



**ISABELLE CRISTINE DE CARVALHO TERRA**

**CARBONATAÇÃO ACELERADA EM FIBROCIMENTOS  
COMPOSTOS DE RESÍDUOS DE QUARTZITO E FIBRAS  
UKP**

**LAVRAS-MG  
2023**

**ISABELLE CRISTINE DE CARVALHO TERRA**

**CARBONATAÇÃO ACELERADA EM FIBROCIMENTOS COMPOSTOS DE  
RESÍDUOS DE QUARTZITO E FIBRAS UKP**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, área de concentração em Compósitos e Nanocompósitos Lignocelulósicos, para obtenção do título de Doutora.

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes  
Orientador  
Dr. Danilo Wisky Silva  
Coorientador

**LAVRAS-MG  
2023**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Terra, Isabelle Cristine de Carvalho.

Carbonatação acelerada em fibrocimentos compostos de resíduos de  
quartzito e fibras UKP / Isabelle Cristine de Carvalho Terra. - 2023.  
79 p.

Orientador(a): Lourival Marin Mendes.

Coorientador(a): Danillo Wisky Silva.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2023.  
Bibliografia.

1. Compósito. 2. Fibras lignocelulósicas. 3. Resíduos. I. Mendes,  
Lourival Marin. II. Silva, Danillo Wisky. III. Título.

**ISABELLE CRISTINE DE CARVALHO TERRA**

**CARBONATAÇÃO ACELERADA EM FIBROCIMENTOS COMPOSTOS DE  
RESÍDUOS DE QUARTZITO E FIBRAS UKP  
ACCELERATED CARBONATION IN FIBERCEMENTS COMPOSED OF  
QUARTZITE RESIDUES AND FIBERS UKP**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, área de concentração em Compósitos e Nanocompósitos Lignocelulósicos, para obtenção do título de Doutor.

Aprovada em 26 de janeiro de 2023.  
Dr. Lourival Marin Mendes – UFLA  
Dr. José Benedito Guimarães Júnior – UFLA  
Dra. Marali Vilela Dias – UFLA  
Dr. Wisner Coimbra de Paula - UFLA  
Dra. Júlia Naves Teixeira - RENOVA

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes  
Orientador  
Dr. Danilo Wisky Silva  
Coorientador

**LAVRAS-MG  
2023**

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus por minha vida, família e amigos.

À Universidade Federal de Lavras, especialmente ao programa de Pós-graduação em Engenharia de Biomateriais, pela oportunidade.

A realização desse trabalho só foi possível graças à colaboração direta e indireta de muitas pessoas. Manifesto minha gratidão a todas elas, em especial aos meus orientadores: Prof. Dr. Lourival Marin Mendes e Danilo Wisky Silva pela orientação, apoio e confiança.

A toda a equipe e amigos do Complexo BIOMAT por me ajudarem na execução desse trabalho.

Agradeço a todos os professores por proporcionar-me o conhecimento, não apenas racional, mas a manifestação do caráter e afetividade da educação no processo de formação profissional, por tanto que se dedicaram a mim, não somente por terem ensinado, mas por terem feito eu aprender.

Aos meus pais Vicente e Nazaret, minha irmã Maria Paula e meus avôs Heli e Vitor, pelo amor, incentivo e apoio incondicional.

Ao meu noivo, Rafael, por todo apoio e ajuda na realização de todo o doutorado.

E a todos que contribuíram para a minha formação, o meu muito obrigada.

## RESUMO

O objetivo foi averiguar o uso de resíduos da polpação da celulose *unbleached kraft pulp* (UKP) e da mineração do quartzito, como também o emprego da técnica da carbonatação acelerada (CA) e, à adição de surfactantes incorporadores de ar. Foram realizadas duas etapas, sendo a primeira com 4 tratamentos iniciais, os quais foram o controle sem CA e os demais com diferentes períodos de CA de 6, 9 e 12 horas. Após a realização da primeira etapa foram produzidos 3 tratamentos, o controle e os demais com adição dos aditivos surfactantes incorporadores de ar *Drycast* e *Darafill*, averiguando os com e sem a CA por 9 horas. Fibrocimentos foram caracterizados quanto às propriedades físicas de densidade aparente (DA), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e as propriedades mecânicas de módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE), limite de proporcionalidade (LOP) e tenacidade. Foram abordadas as análises de termogravimetria (TG) a fim de monitorar a formação de carbonatos ao longo do processo de carbonatação acelerada e a microscopia eletrônica de varredura (MEV) para verificar a interação entre os materiais constituintes. Como resultados da primeira etapa, não houve efeito significativo sobre a DA, a PA e a AA nos fibrocimentos em relação aos diferentes tempos de CA. Houve uma tendência de redução dos valores de MOR, MOE e LOP à medida que se aumentavam os períodos sujeitos a CA. Houve melhoria significativa para as propriedades de tenacidade para os fibrocimentos submetidos a maiores períodos de CA, com tendência à estabilização desta propriedade entre 9 horas e 12 horas. Em relação as análises de TG e DTG, foi possível verificar que houve a formação de carbonato de cálcio devido ao processo da CA, levando à diminuição da alcalinidade da matriz, o que proporcionou um ambiente menos agressivo para as fibras UKP. Desta forma, concluiu-se, que o melhor tempo de CA foi de 9 horas, sendo a técnica viável para melhorar a interação entre a matriz e a fibra. Em relação aos resultados da segunda etapa, os fibrocimentos com o aditivo *Drycast* obtiveram aumento nos resultados de AA e PA, e diminuição da DA. Não mostraram diferenças nos resultados de MOR, MOE e LOP, e houve diminuição da tenacidade. Já nos fibrocimentos com *Darafill*, houve diminuição nos resultados de AA e PA com o aumento da DA. Para as propriedades mecânicas MOE e LOP não foi observada diferença em relação ao controle. No entanto, houve aumento da tenacidade e do MOR. Em relação a CA, houve aumento dos resultados de MOR, MOE e LOP com o uso da técnica, assim como não houve interação significativa entre os surfactantes e a CA nos fibrocimentos estudados. Desta forma, conclui-se o uso dos aditivos, no caso do *Drycast*, possibilitou a redução da densidade e, o *Darafill*, melhorou as propriedades mecânicas MOR e Tenacidade.

**Palavras-chave:** Compósito. Fibras lignocelulósicas. Resíduos de mineração. Surfactantes.

## ABSTRACT

The objective was to investigate the use of residues from the pulping of unbleached kraft pulp (UKP) and quartzite mining, as well as the use of the accelerated carbonation (AC) technique and the addition of air-entraining surfactants. Two stages were carried out, the first with 4 initial treatments, which were the control without AC and the others with different periods of AC of 6, 9 and 12 hours. After carrying out the first stage, 3 treatments were produced, the control and the others with the addition of drycast and Darafill air-entraining surfactant additives, verifying those with and without CA for 9 hours. Fiber cements were characterized according to the physical properties of apparent density (AD), water absorption (AA), apparent porosity (PA) and the mechanical properties of modulus of rupture (MOR), modulus of elasticity (MOE), limit of proportionality (LOP) and toughness. Thermogravimetry (TG) analyzes were approached in order to monitor the formation of carbonates throughout the accelerated carbonation process and scanning electron microscopy (SEM) to verify the interaction between the constituent materials. As a result of the first stage, there was no significant effect on AD, PA and AA in the fiber cements in relation to the different AC times. There was a tendency for the MOR, MOE and LOP values to decrease as the periods subject to CA increased. There was a significant improvement in the tenacity properties of the fiber cements subjected to longer periods of CA, with a tendency for this property to stabilize between 9 am and 12 pm. Regarding the TG and DTG analyses, it was possible to verify that there was the formation of calcium carbonate due to the CA process, leading to a decrease in the alkalinity of the matrix, which provided a less aggressive environment for the UKP fibers. In this way, it was concluded that the best CA time was 9 hours, being the viable technique to improve the interaction between the matrix and the fiber. Regarding the results of the second stage, the fiber cements with the Drycast additive obtained an increase in the results of AA and PA, and a decrease in DA. They did not show differences in the results of MOR, MOE and LOP, and there was a decrease in toughness. As for the fiber cements with Darafill, there was a decrease in the results of AA and PA with the increase in DA. For the MOE and LOP mechanical properties, no difference was observed in relation to the control. However, there was an increase in toughness and MOR. Regarding AC, there was an increase in the results of MOR, MOE and LOP with the use of the technique, as well as there was no significant interaction between surfactants and AC in the studied fiber cements. In this way, the use of additives is concluded, in the case of Drycast, it enabled the reduction of density and, Darafill, improved the mechanical properties MOR and Tenacity.

**Keywords:** Composite. Lignocellulosic fibers. Mining waste. Surfactants.

## LISTA DE FIGURAS

### PRIMEIRA PARTE

|                                                                                       |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 - Resíduo fibroso da depuração na indústria de celulose. ....                | 20 |
| Figura 2 - Mapa de localização das áreas dos Quartzitos de São Thomé das Letras. .... | 24 |

### SEGUNTA PARTE – ARTIGOS

#### ARTIGO 1

|                                                                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 - Esquemático dos tratamentos.....                                                                                    | 39 |
| Figura 2 - Resultados TG e DTG dos compósitos de fibrocimento em diferentes tempos de exposição à carbonatação acelerada. .... | 42 |
| Figura 3 - Conversão de $\text{Ca(OH)}_2$ instável em $\text{CaCO}_3$ estável nos diferentes períodos de carbonatação. ....    | 43 |
| Figura 4 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento.....                                            | 44 |
| Figura 5 - Densidade Aparente dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                    | 45 |
| Figura 6 - Porosidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                            | 46 |
| Figura 7 - Absorção de água dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                      | 47 |
| Figura 8 – Módulo de ruptura dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                     | 48 |
| Figura 9 - Módulo de elasticidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                | 48 |
| Figura 10 - Limite de proporcionalidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....          | 49 |
| Figura 11 - Tenacidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada. ....                           | 50 |



## ARTIGO 2

|                                                                                                                |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 - Esquemático dos tratamentos.....                                                                    | 61 |
| Figura 2 - Resultados TG e DTG dos compósitos de fibrocimento. ....                                            | 64 |
| Figura 3 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento. ....                           | 66 |
| Figura 4 - Valores médios encontrados para a densidade aparente dos fibrocimentos. ....                        | 67 |
| Figura 5 - Valores médios encontrados para absorção de água dos fibrocimentos. ....                            | 68 |
| Figura 6 - Valores médios encontrados para porosidade dos fibrocimentos. ....                                  | 69 |
| Figura 7 - Valores médios de módulo de ruptura (MOR) obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.<br>.....          | 72 |
| Figura 8 - Valores médios de módulo de elasticidade (MOE) obtidos pelo ensaio mecânico de<br>flexão. ....      | 73 |
| Figura 9 - Valores médios de limite de proporcionalidade (LOP) obtidos pelo ensaio mecânico<br>de flexão. .... | 73 |
| Figura 10 - Valores médios de tenacidade obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.....                           | 74 |

## **LISTA DE TABELAS**

### **SEGUNDA PARTE – ARTIGOS**

#### **ARTIGO 2**

|                                                            |    |
|------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 - ANOVA dos resultados dos ensaios físicos.....   | 67 |
| Tabela 2 - ANOVA dos resultados dos ensaios mecânicos..... | 71 |

## LISTA DE ABREVIATURAS

|                 |                                           |
|-----------------|-------------------------------------------|
| AA              | Absorção de água                          |
| ADVA            | Poliéster carboxílico                     |
| Al              | Alumínio                                  |
| Ar              | Argônio                                   |
| BIOMAT          | Biomateriais                              |
| BKP             | <i>Bleached kraft pulp</i>                |
| Ca              | Cálcio                                    |
| CA              | Carbonatação acelerada                    |
| Cl              | Cloro                                     |
| CO <sub>2</sub> | Dióxido de carbono                        |
| DA              | Densidade aparente                        |
| Fe              | Ferro                                     |
| HPMC            | Pseudoplástico Hidroxipropilmetilcelulose |
| K               | Potássio                                  |
| LOP             | Limite de proporcionalidade               |
| Mi              | Massa imersa                              |
| Mo              | Mobilênio                                 |
| Ms              | Massa seca                                |
| Um              | Massa úmida                               |
| MOE             | Modelo de elasticidade                    |
| MOR             | Módulo de ruptura                         |
| P               | Fósforo                                   |
| Pa              | Porosidade                                |
| Ph              | Potencial hidrogeniônico                  |
| S               | Enxofre                                   |
| Si              | Silício                                   |
| UKP             | <i>Unbleached kraft Pulp</i>              |
| Zr              | Zircônio                                  |

## LISTA DE SIGLAS

|         |                                                     |
|---------|-----------------------------------------------------|
| ABNT    | Associação Brasileira de Normas Técnicas            |
| AF&PA   | <i>American Forest and Paper Association</i>        |
| CPV-ARI | Cimento <i>Portland</i> de alta resistência inicial |
| EUA     | Estados Unidos da América                           |
| IBÁ     | Indústria Brasileira de Árvores                     |
| MEV     | Microscopia eletrônica de varregura                 |
| MDP     | Painéis de madeira de média densidade               |
| NBR     | Norma Brasileira                                    |
| TG      | Termogravimetria                                    |
| TXRF    | Técnica de fluorescência de raios-x                 |

## LISTA DE SÍMBOLO

|                                                        |                               |
|--------------------------------------------------------|-------------------------------|
| $\text{SiO}_2$                                         | Dióxido de silício            |
| $\text{CO}_2$                                          | Dióxido de carbono            |
| $\text{H}_2\text{CO}_3$                                | Ácido carbônico               |
| $\text{Ca}(\text{OH})_2$                               | Hidróxido de cálcio           |
| $\text{CaCO}_3$                                        | Carbonato de cálcio           |
| $\text{C}_2\text{S}$                                   | Composto silicatos dicálcico  |
| $\text{C}_3\text{S}$                                   | Composto silicatos tricálcico |
| MPa                                                    | Mega Pascal                   |
| kN                                                     | Kilo Newton                   |
| $\text{SiO}_2$                                         | Silício/Quartzo               |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$                                | Óxido de alumínio             |
| $\text{CaO}$                                           | Óxido de cálcio               |
| $\text{K}_2\text{O}$                                   | Óxido de potássio             |
| $\text{Na}_2\text{O}$                                  | Óxido de sódio                |
| $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$        | Minerais caulinita            |
| $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ | Muscovita                     |
| $\text{Fe}_2\text{O}_3$                                | Hematita                      |

## SUMÁRIO

|            |                                                                                                                                                                         |           |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
|            | <b>PRIMEIRA PARTE .....</b>                                                                                                                                             | <b>14</b> |
| <b>1</b>   | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                                                                                                                                                 | <b>14</b> |
| <b>2</b>   | <b>REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>                                                                                                                                        | <b>17</b> |
| <b>2.1</b> | <b>Compósitos .....</b>                                                                                                                                                 | <b>17</b> |
| <b>2.2</b> | <b>Resíduo UKP.....</b>                                                                                                                                                 | <b>18</b> |
| <b>2.3</b> | <b>Quartzito .....</b>                                                                                                                                                  | <b>21</b> |
| <b>2.4</b> | <b>Carbonatação acelerada .....</b>                                                                                                                                     | <b>24</b> |
| <b>2.5</b> | <b>Surfactantes em compósitos cimentícios .....</b>                                                                                                                     | <b>26</b> |
| <b>3</b>   | <b>CONSIDERAÇÕES GERAIS .....</b>                                                                                                                                       | <b>28</b> |
|            | <b>REFERÊNCIAS .....</b>                                                                                                                                                | <b>29</b> |
|            | <b>SEGUNDA PARTE – ARTIGOS.....</b>                                                                                                                                     | <b>34</b> |
|            | <b>ARTIGO 1 – EFEITO DO TEMPO DE CARBONATAÇÃO ACELERADA EM FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS COM RESÍDUOS DE QUARTZITO E DA POLPAÇÃO DA CELULOSE .....</b>                       | <b>34</b> |
| <b>1</b>   | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                                                                                                                                                 | <b>34</b> |
| <b>2</b>   | <b>DESENVOLVIMENTO.....</b>                                                                                                                                             | <b>37</b> |
| <b>3</b>   | <b>CONCLUSÃO.....</b>                                                                                                                                                   | <b>51</b> |
|            | <b>REFERÊNCIAS .....</b>                                                                                                                                                | <b>52</b> |
|            | <b>ARTIGO 2 – INFLUÊNCIA DE DIFERENTES ADITIVOS COMERCIAIS INCORPORADORES DE AR NAS PROPRIEDADES DE FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS COM E SEM CARBONATAÇÃO ACELERADA .....</b> | <b>57</b> |
| <b>1</b>   | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                                                                                                                                                 | <b>57</b> |
| <b>2</b>   | <b>DESENVOLVIMENTO.....</b>                                                                                                                                             | <b>59</b> |
| <b>3</b>   | <b>CONCLUSÃO.....</b>                                                                                                                                                   | <b>75</b> |
|            | <b>REFERÊNCIAS .....</b>                                                                                                                                                | <b>76</b> |

## PRIMEIRA PARTE

### 1 INTRODUÇÃO

O compósito de cimento é um material amplamente utilizado na construção civil. Em geral, os compósitos fabricados à base de cimento apresentam comportamento mecânico frágil, ou seja, rompem sem grandes deformações e com poucas fissurações. Consequentemente, tem aplicações estruturais limitadas devidas as baixas resistências à tração e de flexão. A redução das resistências à tração e à flexão podem estar associadas a natureza porosa pré-existente da matriz. Por conta desta característica, faz necessário introduzir na matriz cimentícia materiais que supram essa deficiência sem acarretar outros prejuízos físicos, mecânicos na sua estrutura e sem inviabilizar seu custo de produção (LI *et al.*, 2017).

Muitos tipos de fibras vêm sendo pesquisadas como agente de reforço no intuito de reduzir a fragilidade intrínseca do compósito de cimento, encontrando aplicações práticas no mercado comercial e como substituto as fibras de amianto. Desta forma, as fibras naturais ou sintéticas são empregadas, sobretudo, para minimizar o surgimento das fissuras originadas pela retração plástica do concreto devido a diversas causas, entre elas, a temperatura ambiente, o vento e o calor de hidratação do cimento (KHORAMI; GANJIAN, 2011; MENDES, 2014; LEMOS; FRENDEMBERG, 2019).

Dentre a diversidade de materiais que podem ser utilizados com reforço em compósitos cimentícios, encontram-se os materiais lignocelulósicos. Estes podem ser provenientes do setor florestal, sendo que, dentre as diversas atividades florestais, o setor de papel e celulose brasileiro é destaque mundial. De acordo com IBÁ ANNUAL REPORT 2022 (2023), entre 2010 e 2021, as atividades de fabricação de produtos de madeira e de fabricação de celulose, papel e produtos de papel, cresceram 11,8% e 5,5%, respectivamente. A celulose se manteve como o principal produto de exportação do setor, passando de US\$ 6,0 bilhões em 2020 para US\$ 6,7 bilhões em 2021.

O processo de produção da celulose é responsável por parte dos resíduos industriais produzidos no Brasil. Um dos principais resíduos gerados neste processo são os rejeitos da depuração da polpa marrom do pós-cozimento, as fibras de celulose *unbleached kraft pulp* (UKP), os rejeitos da polpa branqueada do pós-branqueamento, *bleached kraft pulp* (BKP). Os resíduos UKP/BKP possuem uma grande quantidade de fibras de excelente qualidade, que apresentam um grande potencial de comercialização. No entanto, atualmente, esses resíduos

são descartados de forma inadequada em aterros sanitários ou levados para compostagem, contribuindo para sérios problemas ambientais (ANDRADE N. *et al.*, 2019).

Os materiais lignocelulósicos em compósitos cimentícios, em algumas situações, podem não ter compatibilização com a matriz, devidos à má interação da fibra com o cimento. Conforme Lemos e Frendenberg (2019), em um compósito reforçado com fibras, a eficiência do reforço pode ser avaliada sob certos critérios principais, como: a resistência ou tenacidade dos compósitos em relação à matriz, estes são muito dependentes do grau de aderência da fibra com a matriz.

A durabilidade e a vida útil da estrutura dependem, além das características da matriz e de fatores de execução, fundamentalmente das condições ambientais às quais será submetido. Uma maneira de melhorar a durabilidade das fibras celulósicas em compósitos cimentícios, é a aplicação da carbonatação acelerada (CA), pois reduz a alcalinidade da matriz devido à redução do teor de hidróxido de cálcio e melhora o contato entre as fibras e a matriz de cimento (DOS SANTOS *et al.*, 2018; TONOLI *et al.*, 2016).

O uso de resíduos minerais regionais é um fator importante a ser pesquisado. Um exemplo de rocha ornamental que gera grande quantidade de rejeitos é o quartzito, uma rocha metamórfica composta em grande parte por grãos de quartzo. O quartzito e seus resíduos vêm sendo estudados como substitutos adequados para os materiais convencionais da construção civil. Estudos mostram propriedades mecânicas aceitáveis em concretos produzidos com o quartzito substituindo um ou mais agregados (JÚNIOR; BARROS; NEVES, 2018).

As propriedades dos materiais também podem ser modificadas com a adição de aditivos em compósitos, possibilitando moldá-lo para ter a finalidade desejada. Eles podem proporcionar, dependendo do aditivo escolhido, uma melhora na durabilidade, aumento da plasticidade, aceleração ou retardamento da pega, alteração do pH, redução do custo, redução da relação água/cimento, e ainda ser incorporadores de ar, dentre outros.

Dentre as possibilidades de incorporadores de ar no cimento, os aditivos surfactantes (tensoativos) apresentam propriedades que possibilitam a diminuição da densidade de compósitos extrudados pela introdução de pequenas bolhas de ar dispersas por toda a matriz (MENDES *et al.*, 2017).

O aspecto de interesse ambiental nesta pesquisa é a utilização dos resíduos lignocelulósico UKP e de mineração, o quartzito, no desenvolvimento de materiais construtivos, aliando a valorização dessas matérias-primas. E como inovação científica, a



análise do efeito da carbonatação acelerada, como também a análise de aditivos comerciais incorporadores de ar.

Diante do exposto, o objetivo foi averiguar a cura por carbonatação acelerada, o uso de aditivos incorporadores de ar em fibrocimentos extrudados produzidos com resíduo de quartzito e reforçados com resíduo *unbleached kraft pulp* (UKP).

