



GABRIELE MELO DE ANDRADE

**ANÁLISE DA INTERFACE BIOAGREGADO-MATRIZ
CIMENTÍCIA: EFEITO DE RECOBRIMENTOS
POLIMÉRICOS E MATRIZ POZOLÂNICA**

**LAVRAS – MG
2026**

GABRIELE MELO DE ANDRADE

**ANÁLISE DA INTERFACE BIOAGREGADO-MATRIZ CIMENTÍCIA: EFEITO
DE RECOBRIMENTOS POLIMÉRICOS E MATRIZ POZOLÂNICA**

Tese apresentada à Universidade Federal
de Lavras, como parte das exigências do
programa de Pós-Graduação em Ciência
e Tecnologia da Madeira para a obtenção
do título de Doutor.

Orientador

Prof. DSc. Saulo Rocha Ferreira

Coorientador

Prof. DSc. Rodolfo Giacomini Mendes de Andrade

**LAVRAS – MG
2026**

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

Melo de Andrade, Gabriele.

Análise da interface bioagregado-matriz cimentícia : Efeito de recobrimentos
poliméricos e matriz pozolânica / Gabriele Melo de Andrade. - 2026.
124 p.

Orientador: Saulo Rocha Ferreira

Coorientador: Rodolfo Giacomim Mendes de Andrade

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2026.
Bibliografia.

1. Interface agregado-matriz. 2. Tratamentos superficiais. 3. Hidratação. 4.
Bioconcreto. I. Rocha Ferreira, Saulo. II. Giacomim Mendes de Andrade, Rodolfo. III.
Universidade Federal de Lavras. IV. Título.

GABRIELE MELO DE ANDRADE

**ANÁLISE DA INTERFACE BIOAGREGADO-MATRIZ CIMENTÍCIA: EFEITO DE
RECOBRIMENTOS POLIMÉRICOS E MATRIZ POZOLÂNICA**

**ANALYSIS OF THE BIOAGGREGATE-CEMENT MATRIX INTERFACE: EFFECT
OF POLYMER COATINGS AND POZZOLANIC MATRIX**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira para a obtenção do título de Doutor.

APROVADO em 05 de fevereiro de 2026.

DSc. Saulo Rocha Ferreira	UFLA
DSc. Rodolfo Giacomim Mendes de Andrade	IFES
DSc. M'hamed Yassin Rajiv da Gloria	UFRJ
DSc. Talita Martins	UFMG
DSc. Daniele Oliveira Justo dos Santos	UFRJ

Orientador

Prof. DSc. Saulo Rocha Ferreira

Coorientador

Prof. DSc. Rodolfo Giacomim Mendes de Andrade

**LAVRAS – MG
2026**

AGRADECIMENTOS

Agradeço (e parablenizo) a mim por ter chegado até aqui. Utilizo este espaço como um lembrete de que a caminhada foi longa, desafiadora e cheia de altos e baixos. Finalizo este percurso com um sentimento agridoce: feliz por tudo que conquistei, mas também consciente de que algumas coisas poderiam ter sido diferentes ou melhores. Apesar das dificuldades, busquei sempre dar o meu melhor e consegui!

Agradeço aos meus pais pelo apoio e compreensão. Mesmo que, por vezes, não entendessem ou concordassem com os caminhos que escolhi, sempre se mantiveram apoiando e orgulhosos.

Sou imensamente grata ao meu orientador, professor Saulo Ferreira, pela paciência, confiança e pelo acompanhamento constante desde o início do nosso trabalho. Agradeço pelos ensinamentos e pelo jeito leve de conduzir a orientação. Muito do que aprendi como pesquisadora e acadêmica deve-se à sua orientação.

Agradeço também ao meu coorientador, professor Rodolfo Andrade, pelas conversas, conselhos e apoio desde o mestrado. Sou muito grata pela oportunidade de trabalharmos juntos.

Aos meus amigos, que durante todos esses anos de academia, foram minha família, meu apoio e me proporcionaram viver além dos muros da universidade. Por isso, nunca vou cansar de agradecer.

Agradeço à Universidade Federal de Lavras – UFLA, ao Departamento de Ciências Florestais – DCF e ao Programa de Pós- Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira da UFLA – PPGCTM/UFLA, pela estrutura oferecida e pela oportunidade de realização do Doutorado.

Agradeço à FAPEMIG pela concessão da bolsa de estudos, que tornou possível a realização do Doutorado.

RESUMO

O endocarpo da macaúba (*Acrocomia aculeata*) é um bioagregado promissor, pois favorece a ductilidade e apresenta boa ancoragem mecânica em bioconcretos. No entanto, sua interação limitada com a matriz resulta em Zonas de Transição Interfacial (ZTI) frágeis, que comprometem a resistência mecânica do material. Este trabalho avalia estratégias para aprimorar a qualidade da interface bioagregado-matriz por meio de recobrimentos com polímero estireno-butadieno carboxilado (XSBR), puro ou combinado com nanofibrilas de celulose (CNF), e pelo uso de uma matriz cimentícia pozolânica com substituição parcial do cimento por cinza volante e metacaulinita visando melhorar a compatibilidade na interface e fortalecer as interações químicas, favorecendo o refinamento microestrutural. As propriedades físicas dos bioagregados antes e após os tratamentos foram avaliadas por meio de ensaios de absorção de água e ângulo de contato, enquanto a caracterização da ZTI foi realizada utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microtomografia Computadorizada (MicroCT) e calorimetria semi-adiabática. A adesão interfacial sob o ponto de vista mecânico foi investigada por meio dos ensaios de arrancamento e de flexão de partícula única. Os recobrimentos poliméricos tornaram a superfície do bioagregado mais hidrofóbica e reduziram a absorção inicial de água de 6,9% para 3,7% (XSBR) e 2,8% (XSBR+CNF). A calorimetria semi-adiabática evidenciou que o recobrimento com XSBR atua como acelerador ou retardador conforme a composição da matriz, enquanto as CNFs modulam esse efeito ao atuarem como microreservatórios de água e sítios de nucleação. A análise microestrutural indicou que o tratamento XSBR+CNF promoveu a maior densificação da ZTI, reduzindo a porosidade para cerca de 7,8-10,7%. Do ponto de vista mecânico, os tratamentos influenciaram na capacidade de transferência de esforços, com aumento de aproximadamente 32% na carga máxima no ensaio de arrancamento para o tratamento XSBR+CNF na matriz referência. Os resultados indicam que a qualidade da interface foi influenciada pelo balanço entre controle hídrico, cinética de hidratação e composição da matriz, e não apenas pelo recobrimento isolado. Embora a matriz pozolânica apresente potencial de refinamento microestrutural, seu efeito não se refletiu em melhorias diretas da adesão nas idades avaliadas. O tratamento XSBR+CNF destacou-se como a estratégia mais promissora para a formação de uma ZTI mais densa e mecanicamente eficiente.

Palavras-chave: Interface agregado-matriz; tratamentos superficiais; hidratação; Bioconcreto.

ABSTRACT

The macauba endocarp (*Acrocomia aculeata*) is a promising bio-aggregate because it enhances ductility and exhibits good mechanical anchorage in bioconcrete. However, its limited interaction with the cementitious matrix leads to the formation of weak Interfacial Transition Zones (ITZs), which compromise the mechanical strength of the material. This study evaluates strategies to improve the quality of the bio-aggregate-matrix interface through surface treatments using carboxylated styrene-butadiene polymer (XSBR), either pure or combined with cellulose nanofibrils (CNF), and by employing a pozzolanic cementitious matrix with partial replacement of cement by fly ash and metakaolin. These approaches aim to improve interfacial compatibility and strengthen chemical interactions, thereby promoting microstructural refinement and enhancing interface quality. The physical properties of the bio-aggregates before and after treatment were assessed by water absorption and contact angle tests, while ITZ characterization was performed using Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Micro-Computed Tomography (MicroCT), and semi-adiabatic calorimetry. The mechanical performance of interfacial adhesion was investigated through pull-out and single-particle flexural tests. The polymer coatings rendered the bio-aggregate surface more hydrophobic and reduced the initial water absorption from 6.9% to 3.7% (XSBR) and 2.8% (XSBR+CNF). Semi-adiabatic calorimetry showed that the XSBR coating may act either as an accelerator or a retarder depending on the matrix composition, while CNFs modulate this effect by acting as water micro-reservoirs and nucleation sites. Microstructural analysis indicated that the XSBR+CNF treatment promoted the highest ITZ densification, reducing its porosity to approximately 7.8-10.7%. Regarding mechanical performance, the treatments improved load transfer capacity, with an increase of about 32% in the maximum pull-out load for the XSBR+CNF treatment in the reference matrix. The results indicate that interface quality is controlled by the balance between moisture control, hydration kinetics, and matrix composition, rather than by the coating alone. Although the pozzolanic matrix shows potential for microstructural refinement, its effect did not result in direct improvements in interfacial adhesion at the ages evaluated. The XSBR+CNF coating stood out as the most promising strategy for achieving a denser and mechanically more efficient ITZ.

Keywords: Matrix-aggregate interface; surface treatments; hydration; semi-adiabatic calorimetry; bio-concrete.

INDICADORES DE IMPACTO

A tese contribui para avanços tecnológicos no desenvolvimento de compósitos cimentícios utilizando bioagregados de resíduos agrícolas e biomateriais, ao investigar a interface entre bioagregados de endocarpo de macaúba e matrizes cimentícias, fornecendo informações que podem orientar o desenvolvimento de compósitos cimentícios com melhor adesão e transferência de esforços, com potencial aplicação no setor da construção civil e na indústria de materiais. Embora não tenham sido realizadas ações extensionistas diretas, os impactos atingem pesquisadores, profissionais e empresas do setor, contribuindo para o uso mais eficiente de resíduos agrícolas e biomateriais lignocelulósicos e para a melhoria de processos na produção de materiais cimentícios. O território beneficiado abrange cadeias produtivas regionais e nacionais relacionadas à construção civil e da indústria de materiais. Os impactos estão associados às áreas temáticas Meio Ambiente e Tecnologia e Produção da Política Nacional de Extensão e aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável da ONU, incluindo indústria, inovação e infraestrutura (ODS 9), cidades e comunidades sustentáveis (ODS 11) e consumo e produção responsáveis (ODS 12), evidenciando a relevância do trabalho para a pesquisa e para a sociedade.

IMPACT INDICATORS

The thesis contributes to technological advances in the development of cementitious composites using agricultural residues and biomaterials by investigating the interface between macaúba endocarp bioaggregates and cementitious matrices, providing information that can guide the development of composites with improved adhesion and stress transfer, with potential applications in the construction sector and materials industry. Although no direct extension activities were conducted, the impacts reach researchers, professionals, and companies in the field, contributing to more efficient use of agricultural residues and lignocellulosic biomaterials and to the improvement of processes in the production of cementitious materials. The affected territory includes regional and national production chains related to construction and materials industries. The impacts are associated with the thematic areas Environment and Technology and Production of the National Extension Policy and with the United Nations Sustainable Development Goals, including Industry, Innovation and Infrastructure (SDG 9), Sustainable Cities and Communities (SDG 11), and Responsible Consumption and Production (SDG 12), highlighting the relevance of the work for research and society.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Densidade de bioconcretos em função do teor de bioagregado (HS: cânhamo; FS: linho; WC: partículas de madeira; BS: palha de cevada; WS: palha de trigo; SP: bagaço de girassol; SB: casca de girassol; RH: casca de arroz; CB: sabugo de milho; MS: colmo de miscanthus; LS: palha de lavanda).	22
Figura 2.2 - Microscopia de varredura exemplificando a porosidade de diferentes materiais lignocelulósicos: fibras de carauá (a), juta (b) sisal (c), e lenho de <i>Senegalia polyphylla</i> (d), <i>Guazuma ulmifolia</i> (e) e <i>Guarea guidonia</i> (f).	23
Figura 2.3 - Palmeira de <i>Acrocomia aculeata</i> (a); espinhos no tronco (b); e cachos de frutos (c).	26
Figura 2.4 - Representação do fruto da macaúba: fruto da macaúba (<i>Acrocromia aculeata</i>) (a) e endocarpo da macaúba (b).....	27
Figura 2.5 - Curvas de tensão x deformação dos bioconcretos com agregados de endocarpo da macaúba aos 28 dias.....	29
Figura 2.6 - Análise microestrutural da interface entre o endocarpo da macaúba e a matriz cimentícia: zona de contato interfacial (a); adesão entre os materiais (b); descolamentos locais por encolhimento (c); entrelaçamento mecânico favorecido pela rugosidade (d).30	
Figura 2.7 - Ilustração do "efeito parede" (a); e efeito " <i>micro-bleeding</i> " (b).....	31
Figura 2.8 - Esquema do processo de hidratação inicial para pastas de cimento com adição de metacaulinita.	35
Figura 2.9 - Microscopia eletrônica de varredura de sítios de nucleação na superfície da cinza volante em pastas contendo 20% de cinza volante, após 7 dias de cura.....	36
Figura 2.10 - Esquema ilustrativo das interações químicas entre o polímero carboxilado SBR, a fibra vegetal e a matriz cimentícia.	40
Figura 2.11 - Micrografia da interface fibra/matriz em amostras tratadas com SBR carboxilado e curva de arrancamento mostrando o aumento da carga máxima e da energia de adesão devido ao recobrimento polimérico.	41
Figura 3.1 - Estruturação metodológica da pesquisa.....	43
Figura 3.2 - Esquema de obtenção das partículas do endocarpo. (a) representação do fruto da macaúba e suas partes e (b) endocarpo fragmentado após a retirada da amêndoa. ...	44
Figura 3.3 - Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) das distintas zonas da seção transversal do endocarpo da macaúba; acúmulos de sílica indicados pelas letras a, b, c.	46
Figura 3.4 - Microscopia de luz das superfícies do endocarpo da macaúba.	47

Figura 3.5 - Microscopia a laser da superfície do endocarpo: rugosidade e perfil topográfico.....	47
Figura 3.6 - Microtomografia (MicroCT) do endocarpo da macaúba: amostras com coloração opaca e translúcida. Visão interior (a,d); visão lateral (b e e); visão exterior (c e f). Setas indicando poros germinativos do endocarpo.	48
Figura 3.7 - Estrutura química do XSBR: X, Y e Z mostram diferentes concentrações de monômeros na estrutura do XSBR.	49
Figura 3.8 - Processo de obtenção de celulose nanofibrilada (CNF) a partir de polpa de eucalipto branqueada.	50
Figura 3.9 - Redução progressiva da quantidade de extrativos e da cor da água residual após os ciclos de lavagem.....	51
Figura 3.10 - Representação esquemática do mecanismo de ação proposto para os recobrimentos poliméricos na interface bioagregado-matriz.	52
Figura 3.11 - Processo de recobrimento dos bioagregados.	53
Figura 3.12 - Aspecto da partícula de bioagregado após o tratamento: bioagregado tratado fraturado, evidenciando a camada de recobrimento (a) e aspecto geral do bioagregado recoberto (b).	53
Figura 3.13 - Configuração da análise de calorimetria semi-adiabática: ilustração da configuração da amostra (a); amostra (b); set-up completo da análise (c).	56
Figura 3.14 - Metodologia de avaliação da ZTI: segmentação da ZTI (a); metodologia de avaliação da escala em cinza (b).	59
Figura 3.15 - Set-up do ensaio de arrancamento.	60
Figura 3.16 - Set-up do ensaio de tração na flexão.	61
Figura 4.1 - Granulometria dos materiais.	62
Figura 4.2 - Ângulo de contato e molhabilidade para água (a) e polímero (b).	64
Figura 4.3 - Absorção de água com o tempo para os bioagregados tratados e não tratados.	66
Figura 4.4 - Curvas típicas da análise de calorimetria semi-adiabática para a Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b), com registro de temperatura nos termopares TP1, TP2 e TP3.	68
Figura 4.5 - Pico de temperatura (a) e gradiente de temperatura entre termopares (b) para Matriz 1.	71
Figura 4.6 - Comportamento da interface entre o bioagregado recoberto e a pasta de cimento durante a cura.	73

