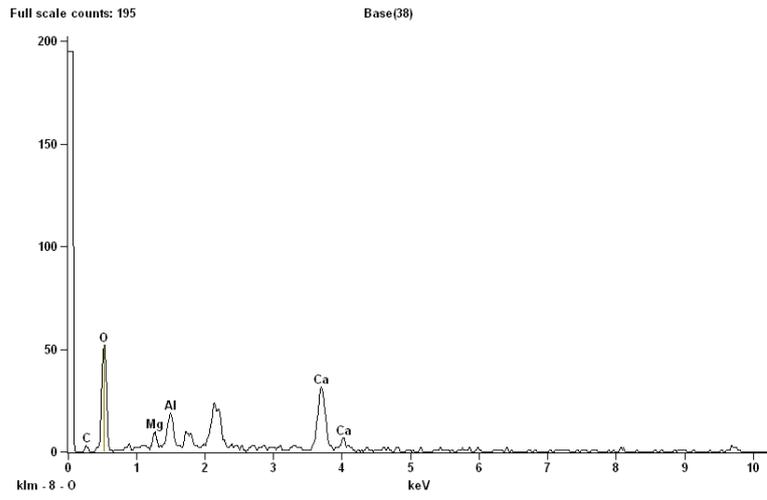
(a)



(b)



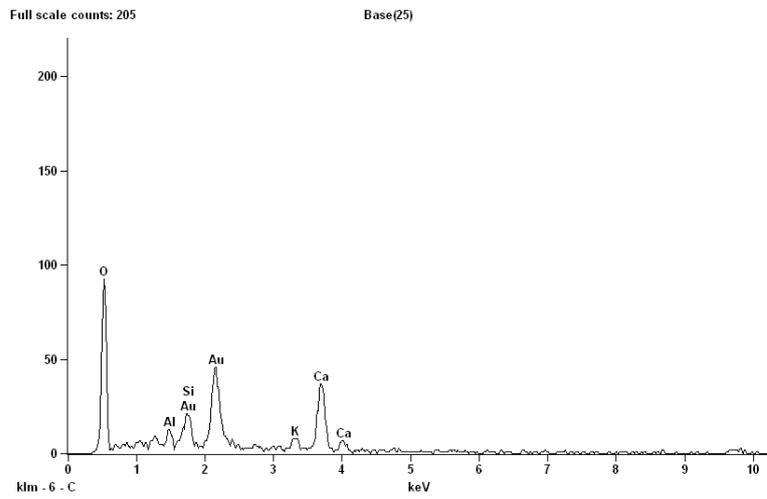
(c)



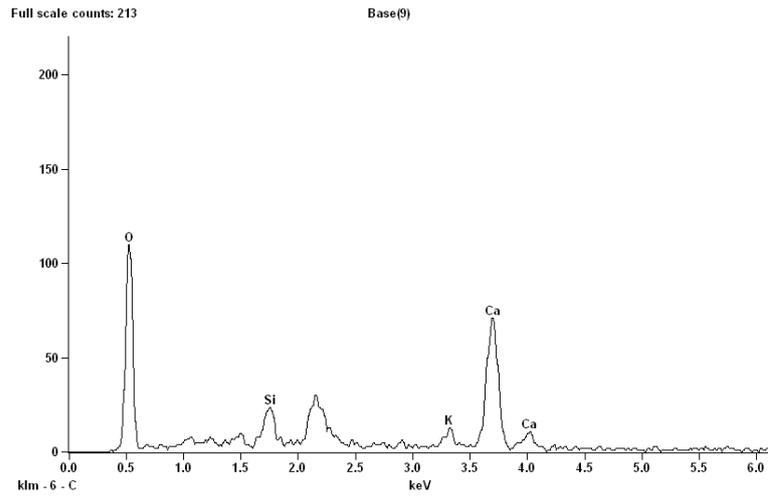
(d)

Figura D5 – Difratoograma dos compósitos com adição de 0,5% de fibra kraft nas idades de 03 (a), 07 (b), 60 (c) e 90 (d) dias.

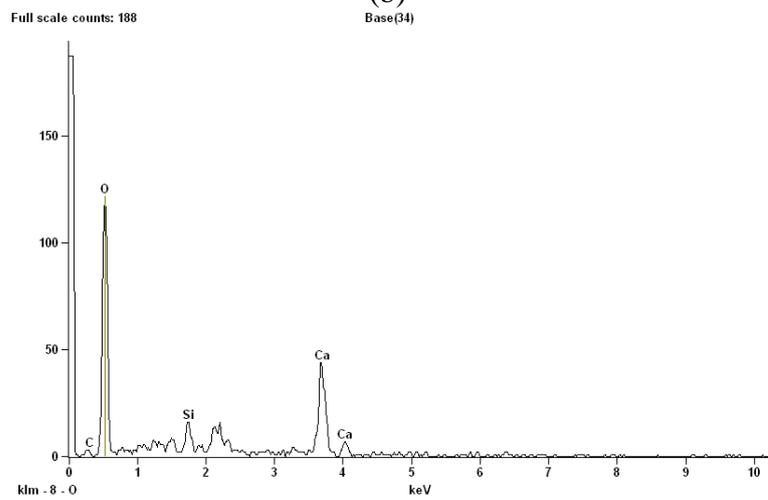
São apresentados na Figura D6 os difratogramas dos compósitos com adição de 0,5% de fibra kraft nas idades de 03, 07, 60 e 90 dias obtidos na análise de energia dispersiva durante o ensaio de microscopia eletrônica de varredura.