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Compósitos

Os compósitos mais utilizados na engenharia civil são os que utilizam como matriz o cimento, sob a forma de concreto com fibras, de argamassa armada e de fibrocimento. Embora, o concreto seja conhecido em todo mundo, sua utilização com fibras representa ainda uma pequena porcentagem. A maioria dos fibrocimentos ainda são produzidos com fibras de aço, apesar da imensa disponibilidade de outras fibras para reforço. A relevância dos compósitos na engenharia deve-se ao fato do mesmo conseguir características superiores às convencionais, com a junção de dois ou mais materiais (DE ARRUDA FILHO *et al.*, 2012; TESSARO *et al.*, 2015).

Matrizes cimentícias apresentam, de modo geral, fraturas frágeis que são caracterizadas por serem inesperadas e sem deformações plásticas anteriores. Com a adição de fibras, a fissuração do concreto (matriz) é reduzida, devido à interligação das fibras, dando um aumento na tenacidade e na resistência à tração e ao impacto. As propriedades do fibrocimento dependerão do tipo de matriz e das propriedades físicas e geométricas das fibras utilizadas, como também da interação entre a fibra e a matriz. As matrizes à base de cimento, reforçadas com fibras têm alcançado espaço como material de construção em âmbito mundial, particularmente pela possibilidade de produção de elementos com variadas formas e com alta tenacidade ((CALLISTER, 2009; DE ARRUDA FILHO *et al.*, 2012; HOSSEINPOURPIA *et al.*, 2012).

A utilização de fibras tanto sintéticas como naturais em matrizes cimentícias com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas dos materiais cimentícios é uma das técnicas que tem apresentado muito sucesso (KRUGER; GROLL, 2012). As contribuições para o comportamento mecânico macroscópico e estabilidade dimensional provêm da força e da rigidez da matriz de cimento e das fibras, tenacidade da matriz, interação mecânica entre fibras e matriz, além de efeitos adicionais de aditivos poliméricos ou agregados, dentre outros fatores.

A produção do amianto, um tipo de fibra utilizada em fibrocimentos, é considerada uma violação aos direitos humanos. Ela foi utilizada em grande escala até sua proibição, em 2005. Consequentemente, uma opção viável para a substituição das fibras de amianto são as fibras vegetais, por serem um material renovável e de baixo custo, ao se comparar as fibras sintéticas (MARTIN-CHENUT; SALDANHA, 2016; PROENÇA; AGUIAR; ROSA, 2014; RODRIGUES *et al.*, 2013).

A utilização das fibras vegetais em compósitos tem como objetivo criar uma combinação de propriedades mecânicas e físicas adequadas, além dos benefícios ambientais, que é um dos principais motivos de sua utilização como alternativas para reforços convencionais (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Para criação de fibrocimentos, um dos métodos utilizados é a extrusão, esta técnica permite a obtenção de materiais homogêneos com boas propriedades mecânicas. O processo de extrusão envolve a formação de compósitos coesivos de fibrocimento, que pode ser ajustado à várias formas. A extrusão tem como vantagens a utilização de máquinas para produção continuada e a produção livre de resíduos líquidos e sólidos. Por ser um processo contínuo, a extrusão é adequada para a produção industrial, além da mesma ser um método econômico de produção. Desta forma, este processo permite o uso de uma variedade de materiais de resíduos que podem ser incorporados com sucesso na matriz, incluindo o uso de fibras lignocelulósicas como matérias-primas de reforço na produção de compósitos de fibrocimento. No entanto, ainda são necessárias pesquisas para esclarecer os fatores básicos sobre as variáveis do processo de extrusão, sobre as matérias-primas empregadas, como também a possibilidade na melhora da dispersão do material de reforço e a durabilidade dos produtos extrudados obtidos (LIGOWSKI; DOS SANTOS; FUJIWARA, 2015; TEIXEIRA *et al.*, 2012; SILVA *et al.*, 2016; FONSECA *et al.*, 2016).

Para a preparação de compósitos de fibrocimento, utiliza-se cimento *Portland* de alta resistência inicial (CPV-ARI). A pureza e granulometria do cimento *Portland* justifica sua utilização em fibrocimentos (RODRIGUES *et al.*, 2013).

## **2.2 Resíduo UKP**

Em 2021 a produção de celulose cresceu 7,4%, para 22,5 milhões de toneladas, mantendo a posição de segundo maior produtor do mundo. Ao desempenhar importante papel na economia, a qualidade e origem ambientalmente sustentável da celulose mantiveram o segmento como um dos mais necessários do mundo em 2020. Em 2021, ano em que as economias voltaram a crescer, ainda sob influência da Covid-19, o setor reafirmou sua resiliência ao ampliar sua capacidade nos mercados externo e interno. De toda a produção, quase 70% foram destinados para exportação, totalizando 15,7 milhões de toneladas. O mercado doméstico foi responsável pelo consumo de 6,8 milhões de toneladas, um aumento de quase 30% em relação ao ano anterior (IBÁ ANUUAL REPORT, 2023).

A produção de papel no Brasil subiu 4,2% em 2021, para 10,7 milhões de toneladas. A alta foi impulsionada especialmente pelo papel para ‘imprimir e escrever’, que subiu mais de 10% no ano, após um ano anterior de retração devido a Covid-19. Na Europa, a produção de papel também caiu em 2020, registrando a maior queda anual desde a Segunda Guerra Mundial. O volume de papel e cartão produzidos no velho continente foi de 155,8 milhões de toneladas, contra 173,2 milhões de toneladas em 2019. Nos Estados Unidos, a produção de papel caiu 9,7% em 2020, para 87,7 milhões de toneladas (IBÁ ANNUAL REPORT, 2023; AF&PA, 2021).

O setor de papel e celulose desempenha um papel importante na economia nacional e no cenário mundial. Isto é devido à receita gerada, aos elevados investimentos, ao impacto que esse setor tem sobre os outros diversos setores econômicos, tanto para os que se encontram antes quanto depois de sua cadeia produtiva, assim como sua influência na geração e consumo de energia e ao impacto social e ambiental positivos.

Na produção de papel e celulose e na busca cada vez maior por produtos de alta qualidade, as indústrias desse setor têm gerado, diariamente, grande quantidade de resíduos, o que tem se constituído numa grande preocupação ambiental e econômica.

O processo de produção da celulose é responsável por parte dos resíduos industriais produzidos no Brasil. Os principais resíduos gerados neste processo correspondem ao lodo biológico, produzido no tratamento de efluentes; às cascas de madeira; à lama de cal; os dregs e gifts, materiais alcalinos da planta de caustificação; os rejeitos da depuração da polpa marrom do pós-cozimento *unbleached kraft pulp* (UKP) e rejeitos da polpa branqueada do pós-branqueamento *bleached kraft pulp* (BKP); cinzas da caldeira e cinza dos precipitadores (CÉSAR *et al.*, 2019; GAMA, 2010).

Os resíduos UKP/BKP possuem uma grande quantidade de fibras de excelente qualidade, que apresentam um grande potencial de comercialização. No entanto, atualmente, esses resíduos são descartados de forma inadequada em aterros sanitários ou levados para compostagem, contribuindo para sérios problemas ambientais (ANDRADE N. *et al.*, 2019).

A variação de matéria-prima do processo de preparação dos cavacos, na indústria de celulose, contribui para a não uniformidade da polpa. O sistema de depuração tem como objetivo retirar seletivamente os contaminantes da polpa, separando as fibras de qualidade para fabricação do papel (GAMA, 2010).

O resíduo da polpação utilizado neste trabalho é o UKP, resultado da depuração da polpa marrom. Esse rejeito após passagem na prensa possui um aspecto granulado com feixes de

fibras desagregados e de coloração marrom, conforme a Figura 1. Os rejeitos UKP apresentam alta carga orgânica devido ao residual de licor possui, também, elevado teor de palitos (material que não foi devidamente cozido), consequentemente resultando na sua desvalorização comercial (GAMA, 2010; CENIBRA, 2008).

Figura 1 - Resíduo fibroso da depuração na indústria de celulose.



Fonte: Gama (2010).

Segundo Gama (2010), o rejeito UKP possui elevada quantidade de matéria orgânica. Conforme a norma NBR 10004 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2004), que classifica os resíduos de processos industriais, este resíduo pode ser classificado como classe II A, material não perigoso e não inerte.

No processo de produção de celulose, em duas toneladas de madeira utilizadas são geradas uma tonelada de polpa celulósica não branqueada (50% de rendimento da polpação) e, para estas quantidades, 16 kg de resíduo UKP (CENIBRA, 2008).

Pesquisas utilizando resíduos de celulose nas mais diversas áreas da construção civil ou em outras áreas foram e estão sendo realizadas. São exemplos da utilização dos resíduos: na estabilização de solos para construção de estradas, como reforço em matrizes cimentícias ou cerâmicas; em solos, em alguns estudos na área agrícola, a fim de favorecer o desenvolvimento de culturas, reduzindo a quantidade de adubos inorgânicos e obtendo benefícios ao ambiente (MARQUES *et al.*, 2014; MACIEL *et al.*, 2015).

O consumo sucessivo de produtos de origem natural e a consequente geração de grandes volumes de resíduos geram a necessidade de encontrar soluções para contenção do impacto ambiental gerado. Assim, esta passa a ser um dos motivos para os estudos do reaproveitamento de rejeitos oriundos da indústria de celulose. A crescente produção de celulose no Brasil abre

caminho para a pesquisa da correta disposição destes resíduos gerados, tanto do ponto de vista econômico, quanto do ponto de vista ambiental (MARQUES *et al.*, 2014).

O reaproveitamento destes resíduos é um assunto que recebe grande destaque por dar melhor destino aos rejeitos gerados no setor florestal. De maneira geral, as indústrias de celulose vêm buscando uma melhor gestão dos resíduos gerados, visando não apenas à atenuação na sua geração como também encontrando várias aplicações para estes resíduos. A utilização dos mesmos para produção de qualquer produto que lhe agregue valor é interessante tanto para o meio ambiente quanto para a indústria de celulose (TOLEDO *et al.*, 2015; RIBEIRO, 2010; CÉSAR *et al.*, 2019).

### 2.3 Quartzito

A exploração mineral no Brasil se intensifica a cada ano e a construção civil é um dos setores que mais demanda esse aumento, onde está incluso o uso de rochas com caráter ornamental, contribuindo para esse crescimento (JÚNIOR; BARROS; NEVES, 2018).

Dentre as rochas ornamentais, destacam-se os quartzitos, que são rochas metamórficas, ricas em quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) e representam 30% da produção das rochas ornamentais, sendo os Estados de Minas Gerais, Bahia e Ceará os de maior extração (FERREIRA; RIBEIRO; VIDAL, 2019).

O Estado de Minas Gerais responde pela maior parte da produção brasileira de quartzitos, sendo registrados quatro centros de lavras de quartzitos, utilizados como rochas ornamentais e de revestimento, sendo o mais expressivo o de São Thomé das Letras, seguindo-se Alpinópolis, Ouro Preto e Diamantina (FERNANDES; GODOY; FERNANDES, 2003).

Os quartzitos podem ser definidos como rochas com textura sacaróide, derivadas de sedimentos arenosos, formados por grãos de quartzo recristalizados e envolvidos ou não por cimento silicoso. O quartzito possui grande interesse industrial devido à sua aplicação como rochas ornamentais. Sua composição mineralógica é constituída principalmente por minerais de quartzo, apresentando também feldspato, moscovita e biotita, dependendo do tipo de quartzito presente na região (ABIROCHAS, 2009; BARROS *et al.*, 2016).

De acordo com ABIROCHAS (2022), houve saldo positivo no desempenho das exportações brasileiras de rochas ornamentais no 1º semestre de 2022, com faturamento que somou US\$ 634,7 milhões e volume físico de 1,08 milhões, representando uma variação positiva de 10,9% frente ao mesmo período de 2021. Isto ocorreu pelo incremento do preço

médio dos produtos comercializados (+15,1%), resultante da maior participação dos produtos mais valorizados nas exportações (chapas de quartzitos, mármore e granitos exóticos, além de blocos de quartzitos e mármore).

Os quartzitos, como rocha ornamental, vêm ganhando destaque na demanda por novos tipos de materiais considerados exóticos, principalmente no cenário da construção civil, por apresentar boas propriedades físicas e estéticas, adequadas para ambientes internos e externos (DOS SANTOS *et al.*, 2017).

Placas brutas de quartzito são extraídas das pedreiras por meio de técnicas artesanais, utilizando ferramentas como marretas, ponteiros e talhadeiras, após o prévio desmonte com explosivos. As placas são conduzidas até as indústrias de beneficiamento, onde passam pelo processo de esquadreamento mecânico para que adquiram formatos de acordo com os tipos de revestimento desejado. As técnicas adotadas na extração e no beneficiamento do quartzito resultam em elevada geração de resíduos grossos, como aparas e revestimentos quebrados, e resíduos finos, como o material oriundo da etapa de esquadreamento e serragem (VIDAL; CAMPOS; CORREIA, 2015).

Desde a lavra até o beneficiamento, demasiada quantidade de resíduos de rochas ornamentais é gerada, em distintas granulometrias, que não apresentam valor econômico para o setor e são depositados em aterros, gerando um grande impacto ambiental (CAMPOS *et al.*, 2014).

Mesmo nas minerações que exercem a sua atividade legalmente, obedecendo às determinações explicitadas no relatório ambiental aprovado pelos órgãos ambientais, a quantidade de rejeito gerado no processo de extração, o denominado “bota-fora”, é muito grande. Isto acontece porque o quartzito é utilizado, fundamentalmente, como pedra de revestimento e, desta forma, deve ser extraído em placas, obedecendo padrões de espessura e comprimento. Todo o material extraído que não obedece a este padrão, passa a ser considerado rejeito (RAMIRIO *et al.*, 2008).

O descarte inadequado de resíduos oriundos da extração e beneficiamento de rochas resulta na criação de condições danosas para a flora e a fauna, além de representar riscos à saúde humana, uma vez que as finas partículas minerais podem se depositar nos pulmões, através da respiração (TORRES *et al.*, 2007).

O quartzito geralmente é utilizado para produzir revestimentos aplicados em fachadas residenciais, pavimentação de pátios, calçadas, saunas e piscinas. No entanto, com a produção em larga escala, cresce também a problemática ambiental envolvendo o descarte dos seus

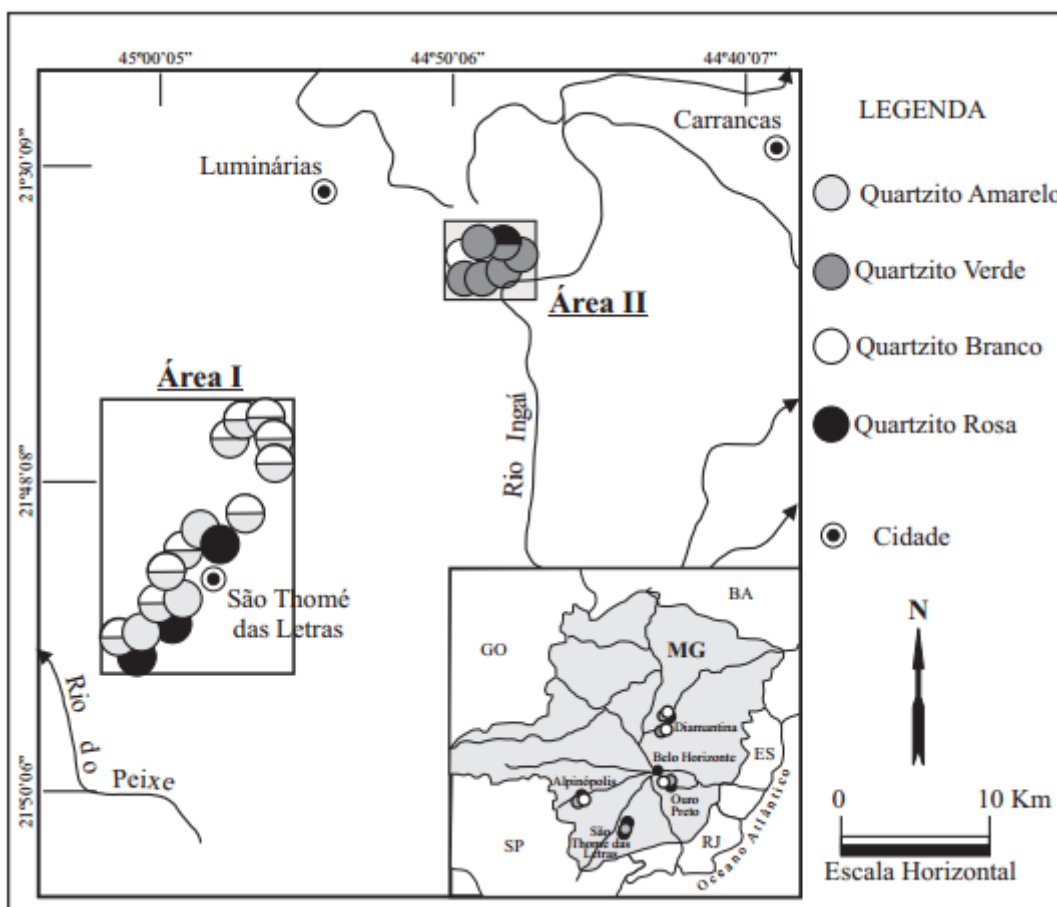
resíduos, exigindo urgência no desenvolvimento de novos materiais (QUEIROZ; MELO, 2019; JÚNIOR; BARROS; NEVES, 2018). Estudos estão sendo realizados a fim de reutilizar os resíduos de quartzito, em revestimentos cerâmicos (MEDEIROS *et al.*, 2017; SILVA; CAMPOS; SANTANA, 2018), em pavimentos intertravados (JÚNIOR; BARROS; NEVES 2018), em blocos cimentícios (TERRA, 2018), em pré-moldado para aplicação em revestimento externo (QUEIROZ; MELO, 2019), na construção rodoviária (FERNANDES, 2019), fibrocimentos (PEREIRA *et al.*, 2020).

Pereira *et al.* (2020), ao realizar a análise granulométrica do resíduo de quartzito para uso em fibrocimentos extrudados, obteve que a maior parte do resíduo estava na forma de pó, com módulo de finura de 0,88, o que indica uma possível utilização do resíduo como agregado fino com características de “filler”. Em geral, a utilização de resíduos de quartzito na forma de pó como material de "enchimento" em uma matriz de cimento apresenta potencial para produção de fibrocimento mais resistente e sustentável.

O quartzito utilizado neste trabalho é o quartzito branco, proveniente do Centro Produtor de São Thomé das Letras. O potencial econômico do quartzito das jazidas na região de São Thomé das Letras, localizada na porção sudoeste do estado de Minas Gerais, foi descoberto no início dos anos 50 e a sua exploração se intensificou na década de 70. Estima-se que a maior parte das exportações de quartzitos foliado e extraído em placas do estado de Minas Gerais seja proveniente do centro produtor de São Thomé das Letras e a sua importância pode ser avaliada pela aplicação genérica do termo “Pedra São Thomé”, utilizado para designar quartzitos em placas comercializados no Brasil. A “Pedra São Thomé” corresponde a um quartzito encontrado nas cores branca, amarela, rósea e verde (FIGURA 2), sendo utilizada em construções, como piso, revestimento de paredes, alvenaria estrutural e até como telha e a sua mineração constitui a principal atividade econômica da região (FERNANDES; GODOY; FERNANDES, 2003).



Figura 2 - Mapa de localização das áreas dos Quartzitos de São Thomé das Letras.



Fonte: Fernandes, Godoy e Fernandes (2003).

O quartzito branco ocorre principalmente no município de São Thomé das Letras e predomina sobre as demais variedades. A rocha é composta essencialmente por quartzo (90-95%) e moscovita (5-10%), além de plagioclásio, turmalina, zircão, magnetita e rutilo (FERNANDES; GODOY; FERNANDES, 2003). Pereira *et al.* (2020), em sua pesquisa, verificaram que a análise química do quartzito branco proveniente do centro produtor mostrou a alta porcentagem de silício, seguido por zircônio e molibdênio.

## 2.4 Carbonatação acelerada

Uma questão importante raramente considerada no debate ambiental sobre materiais à base de cimento é a captação de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) da atmosfera. Após a exposição ao ar ao longo do tempo, o cimento absorve CO<sub>2</sub> atmosférico. Esse processo é conhecido como carbonatação e é uma propriedade intrínseca do concreto que tem como base cimento *Portland* (PIZZOL, 2013).

A carbonatação pode ser descrita como a difusão do  $\text{CO}_2$  presente na atmosfera, através dos poros insaturados de matrizes cimentícias. O  $\text{CO}_2$  é dissolvido na fase aquosa presente nos poros, transformando-se em ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ), o qual se dissocia como íons  $\text{HCO}_3^-$  e  $\text{CO}_3^{2-}$ , juntamente com a dissolução do hidróxido de cálcio  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , que libera os íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$ , os quais precipitam e formam o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (ALMEIDA *et al.*, 2010).

A durabilidade das fibras vegetais no compósito pode ser comprometida devido à alta alcalinidade da matriz cimentícia, que enfraquece as fibras de celulose, induzindo a sua mineralização. Possibilitando, desta forma, a diminuição da tenacidade do compósito fibrocimento em longo prazo (WEI e MEYER, 2015).

Desta forma, de acordo com pesquisa realizada por Almeida *et al.* (2010), a carbonatação mostra-se com potencialidade de melhora na durabilidade das fibras celulósicas em compósitos cimentícios, pois reduz a alcalinidade da matriz devido à redução do teor de hidróxido de cálcio, resultando-se em maior quantidade de carbonato de cálcio, que é um composto insolúvel em água e mais denso que o hidróxido de cálcio, além de melhorar as propriedades mecânicas. O rápido ganho de resistência mecânica dos compostos silicatos dicálcico e tricálcico ( $\text{C}_2\text{S}$  e  $\text{C}_3\text{S}$  respectivamente) através do tratamento com  $\text{CO}_2$  logo após a moldagem sugere que a carbonatação nas idades iniciais melhora as propriedades mecânicas de compósitos cimentícios.

Conforme estudos de Tonoli *et al.* (2010), Pizzol *et al.* (2014), seguindo um rígido controle de parâmetros de tratamentos, a carbonatação acelerada, além de ganho ambiental, ainda propicia uma forma de melhorar as propriedades mecânicas de matrizes cimentícias pelo enrijecimento desta.