Figura 4.7 - Curvas típicas de (a) Taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e (b) Calor acumulado (J/g) para Matriz 1.....	74
Figura 4.8 - Pico de temperatura (a) e gradiente de temperatura entre termopares (b) para Matriz 2.	79
Figura 4.9 - Curvas típicas de (a) Taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e (b) Calor acumulado (J/g) para Matriz 2.....	81
Figura 4.10 - Mapa interpolado da distribuição média de temperatura ao longo da amostra para a Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b), construído a partir dos valores médios registrados pelos termopares.	83
Figura 4.11 - Esquema de análise de camadas a partir de imagens MEV.....	84
Figura 4.12 - Distribuição da Porosidade (%) e Grau de hidratação (%) nas diferentes camadas avaliadas na Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b) e tratamentos de recobrimento (Referência, XSBR e XSBR+CNF).	85
Figura 4.13 - Processamento das imagens de MicroCT: slice original em escala de cinza (amostra referência da Matriz 1) (a); e imagem segmentada após aplicação do threshold (b). Setas vermelhas indicam regiões de maior porosidade.....	87
Figura 4.14 - Imagens segmentadas de MicroCT representativas da interface bioagregado-matriz para as diferentes combinações de matrizes e tratamentos: (a–c) Matriz 1 e (d–f) Matriz 2. Setas vermelhas e linha tracejada destacam zonas com maior concentração de vazios.	88
Figura 4.15 - Imagens de microtomografia (MicroCT) da interface bioagregado-matriz para as amostras de referência: (a) Matriz 1 e (b) Matriz 2.....	89
Figura 4.16 - Curvas típicas de força de arrancamento versus deslocamento para os bioagregados tratados com XSBR e XSBR+CNF nas Matrizes 1 e 2, aos 7 e 28 dias de cura.	90
Figura 4.17 - Aspecto macroscópico pós-ensaio de arrancamento superficial de uma amostra com recobrimento. (a) Bioagregado (endocarpo) destacado da matriz cimentícia e (b) detalhe aproximado do recobrimento polimérico aderido à matriz (setas).	94
Figura 4.18 - Espectros de FTIR do recobrimento polimérico pós-ensaio de arrancamento.	96
Figura 4.19 - Curvas típicas do ensaio de flexão de partícula única da Matriz 1 e 2 aos 7 dias.....	97
Figura 4.20 - Aspecto do material após o ensaio de flexão de partícula única, evidenciando diferentes modos de propagação da fissura.	99

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Principais propriedades do endocarpo da macaúba.....	45
Tabela 3.2 - Aspectos morfológicos do endocarpo da macaúba.	46
Tabela 3.3 - Composição química e propriedades físicas do cimento.....	48
Tabela 3.4 - Ficha técnica das propriedades do polímero XSBR, fornecido pela empresa Nitriflex S/A Ind. E Com.....	49
Tabela 3.5 - Proporções dos materiais (em kg/m ³) utilizados nas matrizes cimentícias empregadas nos ensaios.....	54
Tabela 4.1 - Parâmetros característicos da distribuição granulométrica dos materiais obtida por difração a laser.	62
Tabela 4.2 - Principais elementos químicos (% em massa) determinados por FRX dos materiais utilizados.....	63
Tabela 4.3 - Resultados médios e desvio padrão (parênteses) de ângulo de contato. ...	64
Tabela 4.4 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) da análise de absorção de água com o tempo para os bioagregados tratados e não tratados.....	66
Tabela 4.5 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de início de pega para os tratamentos analisados.....	69
Tabela 4.6 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de Pico Máximo de Temperatura e Gradientes de Temperatura entre termopares para Matriz 1.	71
Tabela 4.7 – Valores médios e desvio padrão (parênteses) para o tempo de maior elevação de temperatura ($T_{dT/dt}$) e Calor acumulado (J/g).....	75
Tabela 4.8 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de início de pega para os tratamentos analisados.....	77
Tabela 4.9 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de Pico Máximo de Temperatura e Gradientes de Temperatura entre termopares para Matriz 2.	79
Tabela 4.10 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) para o tempo de maior elevação de temperatura ($T_{dT/dt}$) e Calor acumulado (J/g).....	81
Tabela 4.11 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) dos parâmetros avaliados a partir do ensaio de arrancamento para os tratamentos XSBR e XSBR+CNF em diferentes dias de cura.....	91
Tabela 4.12 - Resultados da análise de variância bifatorial (ANOVA) para o parâmetro avaliado aos 7 e 28 dias.	93
Tabela 4.13 - Resultados ANOVA de dois fatores (matriz x recobrimento).....	100

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Objetivos.....	20
2	REFERENCIAL TEÓRICO	21
2.1	Bioconcretos	21
2.2	Biagregados	24
2.3	Macaúba (<i>Acrocomia Aculeata</i> (Jacq.) Lodd. ex Mart.)	26
2.4	Interface agregado-matriz	31
2.5	Tratamentos de otimização.....	33
2.5.1	Uso de Matérias Cimentícias Suplementares (MCS)	33
2.5.2	Metacaulinita	33
2.5.3	Cinza Volante.....	35
2.5.4	Dosagem de Materiais Cimentícios Suplementares (MCS)	36
2.6	Tratamentos de superfície: recobrimento	37
3	MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	42
3.1	Materiais.....	44
3.1.1	Endocarpo da macaúba (<i>Acrocomia aculeata</i>).....	44
3.1.1.1	Processo de obtenção	44
3.1.1.2	Propriedades do bioagregado	44
3.1.1.3	Morfologia e superfície do bioagregado	45
3.1.2	Cimento Portland, metacaulinita e cinza volante	48
3.1.3	Areia.....	49
3.1.4	Água	49
3.1.5	Polímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR)	49
3.2.1	Nanofibrilas de celulose (CNF).....	49
3.2	Caracterização inicial dos materiais	50

3.2.2 Granulometria à laser	50
3.2.3 Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX).....	51
3.3 Tratamentos de superfície do bioagregado	51
3.3.1 Preparação do bioagregado	51
3.3.2 Aplicação dos recobrimentos.....	51
3.4 Preparação das matrizes cimentícias.....	54
3.4.1 Dosagem.....	54
3.5 Avaliação das propriedades de interação superfície-água do bioagregado	54
3.5.1 Absorção de água com o tempo	54
3.5.2.1 Ângulo de contato com água e polímero	55
3.6 Avaliação da hidratação e da microestrutura da interface	55
3.6.1 Calorimetria semi-adiabática na ZTI.....	55
3.6.1.1 Configuração experimental	55
3.6.1.2 Parâmetros calculados a partir das curvas de temperatura.....	56
3.6.2 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	58
3.7 Avaliação do desempenho mecânico da interface.....	60
3.7.1 Ensaio de arrancamento (<i>Pull-out</i>)	60
3.7.1.1 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) ..	60
3.7.2 Ensaio de flexão de partícula única	61
4 RESULTADOS.....	62
4.1 Caracterização dos materiais	62
4.1.1 Caracterização granulométrica.....	62
4.1.2 Composição química (FRX).....	63
4.2 Propriedades de interação superfície-água do bioagregado.....	63
4.2.1 Ângulo de contato	63
4.2.2 Absorção de água com o tempo	65

4.3 Hidratação e microestrutura da matriz.....	67
4.3.1 Calorimetria Semi-adiabática	67
4.3.1.1 Parâmetros observados para Matriz 1	68
4.3.1.2 Parâmetros observados para Matriz 2	77
4.3.2 Microestrutura da interface bioagregado-matriz	84
4.3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	84
4.3.2.2 Microtomografia Computadorizada (MicroCT)	87
4.4 Desempenho mecânico da interface	90
4.4.1 Ensaio de arrancamento superficial (<i>pull-out</i>).....	90
4.4.2 Ensaio de flexão de partícula única	96
5 CONCLUSÃO	101
REFERÊNCIAS	102

1 INTRODUÇÃO

A pesquisa em materiais de construção alternativos tem avançado significativamente, com destaque para o uso de bioagregados vegetais em compósitos cimentícios. Esses resíduos, empregados como substitutos de agregados convencionais, apresentam vantagens como leveza, ampla disponibilidade e caráter renovável, tornando-se promissores para a construção civil (Ahmad *et al.*, 2022; Da Gloria e Toledo Filho, 2021). Diversas biomassas, como serragem de madeira, madeira de cacto, casca de arroz e bambu, vêm sendo exploradas na formulação de novos materiais cimentícios, incluindo os bioconcretos: materiais compósitos em que bioagregados substituem parcial ou totalmente os agregados minerais tradicionais (Andreola *et al.*, 2024; Caldas *et al.*, 2021b; Da Gloria e Toledo Filho, 2021; Santos *et al.*, 2017; Silveira *et al.*, 2019).

O presente estudo dá continuidade a um programa experimental iniciado em 2022, no qual foi investigado o uso do endocarpo da macaúba (*Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart.) como agregado em bioconcretos (Andrade, 2022). Os resultados dessa etapa evidenciaram benefícios como o aumento da ductilidade e melhoria na ancoragem entre os bioagregados e a matriz cimentícia. Contudo, também foi observada uma redução de 26% na resistência mecânica (20 MPa) em comparação ao concreto convencional (28 MPa), apontando limitações relacionadas à interação entre o endocarpo e a matriz, especialmente no que diz respeito à adesão na interface entre os dois materiais (Andrade *et al.*, 2024; Ferreira *et al.*, 2022).

A interface, que corresponde à zona de transição interfacial (ZTI) entre o agregado e a matriz cimentícia, é uma região crítica para o desempenho de compósitos cimentícios (Scrivener; Crumbie; Laugesen, 2004). Em materiais contendo bioagregados, essa região pode se tornar ainda mais vulnerável devido às características inerentes às biomassas, como alta absorção de água e variações dimensionais, fatores que comprometem a adesão e resultam em uma conexão menos eficiente com a matriz. Por exemplo, em compósitos cimento-madeira, a madeira inicialmente absorve água ao ser inserida na matriz cimentícia, sofrendo inchamento higroscópico¹. Esse efeito é intensificado pelo ambiente alcalino, resultando na máxima saturação da madeira (Fan *et al.*, 1999). No entanto, à

¹ O inchamento higroscópico da madeira ocorre quando moléculas de água são absorvidas nos espaços submicroscópicos entre as paredes celulares das células da madeira, provocando o afastamento das fibras e a consequente expansão do material (Durlo e Machiori, 1992).

medida que o cimento hidrata e endurece, ocorre a redistribuição da umidade, promovendo a retração da madeira. Esse processo gera tensões internas e a formação de vazios na região de interface, enfraquecendo a ligação entre os materiais. Como consequência, observa-se uma redução do desempenho mecânico do compósito como demonstrado por Frybort *et al.* (2008). No estudo, partículas de madeira de 400 µm de comprimento apresentaram resistência ao arrancamento de 0,28 MPa, um valor consideravelmente inferior ao de agregados minerais convencionais, que podem atingir valores acima de 2,5 MPa (Caliskan e Karihaloo, 2004; Yang; Kamali-Bernard; Bernard, 2023).

Além disso, componentes presentes nas biomassas, como lignina, hemicelulose e extrativos, podem interferir no processo de hidratação do cimento, comprometendo a formação e a densificação da ZTI (Boix *et al.*, 2020; Diquélou *et al.*, 2015; Govin; Peschard; Guyonnet, 2006; Zhu *et al.*, 2023).

Essas limitações frequentemente resultam em bioconcretos com resistência mecânica reduzida, geralmente entre 1 e 8 MPa, o que restringe sua aplicação em componentes estruturais. De acordo com a NBR 8953 (ABNT, 2015), concretos com resistência à compressão inferior a 20 MPa não são classificados como estruturais. A variabilidade natural dos materiais vegetais, aliada à formação de zonas de transição fracas, exige o desenvolvimento de soluções técnicas que melhorem a adesão e aumentem a resistência desses compósitos.

Diversas abordagens têm sido investigadas para aprimorar a adesão de materiais vegetais a matrizes cimentícias. Entre essas, o uso de recobrimentos poliméricos tem se destacado como um método eficaz, pois melhora tanto a interação química quanto a adesão físico-mecânica (Ferreira *et al.*, 2020; Fidelis *et al.*, 2019; Guimarães *et al.*, 2024; Huguenet *et al.*, 2023a; Kundu *et al.*, 2012). O copolímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR) pode reduzir a absorção de água pelos bioagregados e aumentar a interação química com a matriz cimentícia, devido aos grupos carboxílicos que formam ligações com íons de cálcio (Ca^{2+}) durante a hidratação (Castoldi *et al.*, 2023; Fidelis *et al.*, 2019; Jo; Chakraborty; Yoon, 2014). Estudos relatam aumentos expressivos na resistência mecânica de fibras vegetais tratadas com XSBR, como sisal (73%), juta (50%) e curauá (59%) (Ferreira *et al.*, 2020), além de melhorias no desempenho de compósitos cimentícios reforçadas com fibras de juta tratadas, incluindo aumento de 100% na resistência ao cisalhamento (Fidelis *et al.*, 2019). Apesar desses avanços, a maior parte

das pesquisas sobre recobrimentos poliméricos concentra-se em fibras vegetais, havendo poucas investigações voltadas à aplicação desses tratamentos em bioagregados, como endocarpos ou outras partículas lignocelulósicas. Esses materiais, por apresentarem morfologia, rugosidade e composição distintas, podem alterar significativamente os mecanismos de adesão com a matriz cimentícia.

Nesse contexto, novas combinações de recobrimentos vêm sendo propostas para potencializar a interação entre materiais lignocelulósicos e a matriz. Entre elas, destaca-se a incorporação de nanofibrilas de celulose (CNF) ao XSBR, que fornece reforço mecânico e maior compatibilidade entre os componentes por meio de ligações de hidrogênio (Hugen *et al.*, 2023a; Somseemee; Sae-Oui; Siriwong, 2021). Esse efeito foi evidenciado em ganhos de 20% nas propriedades mecânicas do copolímero (Fumagalli *et al.*, 2018) e melhorias significativas em fibras tratadas, como aumento de 15% na rigidez e 30% na resistência à tração em fios de juta tratados com XSBR contendo 3% de CNF (Guimarães *et al.*, 2024).

O uso de materiais cimentícios complementares (MCS), como metacaulinita e cinza volante, também é uma estratégia eficiente para melhorar a resistência mecânica da matriz cimentícia e, consequentemente, a interface com os bioagregados. Essas adições reagem com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) liberado na hidratação do cimento, o que resulta na formação de fases adicionais de C-S-H. Esse processo promove a redução da porosidade, refino da microestrutura e aumento da resistência mecânica dos compósitos (Ferreira *et al.*, 2015; Jabbar, 2023; Lima e Toledo Filho, 2008). Apesar desses benefícios, ainda é limitado o entendimento sobre a resposta dessas adições em sistemas contendo bioagregados recobertos por polímeros, o que dificulta estabelecer estratégias integradas para otimizar simultaneamente matriz e agregado em bioconcretos.

Considerando que a literatura reporta resultados positivos do recobrimento polimérico em fibras vegetais, este estudo busca avaliar se estratégias semelhantes podem ser eficazes para bioagregados de endocarpo da macaúba. Além disso, pretende-se investigar o papel de matrizes pozolânicas nesse contexto, ampliando o conhecimento sobre os fatores que controlam a adesão e a eficiência de compósitos cimentícios com resíduos lignocelulósicos como bioagregado.

1.1 Objetivos

Investigar os mecanismos de adesão na interface bioagregado-matriz cimentícia, avaliando o efeito dos recobrimentos poliméricos aplicados à bioagregados de endocarpo da macaúba e do uso de uma matriz cimentícia com adições pozolânicas como estratégias para a densificação da zona de transição interfacial e a melhoria do comportamento mecânico local.

Como objetivos específicos, pretende-se:

- i. Avaliar a influência de dois recobrimentos poliméricos aplicados ao bioagregado de endocarpo da macaúba, utilizando (a) polímero estireno-butadieno carboxilado (XSBR) puro e (b) XSBR com adição de nanofibrilas de celulose (XSBR+CNF), sobre as propriedades do bioagregado e o seu comportamento de adesão à matriz cimentícia;
- ii. Investigar o efeito do uso de uma matriz pozolânica, em comparação com uma matriz convencional, na zona de transição interfacial bioagregado-matriz;
- iii. Caracterizar a zona de transição interfacial (ZTI) formada entre os bioagregados tratados e não tratados e as diferentes matrizes, analisando parâmetros de microestrutura, porosidade e hidratação;
- iv. Avaliar a influência dos recobrimentos e da matriz pozolânica no comportamento mecânico local da interface, por meio de ensaios de arrancamento superficial (*pull-out*) e flexão de partícula única;

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Bioconcretos

Os bioconcretos podem ser definidos como compósitos cimentícios que incorporam agregados de origem vegetal em substituição parcial ou total aos agregados minerais convencionais (Andreola *et al.*, 2024; da Gloria, 2015). Esses materiais surgem no contexto da busca por alternativas de menor impacto ambiental na construção civil, impulsionada pela necessidade de reduzir as emissões de CO₂ associadas à produção de cimento e outros insumos convencionais e também de reduzir a dependência de materiais convencionais como brita e areia (Caldas *et al.*, 2024; Gloria *et al.*, 2024).

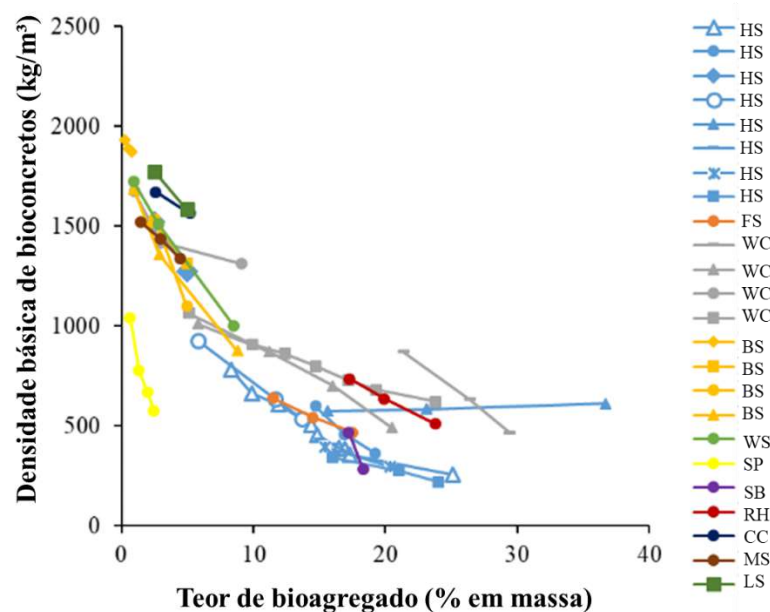
Estima-se que entre 40 e 50 bilhões de toneladas de areia, brita e cascalho sejam extraídas anualmente, sendo mais da metade destinada à construção (Beiser, 2018; Peduzzi, 2014). O consumo médio de agregados varia de 3 a 16 toneladas per capita por ano, dependendo do nível de desenvolvimento e das condições geográficas de cada região, com destaque para a Ásia, responsável por aproximadamente 67% da produção mundial (Dan Gavriltea, 2017). Essa intensa exploração tem causado degradação ambiental e escassez regional de agregados, agravados pelo fato de que muitas operações de extração, especialmente em economias emergentes, ocorrem fora dos padrões de gestão ambiental e mineral, gerando impactos sociais e ecológicos significativos (UNEP, 2019; WWF, 2018).