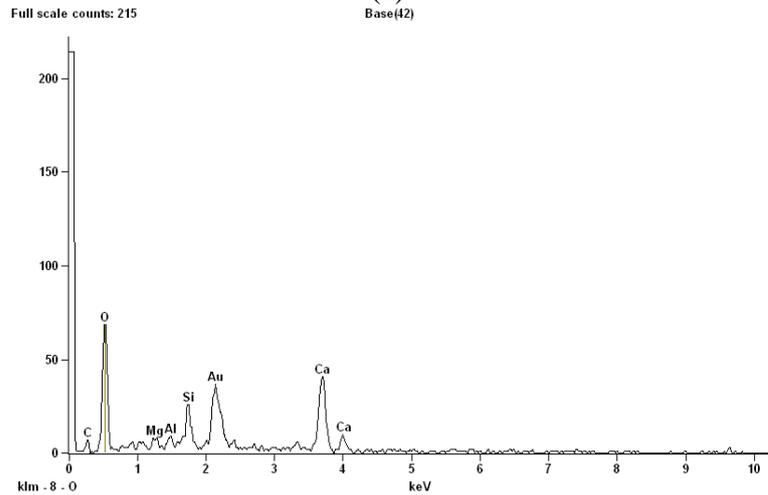
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura D6 - Difratograma dos compósitos com adição de 1,0% de fibra kraft nas idades de 03 (a), 07 (b), 60 (c) e 90 (d) dias.

## APENDICE D

São apresentadas as micrografias das fibras kraft obtidas na análise de energia dispersiva EDS aos 03 dias de imersão em soluções alcalinas de água, hidróxido de cálcio e hidróxido de sódio.

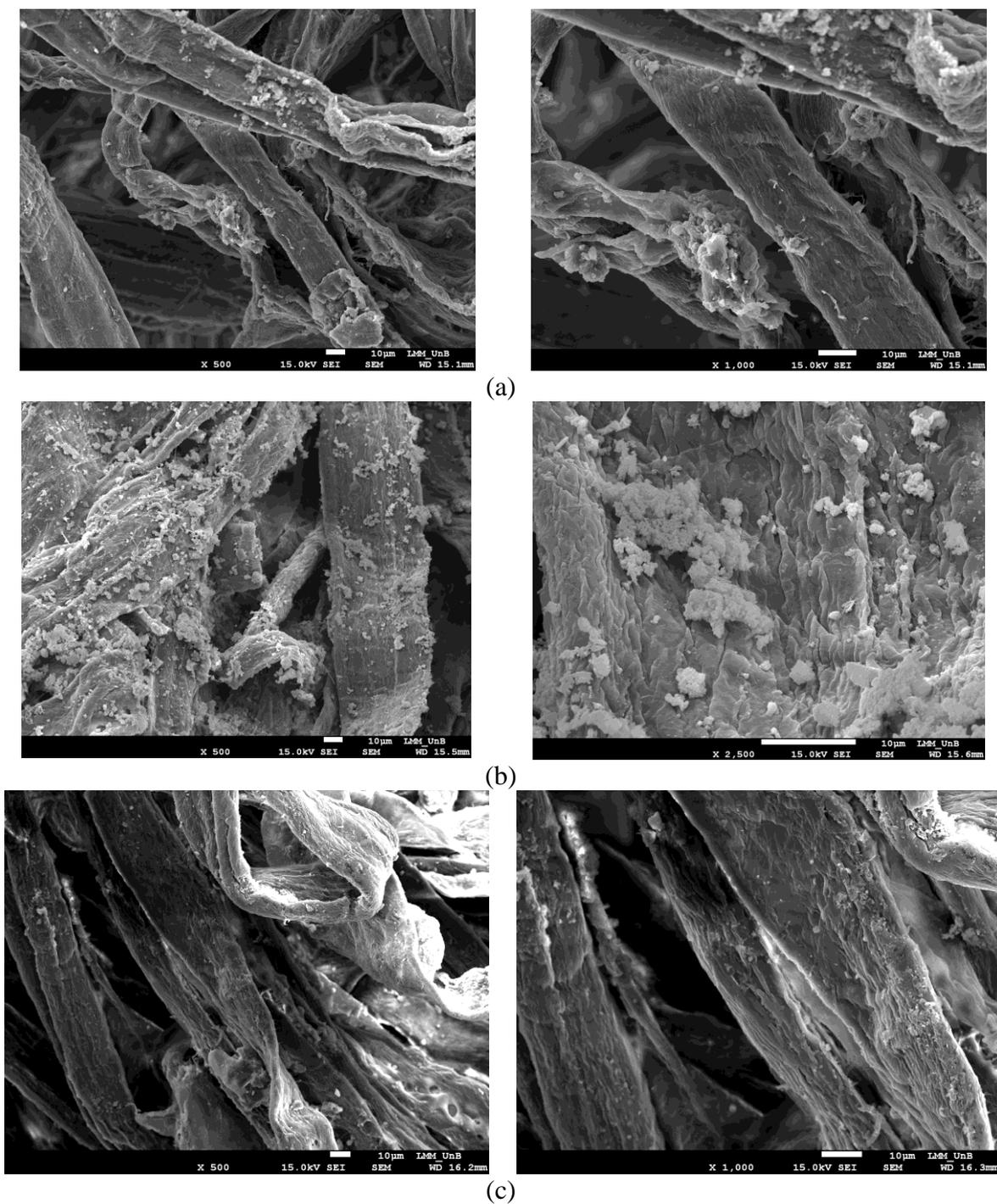


Figura D1 - Micrografias com 03 dias de imersão em água (a), hidróxido de cálcio (b) e hidróxido de sódio (c).