A carbonatação acelerada de materiais à base de cimento é um dos métodos racionais e eficazes para preparar materiais de construção, ou seja, é um procedimento de cura inovador para unidades de concreto pré-moldado, que resulta no sequestro do gás dióxido de carbono e sua conversão em produtos estáveis, reduzindo as emissões de  $\text{CO}_2$  pela indústria da construção. Em compósitos reforçados com fibras vegetais, a carbonatação da matriz é potencializada devido à sua alta porosidade, que facilita a penetração do  $\text{CO}_2$  permitindo, dependendo do cimento, formação de carbonato de cálcio no interior do material. Essa formação de carbonato conduz na diminuição da alcalinidade do meio (diminuição do pH), fornecendo, por consequência, um ambiente menos agressivo à fibra (PEREIRA, 2021).

## 2.5 Surfactantes em compósitos cimentícios

O acréscimo de aditivos em compósitos tem como finalidade auxiliar alguma propriedade ou realizar alguma ação desejada. Eles podem proporcionar, dependendo do aditivo escolhido, uma melhora na durabilidade, aumento da plasticidade, aceleração ou retardamento da pega, alteração do pH, redução do custo, redução da relação água/cimento, e ainda ser incorporadores de ar, dentre outros.

Estes aditivos podem ser utilizados na fabricação de materiais cimentícios, são utilizados para melhorar as propriedades físicas da pasta de cimento fresca, o que permite facilitar seu uso de acordo com as condições e requisitos climáticos, ou para melhorar o desempenho mecânico no estado endurecido, e/ou ambos ao mesmo tempo (KHUDHAIR; EL HILAL; ELHARFI, 2018).

Dentre as possibilidades de incorporadores de ar no cimento, os aditivos surfactantes (tensoativos) apresentam propriedades que possibilitam a diminuição da densidade de compósitos extrudados, pela introdução de pequenas bolhas de ar dispersas por toda a matriz. Essas microbolhas distribuídas homogeneamente melhoram a coesão e a trabalhabilidade de compósitos à base de cimento, evitam a penetração de água e reduzem a tendência de segregação no compósito fresco (MENDES *et al.*, 2017; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A redução da densidade pelo acréscimo de aditivos incorporadores de ar na produção de placas cimentícias pelo processo de extrusão reduz os custos de fixação, trabalhabilidade e aplicação das placas como reforços estruturais (SILVA *et al.*, 2021).

Os surfactantes reduzem a tensão superficial das substâncias devido ao equilíbrio de forças entre suas moléculas na interface. Em geral, as moléculas de surfactantes contêm uma cadeia hidrofóbica (ou apolar) e um ou mais grupos hidrofílicos (ou polares) (DU; FOLLIARD, 2005; MENDES *et al.*, 2017). Os tensoativos também facilitam a transferência da água presente nas fibras para as partículas de cimento, devido ao seu efeito dispersor, que por sua vez melhora a trabalhabilidade e a molhabilidade da mistura (ATAHAN *et al.*, 2008; MANGANE *et al.*, 2018).

Os aditivos surfactantes representam aproximadamente a metade da produção de todos os incorporadores de ar (independentemente da classe de dissociação). Entretanto, apesar da nítida evolução nas pesquisas com relação ao tema, a maioria dos trabalhos deram ênfase aos efeitos práticos da presença do ar nas composições, sendo pouco explorados os mecanismos de formação e estabilização das bolhas. Temperatura, tempo de mistura, tipo de cimento, tipo e

teor de aditivo ou adição mineral, quantidade de água para o amassamento, são algumas dessas variáveis que, muitas vezes, dificultam a utilização desses materiais no setor construtivo (ROMANO; CINCOTTO; PILEGGI, 2018).

Esses surfactantes modificam a microestrutura e a formação de vazios na matriz, podendo ocasionar a diminuição do desempenho mecânico de materiais à base de cimento independente do processo de produção. Os aditivos incorporadores de ar são materiais orgânicos que, se empregados em argamassas e concretos, alteram suas propriedades nos estados plástico e endurecido (CHOI; YEON; YUN, 2016; DE SOUZA; DE MORAIS; AMANCIO, 2019).

Consequentemente, o comportamento dos tensoativos em argamassa e concreto desperta o interesse na produção de placas cimentícias por extrusão visando a diminuição da densidade aparente do material. Os estudos dos efeitos de surfactantes em fibrocimentos de extrusão ainda são escassos. Desta forma, o uso destes materiais em compósitos cimentícios deve ser controlado, devido a sua alteração nas propriedades destes materiais. Surge, então, a importância da ampliação de pesquisas nesta área, pois contribuirá para o desenvolvimento de novos produtos e processos para a construção civil (CHOI; YEON; YUN, 2016; DE SOUZA; DE MORAIS; AMANCIO, 2019; SILVA *et al.*, 2021).

Existe atualmente no mercado uma variedade de aditivos. Desta forma, surge preocupações globais em relação ao meio ambiente e o desenvolvimento sustentável destes materiais (KHUDHAIR; EL HILAL; ELHARFI, 2018). Portanto, é uma área que requer pesquisas para esclarecer como esses aditivos influenciam a incorporação de ar, a microestrutura, comportamento mecânico dos fibrocimentos extrudados, como também seu impacto ambiental.

### 3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Este referencial teórico apresentou informações importantes sobre a produção de fibrocimento por extrusão, inserção de resíduo de mineração (quartzito) no processo produtivo, do uso de fibra vegetal (UKP) como material de reforço e como o processo de carbonatação acelerada e o uso de aditivos surfactantes podem influenciar nas propriedades físicas, mecânicas e microestruturais do compósito.

A avaliação dos tópicos apresentados nestas seções serviu de base para definições dos experimentos desenvolvidos no presente estudo. No referencial também foi apresentado como as pesquisas sobre CA vêm ganhando força na preparação de materiais de construção compósitos, possibilitando a diminuição da alcalinidade da matriz e fornecendo, por consequência, um ambiente menos agressivo às fibras de reforço.

No entanto, para a produção de fibrocimento, as informações sobre CA ainda são escassas, principalmente em relação aos parâmetros que a envolve, pois o estudo da cura por carbonatação é influenciado por vários fatores, como calor, umidade, tempo de cura, composição da água de mistura, características do agregado, teor de dióxido de cálcio na mistura e demais componentes químicos, tornando-se um processo difícil de ser repetido, dada a natureza dinâmica do processo. Portanto, é necessário o conhecimento e desenvolvimento de mais trabalhos futuros de estudos que melhorem o processo para que de fato esta técnica se torne viável na indústria.

A partir das lacunas encontradas no referencial teórico, foi sugerida a produção de fibrocimento por extrusão, com a utilização de quartzito em substituição ao calcário; adição de fibras de UKP como material de reforço; uso da técnica de CA na cura, como estratégia para melhorar a aderência da fibra com a matriz cimentícia, possibilitando a redução da mineralização da fibra no interior do compósito; e uso de aditivos surfactantes incorporadores de ar, a fim de moldar as propriedades do fibrocimento. Nesse contexto, admitem-se evidenciados os aspectos de originalidade do estudo desenvolvido conforme os fatores analisados citados acima.

## REFERÊNCIAS

- AF&PA. AMERICAN FOREST AND PAPER ASSOCIATION. 2021. Washington, Disponível em <https://www.afandpa.org/>. Acesso em: 10 out. 2022.
- ALMEIDA, A. E. F. S. *et al.* Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, n. 4, p. 233-246, 2010.
- ANDRADE, L. M. F. *et al.* Inclusão do resíduo de polpação da celulose na produção de painéis aglomerados de média densidade. **Scientia Forestalis**, v. 46, n. 120, p. 626-637, 2019.
- ANDRADE, N. C. *et al.* Painéis MDP produzidos com resíduos de extração de celulose. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias (Agrária)**, Recife, v. 14, n. 3, p. 6446, 2019.
- ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: a review of recent research. **Construction & building materials**, Netherlands, v. 79, p. 115-128, 2015.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS - **ABIROCHAS**. Balanço das Exportações e Importações Brasileiras de materiais rochosos naturais e artificiais de revestimento no período janeiro-maio de 2022. Informe 03/2022. Acesso em: 10 out. 2022.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS - **ABIROCHAS**. Balanço das Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais no 1º semestre de 2022. Informe 04/2022. Acesso em: 10 out. 2022.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS - **ABIROCHAS**. Guia de aplicação de rochas em revestimentos. 2009. Disponível em: <http://www.abirochas.com.br/br/index.html>. Acesso em: 20 jan. 2020.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10004**: Resíduos sólidos – classificação. Rio de Janeiro, 2004.
- ATAHAN, H. N. *et al.* The morphology of entrained air voids in hardened cement paste generated with different anionic surfactants. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, n. 7, p. 566-575, 2008.
- BARROS, S. V. A. *et al.* Addition of quartzite residues on mortars: Analysis of the alkali aggregate reaction and the mechanical behavior. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.118, n.15, pp.344-351, 2016.
- CALLISTER, W. D. **Material Science and engineering: an Introduction**. Hoboken: John Wiley Sons Inc: 2009.

CAMPOS, A. R. *et al.* Resíduos: Tratamento e aplicações industriais, tecnologia de rochas ornamentais – Pesquisa, Lavra e Beneficiamento. Centro de Tecnologia Mineral – **CETEM/MCTI**, Rio de Janeiro, cap. 9, 2014.

CENIBRA. DEPARTAMENTO DE CONTROLE DE QUALIDADE. **Caracterização do material fibroso na saída da prensa do decantador primário**: relatório interno. Ipatinga, 8 p. 2008.

CÉSAR, A. A. da S. *et al.* Pretreated unbleached cellulose screen reject for cement-bonded fiberboards. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 77, p. 581-591, 2019.

CHOI, P.; YEON, J. H.; YUN, K.-K. Air-void structure, strength, and permeability of wet-mix shotcrete before and after shotcreting operation: The influences of silica fume and air-entraining agent. **Cement and Concrete Composites**, v. 70, p. 69-77, 2016.

DE ARRUDA FILHO, N. T. *et al.* Resistência mecânica de compósitos cimentícios leves utilizando resíduos industriais e fibras de sisal. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental - Agriambi**, Campina Grande, v. 16, n. 8, 2012.

DE SOUSA, L. H. O.; DE MORAIS, D. M.; AMANCIO, F. A. Efeito do aditivo incorporador de ar nas propriedades das argamassas de revestimento. **Revista CIATEC-UPF**, v. 11, n. 2, 2019.

DOS SANTOS, L. S. A. *et al.* Caracterização tecnológicas dos quartzitos do estado do Ceará. **Geologia**, São Paulo, v. 30, n. 2, 2017.

DOS SANTOS, M. F. *et al.* Estudo do efeito da carbonatação no concreto produzido com fibra vegetal (buriti). **ITEGAM-JETIA: Journal of Engineering and Technology for Industrial Applications**, Manaus, v. 4, n. 13, p. 184-189, 2018.

DU, L.; FOLLIARD, K. J. Mechanisms of air entrainment in concrete. **Cement and concrete research**, v. 35, n. 8, p. 1463-1471, 2005.

FERNANDES, H. C. L. Utilização de Resíduos de Quartzito na Construção Rodoviária. **Engenharia no Século XXI**, Belo Horizonte, v. 7, p. 39, 2019.

FERNANDES, T. M. G.; GODOY, A. M.; FERNANDES, N. H. Aspectos geológicos e tecnológicos dos quartzitos do centro produtor de São Thomé das Letras (MG). **Geociências**, Porto Alegre, v. 22, n. 2, p. 129-141, 2003.

FERREIRA, A. de A.; RIBEIRO, R. C. da C.; VIDAL, F. W. H. Geração de sílica grau metalúrgico oriunda de resíduos de quartzitos. Centro de Tecnologia Ambiental – **CETEM/MCTI**. Rio de Janeiro, 2019.

FONSECA, C. S. *et al.* Micro/nanofibrilas celulósicas de Eucalyptus em fibrocimentos extrudados. **CERNE**, Lavras, v. 22, n. 1, 2016.

GAMA, R. de O. **Utilização do rejeito UKP/BKP (unbleach kraft pulp/bleach Kraft pulp) da indústria de celulose em painéis de partículas**. 2010. 111 p. Dissertação (Mestrado em

Engenharia Industrial) – Centro Universitário do Leste de Minas Gerais, Coronel Fabriciano, 2010.

HOSSEINPOURPIA, R. *et al.* Production of Waste Bio-Fiber Cement-Based Composites Reinforced With Nano-SiO<sub>2</sub> Particles as a Substitute For Asbestos Cement Composites. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 31, p. 105-111, 2012.

IBÁ ANUUAL REPORT, **IBÁ Relatório Anual 2022**. Indústria Brasileira de Árvores. São Paulo, 96p, 2022. Disponível em: <https://iba.org/datafiles/publicacoes/relatorios/relatorio-anual-iba2022-compactado.pdf>. Acesso em: 10 fev. 2023.

JÚNIOR, C. M. D.; BARROS, S. V. A.; NEVES, G. A. Utilização de Resíduos de Quartzito para Aplicação em Pavimentos Intertravados. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 13, n. 3, 2018.

KHORAMI, M.; GANJIAN, E. Comparing flexural behaviour of fire-cement composites reinforce bagasses: wheat and eucalyptus. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 25, n. 9, p. 3661 -3667, 2011.

KHUDHAIR, M.; EL HILAL, B.; ELHARFI, A. Review on chemical (organic) admixtures in the cementitious materials. **J. Mater. Environ. Sci**, v. 9, p. 1722-1734, 2018.

KRUGER, R.; GROLL, J. Fiber reinforced calcium phosphate cements – On the way to degradable load bearing bone substitutes. **Biomaterials**, USA, vol. 33, pg. 5887-5900, 2012.

LEMOES, A. M.; FRENDENBERG, F. C. Estudo da utilização de fibra de coco em vigas de concreto. **Engineering Sciences**, 7(2), 1-8. 2019.

LI, X. P. *et al.* A study of smooth wall blasting fracture mechanisms using the Timing Sequence Control Method. **International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences**, v. 92, p. 1-8, 2017.

LIGOWSKI, E.; DOS SANTOS, B. C.; FUJIWARA, S. T. Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 25, n. 1, 2015.

MACIEL, T. *et al.* Atributos químicos da solução e do solo após aplicação de resíduo da extração de celulose. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, p. 84-90, 2015.

MANGANE, M. B. C. *et al.* Influence of superplasticizers on mechanical properties and workability of cemented paste backfill. **Minerals Engineering**, v. 116, p. 3-14, 2018.

MARQUES, M. L. *et al.* Potencialidades do uso de resíduos de celulose (dregs/grits) como agregado em argamassas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 16, p. 423-431, 2014.

MARTIN-CHENUT, K.; SALDANHA, J. O caso do amianto: os limites das soluções locais para um problema de saúde global. **Lua Nova**, São Paulo, n. 98, 2016.



MEDEIROS, R. R. *et al.* Influência do uso de resíduo de quartzito na expansão por umidade de massas de revestimentos cerâmicos planos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 63, n. 366, p. 134-142, 2017.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. JM. **Concrete: microstructure, properties, and materials**. McGraw-Hill Education, 2014.

MENDES, J. C. *et al.* Mechanical, rheological and morphological analysis of cement-based composites with a new LAS-based air entraining agent. **Construction and Building Materials**, v. 145, p. 648-661, 2017.

MENDES, R. F. **Desempenho de fibrocimentos extrudados produzidos com poupas celulósicas modificadas com silanos**. 2015. 158 p. Tese (Doutorado em Ciências e Tecnologia da Madeira) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

PEREIRA, T. G. T. **Efeito da carbonatação acelerada em compósitos de fibrocimento extrudados com resíduo de quartzito e fibras de coco**. 2021. 84 p. Tese (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2021.

PEREIRA, T. G. T. *et al.* Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion. **Materials Today: Proceedings**, v. 31, p. S309-S314, 2020.

PIZZOL, V. D. **Carbonatação Acelerada: nova tecnologia de cura para fibrocimento sem amianto**. 2015. 61 p. Dissertação (Ciência e Tecnologia da Madeira) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2013.

PIZZOL, V. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p. 101-106, 2014.

PROENÇA, M. do C.; AGUIAR, F.; ROSA, N. Avaliação da contaminação do ar por fibras respiráveis em edifícios com materiais em fibrocimento. **Instituto Nacional de Saúde**. n. 2. 2014.

QUEIROZ, C. de A.; MELO, A. B. de. Caracterização das propriedades térmicas da pedra reconstituída com resíduos da extração de quartzito para aplicação em revestimento de fachadas de edifícios. **REEC-Revista Eletrônica de Engenharia Civil**, Goiânia, v. 15, n. 1, 2019.

RAMIRIO, R. F. *et al.* Estudo comparativo de rejeitos de quartzito com outros agregados comercialmente utilizados como materiais de construção no Sudoeste de Minas Gerais. **Ciência et Praxis**, Belo Horizonte, v. 1, n. 01, p. 25-32, 2008.

RIBEIRO, A. P. **Avaliação do uso resíduos sólidos inorgânicos da produção de celulose em materiais cerâmicos**. 2010. 142 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

RODRIGUES, M. S. *et al.* Cinza de palha de cana-de-açúcar como adição mineral em fibrocimento. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 17, n. 12, p. 1347-1354, 2013.

ROMANO, R. C. de O.; CINCOTTO, M. A.; PILEGGI, R. G. Incorporação de ar em materiais cimentícios: uma nova abordagem para o desenvolvimento de argamassas de revestimento. **Ambiente Construído**, v. 18, n. 2, p. 289-308, 2018.

SILVA, D. W. *et al.* Cementitious composites reinforced with kraft pulping waste. **Key Engineering Materials**, Switzerland, v. 668, p. 390-398, 2016.

SILVA, D. W. *et al.* Superabsorbent ability polymer to reduce the bulk density of extruded cement boards. **Journal of Building Engineering**, v. 43, p. 103130, 2021.

SILVA, K. R.; CAMPOS, L. F. A.; SANTANA, L. N de L. Resíduo de quartzito—Matéria-prima alternativa para ser incorporada em massas utilizadas na produção de revestimento cerâmico. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 13, n. 1, 2018.

TEIXEIRA, R. S. *et al.* Extruded cement based composites reinforced with sugar cane bagasse fibres. **Key Engineering Materials**, Switzerland, v. 217, p. 450-457, 2012.

TERRA, I. C. de C. **Blocos cimentícios produzidos com a incorporação de fibras de coco e resíduos de quartzito**. 2018. 57 p. Dissertação (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2018.

TESSARO, A. B. *et al.* Compósitos cimentícios reforçados com fibras de eucalipto puras e tratadas com tetraetilortossilicato (TEOS 98%). **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 15, n. 3, p. 47-55, 2015.

TOLEDO, F. H. S. F. *et al.* Composto de resíduos da fabricação de papel e celulose na produção de mudas de eucalipto. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola Ambiental**, Campina Grande, v. 19, n. 7, p. 711-716, 2015.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building materials**, Guildford, v. 24, n. 2, p. 193-201, 2010.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Rationalizing the impact of aging on fiber–matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 17, p. 7929-7943, 2016.

TORRES, P. *et al.* Development of ceramic floor tile compositions based on quartzite and granite sludges. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 27, n. 16, p. 4649-4655, 2007.

VIDAL, F. W. H., CAMPOS, A. R., CORREIA, J. C. G., Série Tecnologia Mineral - Quartzito de Várzea do Seridó: Tecnologia de lava e beneficiamento. Série Tecnologia Mineral: **CETEM/MCTI**, Rio de Janeiro, 2015.

WEI, L.; MEYER, C. Degradation Mechanisms of Natural Fiber in the Matrix of Cement Composites. **Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 1-16, 2015.

## SEGUNDA PARTE – ARTIGOS

### ARTIGO 1 – EFEITO DO TEMPO DE CARBONATAÇÃO ACELERADA EM FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS COM RESÍDUOS DE QUARTZITO E DA POLPAÇÃO DA CELULOSE

#### RESUMO

O objetivo foi analisar o uso de resíduos da polpação da celulose *unbleached kraft pulp* (UKP) e da mineração do quartzito, como também o emprego da técnica da carbonatação acelerada (CA). Foram realizados os tratamentos controle sem CA e os demais com diferentes períodos de CA de 6, 9 e 12 horas. Fibrocimentos foram caracterizados quanto às propriedades de densidade aparente (DA), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA), módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE), limite de proporcionalidade (LOP) e tenacidade. Foram abordadas as análises de termogravimetria (TG) e a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Desta forma, resultou-se que não houve efeito significativo sobre a DA, a PA e a AA nos fibrocimentos em relação aos diferentes tempos de carbonatação. Houve uma tendência de redução dos valores de MOR, MOE e LOP à medida que se aumentava os períodos sujeitos a CA. As imagens de MEV comprovaram os resultados físicos, no qual os diferentes tempos de CA na cura não mostraram diferenças quanto à microestrutura do material. Houve melhoria significativa para as propriedades de tenacidade para os fibrocimentos submetidos a maiores períodos de CA. Em relação as análises de TG, foi possível evidenciar uma maior concentração de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), à medida que se foi aumentando os períodos de CA, levando à diminuição da alcalinidade da matriz, o que proporcionou um ambiente menos agressivo para as fibras UKP.

**Palavras-chave:** Compósito. Fibras lignocelulósicas. Resíduos de mineração.

#### 1 INTRODUÇÃO

O compósito de cimento é um material amplamente utilizado na construção civil. Em geral, os compósitos fabricados à base de cimento apresentam comportamento mecânico frágil, ou seja, rompem sem grandes deformações e com poucas fissurações. Consequentemente, tem aplicações estruturais limitadas devidas as baixas resistências à tração e de flexão. Por conta desta característica, faz necessário introduzir na matriz cimentícia materiais que supram essa deficiência sem acarretar outros prejuízos físicos, mecânicos na sua estrutura e sem inviabilizar seu custo de produção (LI *et al.*, 2017).

Muitos tipos de fibras têm sido introduzidas como agentes de reforço no intuito de reduzir a fragilidade intrínseca do compósito de cimento, encontrando aplicações práticas no

mercado comercial (KHORAMI; GANJIAN, 2011; MENDES, 2014). Desta forma, as fibras naturais ou sintéticas são empregadas, sobretudo, para minimizar o surgimento das fissuras originadas pela retração plástica do concreto (LE MOS; FREDENBERG, 2019).

Dentre a diversidade de materiais naturais que podem ser utilizados com reforço em compósitos cimentícios, encontram-se as fibras lignocelulósicas. Elas podem ser provenientes do setor florestal, sendo que, dentre as diversas atividades florestais, o setor de papel e celulose brasileiro é destaque mundial. Em 2021 a produção de celulose cresceu 7,4%, para 22,5 milhões de toneladas, mantendo a posição de segundo maior produtor do mundo. Em 2021, ano em que as economias voltaram a crescer, ainda sob influência da Covid-19, o setor reafirmou sua resiliência ao ampliar sua capacidade nos mercados externo e interno (IBÁ ANNUAL REPORT, 2023).