Nesse contexto, os bioconcretos se consolidam como alternativa promissora, combinando aglomerantes minerais com agregados vegetais e aditivos (Amziane e Sonebi, 2016; Beraldo, 2011). Essa estratégia reduz a pegada de carbono, promove a economia circular e diminui a dependência de recursos minerais ao valorizar resíduos agrícolas e florestais que seriam subaproveitados (Amziane e Sonebi, 2016; Beraldo, 2011; Brito e Kurda, 2021; Caldas *et al.*, 2021a; Gloria *et al.*, 2024).

Diversos estudos destacam o potencial de resíduos como bambu, partículas de madeira, fibras vegetais e cascas de coco, café e arroz na formulação de compósitos cimentícios ambientalmente amigáveis com desempenho ajustáveis às necessidades (Da Gloria e Toledo Filho, 2021; Mo *et al.*, 2016; Shafigh *et al.*, 2014; Wang *et al.*, 2024). Além de reduzirem o uso de areia e brita, os bioconcretos podem apresentar características técnicas vantajosas, como menor densidade, maior ductilidade e melhor isolamento térmico e acústico (Blankendaal; Schuur; Voordijk, 2014; Brito e Kurda, 2021; Ferreira *et al.*, 2022; Shafigh; Jumaat; Mahmud, 2011).

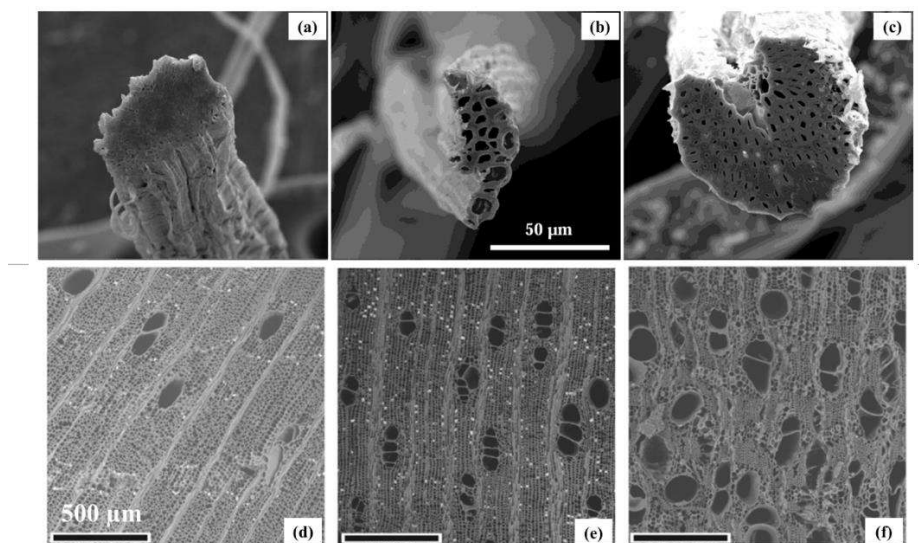
De acordo com a literatura, observa-se uma tendência de redução da densidade dos bioconcretos com o aumento do teor de bioagregados, como ilustrado no gráfico elaborado a partir de diferentes estudos compilados por Ratsimbazafy *et al.* (2021) (Figura 2.1). Essa redução está relacionada à maior porosidade dos bioagregados (Figura 2.2) e à menor massa específica, que pode variar de aproximadamente 20 kg/m³ para o bagaço de girassol até cerca de 500 kg/m³ para o sabugo de milho, valores muito inferiores aos dos agregados minerais (acima de 1000 kg/m³). Como resultado, a massa específica dos bioconcretos relatada em diferentes estudos situa-se predominantemente entre 400 e 1800 kg/m³ (Figura 2.1) (Ratsimbazafy *et al.*, 2021).

Figura 2.1 - Densidade de bioconcretos em função do teor de bioagregado (HS: cânhamo; FS: linho; WC: partículas de madeira; BS: palha de cevada; WS: palha de trigo; SP: bagaço de girassol; SB: casca de girassol; RH: casca de arroz; CB: sabugo de milho; MS: colmo de *miscanthus*; LS: palha de lavanda).



Fonte: Adaptado de Ratsimbazafy *et al.* (2021).

Figura 2.2 - Microscopia de varredura exemplificando a porosidade de diferentes materiais lignocelulósicos: fibras de carauá (a), juta (b) sisal (c), e lenho de *Senegalia polyphylla* (d), *Guazuma ulmifolia* (e) e *Guarea guidonia* (f).



Fonte: Braga Junior *et al.* (2022); Ferreira *et al.* (2016).

Andreola *et al.* (2024) observaram que a incorporação de 45 a 50% de partículas de bambu reduziu a densidade aparente e a condutividade térmica dos bioconcretos, mantendo boa trabalhabilidade e classificando-os como materiais leves, com densidade inferior a 1600 kg/m³. Da mesma forma, Kanojia e Jain (2017) relataram uma redução de aproximadamente 7,5% na densidade ao substituir 40% do agregado graúdo convencional por partículas de coco.

A trabalhabilidade do bioconcreto é mais sensível à composição da mistura e às características físicas dos bioagregados. Fatores como o teor de substituição, tipo de partícula, absorção de água e uso de aditivos afetam diretamente a hidratação e o comportamento reológico (Gloria *et al.*, 2021; Tinoco *et al.*, 2023). Em geral, a introdução de bioagregados reduz a trabalhabilidade devido à elevada capacidade de absorção de água e à superfície rugosa, que aumentam a demanda de água e a viscosidade da pasta. Estratégias de controle incluem o ajuste da relação água/cimento, a pré-hidratação das partículas vegetais e o uso de aditivos modificadores de viscosidade, garantindo coesão, evitando exsudação e segregação (Da Gloria e Toledo Filho, 2016; Paiva *et al.*, 2024).

Um das vantagens mais recorrentes dos bioconcretos é sua capacidade de isolamento térmico e acústico. Os bioagregados, por possuírem estrutura porosa e baixa condutividade, reduzem a transferência de calor e a propagação do som na matriz cimentícia. Materiais compósitos à base de cânhamo podem reduzir a amplitude das

variações de temperatura ambiente e melhorar o conforto térmico, diminuindo a temperatura de superfície do material (Amziane e Sonebi, 2016).

Raheem *et al.* (2021) demonstraram que concretos contendo casca de dendê e cinzas de casca de arroz apresentaram diminuição simultânea de densidade e condutividade térmica, alcançando valores inferiores a 0,6 W/mK, o que os enquadra na categoria de materiais isolantes. De forma semelhante, Liu; Li; Wang (2023) relataram uma redução de 13,2% na condutividade térmica de concretos com casca de coco em relação ao concreto referência, além de ganhos em ductilidade e resistência à flexão.

As propriedades mecânicas são uma das características mais afetadas pela substituição de agregados minerais por bioagregados. A incorporação de partículas lignocelulósicas tende a reduzir a resistência à compressão e à tração, em razão da maior porosidade do material e das interações químicas adversas entre a matriz alcalina e os constituintes orgânicos do bioagregado.

Isso decorre tanto por conta das mudanças físicas quanto das interações químicas durante a hidratação do cimento, já que compostos presentes nas biomassas como hemiceluloses, pectinas e açúcares reagem com o Ca(OH)_2 liberado durante a hidratação, dificultando a formação de C-S-H e retardando a pega do material (Guo *et al.*, 2023; Jo; Chakraborty, 2015; Stancato, 2006). Da Gloria *et al.* (2021) observaram, em misturas com até 52,5% de bioagregados de madeira, bambu e casca de arroz, que as maiores resistências foram obtidas com menores teores de bioagregado e relações água/cimento mais baixas, alcançando 8,81 MPa aos 28 dias, ou seja, o aumento nas quantidades de bioagregado implicou em reduções de resistência à compressão de até 60%.

Além disso, a alta capacidade de absorção de água das partículas vegetais gera zonas interfaciais heterogêneas e microvazios, prejudicando a adesão e a transferência de tensões entre os componentes do compósito (Liu; Li; Ni, 2022; Mo *et al.*, 2020).

2.2 Biagregados

O termo bioagregado é cada vez mais comum na literatura científica para se referir a partículas lignocelulósicas utilizadas como substituintes totais ou parciais dos agregados minerais em materiais cimentícios (Ratsimbazafy *et al.*, 2021; Ünal *et al.*, 2024). Assim, bioagregados podem ser definidos como partículas sólidas obtidas a partir de resíduos ou subprodutos de biomassa vegetal (madeiras, fibras, cascas, frutos, sementes ou gramíneas) que são incorporadas à matriz cimentícia com o propósito de modificar propriedades físicas, térmicas, microestruturais ou mecânicas do compósito.

De acordo com Ünal *et al.* (2024), a consolidação do termo bioagregado reflete uma evolução conceitual em relação aos primeiros estudos sobre fibras vegetais em matrizes cimentícias, que até meados do século XX se restringiram ao uso de fibras com função de reforço mecânico. Os autores destacam que termo passou a abranger partículas mais grossas, variando tipicamente entre 1 e 20 mm, com morfologias irregulares e estrutura altamente porosa, que atuam não apenas como reforço, mas também como modificadores volumétricos, térmicos ou acústicos.

No cenário internacional, os bioagregados vêm sendo estudados como componentes de bioconcretos e biocompósitos cimentícios, com destaque para aqueles à base de cânhamo, juta e bambu (Ratsimbazafy *et al.*, 2021). O concreto de cânhamo (*hempcrete*) é o caso com maior destaque no mercado, principalmente na Europa, a França, que é líder em produção da planta e aplicação do material. No país, o uso do concreto de cânhamo em isolamentos e paredes não estruturais tem crescido desde os anos 1990, sendo empregado em edifícios públicos e residenciais devido à sua baixa densidade (aproximadamente 275 a 500 kg/m³) e elevadas capacidades de isolamento térmico e acústico (Kinnane *et al.*, 2015; Zaid; Rabiuk; Olabode, 2020). Atualmente, cerca de 121.720 toneladas fibras de cânhamo são produzidas só na França, respondendo por quase 80% da produção europeia de cânhamo (Cortés *et al.*, 2024).

No Brasil, o campo dos bioagregado encontra condições particularmente favoráveis devido à abundância e diversidade de resíduos lignocelulósicos disponíveis, tanto de origem agrícola, quanto florestal. Segundo o Plano Nacional de Resíduos Sólidos (MMA, 2014), a produção anual de resíduos agrícolas no Brasil em 2015 foi estimada em aproximadamente 640 milhões de toneladas. Dessas, cerca de 59,7% foram geradas na região Sudeste, principalmente em São Paulo, devido à produção de cana-de-açúcar, seguida pelas regiões Centro-Oeste, Nordeste, Sul e Norte. A estimativa total de geração de resíduos agrossilvopastoris (que inclui agricultura, pecuária e silvicultura) no Brasil chega a aproximadamente 775 milhões de toneladas por ano, sendo que a maior parte provém da agricultura. (Satyanarayana; Guimarães; Wypych, 2007) e Lopes *et al.* (2023) destacaram que os principais bioagregados estudados no Brasil envolvem serragem de madeira, bagaço de cana-de-açúcar, casca de arroz, casca de café, casca e fibras de coco, endocarpos de frutos tropicais e fibras de sisal, banana e piaçava.

Esses materiais, frequentemente descartados ou subutilizados, representam uma fonte de bioagregados para a produção de concretos leves, painéis e compósitos cimentícios com funções térmicas e estruturais. A combinação de composição lignificada,

morfologia heterogênea e estrutura porosa confere a esses resíduos propriedades diferenciadas de absorção, densidade e aderência, que podem ser ajustadas por tratamentos físicos ou químicos.

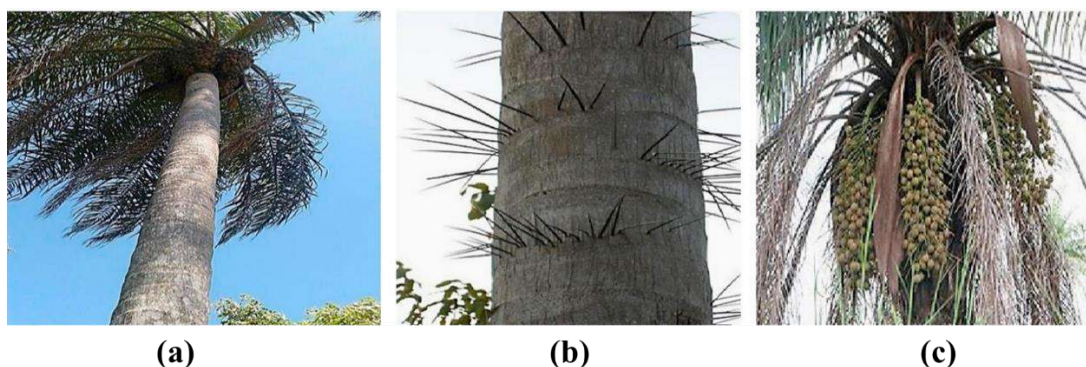
A variedade de materiais lignocelulósicos empregados como bioagregado permite classificações segundo origem, morfologia e grau de consolidação no mercado.

2.3 Macaúba (*Acrocomia Aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart.)

A espécie *Acrocomia aculeata*, conhecida popularmente como macaúba, macaúva, macajá ou macaibeira, é uma palmeira da família Aracaceae, nativa de florestas tropicais e distribuída nas Américas Central e do Sul. A espécie está presente em países como México, Antilhas, Brasil, Argentina e Uruguai, exceto em algumas regiões específicas, como o Equador e o Peru (Amaral, 2007; Duarte *et al.*, 2017; Mota *et al.*, 2011). No Brasil, a macaúba destaca-se por sua abundância, sendo encontrada em quase todo o território nacional, com maior prevalência em estados de Minas Gerais, Goiás, Mato Grosso, Mato Grosso do Sul e Ceará, especialmente em áreas abertas do Cerrado (Lorenzi e Negrelle, 2006; Motta *et al.*, 2002; Vianna e Campos-Rocha, 2020).

A macaúba é uma palmeira de grande porte, atingindo de 10 a 15 metros de altura, com tronco reto e diâmetro entre 20 a 30 cm (Figura 2.3a), caracterizado pela presença de bainha de folhas caídas e acúleos (espinhos) de até 10 cm ao longo do tronco (Figura 2.3b), folhas e inflorescências (Mota *et al.*, 2011; Vianna e Campos-Rocha, 2020). Suas folhas são pinadas, com comprimentos de variam de 3 a 5 metros e uma coloração verde-escura que confere à planta um aspecto imponente. A inflorescência é amarela e composta por cachos pendentes de 80 a 130 cm, protegidos por brácteas que podem alcançar até 2 metros de comprimento (Figura 2.3c) (Nucci, 2007).

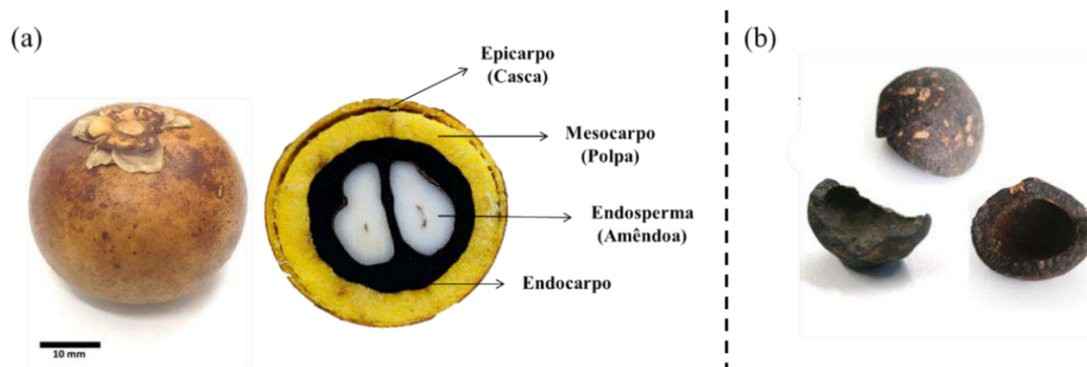
Figura 2.3 - Palmeira de *Acrocomia aculeata* (a); espinhos no tronco (b); e cachos de frutos (c).