O processo de produção da celulose é responsável por parte dos resíduos industriais produzidos no Brasil. Dentre os resíduos gerados, encontram-se os rejeitos da depuração da polpa marrom do pós-cozimento, as fibras de celulose *unbleached kraft pulp* (UKP), rejeitos da polpa branqueada do pós-branqueamento, *bleached kraft pulp* (BKP). Atualmente, ainda parte desses resíduos não são reaproveitados (CÉSAR *et al.*, 2019; GAMA, 2010; SIMÃO *et al.*, 2018; ANDRADE N. *et al.*, 2019).

No entanto, novas alternativas estão sendo investigadas, especialmente na valorização desses materiais, sendo que, o reuso de resíduos possui potencial de aplicação e atraem pesquisas para o aproveitamento em diversas áreas (ANDRADE N. *et al.*, 2019; ANDRADE L. *et al.* 2019; SIMÃO *et al.*, 2018).

Conforme Lemos e Frendenberg (2019), em um compósito reforçado com fibras, a eficiência do reforço pode ser avaliada sob a resistência ou tenacidade dos compósitos. Sendo que um dos desafios para produção de compósitos cimentícios reforçados com materiais lignocelulósicos é a interação reforço/matriz, pois, os extrativos da fibra podem interferir na hidratação do cimento; como também a lignina é sensível a alcalinidade do cimento, tornando-as facilmente degradadas; assim como, o acúmulo de íon no lúmen da fibra, pode ocasionar a mineralização das fibras, afetando a durabilidade do compósito (WEI; MEYER, 2015; SAWSEN *et al.*, 2014; WEI; MA; D'SHAWN, 2016).

A durabilidade e a vida útil da estrutura dependem, além das características do concreto e de fatores de execução, fundamentalmente das condições ambientais às quais será submetido (DOS SANTOS *et al.*, 2018). Uma maneira de melhorar a durabilidade das fibras lignocelulósicas em compósitos cimentícios é aplicação da carbonatação acelerada (CA), pois

ela reduz a alcalinidade da matriz devido à redução do teor de hidróxido de cálcio, melhora o contato entre fibras e matriz de cimento, resultando em maior quantidade de carbonato de cálcio. Pesquisas sugerem que a carbonatação nas idades iniciais melhoram as propriedades mecânicas de compósitos cimentícios, pois o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) atua na durabilidade de materiais produzidas em matrizes cimentícias com reforços (ALMEIDA *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2016; MARTINS *et al.*, 2018).

A carbonatação pode ser descrita como a difusão do  $\text{CO}_2$  presente na atmosfera através dos poros insaturados de matrizes cimentícias, com a formação de carbonato de cálcio. A carbonatação acelerada é um processo de carbonatação que é feito em um ambiente controlado para acelerar o processo que ocorre na natureza, com a adição de dióxido de carbono (WANG *et al.*, 2019; ALMEIDA *et al.*, 2010).

Conforme estudos de Tonoli *et al.* (2010), Neves Junior (2014) e Tonioli *et al.* (2019), seguindo um rígido controle de parâmetros de tratamentos, a carbonatação acelerada, além de ganho ambiental, propicia uma forma de melhorar as propriedades mecânicas de matrizes cimentícias pelo enrijecimento desta, em detrimento de suas deformações.

Segundo Tonoli *et al.* (2019), em sua pesquisa com 10 horas de carbonatação acelerada obteve como resultado aumento de  $\text{CaCO}_3$ , como também acréscimo dos resultados das propriedades mecânicas. Wang *et al.* (2019), obtiveram em seu estudo de CA de pastas de cimento endurecidas que as resistências à compressão dos corpos de prova após o processo foram melhoradas. A reação ocorreu principalmente nas primeiras 6 horas em processo acelerado de carbonatação.

Apesar do processo de carbonatação ser bem conhecido em estruturas de concreto, para compósitos de fibrocimento, as informações ainda são escassas, principalmente quando tratam dos parâmetros envolvidos na atmosfera de cura (FILOMENO *et al.*, 2020).

Além dos processos citados previamente, nesta pesquisa também foi utilizado resíduos da extração do quartzito, sendo o uso de resíduos minerais regionais um fator importante a ser pesquisado. O quartzito, ou a popularmente conhecida como “Pedra São Thomé”, é uma rocha ornamental metamórfica que gera grande quantidade de resíduos, composta em grande parte por grãos de quartzo. As chapas de quartzitos, representaram 33,7% das exportações nacionais, com crescimento de 27,8% no volume físico exportado no período de janeiro a maio de 2022 (ABIROCHAS, 2022).

O quartzito e seus resíduos vêm sendo estudados como um substituto adequado para os materiais convencionais da construção civil. Estudos mostram propriedades mecânicas

aceitáveis em concretos produzidos com o quartzito substituindo um ou mais agregados (JÚNIOR; BARROS e NEVES, 2018), sendo seu uso já pesquisado em revestimentos cerâmicos (MEDEIROS *et al.*, 2017; SILVA; CAMPOS; SANTANA, 2018), em pavimentos intertravados (JÚNIOR; BARROS; NEVES 2018), em blocos cimentícios (TERRA, 2018), em pré-moldado para aplicação em revestimento externo (QUEIROZ; MELO, 2019), em tijolos solo-cimento (REIS; RIBEIRO e REIS, 2020), na construção rodoviária (FERNANDES, 2019) e em fibrocimentos (PEREIRA *et al.*, 2020).

Pereira *et al.* (2020), ao realizar a análise granulométrica do resíduo de quartzito para uso em fibrocimentos extrudados, verificou que a utilização de resíduos de quartzito na forma de pó como material de "enchimento" em uma matriz de cimento apresenta potencial para produção de fibrocimento mais resistente e sustentável.

Diante do exposto, o objetivo deste artigo foi avaliar o melhor tempo de carbonatação acelerada de 6h, 9h e 12h em fibrocimentos extrudados produzidos com resíduo de quartzito e reforçados com resíduo *unbleached kraft pulp* (UKP) e caracterizá-los quanto as propriedades físicas, mecânicas, microestruturais e análise térmica.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### MATERIAL E MÉTODOS

A matriz cimentícia utilizada neste estudo foi composta por cimento *Portland* CPV–ARI, normatizado pela NBR 16697 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2018). O resíduo pó de quartzito, proveniente do processo de mineração do centro produtor de São Thomé das Letras, foi utilizado para substituir totalmente o calcário. Para auxiliar no processo de extrusão foram utilizados os aditivos pseudoplástico hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéster carboxílico (ADVA) como modificadores reológicos. Em todas as formulações, 1,0% de cada aditivo (ADVA e HPMC) em relação a massa total, foi acrescentado conforme descrito por Teixeira *et al.* 2012.

O resíduo de polpação *kraft* de eucalipto (UKP - *unbleach kraft pulp*) foi adquirido da empresa Cenibra, localizada na cidade de Belo Oriente – MG, proveniente de um híbrido de *Eucalyptus urophylla* e *Eucalyptus grandis*, com 7 anos de idade. Foi imerso em água por 24 horas e, posteriormente, agitado saturado em um agitador de alto cisalhamento da marca Turratec, por 1 minuto com 18000 rpm.

Após este processo, foram determinados os teores dos constituintes químicos do UKP, com 4 repetições para cada teste. Para tanto, as fibras foram acondicionadas em temperatura de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $65 \pm 5\%$ , até a obtenção de massa constante.

Foi realizada a quantificação dos teores de cinzas, extrativos totais, lignina insolúvel, como também foi determinada a densidade básica e a porcentagem de umidade na base seca, com base nas normas, NBR 13999 (ABNT, 2017); NBR 14853 (ABNT, 2010); NBR 7989 (ABNT, 2010); NBR 11941 (ABNT, 2003); NBR 7190 (ABNT, 1997), respectivamente.

Os corpos de prova foram produzidos em escala laboratorial pelo processo de extrusão, através da extrusora disponível no laboratório do Complexo BIOMAT, da Universidade Federal de Lavras.

Para confecção dos corpos de prova de fibrocimento foi utilizado o cimento *Portland* CPV-ARI como principal aglomerante, na proporção de 67,9 % em relação à massa total a ser produzida. Também foi adicionado à mistura a quantidade de 29,1 % de resíduo de quartzito e a relação água/cimento foi de 20 %; além de modificadores reológicos à base de celulose HPMC e ADVA para reduzir a quantidade de água na mistura, sendo 1% em peso em relação à massa total, sendo estes aditivos, não contabilizados na somatória dos materiais constituintes, conforme descrito por Teixeira *et al.* (2012). Esse modificador reológico e o redutor de água são importantes ao processo, pois impedem a separação das fases durante a homogeneização da mistura, garantindo, assim, que a mistura seja extrudável. Foram utilizados 3% de resíduo UKP em relação à massa total.

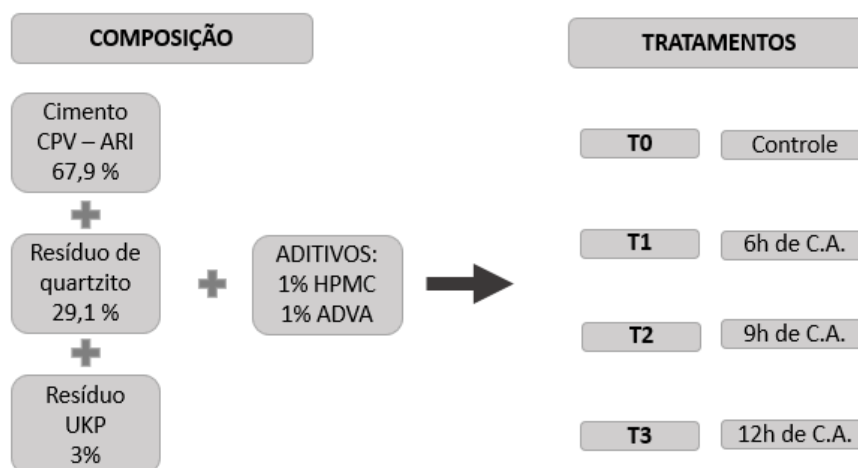
Esses materiais foram previamente pesados e misturados em argamassadeira, sendo a água misturada aos poucos, permanecendo em processo de mistura até obter sua homogeneização. Após esse processo, a massa foi transferida para a extrusora da marca VERDÉS, modelo 052, com velocidade de rotação na rosca helicoidal de 32 rpm. O material foi processado nesse aparelho por 3 vezes antes de moldarem os corpos de prova para ensaio, a fim de se obter melhor orientação das fibras.

Fibrocimentos medindo 30 mm x 170 mm foram preparadas pela extrusora em laboratório, cuja espessura do corpo de prova foi de 20 mm. Após a moldagem, as placas foram, então, armazenadas em saco plástico selado em condições saturadas para cura em temperatura ambiente.

Com dois dias de produção, esses compósitos foram submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada de 6, 9 e 12 horas. Foram produzidos 7 corpos-de-prova para cada

tratamento, conforme Figura 1 a seguir. Após 28 dias, os corpos provas foram caracterizados, após imersos em água por 24 horas.

Figura 1 - Esquemático dos tratamentos.



FONTE: Do autor (2022).

### Carbonatação acelerada

Com 2 dias da produção do fibrocimento, as amostras foram submetidas a 6h, 9h, 12h de carbonatação acelerada em uma autoclave ligada a um cilindro de CO<sub>2</sub>. A metodologia utilizada foi adaptada de Pereira (2021), no qual uma autoclave foi conectada a um cilindro de CO<sub>2</sub> de grau industrial com pureza de 99%, com pressão de  $196,13 \times 10^{-3}$  MPa. Foi também utilizada água para saturação do ambiente. Em seguida, os compósitos carbonatados foram retirados e mantidos em saco plástico selado em condições saturadas a cerca de 25°C até os testes de caracterização.

### Caracterização dos compósitos

Passado o período de cura do fibrocimento (28 dias), os corpos de prova foram submetidos a ensaios para caracterização das suas propriedades físicas e mecânicas. Os corpos de prova foram ensaiados na condição saturada, ou seja, imersos em água por 24 horas antes dos testes.

Os testes mecânicos nos fibrocimentos foram executados em uma máquina de testes universal da marca AROTEC, equipada com célula de carga de 2 kN, através do ensaio de flexão. Uma configuração com três cutelos (vão inferior igual a 150 mm) foi empregada na



determinação dos valores de módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo elástico (MOE) e tenacidade dos compósitos. A configuração e determinações seguem os procedimentos sugeridos em Rilem (1984) e são descritos em detalhes em estudos anteriores (TONOLI *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2011).

Para se obterem os valores de absorção de água (AA), densidade (DA) e porosidade aparentes (PA), foi utilizada a técnica de imersão, conforme os procedimentos especificados pela norma C 948-81 (ASTM, 1981).

## **MEV**

O efeito da junção dos constituintes materiais e do processo na microestrutura do compósito e a interface entre fibra e matriz foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). No qual, foi possível verificar a formação de vazios milimétricos no interior da matriz cimentícia, responsáveis por perdas na resistência mecânica dos compósitos.

MEV foi obtida por um microscópio eletrônico de varredura modelo JMS 6510 (JEOL®), com uma voltagem de 10kV.

As análises foram realizadas na superfície de ruptura das placas que foram ensaiadas por flexão. Essa observação teve por objetivo avaliar o efeito da carbonatação acelerada nas propriedades físico-mecânicas do fibrocimento e a influência na interface fibra/matriz.

## **Termogravimetria (TG)**

Amostras das diferentes condições de carbonatação 0, 6, 9 e 12 h foram imersas em álcool isopropílico durante 1 h, seguindo as recomendações descritas por Snellings *et al.* (2018). As amostras foram secas em estufa a 70°C por 24h e mantidas em sacos plásticos selados até os testes de caracterização. A análise termogravimétrica (TG) foi realizada com um equipamento da marca Netzsch com sistema de análise simultânea STA 409, utilizando uma corrente dinâmica de nitrogênio (vazão = 60mL/min) a uma taxa de aquecimento de 1056°C/min. As amostras foram moídas e subamostras com massa nominal de 1 g e foram coletadas para serem utilizadas no TG (MATSUSHITA; AONO; SHIBATA *et al.*, 2000; TONOLI *et al.*, 2019).

## **Análise dos resultados**

Para análise dos dados, foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado. Para avaliação das propriedades físico-mecânicas dos fibrocimentos produzidos, realizou-se uma análise de variância e análise de regressão, ambas a 5% de significância. Para a análise química foi realizado o teste de média.

## **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **Caracterização da fibra**

A caracterização do resíduo UKP após imersão em água, mostrou teores de extrativos totais, lignina insolúvel, cinzas de  $7,46\% \pm 0,18$ ,  $8,39\% \pm 0,69$  e  $2,33\% \pm 0,81$ , respectivamente e, umidade de  $7,45\% \pm 0,18$ . Andrade N. *et al.* (2019) encontraram 15,75% de extrativos em resíduos UKP sem tratamento, 16,10% de lignina e cinzas com 3,87%, sendo resultados superiores aos valores observados neste trabalho.

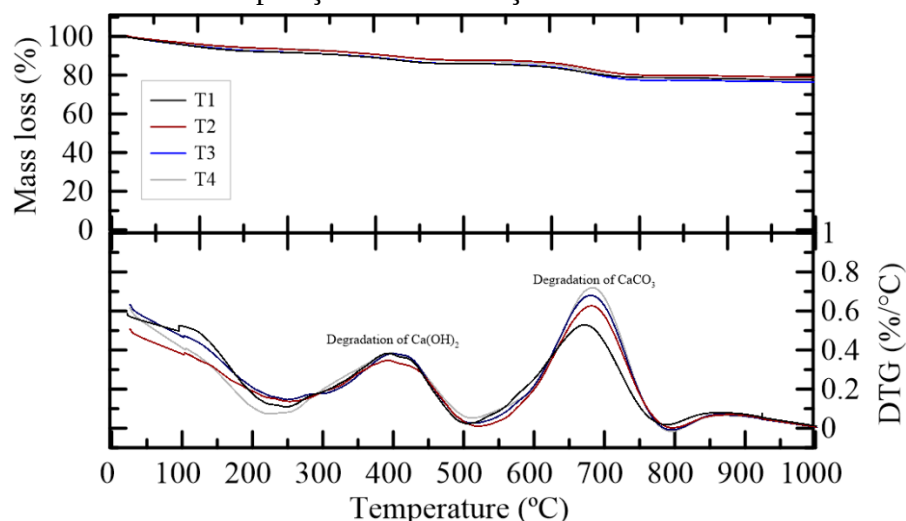
O resíduo UKP também já foi avaliado anteriormente por César *et al.* (2019), sendo observados teores de lignina total de 15%. Ao se compararem os resultados desta pesquisa com as supracitadas anteriormente, nota-se que a realização da imersão em água possibilitou a redução no teor de extrativos.

Conforme Sellami, Merzoud e Amziane (2013), valores mais baixos de extrativos em fibrocimentos são ideais, pois, podem atuar como inibidores iniciais da hidratação do cimento e, muitas vezes, prejudicando as propriedades do compósito. Outros estudos confirmam que altos níveis de extrativos dissolvidos das fibras vegetais sobre hidratação do cimento ocasionam baixa compatibilidade de fibras vegetais com a matriz de cimento, além da presença de um grande número de grupos hidroxilas nas paredes celulares de fibras vegetais com alta absorção de água, resultando em um efeito negativo nas propriedades mecânicas dos compósitos (JIANG *et al.*, 2015). O baixo nível de extrativos nesta pesquisa possibilitou que as fibras UKP não afetassem de forma prejudicial a cura do cimento.

### Efeito do tempo de carbonatação acelerada

A Figura 2 descreve a perda de massa (TG) e a perda de massa diferencial (DTG) dos compósitos nos diferentes períodos de carbonatação.

Figura 2 - Resultados TG e DTG dos compósitos de fibrocimento em diferentes tempos de exposição à carbonatação acelerada.



Legenda: T1= tratamento controle; T2= tratamento com 6h CA; T3= tratamento com 9h CA e T4= tratamento com 12h de CA.

Fonte: Do autor (2022).

A faixa de temperatura entre 295 e 370°C corresponde à degradação das fibras de celulose. Não foram observadas alterações nas condições testadas, o que pode ser explicado devido ao fato de ter sido acrescentado apenas 3% de fibras em relação a massa total do fibrocimento. Tal resultado, também foi observado por Pizzol *et al.* (2014).

A Figura 2 também mostra as mudanças nos picos endotérmicos entre 350 e 450 °C relacionados à decomposição do  $\text{Ca(OH)}_2$ . Não foram observadas grandes diferenças de massa neste pico em relação aos tratamentos.

A presença dos componentes químicos  $\text{Ca(OH)}_2$  sucede devido ao processo da CA, na qual no processo da carbonatação ocorre a difusão de  $\text{CO}_2$  através dos poros insaturados na matriz cimentícia. O  $\text{CO}_2$  é dissolvido na fase aquosa presente nos poros de fibrocimento, tornando-se ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ), que se dissocia nos íons  $\text{HCO}_3^-$  e  $\text{CO}_3^{2-}$ . Então, este produto reage com o produto da dissociação de  $\text{Ca(OH)}_2$ , que libera íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$ , e precipita formando em  $\text{CaCO}_3$ , tal fato também foi observado por Peter *et al.*, (2008).

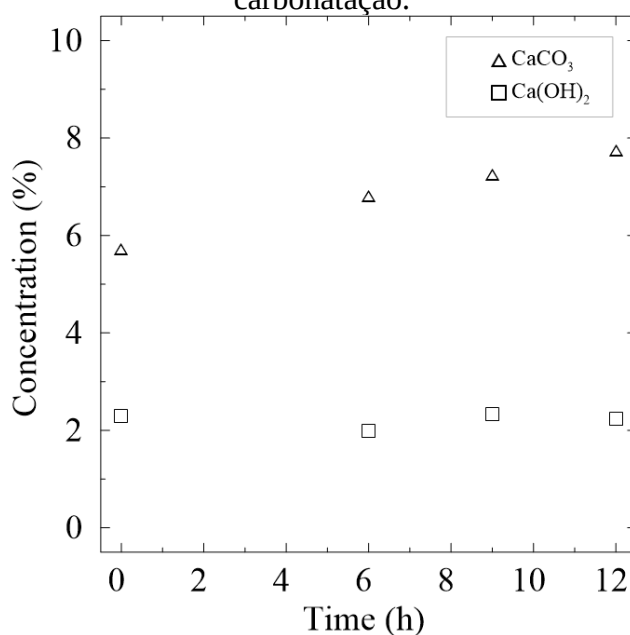
Desta forma, a carbonatação acelerada aumentou a perda de massa entre 650 e 750 °C relacionados à degradação do  $\text{CaCO}_3$ . É notório que essa perda de massa do  $\text{CaCO}_3$  se acentua

à medida que se aumenta o tempo de exposição à carbonatação. Evidenciando-se, portanto, uma maior concentração desse composto à medida que foram aumentando os períodos de carbonatação, sendo que o maior pico foi no tratamento sujeito a CA por 12 horas, confirmando que o processo foi efetivo.

A Figura 3 apresenta a reação do  $\text{CO}_2$  com os produtos da reação de hidratação, as quais ocasionam a conversão de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  instável em  $\text{CaCO}_3$  estável.

Portanto, é possível concluir que houve a formação de  $\text{CaCO}_3$  devido ao processo da CA, o que irá proporcionar um ambiente menos agressivo para as fibras UKP, proporcionando uma melhor interação da matriz com o reforço. Tal fato, foi citado por Tonoli *et al.* (2010), no qual em sua pesquisa usando a técnica da CA, resultou na geração de carbonato de cálcio com a consequente redução da alcalinidade da matriz de cimento.

Figura 3 - Conversão de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  instável em  $\text{CaCO}_3$  estável nos diferentes períodos de carbonatação.



Fonte: Do autor (2022).

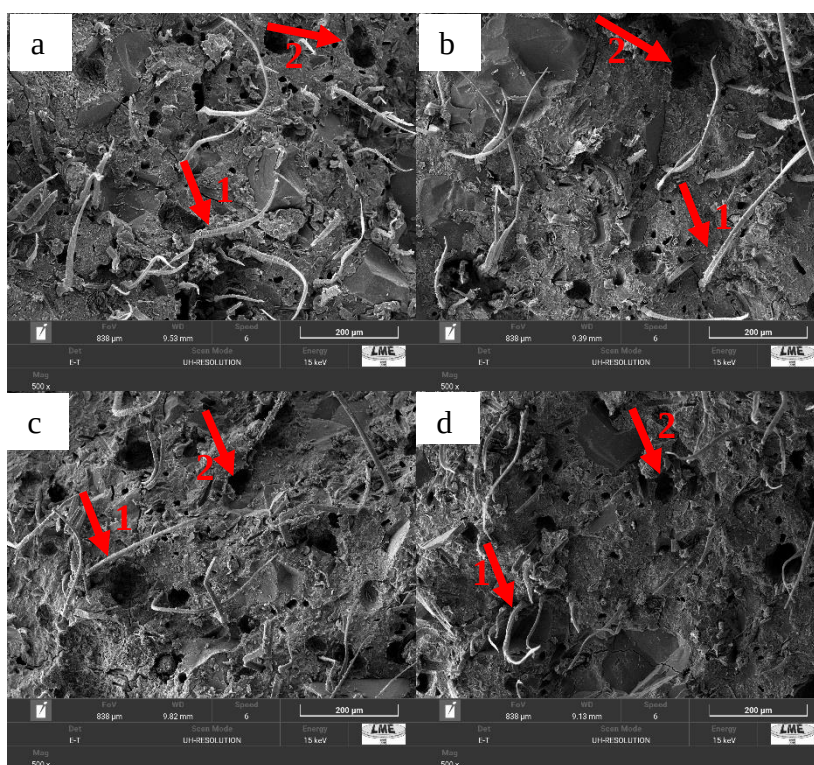
A CA é apresentada aqui como uma boa iniciativa para “sequestro” de  $\text{CO}_2$  e uma maneira interessante de diminuir prematuramente a alcalinidade da matriz de cimento pelo consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  na pasta de cimento. Como também um procedimento eficaz para mitigar a degradação das fibras de celulose em compósitos de fibrocimento (PIZZOL *et al.*, 2014).

A Figura 4 ilustra as micrografias obtidas para os compósitos carbonatados nos diferentes tempos de CA, 6 horas (4b), 9 horas (4c), 12 horas (4d) e no controle (4a). De modo

geral, é possível observar uma matriz bem densa e compacta. Por meio das micrografias, observa-se uma boa dispersão das fibras UKP na maior parte do compósito e que não há presença de muitos espaços vazios (poros) espalhados pela matriz. Também foi possível observar que os corpos de prova não apresentaram fibras arrancadas.

Tal fato também foi observado por Almeida *et al.* (2010), os autores observaram que os corpos de prova carbonatados não apresentaram fibras arrancadas, podendo-se observar a matriz cimentícia densa e compacta, o que possivelmente favoreceu a melhor aderência entre fibra e matriz.

Figura 4 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento.



**Legenda:** a) controle (sem CA); b) tratamento com 6 horas de carbonatação c) tratamento com 9 horas de carbonatação d) tratamento com 12 horas de carbonatação.

Fonte: Do autor (2022).

Ao analisar a Figura 4, observa-se que as fibras dispersas na matriz cimentícia podem ser identificadas pelas linhas mais claras das micrografias, delineadas em formas arredondada ou elíptica típica das fibras celulósicas (setas de número 1). Os espaços vazios são indicados pelas setas de número 2, representados por regiões mais escuras. Nota-se, de modo geral, que os diferentes tempos de CA na cura não mostraram diferenças quanto à microestrutura do

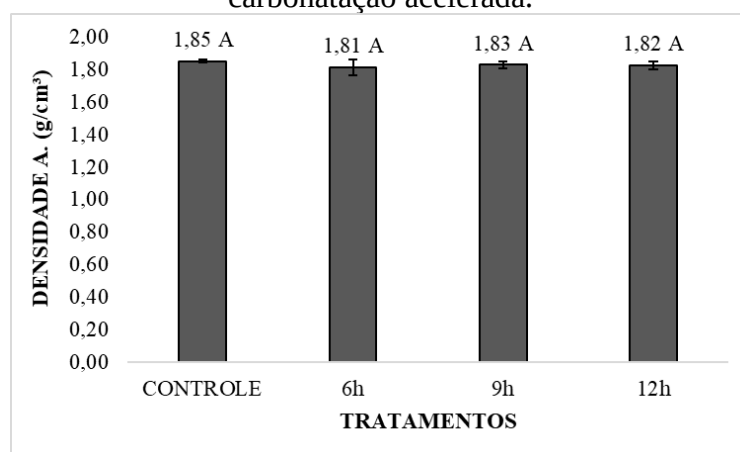
material. Além disso, o processo de carbonatação mostrou de certa forma evitar a degradação das fibras lignocelulósicas de reforço devido a alcalinidade da matriz cimentícia.

Ao analisar a interação matriz/fibras, foi possível observar a superfície das amostras, a fim de aferir alterações na porosidade do material. Desta forma, foi possível verificar que não há diferença na quantidade de espaços vazios e nos aspectos dos fibrocimentos em relação a variação do tempo de CA. Portanto, pode-se verificar que nenhuma das imagens analisadas apresentaram aumento significativo no número de poros na superfície, o que foi confirmado pelos resultados da análise física dos fibrocimentos.

### Propriedades Físicas dos Compósitos

Nas Figuras 5, 6 e 7 abaixo, estão descritos os resultados das propriedades físicas dos compósitos. Não houve efeito significativo sobre a densidade aparente, a porosidade e a absorção de água dos fibrocimentos em relação aos diferentes tempos de carbonatação. Tal resultado também foi possível ser verificado pela Figura 4, na qual está a caracterização microestrutural dos compósitos de fibrocimento, por meio da MEV, ao se observar que não houve grandes diferenças nas imagens em relação a quantidade de poros conforme a mudança de períodos sujeito a CA.

Figura 5 - Densidade Aparente dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Fonte: Do autor (2022).

No que se refere aos resultados de densidade não houve diferença estatística em relação aos tratamentos estudados. Os dados de densidade desta pesquisa são semelhantes aos encontrados por Pereira (2021), em sua pesquisa não houve diferença da densidade aparente

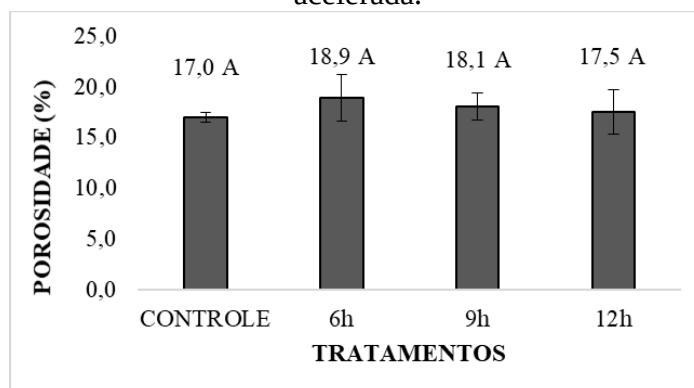
dos fibrocimentos em relação aos diferentes tempos de carbonatação estudados, que foram 6h, 12h e 24h, sendo em ambas realizadas a carbonatação acelerada em autoclave ligada a um cilindro de CO<sub>2</sub>.

A densidade básica UKP, resíduo utilizado nesta pesquisa, foi de 0,325 g/cm<sup>3</sup>. Andrade N. *et al.*, (2019) também encontram em sua pesquisa 0,325 g/cm<sup>3</sup> para densidade básica do resíduo UKP.

Nos estudos de Tonoli *et al.* (2010), os autores obtiveram maiores valores de densidade aparente para os compósitos cimentícios que ficaram submetidos a 10 horas de carbonatação acelerada. Pizzol *et al.* (2014), também encontraram aumento na densidade para 4 horas e 10 horas de carbonatação.

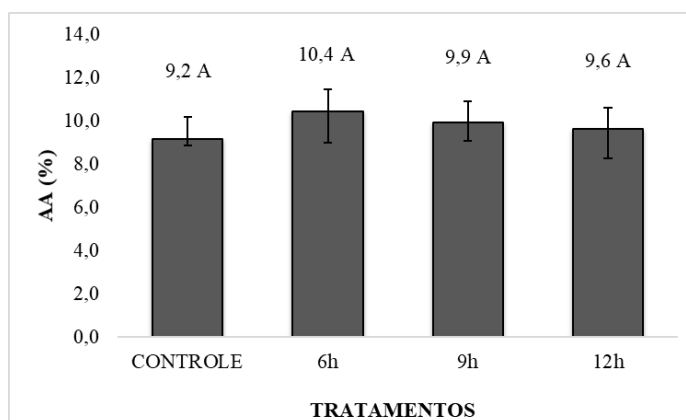
Em relação às propriedades físicas de porosidade e absorção de água, não houve variação destas propriedades com a CA. Pereira (2021), também concluiu que não houve diferença nas propriedades porosidade e absorção de água em fibrocimentos carbonatados em 6h, 12h e 24h. Resultados análogos também foi encontrado nesta pesquisa.

Figura 6 - Porosidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Fonte: Do autor (2022).

Figura 7 - Absorção de água dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Fonte: Do autor (2022).

As propriedades físicas estão correlacionadas uma com a outra, pois conforme há variação da densificação do material, haverá mudanças no volume aparente dos poros e, consequentemente na água livre nos compósitos, pois essas propriedades estão relacionadas diretamente com os espaços vazios para acomodar as moléculas de água. Desta forma, foi observado nas Figuras 5, 6 e 7, que a CA não influenciou tais resultados físicos.

Não há, portanto, efeito significativo do tempo de carbonatação acelerada por mais de 6 h na taxa de carbonatação de pastas endurecidas, pois conforme pode ser observado na Figura 3, houve conversão do  $\text{Ca(OH)}_2$  em  $\text{CaCO}_3$ , desta forma ocorreu a otimização da estrutura dos poros.

De acordo com Tonoli *et al.* (2019), além de submeter os compósitos a maiores tempos de CA para obter melhoras nas propriedades físicas em compósitos de fibrocimento, é importante o controle inicial da umidade e dos poros livres dos compósitos de fibrocimento. Tais processos podem levar à diminuição significativa da absorção de água e porosidade aparente dos compósitos, ao mesmo tempo em que provoca o aumento da densidade aparente dos compósitos de fibrocimento, podendo ser uma estratégia para melhorar a eficiência da CA.

Por fim, os resultados obtidos para as propriedades físicas atenderam a NBR 12800 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 1993) que estabelece que os fibrocimentos utilizados nas telhas sem amianto na sua constituição não podem ter absorção de água acima de 37%, sendo que o fibrocimento em estudo teve variação para esta propriedade física de 9,2% a 10,4%.

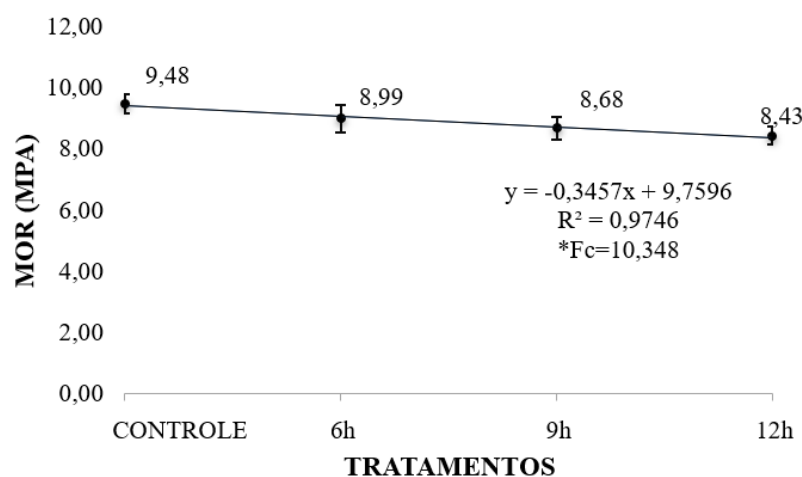


## Propriedades Mecânicas dos Compósitos

Em relação às propriedades mecânicas, módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE) e limite de proporcionalidade (LOP), houve efeito significativo em relação aos diferentes tempos de carbonatação. É possível notar uma tendência de redução dessas propriedades com o aumento do tempo de carbonatação.

Nas Figuras 8, 9, 10 e 11 a seguir estão descritos os resultados das propriedades mecânicas dos compósitos.

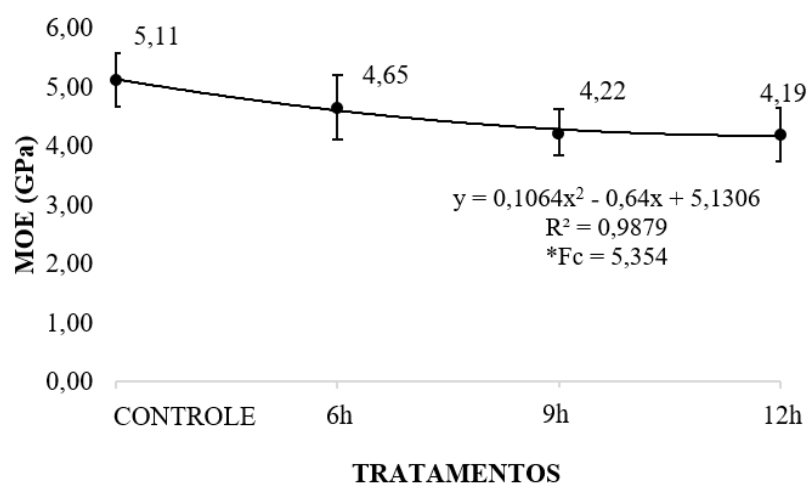
Figura 8 – Módulo de ruptura dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Legenda: \* Significativo à 5%

Fonte: Do autor (2022).

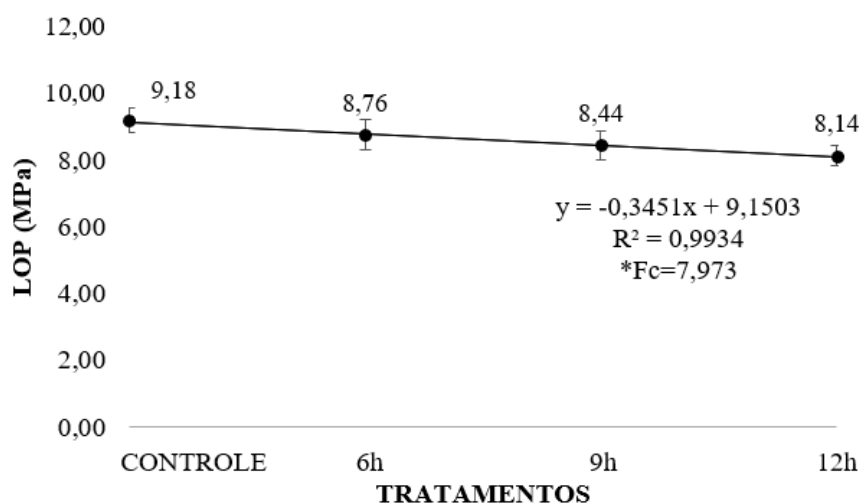
Figura 9 - Módulo de elasticidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Legenda: \* Significativo à 5%

Fonte: Do autor (2022).

Figura 10 - Limite de proporcionalidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Legenda: \* Significativo à 5%

Fonte: Do autor (2022).

Foi observado uma tendência de redução das propriedades MOR, MOE e LOP com o aumento dos períodos sujeitos a CA. Na pesquisa realizada por Almeida *et al.* (2013), ao estudarem compósitos à base de cimento reforçado com polpa de eucalipto pela técnica de desidratação e prensagem da lama, submetidos à carbonatação acelerada nos estágios iniciais de hidratação, os compósitos carbonatados apresentaram maior valores médios de MOR, MOE e LOP do que os não carbonatados.

Toledo Filho *et al.* (2003) estudaram corpos de prova cimentícios reforçados com fibras de sisal e coco. A resistência do material aumentou e isso foi atribuído à eliminação do hidróxido de cálcio devido ao tratamento de carbonatação acelerada.

Tonoli *et al.* (2019), pesquisaram o efeito do teor de umidade inicial em compósitos de fibrocimento submetidos à CA precoce por 10h de exposição. Os valores de LOP e MOE aumentaram com a carbonatação, enquanto foram menos afetados pela secagem prévia antes da carbonatação. Os autores concluíram que, o controle da umidade inicial dos compósitos de fibrocimento parece ser uma estratégia para melhorar a eficiência da carbonatação acelerada dos compósitos de fibrocimento.

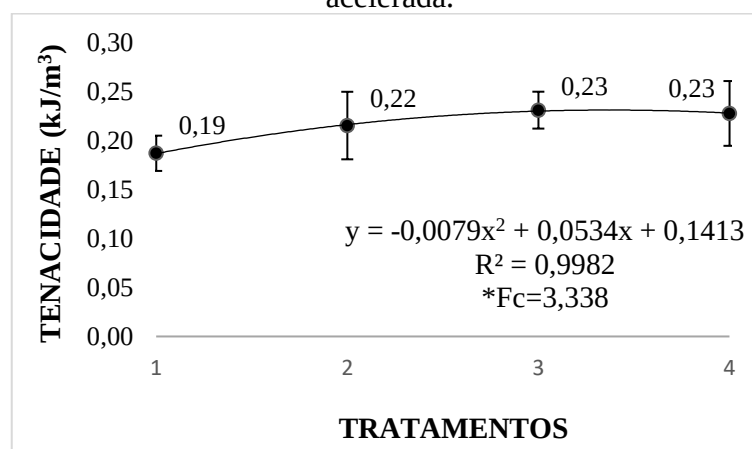
O estudo da cura por carbonatação é um pouco mais difícil de ser repetido, dada a natureza dinâmica do processo, que é influenciada por vários fatores, como calor, umidade, tempo de cura, composição da água de mistura, características do agregado, teor de dióxido de cálcio na mistura e demais componentes químicos. Outrossim, a carbonatação pode ser

concentrada nas faces do fibrocimento, tornando um fenômeno superficial. O qual justifica resultados diferentes encontrados nesta pesquisa em relação aos autores citados.

Todos os tratamentos desta pesquisa foram classificados como de categoria 3 pela norma NBR 15498 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2007), que considera para essa categoria fibrocimentos com MOR de 7 até 13 MPa, podendo ser aplicadas em placas de fibrocimento sem amianto.

Por outro lado, em relação à tenacidade, a carbonatação acelerada melhorou essa propriedade nos compósitos em todos os tratamentos estudados, houve tendência de aumento desta propriedade à medida que se prolongou o tempo de CA. Houve um incremento dessa propriedade de 0,19 kJ/m<sup>2</sup> (controle) a 0,23 kJ/m<sup>2</sup> dos fibrocimentos expostos a 9 horas de carbonatação, observando-se uma estabilização desta propriedade para 12 horas. Ou seja, foi observado um aumento de 21,05% (FIGURA 11).

Figura 11 - Tenacidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.



Legenda: \* Significativo à 5%

Fonte: Do autor (2022).

Tal aumento também foi observado por Almeida *et al.* (2013), ao pesquisarem compósitos à base de cimento reforçado com polpa de eucalipto. Os autores verificaram valores médios de tenacidade maiores para amostras carbonatadas, ensaiadas aos 28 dias. Assim concluíram que à cura acelerada por carbonatação manteve a capacidade de absorção de energia, pois melhorou a ligação da matriz com a fibra.

Soroushian, Won e Hassan (2012), ao estudarem o efeito da cura acelerada por CA na estrutura e durabilidade do compósito de fibrocimento de celulose usando celulose *Southern Softwood kraft*, também obtiveram melhores resultados em relação à tenacidade à flexão nos compósitos de cimento reforçados com fibra de celulose com cura por CA.

Os fibrocimentos que passaram pela carbonatação acelerada tiveram maiores valores de tenacidade, isso indica que o processo minimizou a degradação da polpa UKP e melhorou a sua interface com a matriz de cimento. Em relação a essa propriedade, houve tendência estabilização entre 9 e 12 horas de CA. Desta forma, a carbonatação acelerada é um processo que pode influenciar as propriedades mecânicas e a durabilidade de compósitos de fibrocimento reforçado com fibras vegetais.

### 3 CONCLUSÃO

Compósitos cimentícios foram produzidos com uso dos resíduos da extração do quartzito e fibras UKP. A análise química das fibras de UKP confirmou um baixo teor de extrativos (7,46%), portanto valores mais baixos de extrativos em fibrocimentos são ideais, pois eles podem atuar como inibidores iniciais da hidratação do cimento, reduzindo o tempo de cura e, muitas vezes, danificando as propriedades do compósito. A utilização de fibras UKP como reforço em uma matriz cimentícia apresenta potencial para a produção de compósitos, adicionadas a resíduos de quartzito pode ser uma opção para fibrocimento mais sustentável. Além disso, essa ação contribui positivamente para a cadeia produtiva desse resíduo de mineração na redução dos impactos ambientais.

Os fibrocimentos foram submetidos a CA por 6h, 9h e 12h e avaliados por suas propriedades físicas e mecânicas. Não houve efeito significativo sobre a DA, a PA e a AA nos fibrocimentos em relação aos diferentes tempos de carbonatação. Houve uma tendência de redução dos valores de MOR, MOE e LOP à medida que se aumentava os períodos sujeitos a CA.

Houve melhoria significativa para as propriedades de tenacidade (de 0,19 para 0,23 KJ/m<sup>2</sup>) para os fibrocimentos submetidos a maiores períodos de CA, com tendência estabilização desta propriedade entre 9 horas e 12 horas. A tenacidade teve um ganho de 21,05% para os compósitos expostos a 9 ou 12 horas de carbonatação, indicando, portanto, que o processo minimizou a degradação da fibra e melhorou a sua interface com a matriz cimentícia. Devido a melhora na propriedade tenacidade e sua estabilização, conclui-se que o melhor tempo de carbonatação acelerada nesta pesquisa foi de 9 horas.

As imagens de MEV comprovaram os resultados físicos, as quais, mesmo com os diferentes tempos de CA na cura não mostraram diferenças quanto à microestrutura do material.

Em relação as análises de TG e DTG, foi possível evidenciar uma maior concentração de  $\text{CaCO}_3$ , à medida que se foi aumentando os períodos de CA, confirmando que o processo foi efetivo. Quando compósitos cimentícios são submetidos à CA, parte do hidróxido de cálcio presente é consumido em reação aos produtos de hidratação. Portanto, à medida que se aumenta o tempo de carbonatação, maior é a concentração de carbonato de cálcio. Portanto, através da termogravimetria foi possível concluir que houve a formação de carbonato de cálcio devido ao processo da CA, levando à diminuição da alcalinidade da matriz, o que proporcionou um ambiente menos agressivo para as fibras UKP.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, A. E. F. S. *et al.* Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, n. 4, p. 233-246, 2010.