Fonte: César *et al.* (2015).

O fruto da macaúba, de formato globular e diâmetro entre 2 e 3,5 cm, possui uma composição rica e diversificada: é composto por aproximadamente 20% de epicarpo (casca), 40% de mesocarpo (polpa), 33% de endocarpo e 7% de amêndoa (Cargnin; Junqueira; Fogaça, 2008) (Figura 2.4a). O endocarpo, uma camada interna rígida e lenhosa (Figura 2.4b), envolve a amêndoa oleaginosa de cor branca, oferecendo proteção natural contra impactos e adversidades ambientais (Scariot; Lleras; Hay, 1991).

Figura 2.4 - Representação do fruto da macaúba: fruto da macaúba (*Acrocromia aculeata*) (a) e endocarpo da macaúba (b).



Fonte: (a) Adaptado de Cargnin, Junqueira; Fogaça (2008); (b) Autor (2024).

A versatilidade da macaúba abrange setores como alimentação, cosmética e energia. As folhas, por exemplo, são utilizadas tanto na alimentação animal quanto na produção de fibras têxteis (Costa; Oliveira; Costa, 2018), o estipe é aproveitado na construção civil e na culinária, como fonte de palmito (Lorenzi e Negrelle, 2006). Entretanto, o principal valor econômico da planta está nos frutos, dos quais são extraídos óleos da polpa e da amêndoa para uso na alimentação humana e animal (Poetsch *et al.*, 2012). Com uma produção estimada de até 25.000 kg de frutos por hectare ao ano, que podem render cerca de 5.000 kg de óleo, a macaúba apresenta produtividade comparável ao dendê (*Elaeis guineensis*), responsável por cerca de 30% do óleo vegetal mundial (Abreu *et al.*, 2011; Mota *et al.*, 2011; Moura *et al.*, 2009). A alta concentração de óleo na polpa (45% a 60% em massa seca) torna a macaúba uma importante matéria-prima na produção de biodiesel (Evaristo *et al.*, 2016).

Contudo, o processamento para a produção de biodiesel gera grandes quantidades de resíduos, incluindo casca, restos de polpa e amêndoa, e endocarpo. Atualmente, estima-se que existam cerca de 4 mil hectares de macaúba plantados no Brasil, concentrados principalmente no Vale do Parnaíba e em projetos-piloto na Bahia. Considerando o potencial de geração de até 19,3 toneladas de resíduos de endocarpo por hectare (Conceição *et al.*, 2013), essa área corresponde a uma produção máxima teórica

de aproximadamente 77 mil toneladas de endocarpo por ano. Em condições reais de cultivo, porém, a produção média tende a ser inferior, situando-se entre 3 e 5 toneladas de endocarpo por hectare, o que resultaria em cerca de 16 a 20 mil toneladas anuais para a área atualmente implantada. Com a expansão planejada pela Acelen Renováveis, que prevê o plantio de até 180 mil hectares nos próximos anos em Minas Gerais e Bahia², o volume potencial de endocarpo poderá alcançar até 3,5 milhões de toneladas por ano sob condições ideais de produtividade (19,3 t/ha). Esses valores são indicativos do rápido crescimento da cadeia produtiva da macaúba e reforçam a necessidade de desenvolver estratégias para o aproveitamento desse resíduo lignocelulósico.

Pesquisas tem explorado o endocarpo em aplicações como carvão ativado (Poetsch *et al.*, 2012; Rios *et al.*, 2014) e biomassa para geração de energia (Poetsch *et al.*, 2012; Silva; Barrichelo; Brito, 1986; Vilas Boas *et al.*, 2010). Mais recentemente, o material tem despertado o interesse como bioagregado alternativo em compósitos cimentícios.

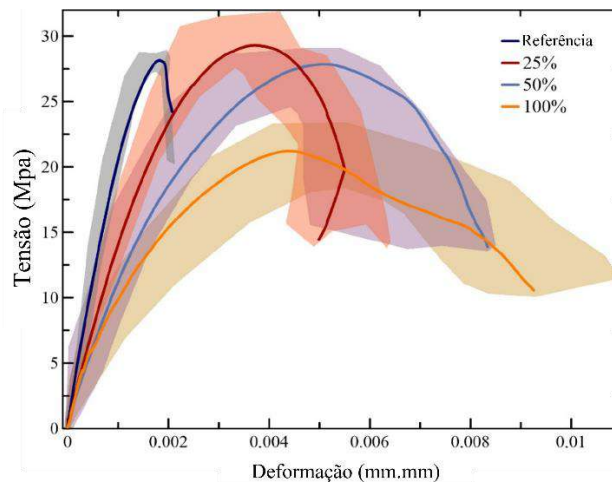
Ferreira *et al.* (2022) avaliaram a aderência por meio de ensaios de arrancamento, comparando agregados convencionais e o endocarpo da macaúba. O agregado mineral iniciou o descolamento da matriz em torno de 270 N e atingiu pico próximo de 320 N, enquanto o endocarpo apresentou um comportamento elástico linear semelhante, porém com carga máxima correspondente a cerca de 55% da obtida pelo agregado mineral, ocorrendo desprendimento completo em aproximadamente 175 N. Apesar da menor resistência de aderência, o bioconcreto mostrou transição mais gradual pós pico, evidenciando um padrão menos frágil e com dissipação de energia mais distribuída.

Andrade *et al.* (2024) avançaram na investigação ao produzir bioconcretos com substituição em volume de 25%, 50% e 100% do agregado graúdo por endocarpo da macaúba. Observou-se que a adição de 25% resultou em ganho de resistência à compressão, atingindo cerca de 30 MPa em comparação a 28 MPa do concreto de referência. Já teores mais elevados (50% e 100%) reduziram a resistência para aproximadamente 26 e 21 MPa, respectivamente (Figura 2.5). O módulo de elasticidade acompanhou essa tendência, decrescendo de 21 GPa no concreto convencional para 15, 10 e 8 GPa conforme o aumento do teor de bioagregado. Por outro lado, a energia de fratura apresentou elevação expressiva, passando de aproximadamente 6 N/mm da

²Acesso em: <https://www.acelen.com.br/comunicacao/acelen-inicia-protocolo-inedito-de-producao-de-macauba>

amostra referência para 10 N/mm com 25 e 50% de substituição, e alcançando valores próximos 17 N/mm com 100% de endocarpo. Apesar do desempenho mecânico satisfatório, os autores relataram a presença de pequenos descolamentos localizados na interface entre bioagregado e matriz, com aberturas médias de cerca de 140 μm , atribuídas principalmente à retração do bioagregado.

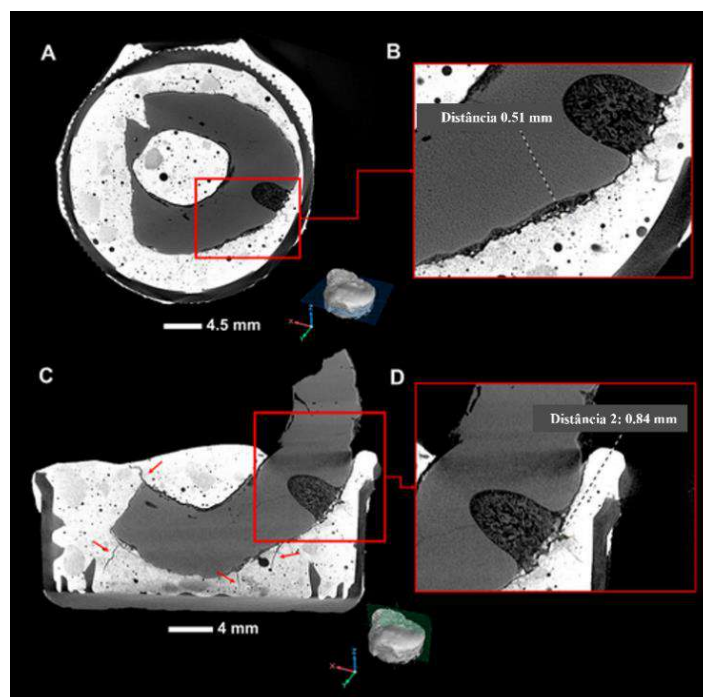
Figura 2.5 - Curvas de tensão $\times$ deformação dos bioconcretos com agregados de endocarpo da macaúba aos 28 dias.



Fonte: Andrade *et al.* (2024)

Araujo *et al.* (2025) complementaram essas observações por meio de análises tridimensionais via microtomografia computadorizada. Os resultados mostraram boa compatibilidade entre endocarpo e matriz, com ausência de vazios contínuos na interface, embora tenham sido identificadas zonas de descolamento com largura de até 0,84 mm e em regiões de maior aderência as aberturas chegaram a cerca de 0,51 mm (Figura 2.6).

Figura 2.6 - Análise microestrutural da interface entre o endocarpo da macaúba e a matriz cimentícia: zona de contato interfacial (a); adesão entre os materiais (b); descolamentos locais por encolhimento (c); entrelaçamento mecânico favorecido pela rugosidade (d).



Fonte: Araújo *et al.* (2025)

As propriedades químicas e físicas do endocarpo reportadas nos estudos ajudam a explicar seu bom desempenho dimensional e com a matriz cimentícia. O elevado teor de lignina (39%) e a baixa absorção de água (9%) conferem menor suscetibilidade à retração e menor variação volumétrica durante a cura, o que contribui para a estabilidade da interface, o que o diferencia de outros resíduos lignocelulósicos mais higroscópicos, como cascas e fibras vegetais. Ferreira *et al.* (2022) destacaram ainda que mucilagens, ceras e sacarídeos remanescentes presentes na superfície do bioagregado podem retardar a hidratação do cimento, efeito que pode ser atenuado com a aplicação de tratamentos ou com o uso de aceleradores como $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Esses resultados mostram que o endocarpo da macaúba é um bioagregado promissor, capaz de reduzir densidade, aumentar tenacidade e, em teores moderados (por exemplo 25%), manter ou até melhorar a resistência à compressão. Ainda assim, a adesão com a matriz cimentícia apresenta limitações associadas à heterogeneidade superficial do endocarpo, à sua retração interna e à presença de extrativos, e essas limitações se refletem em reduções de módulo e em descolamentos localizados observados por microCT.

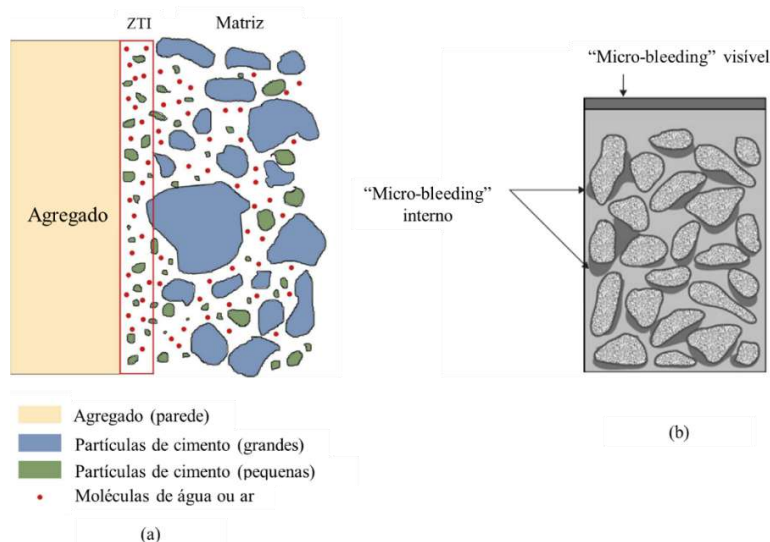
2.4 Interface agregado-matriz

A Zona de Transição Interfacial (ZTI) no concreto é uma região fina e heterogênea que se forma a redor dos agregados durante o processo de hidratação do cimento. Essa região é caracterizada por alta porosidade e é considerada uma das áreas mais frágeis do concreto, sendo um ponto crítico para a propagação de fissuras (Scrivener; Crumbie; Laugesen, 2004). Dois fenômenos principais são discutidos na literatura como responsáveis pela formação da ZTI: o “efeito parede” e o efeito de “micro-bleeding” (Mehta e Monteiro, 2006; Scrivener; Crumbie; Laugesen, 2004).

O “efeito parede” ocorre quando os agregados são incorporados à matriz cimentícia, interrompendo o empacotamento natural das partículas de cimento ao redor de suas superfícies (Scrivener e Pratt, 1996). Isso se deve à dificuldade das partículas de cimento em se acumular uniformemente nessa região, criando zonas de menor densidade e maior porosidade, além de um aumento local da relação água/cimento ao redor dos agregados (Figura 2.7a) (Gao *et al.*, 2013b, 2013a; Wang *et al.*, 2021).

Já o efeito de “*micro-bleeding*” ocorre devido à ação da gravidade, que provoca a migração de moléculas de água para as regiões inferiores dos agregados. Isso resulta em uma acumulação local de água na base dos agregados, alterando a microestrutura da ZTI, tornando a região fraca e facilmente propensa a microfissuras, contribuindo para a fragilidade dessa região (Figura 2.7b) (Mehta e Monteiro, 2006).

Figura 2.7 - Ilustração do “efeito parede” (a); e efeito “*micro-bleeding*” (b).



Fonte: (a) Wang *et al.* (2021); (b) Mehta e Monteiro (2006).

Diversos fatores afetam a microestrutura da ZTI, influenciando diretamente suas propriedades mecânicas e, conseqüentemente, o desempenho global do concreto.

A relação água/cimento (a/c) é um dos principais fatores que influenciam a ZTI. Quando a a/c é elevada, há uma maior quantidade de água disponível ao redor dos agregados, o que resulta em uma microestrutura mais porosa na ZTI (Elsharief; Cohen; Olek, 2003; Gao *et al.*, 2018). Isso ocorre porque o excesso de água impede o empacotamento eficiente das partículas do cimento, criando áreas mais frágeis (Mehta e Monteiro, 2006). Por outro lado, a redução da a/c promove uma densificação da ZTI, diminuindo sua porosidade e aumentando sua resistência (Gao *et al.*, 2018). Além disso, a adição de materiais minerais finos, como sílica ativa, cinzas e metacaulinita, desempenha um papel importante no preenchimento dos poros e na melhoria das características da ZTI, tornando-a mais compacta e menos suscetível à formação de microfissuras (Gao *et al.*, 2023; Golewski, 2018; Nežerka *et al.*, 2019).

O tempo de cura também influencia significativamente as propriedades da ZTI. À medida que o concreto cura, os produtos de hidratação do cimento preenchem os poros da ZTI, aumentando sua densidade e resistência (Gao *et al.*, 2014). Curas prolongadas permitem uma maior hidratação e, portanto, uma melhor qualidade da ZTI (Elsharief; Cohen; Olek, 2003).

Ainda, os agregados utilizados no concreto têm uma influência direta na ZTI. Agregados de maior rugosidade superficial promovem uma melhor aderência com a matriz, resultando em uma ZTI mais forte e menos propensa a falhas (Hilal, 2021; Lyu *et al.*, 2020). Além disso, o tamanho e distribuição dos agregados impactam a espessura da ZTI: agregados menores e mais bem distribuídos tendem a formar zonas de transição mais finas e densas (Basheer; Basheer; Long, 2005; Lyu *et al.*, 2020; Naija e Miled, 2022). O tipo de agregado, especialmente no caso de materiais com alta absorção de água, como agregados vegetais, pode intensificar a absorção de água na ZTI, influenciando negativamente sua resistência e aumentando a porosidade (Chen *et al.*, 2022; Zhu *et al.*, 2023).

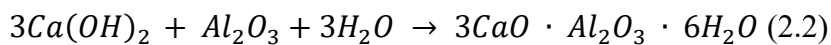
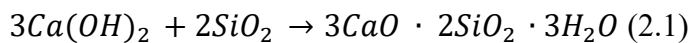
Assim como ocorre em agregados minerais, os agregados vegetais também interrompem o empacotamento das partículas de cimento ao seu redor. No entanto, a superfície dos agregados vegetais tende a ser mais irregular e pode apresentar uma maior absorção de água, dependendo de sua porosidade natural (Zhu *et al.*, 2023). Isso poderia amplificar o efeito de aumento local da relação a/c , criando zonas mais porosas e uma ZTI mais espessa. Por outro lado, tratamentos de superfície, como o recobrimento com polímeros, podem minimizar esse efeito, criando uma interface mais coesa entre o agregado vegetal e a matriz cimentícia (Chen, Xiang *et al.*, 2024b).

2.5 Tratamentos de otimização

2.5.1 Uso de Matérias Cimentícias Suplementares (MCS)

Os Materiais Cimentícios Suplementares (MCS) são considerados alternativas eficientes para a modificação da matriz cimentícia, devido à sua capacidade de melhorar as propriedades mecânicas e a durabilidade dos compósitos cimentícios. Os MCS geralmente atuam na melhora da densidade de empacotamento, reduzem a permeabilidade e aumentam a resistência por meio de reações pozolânicas (Jabbar, 2023).