ALMEIDA, A. E. F. S. *et al.* Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, v. 42, p. 49-58, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 948-81**: Dry and wet bulk density, water absorption and apparent porosity of thin sections of glass-fiber-reinforced concrete, test for - Annual Book of ASTM Standards Philadelphia, v.16, 1982

ANDRADE, L. M. F. *et al.* Inclusão do resíduo de polpação da celulose na produção de painéis aglomerados de média densidade. **Scientia Forestalis**, v. 46, n. 120, p. 626-637, 2019.

ANDRADE, N. C. *et al.* Painéis MDP produzidos com resíduos de extração de celulose. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias (Agrária)**, Recife, v. 14, n. 3, p. 6446, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS - **ABIROCHAS**. Balanço das Exportações e Importações Brasileiras de materiais rochosos naturais e artificiais de revestimento no período janeiro-maio de 2022. Informe 03/2022. Acesso em: 10 out. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7190**: projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro, 107 p. 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7989**: pasta celulósica e madeira: determinação de lignina insolúvel em ácido. Rio de Janeiro, 6 p. 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11941**: madeira: determinação da densidade básica. Rio de Janeiro, 6 p. 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12800**: telha de fibrocimento, tipo pequenas ondas. Rio de Janeiro, 1993. 12p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13999**: papel, cartão, pastas celulósicas e madeira - determinação do resíduo (cinza) após a incineração a 525°C. Rio de Janeiro, 5 p. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14853**: madeira: determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona. Rio de Janeiro, 3 p. 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15498**: placa plana cimentícia sem amianto – requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 26 p., 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697**: Cimento Portland de alta resistência inicial, especificação. Rio de Janeiro, 2018.

CÉSAR, A. A. da S. *et al.* Pretreated unbleached cellulose screen reject for cement-bonded fiberboards. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 77, p. 581-591, 2019.

DOS SANTOS, M. F. *et al.* Estudo do efeito da carbonatação no concreto produzido com fibra vegetal (buriti). **ITEGAM-JETIA: Journal of Engineering and Technology for Industrial Applications**, Manaus, v. 4, n. 13, p. 184-189, 2018.

FERNANDES, H. C. L. Utilização de Resíduos de Quartzito na Construção Rodoviária. **Engenharia no Século XXI**, Belo Horizonte, v. 7, p. 39, 2019.

FERNANDES, T. M. G.; GODOY, A. M.; FERNANDES, N. H. Aspectos geológicos e tecnológicos dos quartzitos do centro produtor de São Thomé das Letras (MG). **Geociências**, Porto Alegre, v. 22, n. 2, p. 129-141, 2003.

FILOMENO, R. H. *et al.* Optimizing the modified atmosphere parameters in the carbonation process for improved fiber-cement performance. **Journal of Building Engineering**, v. 32, p. 101676, 2020.

GAMA, R. de O. **Utilização do rejeito UKP/BKP (unbleach kraft pulp/bleach Kraft pulp) da indústria de celulose em painéis de partículas**. 2010. 111 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Industrial) – Centro Universitário do Leste de Minas Gerais, Coronel Fabriciano, 2010.

IBÁ ANNUAL REPORT, **IBÁ Relatório Anual 2022**. Indústria Brasileira de Árvores. São Paulo, 96p, 2022. Disponível em: <https://iba.org/datafiles/publicacoes/relatorios/relatorio-anual-iba2022-compactado.pdf>. Acesso em: 10 fev. 2023.

JIANG, D. *et al.* Impact of leaf fibre modification methods on compatibility between leaf fibres and cement-based materials. **Construction and Building Materials**, v. 94, p. 502-512, 2015.

JÚNIOR, C. M. D.; BARROS, S. V. A.; NEVES, G. A. Utilização de Resíduos de Quartzito para Aplicação em Pavimentos Intertravados. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 13, n. 3, 2018.

KHORAMI, M.; GANJIAN, E. Comparing flexural behaviour of fire-cement composites reinforce bagasses: wheat and eucalyptus. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 25, n. 9, p. 3661 -3667, 2011.

LEMO, A. M.; FRENDENBERG, F. C. Estudo da utilização de fibra de coco em vigas de concreto. **Engineering Sciences**, 7(2), 1-8. 2019.

LI, X. P. *et al.* A study of smooth wall blasting fracture mechanisms using the Timing Sequence Control Method. **International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences**, v. 92, p. 1-8, 2017.

MARTINS, R. O. G. *et al.* Assessment of the durability of grout submitted to accelerated carbonation test. **Construction and Building Materials**, v. 159, p. 261-268, 2018.

MATSUSHITA, F.; AONO, Y.; SHIBATA, S. Carbonation degree of autoclaved aerated concrete. **Cement and concrete research**, v. 30 p.1741-1745, 2000.

MEDEIROS, R. R. *et al.* Influência do uso de resíduo de quartzito na expansão por umidade de massas de revestimentos cerâmicos planos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 63, n. 366, p. 134-142, 2017.

MENDES, R. F. **Desempenho de fibrocimentos extrudados produzidos com poupas celulósicas modificadas com silanos**. 2015. 158 p. Tese (Doutorado em Ciências e Tecnologia da Madeira) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

NEVES JUNIOR, A. **Captura de CO<sub>2</sub> em materiais cimentícios através de carbonatação acelerada**. 2014. 190 f. Tese. (Doutorado Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.

PEREIRA, T. G. T. **Efeito da carbonatação acelerada em compósitos de fibrocimento extrudados com resíduo de quartzito e fibras de coco**. 2021. 84 p. Tese (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2021.

PEREIRA, T. G. T. *et al.* Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion. **Materials Today: Proceedings**, v. 31, p. S309-S314, 2020.

PETER, M. A. *et al.* Competition of several carbonation reactions in concrete: A parametric study. **Cement and concrete research**, v. 38, n. 12, p. 1385-1393, 2008.

PIZZOL, V. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p. 101-106, 2014.

QUEIROZ, C. de A.; MELO, A. B. de. Caracterização das propriedades térmicas da pedra reconstituída com resíduos da extração de quartzito para aplicação em revestimento de fachadas de edifícios. **REEC-Revista Eletrônica de Engenharia Civil**, Goiânia, v. 15, n. 1, 2019.

REIS, F. M. D.; RIBEIRO, R. P.; REIS, M. J. Physical-mechanical properties of soil-cement bricks with the addition of the fine fraction from the quartzite mining tailings (State of Minas Gerais–Brazil). **Bulletin of Engineering Geology and the Environment**, v. 79, n. 7, p. 3741-3750, 2020.

RILEM TECHNICAL COMMITTEE 49 TFR. **Testing methods for fibre reinforced cementbased composites**. Mat Struc 1984;17:441-456.

SAWSEN, C. *et al.* Optimizing the formulation of flax fiber-reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 54, p. 659-664, 2014.

SELLAMI, A.; MERZOUD, M.; AMZIANE, S. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 1117-1124, 2013.

SILVA, K. R.; CAMPOS, L. F. A.; SANTANA, L. N de L. Resíduo de quartzito–Matéria-prima alternativa para ser incorporada em massas utilizadas na produção de revestimento cerâmico. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 13, n. 1, 2018.

SILVA, K. R.; CAMPOS, L. F. A.; SANTANA, L. N. de L. Use of experimental design to evaluate the effect of the incorporation of quartzite residues in ceramic mass for porcelain tile production. **Materials Research**, v. 22, 2018.

SILVA, M. C. A.; LEÃO, V. A.; REIS, E. L. Incorporation of quartzite fines in the production of red ceramics. **Journal of Cleaner Production**, v. 288, p. 125098, 2021.

SIMÃO, L. *et al.* Wastes from pulp and paper mills-a review of generation and recycling alternatives. **Cerâmica**, v. 64, p. 443-453, 2018.

SNELLINGS, R. *et al.* RILEM TC-238 SCM recommendation on hydration stoppage by solvent exchange for the study of hydrate assemblages. **Materials and Structures**, v. 51 n. 6 p.172., 2018.

SOROUSHIAN, P.; WON, J.; HASSAN, M. Durability characteristics of CO<sub>2</sub>-cured cellulose fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 34, p. 44-53, 2012.

TEIXEIRA, R. S. *et al.* Extruded cement based composites reinforced with sugar cane bagasse fibres. **Key Engineering Materials**, Switzerland, v. 217, p. 450-457, 2012.

TERRA, I. C. de C. **Blocos cimentícios produzidos com a incorporação de fibras de coco e resíduos de quartzito**. 2018. 57 p. Dissertação (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2018.

TOLEDO FILHO, R. D. *et al.* Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. **Cement and concrete composites**, v. 25, n. 2, p. 185-196, 2003.

TONIOLI, S. E. Efeitos da carbonatação acelerada em compósitos do tipo Engineered Cementitious Composites. **ES Engineering and Science**, v. 8, n. 3, p. 50-61, 2019.



TONOLI, G. H. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building materials**, v. 24, n. 2, p. 193-201, 2010.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n° 2, p. 225-232, 2011

TONOLI, G. H. D. *et al.* Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. p. 215, 22-29, 2019.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Rationalizing the impact of aging on fiber–matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 17, p. 7929-7943, 2016.

YANG, X.; JIANG, A.; LI, M. Experimental investigation of the time-dependent behavior of quartz sandstone and quartzite under the combined effects of chemical erosion and freeze–thaw cycles. **Cold Regions Science and Technology**, v. 161, p. 51-62, 2019.

WANG, J. *et al.* Accelerated carbonation of hardened cement pastes: Influence of porosity. **Construction and Building Materials**, v. 225, p. 159-169, 2019.

WEI, J.; MA, S.; D'SHAWN, G. T. Correlation between hydration of cement and durability of natural fiber-reinforced cement composites. **Corrosion Science**, v. 106, p. 1-15, 2016.

WEI, L.; MEYER, C. Degradation Mechanisms of Natural Fiber in the Matrix of Cement Composites. **Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 1-16, 2015.

## ARTIGO 2 – INFLUÊNCIA DE DIFERENTES ADITIVOS COMERCIAIS INCORPORADORES DE AR NAS PROPRIEDADES DE FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS COM E SEM CARBONATAÇÃO ACELERADA

### RESUMO

Este artigo teve como objetivo averiguar a CA (carbonatação acelerada), o uso de aditivos incorporadores de ar em fibrocimentos extrudados produzidos com resíduo de quartzito e reforçados com resíduo *unbleached kraft pulp* (UKP). Foram realizados os tratamentos controle sem adição de surfactantes, o tratamento com adição do *Drycast* e, o tratamento com *Darafill*. Tais tratamentos foram avaliados com e sem a CA. Fibrocimentos foram caracterizados quanto às propriedades de densidade aparente (DA), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA), módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE), limite de proporcionalidade (LOP) e tenacidade. Foram abordadas as análises de termogravimetria (TG) e a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os fibrocimentos com o aditivo *Drycast* obtiveram aumento nos resultados de AA e PA, e DA. Não mostraram diferença nos resultados de MOR, MOE e LOP, e houve diminuição da tenacidade. Já nos fibrocimentos com *Darafill*, houve diminuição nos resultados de AA e PA com o aumento da DA. Para as propriedades mecânicas MOE e LOP não foi observado a diferença. No entanto, houve aumento da tenacidade e do MOR. Em relação a CA, houve aumento dos resultados de MOR, MOE e LOP com o uso da técnica. Em relação as análises de TG, foi possível evidenciar uma maior concentração de  $\text{CaCO}_3$ , nos tratamentos sujeitos a CA dentre todos os tratamentos avaliadas. Desta forma, conclui-se o uso dos aditivos, no caso do *Drycast*, possibilitou a redução da densidade e, o *Darafill*, melhorou as propriedades mecânicas MOR e Tenacidade.

**Palavras-chave:** Compósito. Fibras lignocelulósicas. Resíduos de mineração. Surfactantes.

### 1 INTRODUÇÃO

O uso de aditivos em compósitos tem como finalidade auxiliar alguma propriedade ou realizar alguma ação desejada. Eles podem proporcionar, dependendo do tipo escolhido, melhoras em algumas propriedades, como o caso dos incorporadores de ar. Dentre as possibilidades de incorporadores de ar no cimento, os aditivos surfactantes (tensoativos) apresentam propriedades que possibilitam a diminuição da densidade de compósitos extrudados, pela introdução de pequenas bolhas de ar dispersas por toda a matriz. Essas microbolhas distribuídas homogeneamente melhoram a coesão e a trabalhabilidade de compósitos à base de cimento, evitam a penetração de água e reduzem a tendência de segregação no compósito fresco (MENDES *et al.*, 2017; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Os surfactantes reduzem a tensão superficial das substâncias devido ao equilíbrio de forças entre suas moléculas na interface. Em geral, as moléculas de surfactantes contêm uma cadeia hidrofóbica (ou apolar) e um ou mais grupos hidrofílicos (ou polares) (DU; FOLLIARD, 2005; MENDES *et al.*, 2017). Os tensoativos também facilitam a transferência da água presente nas fibras para as partículas de cimento, devido ao seu efeito dispersor, que por sua vez melhora a trabalhabilidade e a molhabilidade da mistura (ATAHAN *et al.*, 2008; MANGANE *et al.*, 2018).

Consequentemente, o comportamento dos tensoativos em argamassa e concreto desperta o interesse na produção de placas cimentícias por extrusão visando a diminuição da densidade aparente do material. Os efeitos de surfactantes em fibrocimentos de extrusão ainda são escassos. Desta forma, o uso destes materiais em compósitos cimentícios deve ser controlado, devido a sua alteração nas propriedades destes materiais (CHOI; YEON; YUN, 2016; DE SOUZA; DE MORAIS; AMANCIO, 2019; SILVA *et al.*, 2021).

Portanto, é uma área que requer pesquisas para esclarecer como esses aditivos influenciam a incorporação de ar, a microestrutura e comportamento mecânico dos fibrocimentos extrudados, as quais possibilitarão o desenvolvimento de novos produtos e processos para a construção civil.

Foram verificados dois incorporadores de ar neste artigo: o *Darafill* e o *Drycast*. O *Darafill* é um aditivo incorporador de ar para concreto e argamassa que tem como benefícios a redução da água de amassamento, aumento da fluidez e manutenção de abatimento, além de facilitar o adensamento e o lançamento e aumentar a coesão. O *Drycast* é um aditivo com ação plastificante indicado para aumentar a coesão e melhorar a consistência, tendo como finalidade incorporar ao compósito minúsculas bolhas esféricas de ar, uniformemente distribuídas, acelerando a resistência inicial, reduzindo o tempo de desforma e transporte das peças e facilitando o acabamento de faces.

Outra tecnologia que pode melhorar a qualidade dos compósitos é a CA. A CA em materiais à base de cimento é um dos métodos racionais e eficazes para preparar materiais de construção (WANG *et al.*, 2019). Desta forma, a CA é um tipo de cura na qual pode influenciar a propriedades mecânicas e a durabilidade de compósitos de fibrocimento reforçado com fibras vegetais (FILOMENO *et al.*, 2020).

A CA reduz a alcalinidade da matriz devido à redução do teor de hidróxido de cálcio e melhora o contato entre fibras e matriz de cimento, resultando em maior quantidade de carbonato de cálcio, que é um composto insolúvel em água e mais denso que o hidróxido de

cálcio. Sugere-se que a carbonatação nas idades iniciais melhora as propriedades mecânicas de compósitos cimentícios. A CA pode ser um procedimento bem-sucedido para mitigar a degradação de fibras de celulose em compósitos de fibrocimento. Apesar do processo de carbonatação ser bem conhecido em estruturas de concreto, seu uso em compósitos de fibrocimento, ainda não há muitas informações, principalmente quando se tratam dos parâmetros envolvidos na atmosfera de cura (ALMEIDA *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2016; TONOLI *et al.*, 2019; FILOMENO *et al.*, 2020).

A proposta teve como objetivo averiguar a influência da carbonatação acelerada em fibrocimentos extrudados produzidos com a incorporação de resíduo de quartzito e resíduo proveniente da extração da celulose *unbleach kraft pulp* (UKP), com a adição de aditivos surfactantes. Foram realizados os seguintes tratamentos: o controle (T0), sem aditivos surfactantes; o com adição do incorporador de ar *Drycast* (T1) e o com o incorporador de ar *Darafill* (T2), tais tratamentos foram submetidos a 9 horas de CA e foram analisados com e sem a técnica.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### MATERIAL E MÉTODOS

A matriz cimentícia utilizada neste estudo foi composta por cimento *Portland* CPV–ARI, normatizado pela NBR 16697 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2018). O resíduo pó de quartzito, proveniente do processo de mineração centro produtor de São Thomé das Letras, foi utilizado para substituir totalmente o calcário. Para auxiliar no processo de extrusão foram utilizados os aditivos pseudoplásticos hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéster carboxílico (ADVA) como modificadores reológicos. Em todas as formulações, 1,0% de cada aditivo (ADVA e HPMC) foi acrescentado conforme descrito por Teixeira *et al.* 2012.

O resíduo de polpação *kraft* de eucalipto (UKP - *unbleach kraft pulp*), adquiridos da empresa Cenibra da cidade de Belo Oriente – MG, é proveniente de um híbrido de *Eucalyptus urophylla* e *Eucalyptus grandis*, com 7 anos de idade, e foi imerso em água por 24 horas e posteriormente agitado saturado em um agitador de alto cisalhamento da marca Turrtec por 1 minuto com 18000 rpm.

Dois surfactantes comerciais da marca Grace Construction Products-BR foram testados nos compósitos cimentícios extrudados, o *Darafill* EXP 300 e o *Drycast*. Espera-se que estes aditivos apresentem características de incorporação de ar, buscando reduzir a densidade aparente dos compósitos cimentícios.

Os corpos de prova foram produzidos em escala laboratorial pelo processo de extrusão através da extrusora disponível no laboratório do Complexo BIOMAT, da Universidade Federal de Lavras. Para confecção dos corpos de prova de fibrocimento foi utilizado o cimento *Portland* CPV-ARI como principal aglomerante, na proporção de 67,9% em relação à massa total a ser produzida.

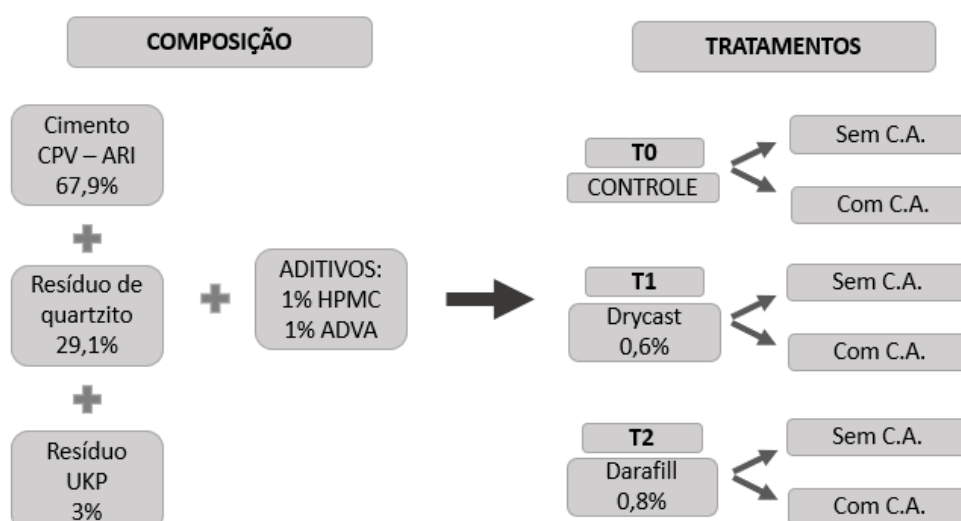
Foi adicionada à mistura a quantidade de 29,1% de resíduo de quartzito, a relação água/cimento foi de 20%; além de modificadores reológicos à base de celulose HPMC (hidroxipropilmetilcelulose) e ADVA para reduzir a quantidade de água na mistura, sendo 1% em peso em relação à massa total, sendo estes aditivos não contabilizado na somatória dos materiais constituintes, conforme descrito por Teixeira *et al.* (2012). Esse modificador reológico e o redutor de água são importantes ao processo pois impedem a separação das fases durante a homogeneização da mistura, garantindo, assim, que a mistura seja extrudável. Por fim, também foi utilizado 3% de resíduo polpação *kraft* de eucalipto UKP em relação à massa total como reforço à matriz cimentícia.

O cimento, o resíduo de quartzito e a fibra UKP foram previamente pesados e misturados na argamassadeira, sendo a água misturada aos poucos, permanecendo em processo de mistura até obter sua homogeneização. Posteriormente, após acréscimo do ADVA e do HPMC, foram adicionados à mistura os agentes incorporadores de ar (*Darafill* EXP 300 ou *Drycast*), até a etapa final do processo de mistura, que levou cerca de 10 minutos. Após esse processo, a massa foi transferida para a extrusora helicoidal da marca VERDÉS, modelo 052, com velocidade de rotação na rosca helicoidal de 32rpm. O material foi processado nesse aparelho por 3 vezes antes de moldarem os corpos de prova para ensaio, a fim de obter maior orientação das fibras.

Fibrocimentos medindo 50 mm x 200 mm foram preparadas pela extrusora em laboratório, a espessura do corpo-de-prova foi de 16 mm. Após a moldagem eles foram então armazenadas em saco plástico selado em condições saturadas para cura em temperatura ambiente. Após dois dias, esses compósitos foram submetidos a 9 horas de carbonatação acelerada.

Foram produzidos 14 corpos-de-prova para cada série/tratamento, sendo três tratamentos, o controle T0, o T1 com adição de 0,6% de *Drycast* e o T2 com 0,8% de *Darafill*, conforme Figura 1 a seguir. Tais porcentagens foram estudadas por Silva (2018), que concluiu em sua pesquisa que a porcentagem ideal de *Drycast* eficiente para incorporação de ar e boas propriedades foi 0,6% e de *Darafill*, 0,8%.

Figura 1 - Esquemático dos tratamentos.



FONTE: Do autor (2022).

### Carbonatação acelerada

Após 2 dias da produção do fibrocimento, as amostras foram submetidas a 9h de carbonatação acelerada em uma autoclave ligada a um cilindro de CO<sub>2</sub>. A metodologia utilizada foi adaptada de Pereira (2021), na qual uma autoclave foi conectada a um cilindro de CO<sub>2</sub> de grau industrial com pureza de 99%, com pressão de 196,13 x10<sup>-3</sup> MPa. Foi também utilizada água para saturação do ambiente. Em seguida, os compósitos carbonatados foram retirados e mantidos em ar saturado com água a cerca de 25°C até os testes de caracterização.

### Caracterização dos compósitos

Passado o período de cura do fibrocimento (28 dias), os corpos de prova foram submetidos a ensaios para caracterização das suas propriedades físicas e mecânicas. Os corpos de prova foram ensaiados na condição saturada, ou seja, imersos em água por 24 horas antes dos testes.

Os testes mecânicos nos fibrocimentos foram executados em uma máquina de testes universal da marca AROTEC, através do ensaio de flexão, equipada com célula de carga de 2 kN. Uma configuração com quatro cutelos foi empregada na determinação dos valores de módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo elástico (MOE) e tenacidade dos compósitos. A configuração e determinações seguem os procedimentos sugeridos em Rilem (1984) (Métodos de Teste para Compósitos à base de cimento reforçado com fibra) e são descritos em detalhes em estudos anteriores (TONOLI *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2011).

Para se obterem os valores de absorção de água (AA), densidade (DA) e porosidade aparentes (PA), foi utilizada a técnica de imersão, conforme os procedimentos especificados pela norma C 948-81 (ASTM, 1981).

## **Caracterização microestrutural**

### **O MEV**

O efeito da junção dos constituintes materiais e do processo na microestrutura do compósito e a interface entre fibra e matriz foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A partir da tomografia de raios-X, foi possível verificar a formação de vazios milimétricos no interior da matriz cimentícia, responsáveis por perdas na resistência mecânica dos compósitos.

MEV foram obtidas por um microscópio eletrônico de varredura modelo JMS 6510 (JEOL®) com uma voltagem de 10kV.

As análises foram realizadas na superfície de ruptura das placas que foram ensaiadas por flexão. Essa observação teve por objetivo avaliar o efeito da carbonatação acelerada nas propriedades físico-mecânicas do fibrocimento e a influência na interface fibra/matriz.

### **Termogravimetria (TG)**

Amostras de todos os tratamentos foram imersas em álcool isopropílico durante 1 h, seguindo as recomendações descritas por Snellings *et al.* (2018). As amostras foram secas em estufa a 70 °C por 24 h e mantidas em sacos plásticos selados até os testes de caracterização. A análise termogravimétrica (TG) foi realizada com um equipamento Netzsch com sistema de

análise simultânea STA 409, utilizando uma corrente dinâmica de nitrogênio (vazão = 60 mL/min) a uma taxa de aquecimento de 1056 °C/min.

As amostras foram moídas e subamostras com massa nominal de 1 g para serem utilizadas no TG, a fim de reduzir a influência da variação de massa ou eventuais heterogeneidades das amostras (MATSUSHITA; AONO; SHIBATA, 2000; TONOLI *et al.*, 2019).

### **Análise dos resultados**

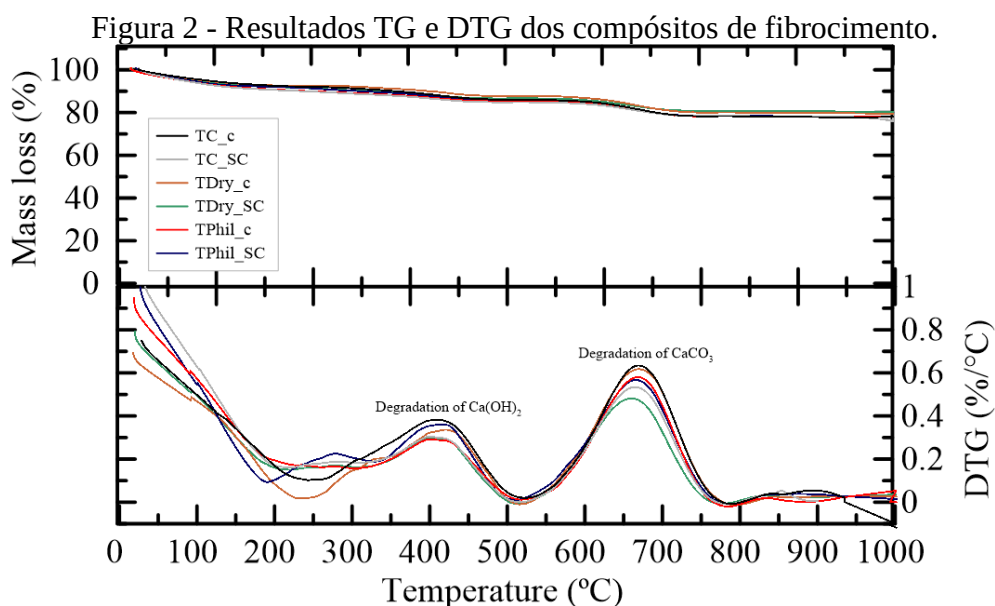
O delineamento utilizado foi o inteiramente casualizado com arranjo fatorial, sendo considerado como fator 1 os surfactantes (controle, *Drycast* e *Darafill*) e o fator 2, o uso da técnica de carbonatação acelerada. Os resultados foram analisados estatisticamente por meio de análise de variância e teste de Scott-Knott em nível de 95% de confiança.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **Efeito do tempo de carbonatação acelerada**

A Figura 2 descreve a perda de massa (TG) e a perda de peso diferencial (DTG) dos compósitos.





Legenda: TC\_c=tratamento controle com CA; TC\_SC=tratamento controle sem CA; TDry\_c=tratamento com o plastificante *Drycast* com CA; TDry\_SC=tratamento com o plastificante *Drycast* sem CA; TPhil\_c=tratamento com o plastificante *Darafill* com CA e TPhil\_SC=tratamento com o plastificante *Darafill* sem CA.

Fonte: Do autor (2022).

A Figura 2 mostra as mudanças nos picos endotérmicos entre 350 e 450 °C relacionados à decomposição do  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . É possível diminuir a alcalinidade da matriz de cimento quando se utiliza a técnica de CA em compósitos com fibras. O processo é realizado com a difusão de  $\text{CO}_2$  através dos poros insaturados na matriz cimentícia. O  $\text{CO}_2$  é dissolvido na fase aquosa presente nos poros de fibrocimento, tornando-se ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ), que se dissocia nos íons  $\text{HCO}_3^-$  e  $\text{CO}_3^{2-}$ . Então, este produto reage com o produto da dissociação de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , que libera íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{OH}^-$ , e resulta na formação de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (PIZZOL *et al.*, 2014; PETER *et al.*, 2008).

Desta forma, a carbonatação acelerada aumentou a perda de massa entre 650 e 750 °C relacionados à degradação do  $\text{CaCO}_3$ . É notório que essa perda de massa do  $\text{CaCO}_3$  se acentua nos tratamentos com exposição à carbonatação acelerada ao se comparar os tratamentos sem a técnica. Evidenciando-se, portanto, uma maior concentração desse composto no tratamento controle com CA, seguidos pelos tratamentos *Drycast* com CA e o *Darafill* com CA. Portanto, é possível concluir que houve a formação de carbonato de cálcio devido ao processo da CA, levando à diminuição da alcalinidade da matriz, o que irá proporcionar um ambiente menos agressivo para as fibras UKP.

Conforme Tonoli *et al.* (2010) e Rocha *et al.* (2021), os autores também observaram com a análise da termogravimetria, após o processo de CA, que houve elevação do carbonato

de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), indicando que a reação de carbonatação está ocorrendo, com a consequente redução da alcalinidade da matriz de cimento.

A caracterização microestrutural dos compósitos de fibrocimento, carbonatados aos 28 dias de idade foi realizada por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV). A Figura 3 ilustra as micrografias obtidas para os compósitos carbonatados nos diferentes tratamentos: controle sem CA (a); controle com CA (b); *Drycast* sem CA (c); *Drycast* com CA (d); *Darafill* sem CA (e); *Darafill* com CA (f).

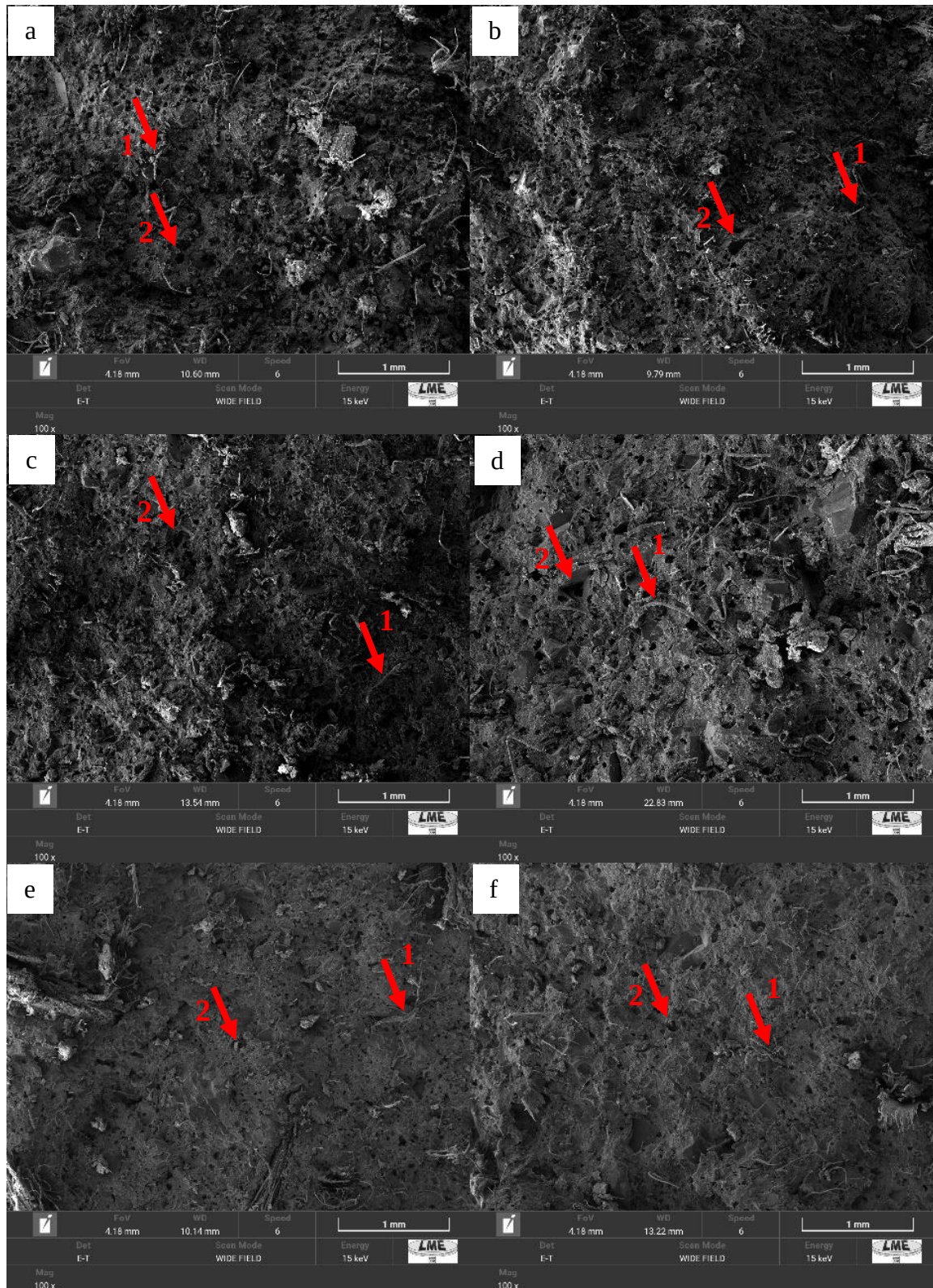
De modo geral, é possível observar uma matriz bem densa e compacta. Por meio das micrografias, observa-se uma boa dispersão das fibras UKP na maior parte do compósito e que não há presença de fibras arrancadas. Uma matriz densa e compacta, sem fibras arrancadas, é resultado de um fibrocimento com melhor aderência entre fibra e matriz devido a cura por CA (Almeida *et al.*, 2010).

As fibras dispersas na matriz cimentícia podem ser identificadas pelas linhas mais claras das micrografias, delineadas em formas arredondada ou elíptica típica das fibras celulósicas (setas de número 1). Os espaços vazios são indicados pelas setas de número 2, representados por regiões mais escuras.

Além de analisar a interação matriz/fibras, é possível observar a superfície das amostras, a fim de aferir alterações na porosidade do material. Nota-se, de modo geral, através da MEV, menor presença de espaços vazios (poros) espalhados pela matriz no tratamento com o aditivo *Darafill*, o que será confirmado pelos resultados da análise física dos fibrocimentos.

Os vazios formados pela aglomeração do aditivo hidratado também podem influenciar as propriedades físicas, uma vez que a expansão desses compósitos cimentícios ocorrem saindo da extrusora (SILVA *et al.*, 2021).

Figura 3 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento.



**Legenda:** tratamento controle sem CA (a), tratamento controle com CA (b), tratamento com *Drycast* sem CA (c), tratamento com *Drycast* com CA (d), tratamento com *Darafill* sem CA (e), tratamento com *Darafill* com CA (f).

Fonte: Do autor (2022).

## Propriedades Físicas dos Compósitos

No relativo à densidade aparente dos fibrocimentos, foi observado que tanto os tratamentos que compunham os fibrocimentos com aditivos surfactantes, quanto os com CA influenciaram significativamente os resultados obtidos, entretanto, não houve interação significativa entre as fontes de variação aditivos e CA nos fibrocimentos estudados (TABELA 1).

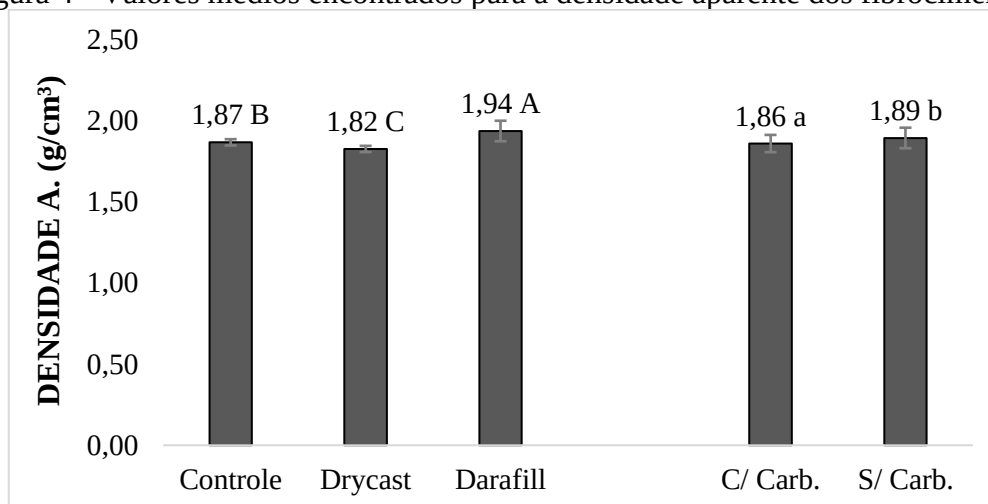
Tabela 1 - ANOVA dos resultados dos ensaios físicos.

| Fontes de variação              | Fc (densidade) | Fc (absorção de água) | Fc (porosidade) |
|---------------------------------|----------------|-----------------------|-----------------|
| <b>Aditivos (Adt)</b>           | 33,75*         | 252,59*               | 220,41*         |
| <b>Carbonat. acelerada (CA)</b> | 9,60*          | 1,74ns                | 0,47ns          |
| <b>Adt x CA</b>                 | 0,88ns         | 0,28ns                | 0,23ns          |

Legenda: \*Significativo a 95% de significância. NS Não significativo a 95% de significância.  
Fonte: Do autor (2022).

Na Figura 4, são apresentados os valores médios da densidade aparente dos fibrocimentos. No relativo aos tratamentos controle, *Drycast* e *Darafill*, nota-se que entre os compósitos com incorporação de aditivos houve diferença estatística entre os valores de densidade aparente obtidos.

Figura 4 - Valores médios encontrados para a densidade aparente dos fibrocimentos.



Fonte: Do autor (2022).

Ao analisar a Figura 4, pode-se observar que a densidade aparente dos fibrocimentos produzidos exclusivamente com adição de *Darafill* obtiveram valores maiores de densidade,

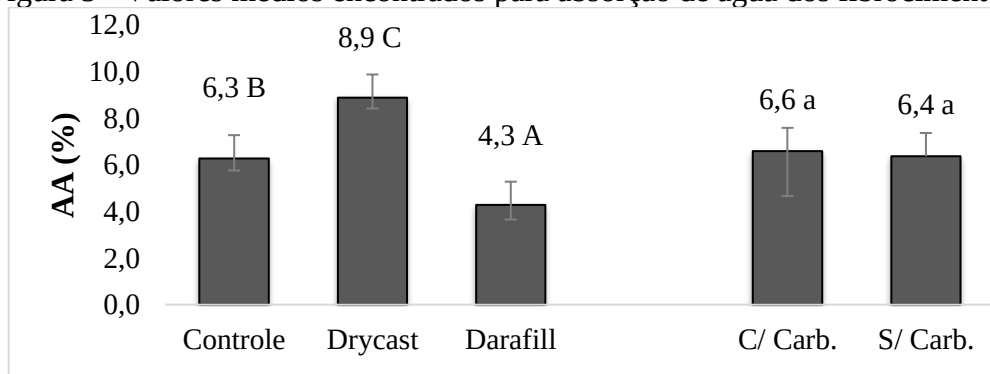
seguidos respectivamente, do controle e do *Drycast* em ordem decrescente, tal fato pode ser evidenciado analisando os poros nas imagens do MEV e serão confirmados pelos ensaios físicos de AA e PA.

No relativo a CA, pode-se observar tanto na Tabela 1 quanto na Figura 4 que houve influência significativa da mesma sobre os fibrocimentos avaliados, sendo que os corpos-de-prova com carbonatação obteve valores menores médios de densidade em relação aos sem carbonatação acelerada.

Os autores Tonoli *et al.* (2010) e Pizzol *et al.* (2014), obtiveram maiores valores de densidade aparente para os compósitos cimentícios que ficaram submetidos a CA. Tais pesquisas realizaram a carbonatação acelerada em câmara climática. Nesta pesquisa, a CA foi realizada em autoclave ligada a um cilindro de CO<sub>2</sub> e foi observado uma leve diminuição de 1,6% da densidade em relação ao controle. Cabe dizer ainda que, em muitas aplicações, a utilização de fibrocimentos menos densos apresenta vantagens, uma vez que otimizam o isolamento acústico e térmico – quesitos importantes para fibrocimentos utilizados em coberturas, como no caso em telhas.

Na Figura 5, estão apresentados os valores de absorção de água obtidos para os diferentes fibrocimentos produzidos. Pode-se observar que houve diferença estatística entre os tratamentos controle e os com adição dos plastificantes e incorporadores de ar *Drycast* e *Darafill* no que concerne à influência dos tratamentos sobre a absorção de água nos fibrocimentos. No entanto, a carbonatação acelerada não influenciou significativamente, da mesma forma que a interação entre estes dois fatores não foi significativa.

Figura 5 - Valores médios encontrados para absorção de água dos fibrocimentos.

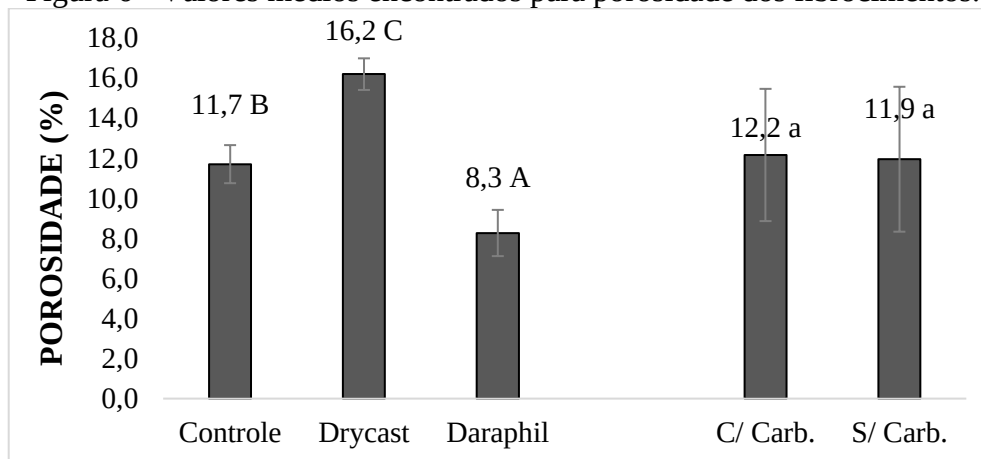


Fonte: Do autor (2022).

Em relação à porosidade, na Figura 6, são apresentados os resultados estatísticos das fontes de variação e da interação entre elas. Como é possível observar, o tratamento controle e

os tratamentos com aditivos surfactantes influenciaram significativamente nos resultados. No entanto, a carbonatação acelerada não influenciou significativamente, da mesma forma que a interação entre estes dois fatores não foi significativa.

Figura 6 - Valores médios encontrados para porosidade dos fibrocimentos.



Fonte: Do autor (2022).

Ao analisar a Figura 5, pode-se observar que houve diferença estatística entre os tratamentos controle e os com adição dos incorporadores de ar *Drycast* e *Darafill* no que concerne à influência dos tratamentos sobre a absorção de água nos fibrocimentos. Tais resultados corroboram com os encontrados na densidade, sendo que os corpos de prova com adição de *Darafill* foram os que obtiveram menor absorção de água e maior densidade. E os corpos de prova com *Drycast* adquiriram maior absorção de água e menor densidade.

Na Figura 6, pode-se observar que houve diferença significativa entre os valores médios de porosidade nos tratamentos controle e com os aditivos, sendo que o tratamento com maior porosidade foi o com adição de *Drycast* e o com menor porosidade foi o com adição de *Darafill*. Sendo que, o tratamento com adição de *Drycast* resultou em uma maior porcentagem de porosidade, ocasionando na maior absorção de água, mas em contrapartida por terem mais poros, resultaram em uma menor densidade, comprovando a finalidade do *Drycast* que é de aditivo incorporador de ar.

Conforme Silva *et al.* (2021), a incorporação de ar ocorre por mecanismo físico, o polímero hidratado (expandido) dentro da matriz de cimento libera água no meio, voltando ao seu tamanho original, formando assim os vazios, provavelmente devido à força de compactação aplicada pela extrusora no momento da moldagem. Isso se deve principalmente ao mecanismo físico de retração do aditivo em seu tamanho original, após perder água para o meio. Que devido

a formação de vazios resultam no aumento de absorção de água e porosidade e diminuição da densidade. O fato da densidade básica do aditivo ser substancialmente menor que a densidade da matriz cimentícia corrobora na explicação dos resultados e também devido aos vazios formados pela perda de água do aditivo para a matriz cimentícia (JUSTS *et al.*, 2015; Silva, 2018; WANG *et al.*, 2013).