De acordo com a ASTM C593 (2019), as pozolanas são materiais silicosos ou alumino-silicosos que, embora não possuam propriedades cimentantes por si só, reagem com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) liberado durante a hidratação do cimento Portland, formando compostos secundários como o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o aluminato de cálcio hidratado (C-A-H). Essas reações, conhecidas como reações pozolânicas, podem ser representadas pelas Equações 2.1 e 2.2 (Lin; Alengaram; Ibrahim, 2023; Papadakis, 1999):



Essas reações ocorrem de forma mais lenta que a hidratação direta do cimento, mas são essenciais para a densificação da microestrutura, o preenchimento dos poros e a melhoria das propriedades mecânicas e de durabilidade a longo prazo (Hoppe Filho *et al.*, 2013; Montgomery; Hughes; Williams, 1981).

Entre os MCS mais empregados em concretos e argamassas, destacam-se a metacaulinita e a cinza volante, que se diferenciam pela origem, composição química e desempenho reativo da matriz cimentícia.

2.5.2 Metacaulinita

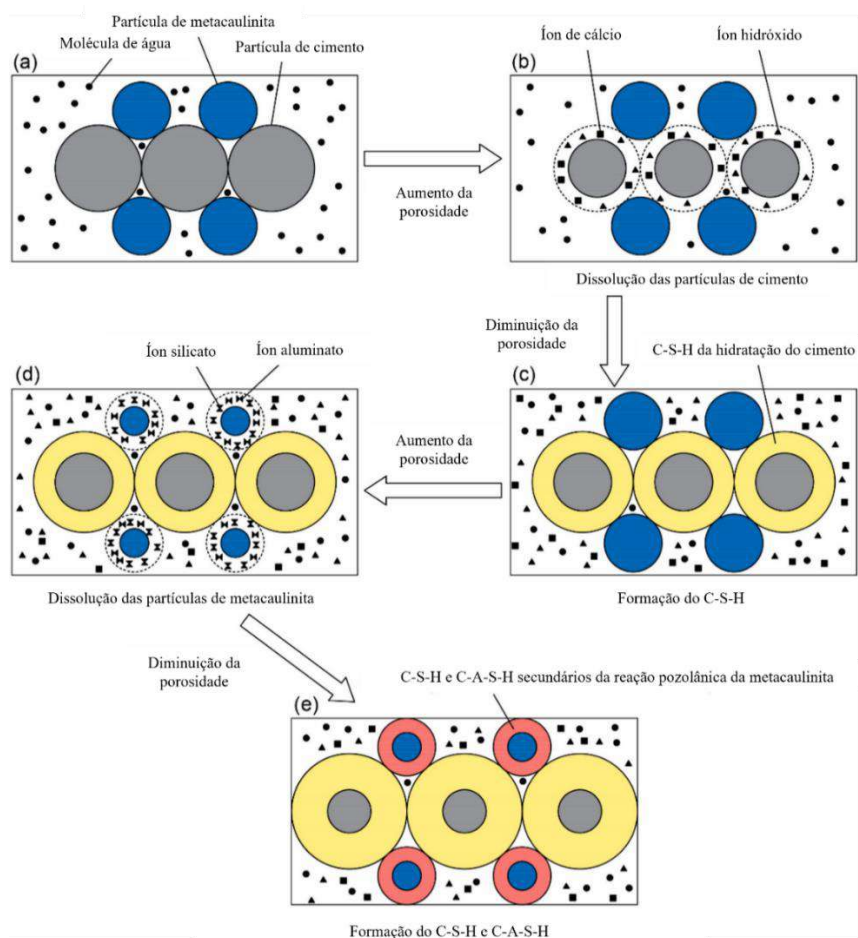
A metacaulinita é obtida pela calcinação controlada da caulinita a temperaturas de 650°C e 900°C, processo que promove a desidratação da caulinita, transformando-a em um material amorfo com propriedades pozolânicas (He; Osbaeck; Makovsky, 1995; Murat, 1983). Quando a metacaulinita é adicionada a pasta de cimento, inicialmente interage com o hidróxido de cálcio produzido durante a hidratação do cimento. A reação pozolânica resulta, primeiramente, na formação de C-S-H adicional, que é a principal fase de resistência do concreto, promovendo a densificação da microestrutura da pasta cimentícia (Antoni *et al.*, 2012; Cai *et al.*, 2018).

No processo de hidratação ilustrado na Figura 2.8, é possível observar que, inicialmente, a porosidade da pasta de cimento está associada à rede de poros formada pelo empacotamento das partículas de cimento antes da hidratação (Figura 2.8a). Quando o cimento entra em contato com a água, inicia-se a dissolução das partículas de cimento, liberando íons de cálcio e hidroxila na solução aquosa (Figura 2.8b) (Xiao e Li, 2009). Isso faz com que a porosidade aumente temporariamente, pois os espaços entre as partículas de cimento se expandem. Conforme a hidratação avança, os produtos hidratados (como o C-S-H e a etringita) começam a preencher os espaços entre as partículas de cimento, o que diminui a porosidade (Figura 2.8c) (Liu; Zhang; Jiang, 2014; Xiao e Li, 2009). Esse processo reduz os vazios porque os produtos formados tem maior volume do que as partículas de cimento (Lam; Wong; Poon, 2000; Xiao e Li, 2009).

No caso de pastas misturadas com metacaulinita, a porosidade inicialmente diminui rapidamente, já que as partículas finas de metacaulinita preenchem os espaços entre as partículas de cimento, densificando a microestrutura. No entanto, em estágios posteriores, a porosidade pode aumentar novamente conforme a metacaulinita começa a se dissolver na solução alcalina, liberando íons de silicato e aluminato, o que permite a formação de mais produtos hidratados, como o C-S-H secundário (Figura 2.8d).

Com o tempo, a reação pozolânica da metacaulinita com a solução alcalina do cimento gera produtos adicionais, como C-S-H e C-A-S-H, que continuam a preencher os poros e tornam a estrutura mais densa (Figura 2.8e) (Antoni *et al.*, 2012; Cai *et al.*, 2018; Frías e Cabrera, 2000). Isso é particularmente positivo na ZTI entre agregado e matriz, onde a presença de cristais CH alinhados, que geram espaços vazios, pode criar pontos fracos.

Figura 2.8 - Esquema do processo de hidratação inicial para pastas de cimento com adição de metacaulinita.



Fonte: Cai *et al.* (2021).

2.5.3 Cinza Volante

A cinza volante é um subproduto da queima de carvão em usinas termelétricas, utilizada como material pozolânico devido à presença de fases vítreas ricas em sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3). Dependendo de sua composição, pode não ter apenas desempenho pozolânico, mas também atividade hidráulica (Giergiczny, 2006; Thomas, 2013).

Nas cinzas de baixo teor de cálcio, o efeito predominante é o pozolânico. Os compostos amorfos reagem lentamente com o hidróxido de cálcio liberado durante a hidratação do cimento Portland, formando produtos secundários, como C-S-H e C-A-H, que refinam os poros e aumentam a durabilidade do concreto (Hoppe Filho *et al.*, 2013; Montgomery; Hughes; Williams, 1981). Já as cinzas de alto teor de cálcio apresentam também atividade hidráulica, como C-S-H e etringita, mesmo na ausência de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Thomas, 2013; Zeng *et al.*, 2012).

Além do efeito químico, a cinza volante exerce influência sobre as propriedades físicas das misturas cimentícias. Sua morfologia esférica e granulometria fina atuam

como lubrificante, melhorando a reologia, reduzindo a demanda de água e promovendo uma microestrutura mais compacta (Hemalatha e Ramaswamy, 2017; Thomas, 2013).

Outro aspecto importante na reação da cinza volante com a matriz cimentícia é o efeito de nucleação heterogênea que ela proporciona. As partículas de cinza volante, devido à sua natureza física, servem como sítios de nucleação de produtos hidratados (Figura 2.9) (Zeng *et al.*, 2012). Isso significa que as superfícies das partículas de cinza volante facilitam a precipitação de íons dissolvidos, como cálcio e silicato, resultando na formação de produtos cimentantes como o C-S-H ao redor das partículas de cinza (Zeng e Li, 2015). Esse efeito de nucleação acelera a hidratação do cimento, levando a uma distribuição mais uniforme dos produtos de hidratação e a uma densificação da matriz, o que é fundamental para o aumento da resistência e durabilidade do material (Sun e Lee, 2020; Yang *et al.*, 2021).

Figura 2.9 - Microscopia eletrônica de varredura de sítios de nucleação na superfície da cinza volante em pastas contendo 20% de cinza volante, após 7 dias de cura.



Fonte: (Zeng e Li, 2015).

2.5.4 Dosagem de Materiais Cimentícios Suplementares (MCS)

A adoção de MCS é uma estratégia eficaz para melhorar as propriedades mecânicas e a durabilidade do concreto. Pesquisas mostram que a substituição de 5% a 20% do cimento por MCS resulta em melhorias significativas, dependendo do tipo utilizado (Fode; Jande; Kivevele, 2023).

Dinakar, Sahoo; Sriram (2013) demonstraram que a substituição de cimento por metacaulinita em concretos com relação água/aglomerante de 0,3 pode resultar em concretos de alta resistência e desempenho, atingindo valores superiores a 100 MPa de resistência à compressão. A substituição ideal de 10% de cimento Portland por metacaulinita proporcionou as melhores propriedades mecânicas, com a maior resistência

à compressão, atribuída ao efeito de diluição do cimento. Além disso, esses concretos apresentaram uma resistência à tração por ruptura de cerca de 5,15% da resistência à compressão aos 20 dias, bem como módulos de elasticidade elevados, acompanhando a tendência da resistência à compressão.

Cunha *et al.* (2008) investigaram a reatividade pozolânica de um metacaulim comercial brasileiro, utilizando pastas de cimento Portland tipo II com substituições de 10 a 40% em massa. A análise térmica revelou que, à medida que o nível de substituição do cimento por metacaulinita aumenta, há uma maior formação de fases como etringita e tobermorita, devido às reações pozolânicas da metacaulinita. O aumento na substituição também eleva a quantidade de água combinada, decorrente da maior produção de hidratos, enquanto reduz o teor de hidróxido de cálcio.

O estudo de Zeng e Li (2015) mostrou que com o avanço do tempo de cura, pastas cimentícias com maior teor de cinza volante (40% e 60%) apresentam uma maior área superficial específica. Isso se deve à dois fatores principais: (1) o efeito da diluição, que aumenta a relação água/cimento, permitindo a formação de produtos de hidratação mais porosos, como o C-S-H, e (2) a superfície da cinza volante, que facilita a nucleação de íons, promovendo a formação de géis. Esses resultados mostram-se positivos, pois contribuem para uma microestrutura mais refinada e maior durabilidade do concreto a longo prazo. Por outro lado, há uma diluição da fase cimentante ativa, que pode comprometer a resistência mecânica inicial do concreto, especialmente em idades jovens (Skibsted e Snellings, 2019). Portanto, há um equilíbrio necessário para maximizar os benefícios sem comprometer a resistência inicial.

Estudos sugerem que o uso de 30% a 40% de metacaulinita e 40% de cinza volante em compósitos cimentícios com materiais lignocelulósicos oferece um equilíbrio ideal entre durabilidade, resistência e trabalhabilidade (Ferreira *et al.*, 2015; Lima e Toledo Filho, 2008).

2.6 Tratamentos de superfície: recobrimento

Como abordado nos tópicos anteriores, a modificação da microestrutura da ZTI pode melhorar as propriedades do concreto. Dentre as estratégias mais reconhecidas para essa otimização, destacam-se os tratamentos de superfície dos agregados, que podem promover melhores condições para a adesão entre matriz e agregado, além de controlar propriedades críticas, como absorção de água e retração (Ping e Beaudoin, 1992; Raman e Ramasamy, 2021; Sun e Lee, 2020).

Os tratamentos de superfície dos agregados envolvem diversas abordagens, como o uso de recobrimentos minerais, nanopartículas, adições pozolânicas e polímeros. Os recobrimentos minerais incluem materiais à base de cimento, cal ou gesso, que agem predominantemente por reação de hidratação e preenchimento físico dos poros superficiais (Akinyemi e Adesina, 2021; Raman e Ramasamy, 2021; Silva *et al.*, 2020). Os pozolânicos, por outro lado, envolvem materiais ricos em sílica e alumina reativa, como metacaulim, cinza volante e sílica ativa, que reagem quimicamente com o Ca(OH)_2 liberado na hidratação do cimento, formando produtos secundários (C–S–H e C–A–S–H) (Kim *et al.*, 2005; Shaban *et al.*, 2019; Siletani *et al.*, 2024; Xiao e Li, 2009).

Já os nanomateriais, como a nanosílica, atuam como agentes pozolânicos quanto como preenchedores nanométricos, reduzindo porosidade e promovendo uma interface mais densa (Papadakis, 1999; Rashad *et al.*, 2020). A imersão de agregados reciclados em solução de nanosílica (SiO_2) mostrou redução da espessura da ZTI e da porosidade nas regiões adjacentes ao agregado (0–10 μm) (Lyu *et al.*, 2022).

Em relação aos recobrimentos poliméricos, o mecanismo de atuação baseia-se na formação de um filme contínuo sobre a superfície do agregado, que atua simultaneamente como barreira física à absorção de água, como meio de ancoragem mecânica e, dependendo da composição do polímero, como ponte química com a matriz cimentícia. Nem todos os polímeros possuem a mesma capacidade de formar ligações químicas, pois isso depende da presença de grupos funcionais polares, como carboxila ($-\text{COOH}$), hidroxila ($-\text{OH}$) ou amina ($-\text{NH}_2$), capazes de interagir com os íons de cálcio (Ca^{2+}) e com os grupos hidroxila da matriz. Polímeros apolares, como o polietileno, apresentam apenas aderência física, enquanto copolímeros funcionais como o estireno-butadieno (SBR) e estireno-butadieno carboxilado (XSBR), apresentam potencial de ancoragem química (Ferreira *et al.*, 2020; Fidelis *et al.*, 2019; Guimarães *et al.*, 2024).

O copolímero de estireno-butadieno (SBR) é amplamente utilizado em matrizes cimentícias. Rossignolo e Agnesini (2002) observaram que concretos com agregados leves modificados com SBR apresentaram aumento da resistência à tração próximo de 10% (polímero/cimento = 5%) e 18% (polímero/cimento = 10%), além de aumento da resistência à flexão entre 16% e 26%, em relação às amostras sem tratamento. Patel *et al.* (2019) também observaram, por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), que o SBR promoveu refinamento da microestrutura da interface agregado-matriz e aumento da resistência à compressão axial de 34 MPa para 42 MPa aos 90 dias, em misturas com agregados leves e cinza volante.

A versão carboxilada do SBR, conhecida como copolímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR) tem sido utilizada como recobrimento polimérico em materiais de origem lignocelulósica. A introdução de grupos carboxila ($-\text{COOH}$) no copolímero aumenta sua polaridade e afinidade química com superfícies vegetais que contêm grupos hidroxila ($-\text{OH}$), principalmente oriundos da celulose e hemiceluloses, visto que essas interações químicas resultam em pontes de hidrogênio e ligações iônicas entre o polímero e os produtos de hidratação do cimento, formando uma rede híbrida interfacial (Ferreira *et al.*, 2020; Fidelis *et al.*, 2019).

Ferreira *et al.* (2020) demonstraram que o recobrimento com XSBR aumentou significativamente a carga máxima de arrancamento de fibras vegetais, passando de 0,24 para 0,49 MPa para fibras de sisal, de 0,21 para 0,52 MPa em fibras de curauá e de 0,39 para 0,78 MPa em fibras de juta.

Guimarães *et al.* (2024) observaram que a incorporação de nanofibrilas de celulose (CNF) ao XSBR potencializou os efeitos do recobrimento, aumentando a carga máxima de arrancamento em cerca de 53% e a energia dissipada durante o ensaio em 63%, o que confirma a ação conjunta entre o polímero e a CNF na formação de uma rede tridimensional contínua.

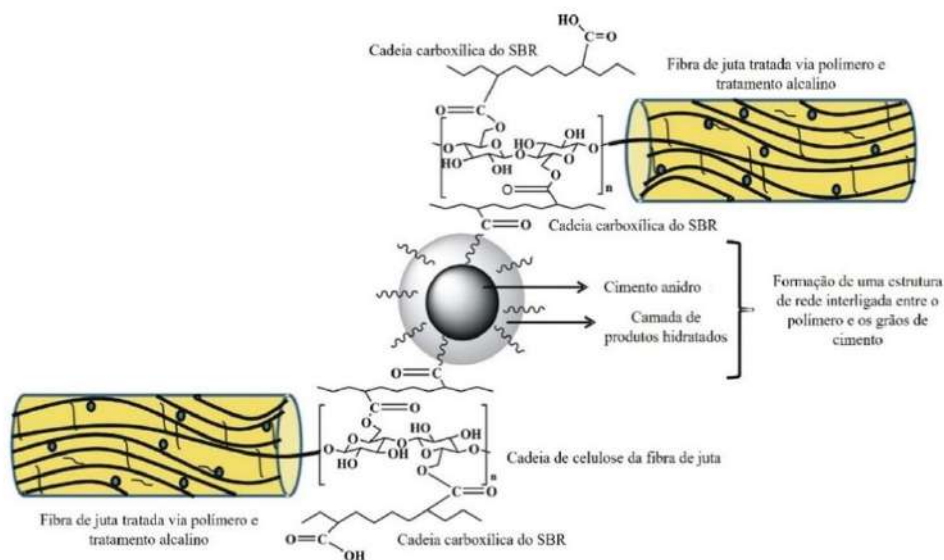
Esses avanços se somam aos observados por Fidelis *et al.* (2019), que verificaram via microscopia eletrônica de varredura superfícies mais uniformes e pontos de ancoragem em fibras de juta tratadas com polímero, resultando em incremento da tensão de cisalhamento de até 100% para embebimentos curtos. De forma semelhante, Jo; Chakraborty; Yoon (2014) evidenciaram também por microscopia, a formação de uma microestrutura mais compacta e uma película polimérica coerente que reduz a porosidade da matriz cimentícia, recuperando o atraso na hidratação causado pela fibra natural e melhorando o desempenho do compósito.

Apesar desses ganhos, alguns estudos relatam que os efeitos positivos na adesão podem diminuir ao longo de envelhecimento, principalmente em matrizes com alto teor de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, devido à degradação dos grupos funcionais do polímero. A adição de pozolanas, como o metacaulim, mostram-se como uma estratégia eficaz para mitigar essa degradação (Fidelis *et al.*, 2016).

A atuação do polímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR) na interface fibra/matriz pode ser compreendida a partir da formação de uma rede interligada entre as cadeias poliméricas e os produtos de hidratação do cimento. A Figura 2.10 ilustra o mecanismo proposto, no qual grupos carboxila ($-\text{COOH}$) do SBR interagem

quimicamente com grupos hidroxila (-OH) da celulose e com íons de cálcio (Ca^{2+}) da matriz cimentícia, originando pontes químicas e ligações de hidrogênio. Esse processo resulta em uma camada interfacial híbrida, na qual o polímero atua como uma ponte entre o bioagregado e a matriz, promovendo maior continuidade e coesão na zona de transição interfacial (ZTI).

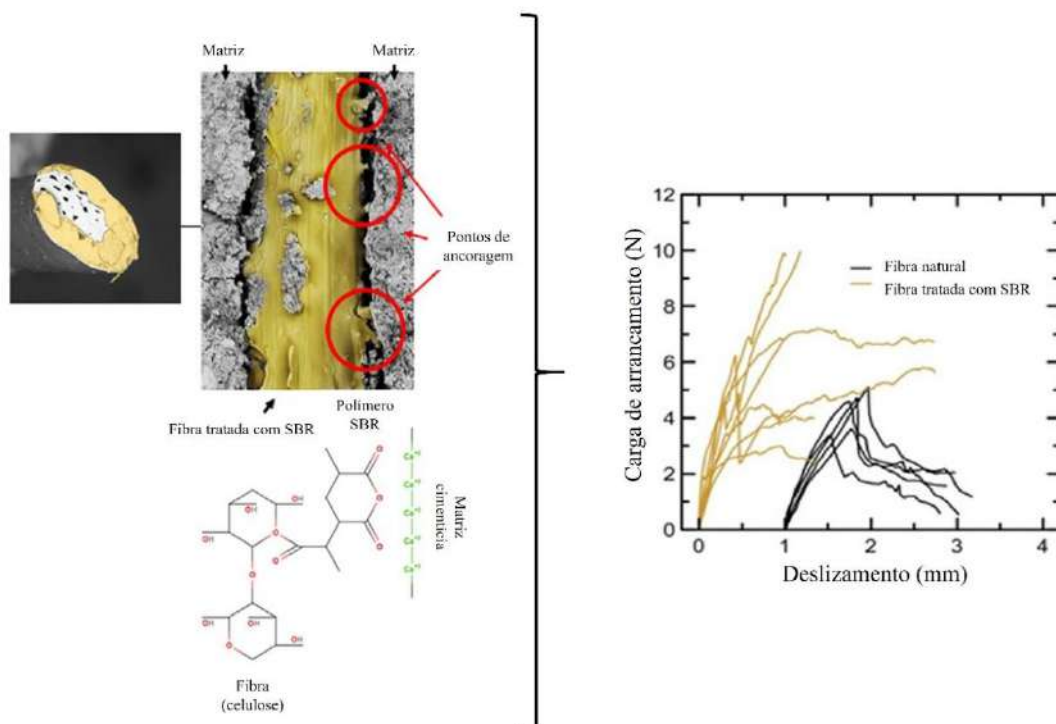
Figura 2.10 - Esquema ilustrativo das interações químicas entre o polímero carboxilado SBR, a fibra vegetal e a matriz cimentícia.



Fonte: (Jo; Chakraborty; Yoon, 2014)

Além das interações químicas, o recobrimento polimérico também gera efeitos físicos importantes. A presença do filme de XSBR na superfície da fibra favorece o ancoramento mecânico e a formação de uma interface mais densa, como evidenciado por imagens de microscopia eletrônica (Figura 2.11). Observa-se que o polímero recobre a superfície da fibra e penetra parcialmente na matriz, criando pontos de ancoragem que dificultam o deslizamento e aumentam a resistência de adesão. O gráfico de arrancamento apresentado na Figura 2.11 confirma essa observação, mostrando que fibras tratadas com XSBR suportam maiores cargas e apresentam maior energia de arrancamento em comparação com fibras não tratadas.

Figura 2.11 - Micrografia da interface fibra/matriz em amostras tratadas com SBR carboxilado e curva de arrancamento mostrando o aumento da carga máxima e da energia de adesão devido ao recobrimento polimérico.



Fonte: Adaptado de Ferreira *et al.* (2020)

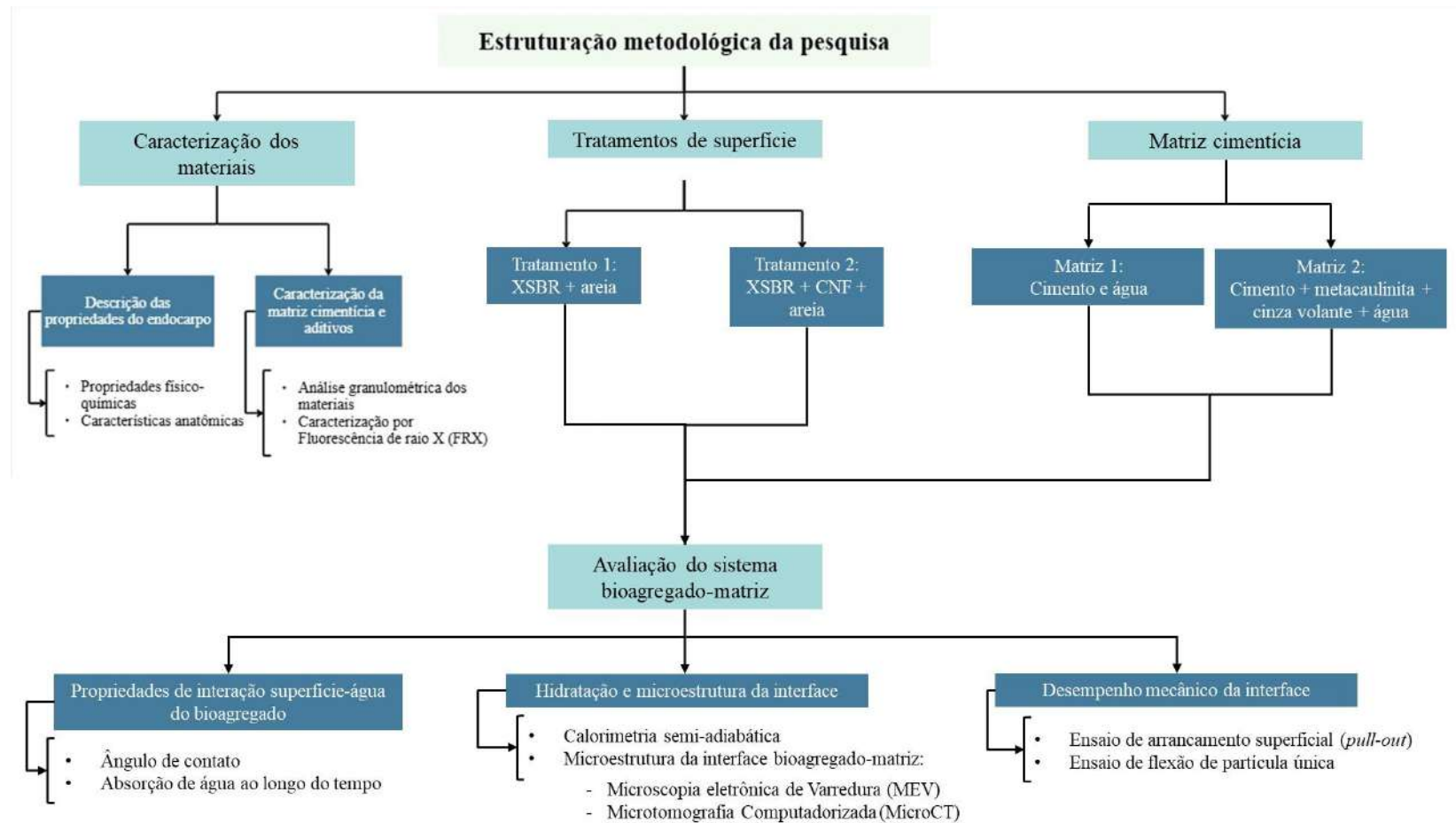
Esses resultados demonstram que o polímero XSBR atua em escalas químicas, físicas e mecânicas, melhorando a compatibilidade entre os constituintes e a resistência interfacial. Em compósitos cimentícios com bioagregados, tais mecanismos são particularmente relevantes, uma vez que as superfícies lignocelulósicas tendem a apresentar baixa energia de adesão e alto teor de grupos hidrofóbicos, dificultando a interação direta com os produtos de hidratação do cimento.

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

A pesquisa foi conduzida em quatro etapas principais, conforme apresentado no esquema metodológico da pesquisa (Figura 3.1):

- a) **Caracterização e descrição dos materiais:** caracterização da matriz cimentícia e dos aditivos utilizados, além da descrição química, anatômica e física do endocarpo (realizada em trabalhos anteriores). Incluiu ainda a obtenção das nanofibrilas de celulose (CNF);
- b) **Tratamentos superficiais:** modificação da superfície do endocarpo por meio da aplicação de recobrimentos com polímero estireno-butadieno carboxilado (XSBR) e com XSBR associado às CNF, ambos combinados com areia, resultando em um bioagregado com superfície funcionalizada;
- c) **Preparação e modificação da matriz cimentícia:** produção de duas matrizes, uma de referência (cimento e água) e outra modificada com a incorporação de metacaulinita e cinza volante, permitindo a análise da influência da composição da matriz na interface bioagregado–matriz;
- d) **Avaliação da interface bioagregado-matriz:** caracterização da interface por meio das propriedades de interação superfície–água do bioagregado, da hidratação e microestrutura da interface e do desempenho mecânico interfacial.

Figura 3.1 - Estruturação metodológica da pesquisa



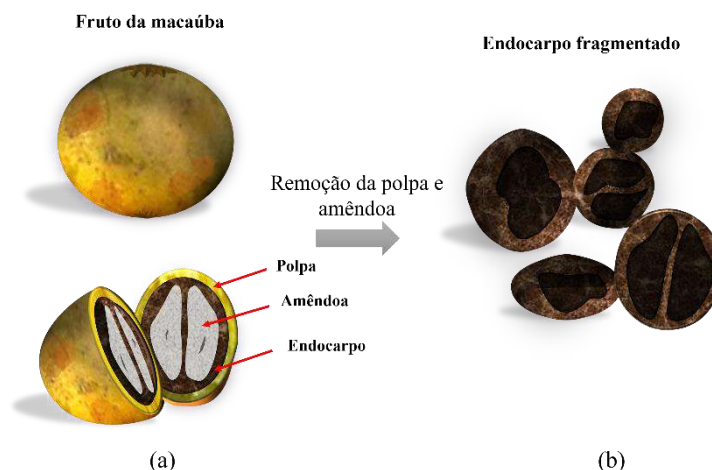
3.1 Materiais

3.1.1 Endocarpo da macaúba (*Acrocomia aculeata*)

3.1.1.1 Processo de obtenção

O endocarpo da macaúba (*Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart.) que foi utilizado como bioagregado neste estudo foi previamente caracterizado em trabalhos anteriores (Andrade *et al.*, 2024; Ferreira *et al.*, 2022). O material foi obtido após a remoção da polpa e processado por centrifugação para separar a amêndoa, resultando em partículas fragmentadas com média de 3 cm de diâmetro, conforme o processo ilustrado na Figura 3.2.

Figura 3.2 - Esquema de obtenção das partículas do endocarpo. (a) representação do fruto da macaúba e suas partes e (b) endocarpo fragmentado após a retirada da amêndoa.



Fonte: Adaptado de Andrade *et al.* (2024).

3.1.1.2 Propriedades do bioagregado

O endocarpo da macaúba (*Acrocomia aculeata*) apresenta características físico-químicas e morfológicas que influenciam diretamente sua interação com a matriz cimentícia, sendo determinantes para a adesão e o desempenho mecânico do bioconcreto. Pesquisas anteriores determinaram as principais características desse material, conforme resumido na Tabela 3.1 (Andrade *et al.*, 2024; Ferreira *et al.*, 2022).

Tabela 3.1 - Principais propriedades do endocarpo da macaúba.

Propriedade	Valor	Fonte
Densidade básica, ρ_b (g/cm ³)	1,23 $\pm$ 0,1	
Absorção de água (%)	9,05 $\pm$ 0,1	
Variação volumétrica (%)	6,75 $\pm$ 1,1	
Extrativos totais (%)	3,10 $\pm$ 0,3	Andrade <i>et al.</i> , 2024; Ferreira <i>et al.</i> , 2022
Lignina insolúvel (%)	39,6 $\pm$ 0,2	
Holocelulose (%)	52,64 $\pm$ 0,1	
pH	5,24	
Resistência à compressão (MPa)	3,01 $\pm$ 1,63	
Carga de arrancamento (N)	176 $\pm$ 3,2	

A densidade básica do endocarpo (1,23 g/cm³) é expressivamente menor que a de agregados minerais como a brita, que apresentam aproximadamente 2,85 g/cm³ (Gerin; Sales; Nardin, 2020), mas superior à de diversos materiais lignocelulósicos, como madeiras (0,7-0,8 g/cm³) e partículas de bambu (1,4 g/cm³) (Da Gloria *et al.*, 2021). Essa combinação de elevada rigidez e peso reduzido confere potencial de aplicação como bioagregado leve, capaz de reduzir a massa específica do compósito sem comprometer significativamente sua resistência.

O endocarpo da macaúba apresenta baixa absorção de água (9%) e variação volumétrica limitada (6,8%), o que indica boa estabilidade dimensional e menor risco de variação volumétrica ou microvazios na interface matriz-agregado. Em relação a outros materiais lignocelulósicos, como partículas de bambu (109%) e serragem de madeira (100%) (Da Gloria *et al.*, 2021), o endocarpo tem características higroscópicas mais controladas, favorecendo a aderência com a matriz cimentícia.

Do ponto de vista químico, a composição lignocelulósica do endocarpo se destaca pelo alto teor de lignina (39,6%) e baixo conteúdo de extrativos (3,10%), valores superiores aos observados em madeiras de folhosas e coníferas (Lourenço e Pereira, 2018). A alta lignificação confere resistência à compressão e rigidez, além de maior estabilidade química e durabilidade frente ao ambiente alcalino do cimento.

3.1.1.3 Morfologia e superfície do bioagregado

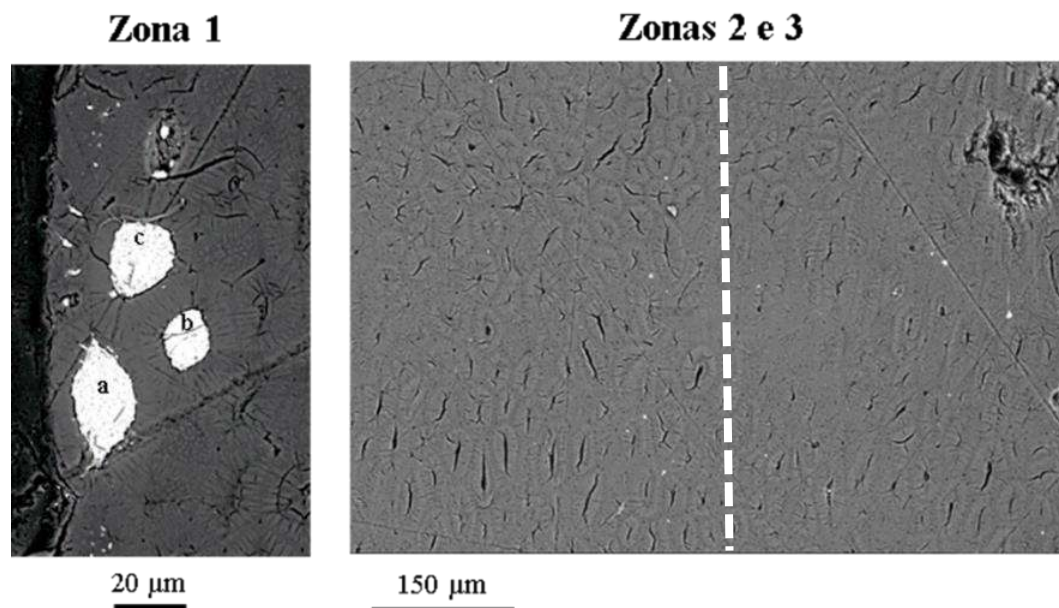
A morfologia e as características superficiais do endocarpo da macaúba estão dispostas na Tabela 3.2. A combinação de forma semi-elipsoidal, superfície heterogênea e estrutura celular lignificada favorece a ancoragem mecânica e contribui para a transferência de tensões entre o bioagregado e a matriz (Andrade *et al.*, 2024; Ferreira *et al.*, 2022).