O tratamento com adição de *Darafill* sucederam com menor porosidade, menor absorção de água e maior densidade aparente, corroborando pelo fato do mesmo ser um aditivo com propriedades plastificantes. Assim, devido às características de dispersão da incorporação de ar pelos aditivos comerciais, a pasta de cimento ficou mais homogênea e com menos vazios do que a do compósito de controle.

As propriedades físicas estão correlacionadas uma com a outra, pois conforme há variação da densificação do material, haverá mudanças no volume aparente dos poros e, conseqüentemente, na água livre nos compósitos, pois essas propriedades estão relacionadas diretamente com os espaços vazios para acomodar as moléculas de água.

Os resultados físicos também são possíveis ser confirmados pela análise MEV, onde ao se observar as imagens 3c e 3d, foi possível notar maior predominância de vazios, o que corrobora com os resultados encontrados pelos fibrocimentos com adição do *Drycast*, ou seja, com menor densidade, maior absorção de água e maior porosidade. Tal fato também é observado nas imagens 3e e 3f, as qual ilustram menor quantidade de poros, corroborando os resultados obtidos pelos ensaios físicos com adição de *Darafill*, que resultaram e maior densidade e menores absorção de água e porosidade.

Mendes *et al.* (2017), ao analisarem argamassas com aditivos surfactantes, apresentaram queda significativa nas propriedades físicas, alta permeabilidade e interface frágil. Seu sistema de poros mostrou grande volume de vazios. Em geral, com o aumento de incorporadores de ar, houve uma redução da densidade (vantagem estrutural), melhoria na trabalhabilidade (produtividade e vantagens de aplicabilidade) e sem alteração na absorção de água, até a uma determinada dosagem.

No relativo a CA, pode-se observar tanto na Tabela 1 quanto na Figura 5 e 6 que não houve influência significativa da mesma sobre os fibrocimentos avaliados. Ou seja, o uso da técnica de carbonatação acelerada não influenciou na absorção de água e na porosidade dos compósitos estudados.

Os resultados obtidos para as propriedades físicas atendem a NBR 12800 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 1993) a qual estabelece



que os fibrocimentos utilizados nas telhas sem amianto na sua constituição não podem ter absorção de água acima de 37%, sendo que o fibrocimento em estudo teve variação para esta propriedade física de 4,3% a 8,9%, valores consideravelmente menores do que ao preconizado pela referida norma.

### Propriedades Mecânicas dos Compósitos

Na Tabela 2, encontram os resultados das análises estatísticas para os ensaios mecânicos de flexão. Nela é possível observar que os tratamentos com acréscimo dos aditivos surfactantes influenciaram significativamente nos resultados de módulo de ruptura (MOR) e da tenacidade. Já a CA, influenciou nos resultados de MOR, MOE e LOP. Entretanto, não houve interação significativa entre as fontes de variação aditivos e CA nos fibrocimentos estudados.

Tabela 2 - ANOVA dos resultados dos ensaios mecânicos.

| Fontes de variação              | Fc (MOR) | Fc (MOE) | Fc (LOP) | Fc (Tenacidade) |
|---------------------------------|----------|----------|----------|-----------------|
| <b>Aditivos (Adt)</b>           | 5,29*    | 0,19ns   | 2,49ns   | 5,98*           |
| <b>Carbonat. acelerada (CA)</b> | 12,06*   | 50,35*   | 10,47*   | 0,12ns          |
| <b>Adt x CA</b>                 | 0,23ns   | 0,11ns   | 0,15ns   | 0,16ns          |

Legenda: \*Significativo a 95% de significância. NS Não significativo a 95% de significância.

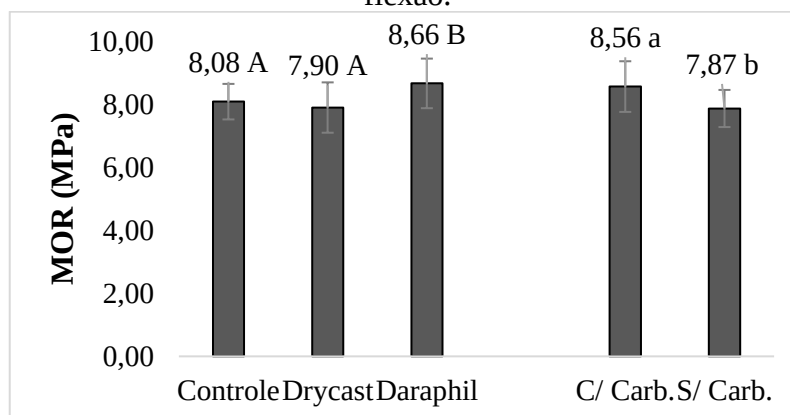
Fonte: Do autor (2022).

Na Figura 7, são apresentados os valores de módulo de ruptura (MOR) obtidos através do ensaio mecânico de flexão de quatro apoios. Nela, pode-se observar que não houve diferença estatística entre os valores obtidos para os fibrocimentos controle e com acréscimo do aditivo *Drycast*.

Os fibrocimentos produzidos exclusivamente com o surfactante *Darafill*, apresentaram diferença significativa entre os demais tratamentos, visto que este tratamento apresentou maior MOR e, conseqüentemente, maior densidade aparente. Comparando a Figura 4 – relativa aos valores médios de densidade aparente dos compósitos – com a Figura 7, é possível observar a intrínseca relação entre a densidade do material e seu comportamento mecânico. Desta forma, o fibrocimento de maior densidade apresentou maiores valores de módulo de ruptura no ensaio mecânico de flexão.



Figura 7 - Valores médios de módulo de ruptura (MOR) obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.



Fonte: Do autor (2022).

Quanto à CA, houve influência significativa deste fator em relação ao módulo de resistência à ruptura (MOR), conforme Tabela 2 e Figura 7. Houve divergência de densidade aparente para os fibrocimentos em relação à CA, sendo que esta diferença também foi observada no MOR. Desta forma, para este ensaio, pode-se inferir que a carbonatação influenciou o comportamento dos fibrocimentos, onde o uso da técnica aumentou a resistência do compósito para esta propriedade mecânica.

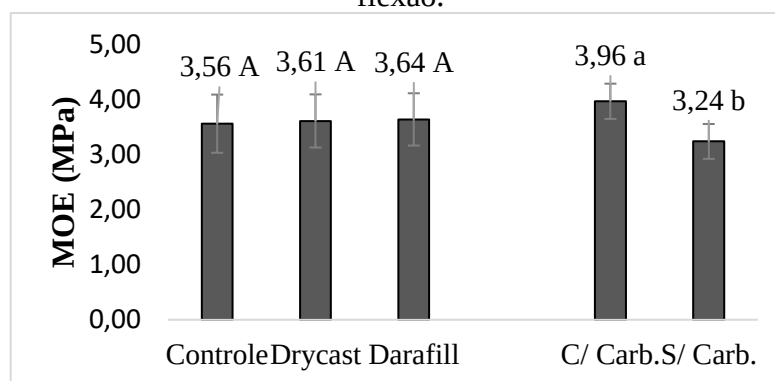
Tal resultado pode ser confirmado pelos resultados do TG, na qual a reação de carbonatação promoveu a precipitação de cristais de  $\text{CaCO}_3$ , o que beneficiou sua capacidade mecânica em detrimento de suas deformações, este fato também foi observado por Tonioli *et al.*, (2019). Essa análise corrobora com o ensaio de TG quanto aos quantitativos de  $\text{CaCO}_3$ , no qual os tratamentos sujeitos a CA apresentaram maior quantidade de  $\text{CaCO}_3$  dentre todas as famílias avaliadas.

Almeida *et al.* (2013), ao pesquisarem compósitos à base de cimento reforçado com polpa de eucalipto pela técnica de desidratação e prensagem da lama, submetidos à CA nos estágios iniciais de hidratação, e Toledo Filho *et al.* (2003), ao estudarem corpos de prova cimentícios reforçados com fibras de sisal e coco sujeitos a CA, encontraram valores médios de MOR maior utilizando a técnica de CA em relação aos tratamentos não carbonatados, semelhante ao encontrado nesta pesquisa.

Todos os tratamentos foram classificados como de categoria 3 pela norma NBR 15498 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2007), que considera para essa categoria fibrocimentos com MOR de 7 até 13 MPa.

A partir do ensaio de flexão, foram calculados os valores de módulo de elasticidade (MOE) para cada um dos fibrocimentos. Na Figura 8, são apresentados os valores médios obtidos. Para o MOE, estatisticamente, não houve diferença significativa entre os valores obtidos entre fibrocimentos controle e com adição dos surfactantes, sendo o uso da técnica de carbonatação acelerada a única fonte de variação significativa.

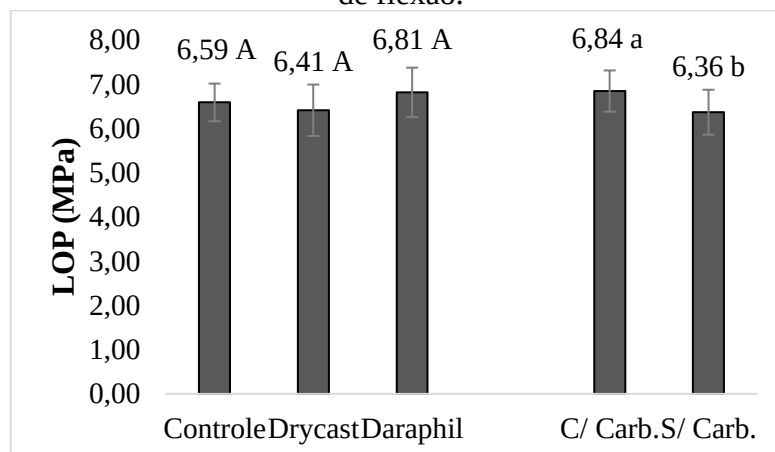
Figura 8 - Valores médios de módulo de elasticidade (MOE) obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.



Fonte: Do autor (2022).

Em relação a CA, tanto para o MOR quanto para o MOE, o uso da técnica melhorou essas propriedades mecânicas, visto que, o mesmo ocorreu para o LOP também, conforme Figura 9. Na referido gráfico são apresentados os valores médios de LOP obtidos para os tratamentos realizados. Nela podemos observar que não houve diferença estatística sobre a propriedade em relação a inserção dos aditivos. No entanto, houve influência em relação ao LOP com o uso da CA, com o aumentou do resultado do ensaio em relação a essa propriedade.

Figura 9 - Valores médios de limite de proporcionalidade (LOP) obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.



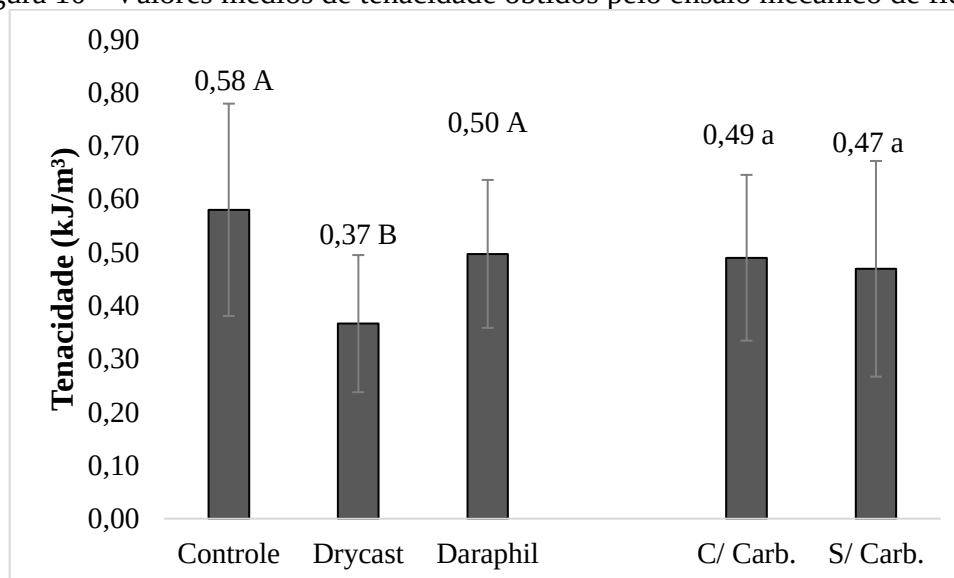
Fonte: Do autor (2022).

Os resultados das análises estatísticas para o LOP indicaram resultados semelhantes ao MOE, pois os aditivos não influenciaram significativamente os resultados de LOP obtidos. No entanto, a cura por CA influenciou nos resultados, sendo que, os tratamentos com a técnica obtiveram maiores valores (Tabela 2).

Tal fato também foi observado por Almeida *et al.* (2013), nos tratamentos submetidos à CA nos estágios iniciais de hidratação, onde os compósitos carbonatados apresentaram maior valores médios de MOE e LOP do que os não carbonatados. Tonoli *et al.* (2019), pesquisaram o efeito do teor de umidade inicial em compósitos de fibrocimento submetidos à CA precoce por 10h de exposição e obtiveram aumento nos valores de LOP e MOE com a CA.

Na Figura 10, são apresentados os valores obtidos de tenacidade através do ensaio mecânico de flexão de quatro apoios. Nela pode-se observar que houve diferença estatística entre os valores obtidos em relação ao acréscimo dos aditivos.

Figura 10 - Valores médios de tenacidade obtidos pelo ensaio mecânico de flexão.



Fonte: Do autor (2022).

Os fibrocimentos produzidos exclusivamente com o plastificante *Drycast* apresentaram diferença significativa entre os demais tratamentos, já que este tratamento apresentou menor tenacidade. No entanto, em relação à CA não houve influência significativa nos resultados obtidos, como também não houve interação significativa entre as fontes de variação aditivos e CA nos fibrocimentos estudados (TABELA 2).

A CA não influenciou a tenacidade dos compósitos nos tratamentos estudados. No entanto, Almeida *et al.* (2013), ao pesquisarem compósitos à base de cimento reforçado com

polpa de eucalipto e Soroushian; Won e Hassan (2012), ao estudarem compósitos de fibrocimento de celulose, verificaram valores médios de tenacidade maiores para amostras submetidas à CA.

O estudo da cura por carbonatação é influenciado por vários fatores, como calor, umidade, tempo de cura, composição da água de mistura, características do agregado, teor de dióxido de cálcio na mistura e demais componentes químicos, tornando-se um processo difícil de ser repetido, dada a natureza dinâmica do processo.

Mendes *et al.* (2017), ao analisarem argamassas com aditivos surfactantes, resultaram na queda significativa das propriedades mecânicas. Desta forma, surge a importância do correto dimensionamento, dosagem e manuseio de aditivos incorporadores de ar para concreto e argamassa.

### 3 CONCLUSÃO

Compósitos cimentícios foram produzidos com uso dos resíduos da extração do quartzito e reforçados com fibras celulósicas UKP. Os fibrocimentos foram submetidos à cura por CA por 9h após dois dias de produção e foram analisados com o acréscimo dos aditivos surfactantes *Drycast* e *Darafill*. Por fim, os compósitos foram verificados por suas propriedades físicas e mecânicas e microestruturas.

Em relação à CA, houve aumento dos resultados de MOR, MOE e LOP com o uso da técnica. Assim como, não houve interação significativa entre o uso dos surfactantes e da CA nos fibrocimentos estudados. Em relação as análises de TG, foi possível evidenciar uma maior concentração de  $\text{CaCO}_3$ , nos tratamentos sujeitos a CA dentre todas as famílias avaliadas. Portanto, através da técnica foi possível concluir que houve a formação de carbonato de cálcio devido ao processo da CA, levando à diminuição da alcalinidade da matriz, o que proporcionou um ambiente menos agressivo para as fibras UKP.

Os fibrocimentos com o aditivo *Drycast* obtiveram aumento nos resultados de absorção de água, porosidade e diminuição da densidade. Não mostraram diferença nos resultados de MOR, MOE e LOP, e houve diminuição da tenacidade, comprovando a finalidade do *Drycast* que é de aditivo incorporador de ar.

Já nos fibrocimentos com *Darafill*, houve diminuição nos resultados de absorção de água e porosidade com o aumento da densidade. Para as propriedades mecânicas MOE e LOP não foi observada diferença. No entanto, houve aumento da tenacidade e do MOR, pois, devido

às características de dispersão da incorporação de ar pelos aditivos comerciais, a pasta de cimento ficou mais homogênea e com menos vazios do que a composto controle.

Os surfactantes comerciais influenciaram a microestrutura e a formação de vazios na matriz cimentícia. As imagens de MEV comprovaram os resultados físicos, no qual foi possível notar maior predominância de vazios nos tratamentos com adição do *Drycast*, o que corrobora com os resultados encontrados, ou seja, menor densidade, maior absorção de água e maior porosidade. Tal fato também foi observado no tratamento com adição de *Darafill*, no qual ilustra menor quantidade de poros, corroborando os resultados obtidos pelos ensaios físicos, que resultaram em maior densidade, menores absorção de água e porosidade.

Conclui-se que a adição dos surfactantes em fibrocimentos, no caso do aditivo *Drycast* possibilitou a redução da densidade e, do aditivo *Darafill* melhorou as propriedades mecânicas MOR e tenacidade dos fibrocimentos.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, A. E. F. S. *et al.* Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, n. 4, p. 233-246, 2010.

ALMEIDA, A. E. F. S. *et al.* Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, v. 42, p. 49-58, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 948-81**: Dry and wet bulk density, water absorption and apparent porosity of thin sections of glass-fiber-reinforced concrete, test for - Annual Book of ASTM Standards Philadelphia, v.16, 1982

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12800**: telha de fibrocimento, tipo pequenas ondas. Rio de Janeiro, 1993. 12p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15498**: placa plana cimentícia sem amianto – requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 26 p., 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697**: Cimento Portland de alta resistência inicial, especificação. Rio de Janeiro, 2018.

ATAHAN, H. N. *et al.* The morphology of entrained air voids in hardened cement paste generated with different anionic surfactants. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, n. 7, p. 566-575, 2008.

CHOI, P.; YEON, J. H.; YUN, K.-K. Air-void structure, strength, and permeability of wet-mix shotcrete before and after shotcreting operation: The influences of silica fume and air-entraining agent. **Cement and Concrete Composites**, v. 70, p. 69-77, 2016.

DE SOUSA, L. H. O.; DE MORAIS, D. M.; AMANCIO, F. A. Efeito do aditivo incorporador de ar nas propriedades das argamassas de revestimento. **Revista CIATEC-UPF**, v. 11, n. 2, 2019.

DU, L.; FOLLIARD, K. J. Mechanisms of air entrainment in concrete. **Cement and concrete research**, v. 35, n. 8, p. 1463-1471, 2005.

FILOMENO, R. H. *et al.* Optimizing the modified atmosphere parameters in the carbonation process for improved fiber-cement performance. **Journal of Building Engineering**, v. 32, p. 101676, 2020.

JUSTS, J. *et al.* Internal curing by superabsorbent polymers in ultra-high performance concrete. **Cement and concrete. Research**, Elmsford, v. 76, p. 82-90, 2015.

MANGANE, M. B. C. *et al.* Influence of superplasticizers on mechanical properties and workability of cemented paste backfill. **Minerals Engineering**, v. 116, p. 3-14, 2018.

MATSUSHITA, F.; AONO, Y.; SHIBATA, S. Carbonation degree of autoclaved aerated concrete. **Cement and concrete research**, v. 30, n. 11, p. 1741-1745, 2000.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. JM. **Concrete: microstructure, properties, and materials**. McGraw-Hill Education, 2014.

MENDES, J. C. *et al.* Mechanical, rheological and morphological analysis of cement-based composites with a new LAS-based air entraining agent. **Construction and Building Materials**, v. 145, p. 648-661, 2017.

PEREIRA, T. G. T. **Efeito da carbonatação acelerada em compósitos de fibrocimento extrudados com resíduo de quartzito e fibras de coco**. 2021. 84 p. Tese (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2021.

PETER, M. A. *et al.* Competition of several carbonation reactions in concrete: A parametric study. **Cement and concrete research**, v. 38, n. 12, p. 1385-1393, 2008.

PIZZOL, V. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p. 101-106, 2014.

RILEM TECHNICAL COMMITTEE 49 TFR. **Testing methods for fibre reinforced cementbased composites**. Mat Struc 1984;17:441-456.

ROCHA, A. K. A. *et al.* Estudo da Carbonatação Acelerada em Argamassas do CAA com Elevados Teores de Adições Minerais. **RCT-Revista de Ciência e Tecnologia**, v. 7, 2021.

SILVA, D. W. *et al.* Superabsorbent ability polymer to reduce the bulk density of extruded cement boards. **Journal of Building Engineering**, v. 43, p. 103130, 2021.

SILVA, D. W. **Influence of different additives on properties of cement based composites reinforced with Eucalyptus kraft pulp**. 2018. 76 p. Tese (Engenharia de Biomateriais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2018.

SNELLINGS, Ruben *et al.* RILEM TC-238 SCM recommendation on hydration stoppage by solvent exchange for the study of hydrate assemblages. **Materials and Structures**, v. 51, n. 6, p. 1-4, 2018.

SORROUSHIAN, P.; WON, J.; HASSAN, M. Durability characteristics of CO<sub>2</sub>-cured cellulose fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 34, p. 44-53, 2012.

TEIXEIRA, R. S. *et al.* Extruded cement based composites reinforced with sugar cane bagasse fibres. **Key Engineering Materials**, Switzerland, v. 217, p. 450-457, 2012.

TOLEDO FILHO, R. D. *et al.* Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. **Cement and concrete composites**, v. 25, n. 2, p. 185-196, 2003.

TONIOLI, S. E. *et al.* Efeitos da carbonatação acelerada em compósitos do tipo Engineered Cementitious Composites. **ES Engineering and Science**, v. 8, n. 3, p. 50-61, 2019.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Rationalizing the impact of aging on fiber–matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 17, p. 7929-7943, 2016.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building materials**, v. 24, n. 2, p. 193-201, 2010.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n° 2, p. 225-232, 2011.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. p. 215, 22-29, 2019.

WANG, J. *et al.* Accelerated carbonation of hardened cement pastes: Influence of porosity. **Construction and Building Materials**, v. 225, p. 159-169, 2019.

WANG, J.-Y. *et al.* Flexural performance of fiber-reinforced ultra lightweight cement composites with low fiber content. **Cement and Concrete Composites**, v. 43, p. 39-47, 2013.