Tabela 3.2 - Aspectos morfológicos do endocarpo da macaúba.

Característica	Valor/Descrição	Fonte
Rugosidade superficial (Ra)	313 μm	Andrade <i>et al.</i> (2024); Ferreira <i>et al.</i> (2022)
Rugosidade da seção fraturada (Ra)	24 μm	
Forma	Semi-elipsoidal	
Presença de Sílica (SiO_2)	Áreas de acúmulo nos lúmens	
Estrutura celular	Células hexagonais com lúmen central	

O endocarpo apresenta três zonas estruturais distintas na seção transversal (Figura 3.2). A zona externa é mais densa e contém acúmulos de sílica em estruturas semelhantes à lumens, conferindo maior dureza e resistência ao desgaste. A zona intermediária é composta por células menores e uniformes, já a zona interna apresenta maior heterogeneidade celular e ocorrência de fissuras e lumens alongados.

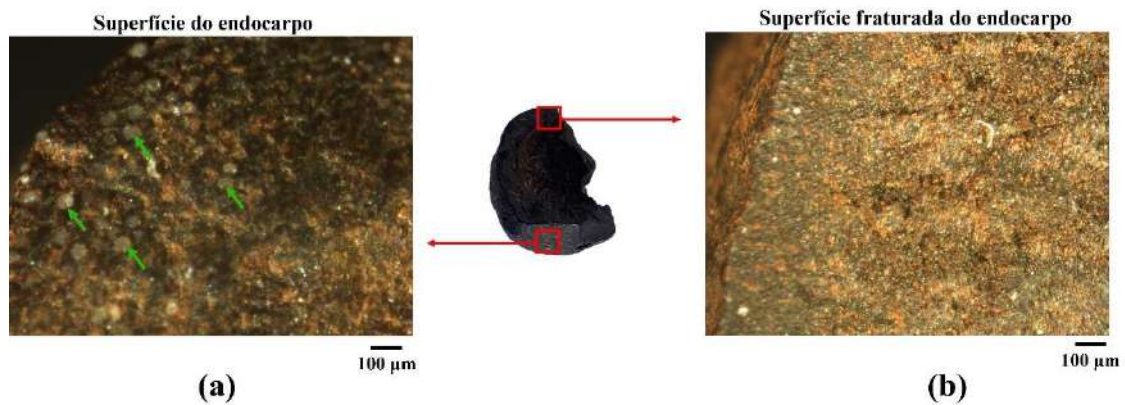
Figura 3.3 - Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) das distintas zonas da seção transversal do endocarpo da macaúba; acúmulos de sílica indicados pelas letras a, b, c.



Fonte: Ferreira *et al.* (2022).

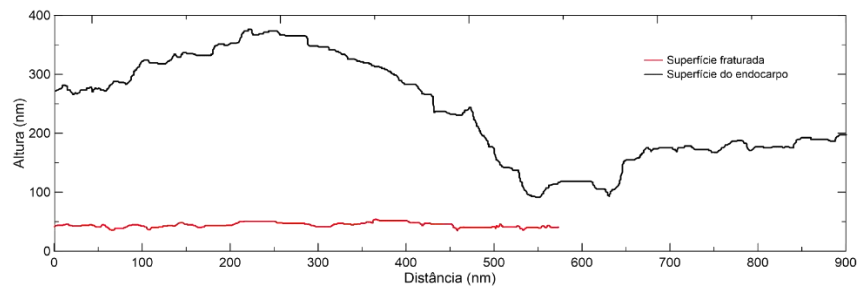
A microscopia mostra a presença acúmulos de sílica distribuídas nas regiões superficiais (Figura 3.4). O endocarpo apresenta rugosidade distinta entre a superfície externa lisa ($Ra= 24 \mu\text{m}$) a superfície fraturada ($Ra= 313 \mu\text{m}$) (Figura 3.5). Essa diferença é particularmente relevante, pois, durante a mistura com a pasta cimentícia, a porção fraturada do endocarpo tende a interagir mais intensamente com a matriz, promovendo ancoragem mecânica localizada, enquanto as regiões lisas podem atuar como pontos potenciais de descolamento parcial.

Figura 3.4 - Microscopia de luz das superfícies do endocarpo da macaúba.



Fonte: Andrade *et al.*, 2024.

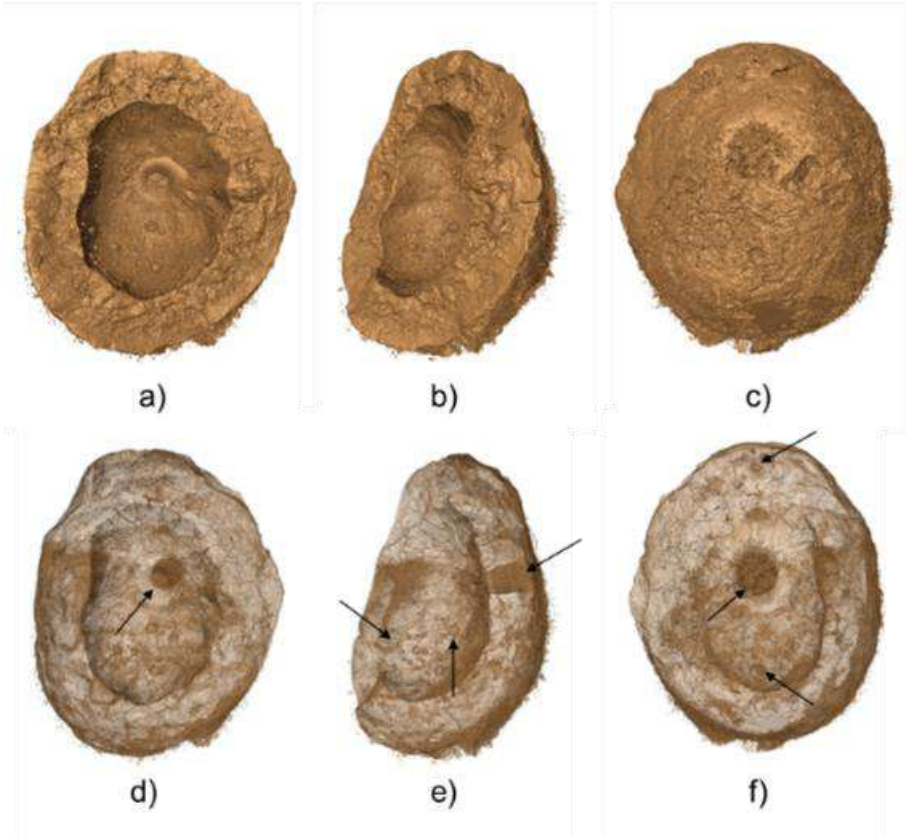
Figura 3.5 - Microscopia a laser da superfície do endocarpo: rugosidade e perfil topográfico.



Fonte: Andrade *et al.*, 2024.

As reconstruções tridimensionais obtidas por microtomografia computadorizada (microCT) evidenciam um volume denso, de geometria complexa e superfície irregular, com presença de poros germinativos e canais internos que podem atuar como zonas preferenciais de alívio de tensões (Figura 3.6).

Figura 3.6 - Microtomografia (MicroCT) do endocarpo da macaúba: amostras com coloração opaca e translúcida. Visão interior (a,d); visão lateral (b e e); visão exterior (c e f). Setas indicando poros germinativos do endocarpo.



Fonte: Andrade *et al.* (2024).

3.1.2 Cimento Portland, metacaulinita e cinza volante

Para a realização da presente pesquisa, foi utilizado o Cimento Portland (CP-V ARI). A composição química e propriedades físicas do cimento estão apresentadas na Tabela 3.3. A cinza volante foi fornecida pela POZOFLY, e a metacaulinita foi do tipo Metacaulim HP Ultra, fornecida pela empresa Metacaulim do Brasil

Tabela 3.3 - Composição química e propriedades físicas do cimento.

Elementos químicos	CP V – ARI (%)
CaO	63,8
SiO ₂	17,8
SO ₃	3,82
Al ₂ O ₃	4,98
K ₂ O	0,82
TiO ₂	0,21
MnO	0,10
Outros	8,47
Densidade (g/cm³)	3,2
Área superficial (m²/Kg)	420

3.1.3 Areia

Para o presente trabalho utilizou-se areia quartzosa de rio com partículas menores de que 300 µm (ABNT Peneira nº 50).

3.1.4 Água

A água utilizada em toda a fase experimental foi proveniente da rede de abastecimento da cidade de Lavras, Minas Gerais.

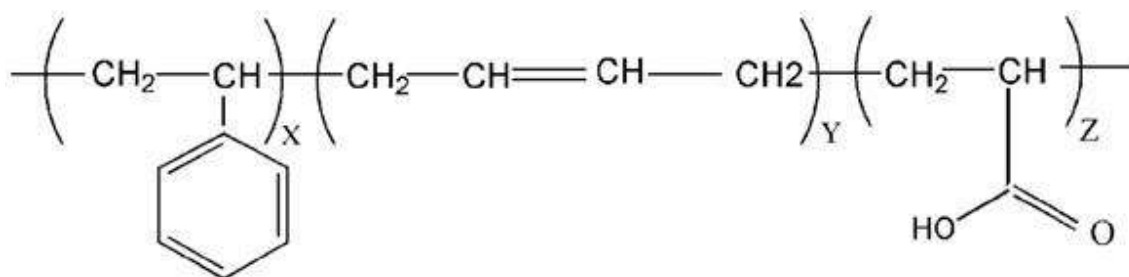
3.1.5 Polímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR)

O polímero de estireno-butadieno carboxilado (XSBR) utilizado neste trabalho foi fornecido pela Nitriflex S/A Ind. E Com. Os dados técnicos da empresa informam que o XSBR é uma dispersão aniônica de um copolímero de estireno-butadieno carboxilado, com médio teor de estireno combinado e excelente adesão à maioria das fibras naturais e sintéticas, boa ancoragem e toque macio, associados a um elevado poder de absorção de cargas, tais como calcita e dolomita. As especificações do produto estão descritas na Tabela 3.4 e a estrutura química do composto está ilustrada na Figura 3.7.

Tabela 3.4 - Ficha técnica das propriedades do polímero XSBR, fornecido pela empresa Nitriflex S/A Ind. E Com.

Propriedade	Especificação	Método	Fonte
Sólidos Totais (%)	48,0 - 50,0	L-001/L-002/ P-065	
pH (25 °C)	8,5 - 9,5	L-003	ASTM D-1417
Tensão Superficial (dynes/cm)	35 - 45	L-005/L-040	
Viscosidade de Brookfield RVT (rotor nº 1, 20 rpm) (cP)	50 - 350	L-014	

Figura 3.7 - Estrutura química do XSBR: X, Y e Z mostram diferentes concentrações de monômeros na estrutura do XSBR.



Fonte: Alimardani *et al.* (2015)

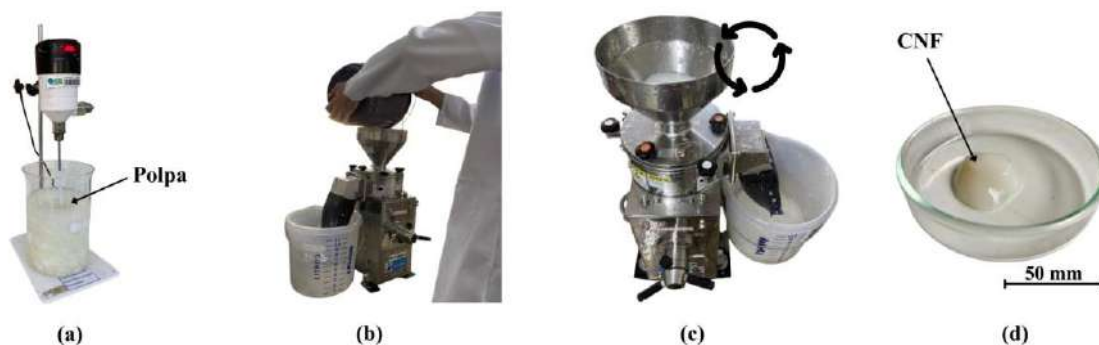
3.2.1 Nanofibrilas de celulose (CNF)

As nanofibrilas de celulose foram produzidas por desfibrilação mecânica de polpas branqueadas de *Eucalyptus sp.*, empregando o desfibrilador Super Masscolloider

Masuko Sangyo MKCA6-3, operado a 1500 rpm, conforme descrito por (Ifuku *et al.*, 2010).

Inicialmente, a polpa de celulose foi preparada a uma concentração de 1,2% p/v e imersa em água por 2 horas, visando a hidratação e o inchaço das paredes celulares das fibras (Figura 3.8 a). O espaço entre as pedras de carbeto de silício do desfibrilador foi ajustado para 100 μm (Nakagaito e Yano, 2004), e as suspensões das fibras branqueadas foram submetidas ao processo de desfibrilação mecânica (Figura 3.8 b). As suspensões passaram repetidamente pelo equipamento até a formação de um gel, que é esperado ocorrer após 15 passagens (Bufalino *et al.*, 2014; Guimarães Júnior *et al.*, 2015), com corrente elétrica ajustada para 6A (Figura 3.8 c). A suspensão final de celulose nanofibrilada apresentou uma concentração de 2,16% de sólidos (Figura 3.8 d).

Figura 3.8 - Processo de obtenção de celulose nanofibrilada (CNF) a partir de polpa de eucalipto branqueada.



Legenda: (a) Suspensão aquosa inicial de polpa branqueada de eucalipto (1,2% polpa/volume); (b) Desfibrilação da polpa utilizando moinho coloidal; (c) Refino progressivo da suspensão através de 15 passagens pelo moinho (6A); (d) Suspensão final de celulose nanofibrilada com concentração de 2,16% de sólidos.

Fonte: Autor (2025).

3.2 Caracterização inicial dos materiais

3.2.2 Granulometria à laser

As granulometrias foram determinadas por meio do equipamento a laser Malvern MasterSizer 2000, no laboratório do Núcleo de Ensino e Pesquisa em Materiais e Tecnologias de Baixo Impacto Ambiental na Construção Sustentável (NUMATS), localizado na Escola Politécnica/COPPE da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Esse equipamento utiliza a técnica de espalhamento de luz, medindo os ângulos de difração do laser para determinar os diâmetros das partículas. Para evitar erros causados por aglomeração, é utilizado um dispersante adequado: etanol para cimento, metacaulinita e cinza volante, e água para areia.

3.2.3 Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX)

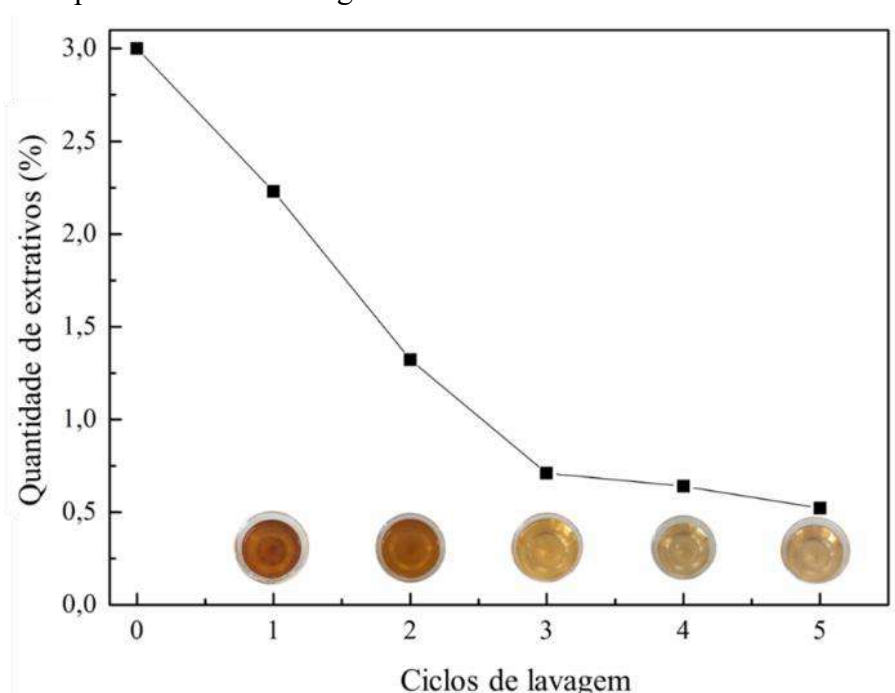
A análise de Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX) foi realizada para a determinação da composição química dos materiais. A análise foi realizada no Laboratório Multiusuário de Análise por FRX do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

3.3 Tratamentos de superfície do bioagregado

3.3.1 Preparação do bioagregado

Para a realização desta pesquisa, os endocarpos foram previamente submetidos a um tratamento de lavagem em água quente (80 °C) com o objetivo de remover extrativos solúveis. Esse procedimento, descrito por Da Gloria (2015), consistiu em ciclos de imersão por 1 hora (1 e 5 vezes), após os quais a água residual apresentou coloração progressivamente mais clara, evidenciando a redução gradual dos extrativos. A quantificação confirmou essa tendência, indicando diminuição contínua da concentração de compostos solúveis a cada ciclo de lavagem (Figura 3.9).

Figura 3.9 - Redução progressiva da quantidade de extrativos e da cor da água residual após os ciclos de lavagem.



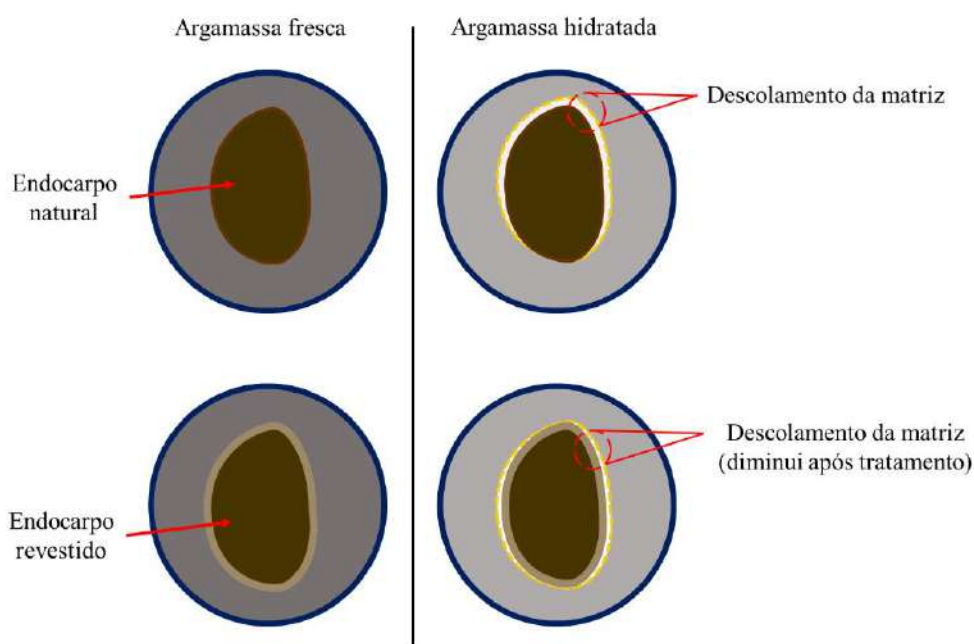
Fonte: Andrade *et al.* (2024).

3.3.2 Aplicação dos recobrimentos

O recobrimento do endocarpo com polímero estireno-butadieno carboxilado (XSBR) é proposto como uma estratégia para melhorar a adesão na interface bioagregado-matriz. Parte-se da hipótese de que a formação de uma película polimérica

contínua possa favorecer a ancoragem mecânica e química e contribuir para a redução das variações volumétricas associadas às trocas de umidade. A Figura 3.10 ilustra, de forma esquemática, o princípio de ação esperado para o recobrimento. A adição de nanofibrilas de celulose (CNF) ao XSBR é considerada como uma alternativa para possivelmente aumentar a rigidez e a coesão da camada polimérica.

Figura 3.10 - Representação esquemática do mecanismo de ação proposto para os recobrimentos poliméricos na interface bioagregado-matriz.

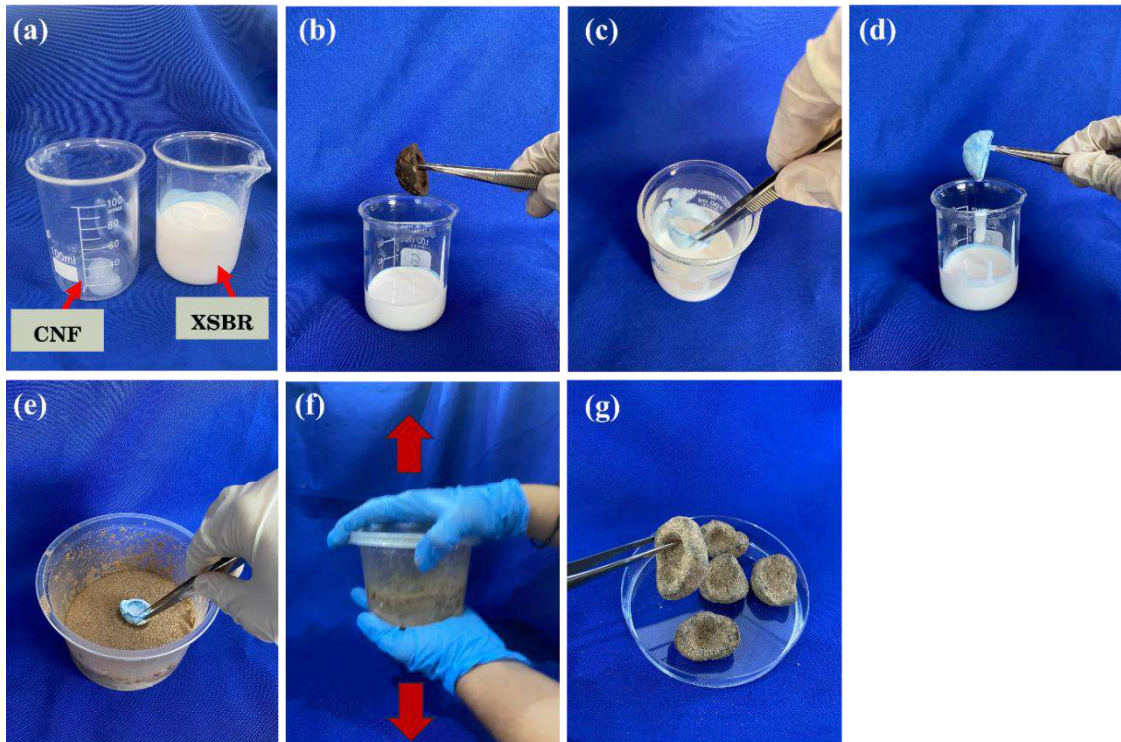


Fonte: Autor (2025).

Foram aplicados dos tipos de recobrimento: a) com polímero XSBR puro e b) com uma mistura de XSBR e CNF na proporção 1:0,03, conforme descrito por Guimarães *et al.* (2024). As soluções foram preparadas e homogeneizadas adequadamente para garantir a dispersão uniforme dos componentes.

O processo de recobrimento incluiu três ciclos de imersão dos endocarpos nas soluções preparadas, em que cada ciclo consiste em imersão e agitação manual por 1 minuto, seguido de secagem de 30 minutos. Após o terceiro ciclo, as partículas foram transferidas para um recipiente com areia, que foi fechado e agitado manualmente para separar as partículas e distribuir melhor o recobrimento. Em seguida, o material foi peneirado para remover o excesso de areia, obtendo-se os bioagregados tratados. Os bioagregados recobertos foram, então, deixados para secagem final ao ar durante 48 horas (25°C e UR 60%). Todo o processo está ilustrado na Figura 3.11.

Figura 3.11 - Processo de recobrimento dos bioagregados.

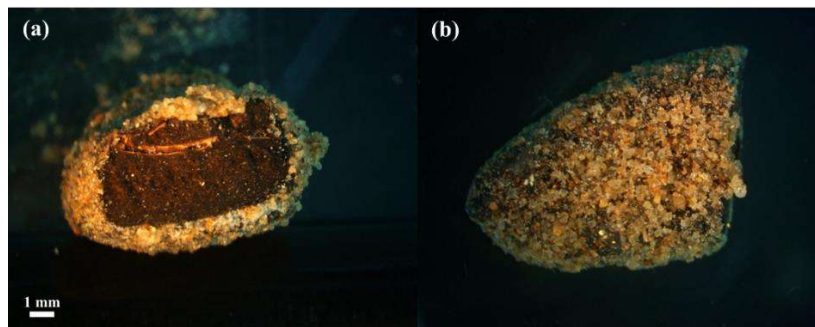


Legenda: (a) Soluções de XSBR e XSBR + CNF; (b) e (c) Imersão do endocarpo na solução; (d) Retirada do endocarpo após 1 minuto de agitação manual; (e) Imersão do endocarpo na areia; (f) Agitação manual do endocarpo imerso em areia; (g) Partículas maiores dos endocarpos após o processo de recobrimento.

Fonte: Autor (2025).

Após o período de secagem, os endocarpos recobertos foram armazenados em ambiente seco até a incorporação na matriz cimentícia para realização das demais análises. A Figura 3.12 mostra o aspecto de uma partícula do endocarpo após recobrimento. As imagens foram obtidas utilizando-se de um microscópio estereoscópio com fluorescência modelo Nikon SMZ 1500 acoplado a uma câmera digital Nikon DS-R1i com 12.7 megapixels de resolução. O software usado para a captura das fotomicrografias foi o NIS – Elements D 3.2®.

Figura 3.12 - Aspecto da partícula de bioagregado após o tratamento: bioagregado tratado fraturado, evidenciando a camada de recobrimento (a) e aspecto geral do bioagregado recoberto (b).



Fonte: Autor (2025).

3.4 Preparação das matrizes cimentícias

3.4.1 Dosagem

A matriz modificada é composta por uma combinação de 30% de cimento Portland CP-V ARI, 30% de metacaulinita e 40% de cinza volante, conforme as recomendações de Ferreira *et al.* (2015) e Lima e Toledo Filho (2008).

As dosagens das matrizes cimentícias utilizadas nos diferentes ensaios são apresentadas de forma padronizada na Tabela 3.5. Essa tabela reúne as proporções em kg/m³ dos materiais para a Matriz 1 (cimento e água) e Matriz 2 (com adições minerais), permitindo consulta ao longo das seções seguintes.

Tabela 3.5 - Proporções dos materiais (em kg/m³) utilizados nas matrizes cimentícias empregadas nos ensaios.

	Cimento	Metacaulinita	Cinza volante	Areia	Água
Matriz 1	695,8	–	–	1722,2	417,6
Matriz 2	208,8	208,8	278,3	1722,2	417,6

A relação água/aglomerante de 0,6 foi adotada com base nos estudos de Da Glória (2015) e Andrade *et al.* (2024), bem como nas pesquisas conduzidas pela equipe do Laboratório de Compósitos Cimentícios da Universidade Federal de Lavras (UFLA), vinculada ao Departamento de Ciências Florestais. Esses trabalhos demonstraram que essa proporção é mais adequada para a produção de compósitos com bioagregados.

3.5 Avaliação das propriedades de interação superfície-água do bioagregado

3.5.1 Absorção de água com o tempo

A absorção de água ao longo do tempo foi utilizada para avaliar o comportamento higroscópico do endocarpo da macaúba antes e após os tratamentos de recobrimento. Foram analisados três grupos de bioagregados: referência (sem recobrimento), XSBR (recoberto com polímero estireno-butadieno carboxilado) e XSBR+CNF (recoberto com a mistura de XSBR e nanofibrilas de celulose, na proporção 1:0,03 em massa, conforme Guimarães *et al.*, 2024).

O ensaio de absorção foi realizado em amostras com 10 g de partículas para cada tratamento. As amostras foram inicialmente secas em estufa a 65±5°C até massa constante, resfriadas em dessecador e, em seguida, imersas em água destilada à temperatura ambiente. As massas foram registradas em intervalos de tempo de 0,08, 1, 5, 10, 30, 60, 180 e 1440 minutos, até atingir equilíbrio higroscópico.

A absorção de água (A, %) foi calculada conforme a Equação 3.1:

$$A (\%) = \frac{(m_t - m_0)}{m_0} \times 100 \quad (3.1)$$

Em que m_t é a massa úmida no tempo t e m_0 é a massa seca inicial.

Os resultados foram expressos em função do tempo, permitindo avaliar a cinética de absorção e o efeito do recobrimento na redução da capilaridade e da permeabilidade superficial do endocarpo. As curvas médias e desvios padrão foram obtidos a partir de 3 repetições por tratamento.

3.5.2.1 Ângulo de contato com água e polímero

A análise de molhabilidade foi realizada por meio da medição do ângulo de contato na superfície longitudinal do endocarpo da macaúba, utilizando o método da gota sésil. As medições foram efetuadas no equipamento Krüss DSA25 com o módulo de software DSA3 (Hamburg, Germany).

Para a análise com água destilada, foram utilizadas amostras naturais (Referência) e recobertas (XSBR e XSBR+CNF). Já para a análise com o polímero XSBR e o polímero modificado com CNF foram utilizadas apenas as amostras naturais, visando avaliar a compatibilidade inicial entre o polímero e a superfície lignocelulósica do endocarpo.

O ângulo de contato inicial ($\theta_{a,0}$) foi registrado após 4 segundos e o ângulo de contato final ($\theta_{a,55}$) após 55 segundos. Para cada condição experimental foram realizadas 25 medições, totalizando 100 determinações.

3.6 Avaliação da hidratação e da microestrutura da interface

3.6.1 Calorimetria semi-adiabática na ZTI

3.6.1.1 Configuração experimental

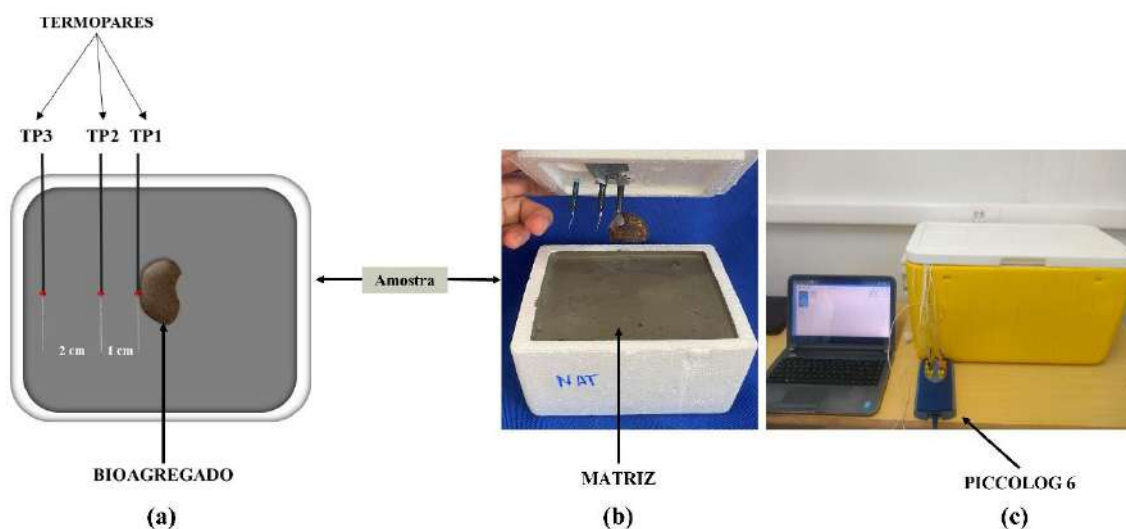
Diferentemente de calorimetria isotérmica convencional que fornece fluxo de calor em watts, a calorimetria semi-adiabática monitora o comportamento térmico em regime de isolamento parcial, registrando variações de temperatura em função do tempo. A norma NBR 12006 (ABNT, 1990) foi adaptada mediante o uso de caixas de poliestireno expandido (EPS) como isolante térmico, devido a indisponibilidade de calorímetro semi-adiabático convencional. Esta configuração de isolamento garante que as variações de temperatura observadas sejam oriundas exclusivamente das reações exotérmicas de hidratação.

Os dados foram obtidos a partir de três pontos da amostra: TP1 (na superfície do bioagregado), TP2 (a 1 cm de TP1) e TP3 (a 2 cm de TP2). Essa configuração foi definida com o objetivo de monitorar a distribuição térmica na interface bioagregado–matriz, desde a região de contato imediato com o endocarpo até zonas progressivamente mais afastadas, permitindo a análise do comportamento térmico em diferentes regiões da interface.

Foram realizadas amostras em triplicata para cada matriz (Matriz 1 e Matriz 2), avaliando-se três tratamentos: endocarpo sem recobrimento (referência), recobrimento com XSBR e recobrimento com XSBR+CNF. As pastas frescas foram despejadas em recipientes quadrados de EPS com volume de 418 cm³. Após o posicionamento dos termopares, o recipiente foi selado para minimizar trocas térmicas. Os recipientes foram colocados em uma caixa térmica com aberturas para passagem dos termopares, garantindo o isolamento térmico.

O experimento foi realizado em ambiente climatizado, mantendo temperatura controlada de 18°C e a umidade relativa de 60%. As leituras de temperatura foram coletadas a cada 20 segundos durante um período de 24 horas, utilizando software de data logger (PicoLog 6) conectado a um microcomputador.

Figura 3.13 - Configuração da análise de calorimetria semi-adiabática: ilustração da configuração da amostra (a); amostra (b); set-up completo da análise (c).



Fonte: Autor (2025).

3.6.1.2 Parâmetros calculados a partir das curvas de temperatura

Os parâmetros da calorimetria semi-adiabática foram obtidos a partir das curvas de temperatura ao longo do tempo. A análise de temperatura versus tempo é amplamente utilizada na literatura para caracterizar a cinética de hidratação de matrizes cimentícias.

Início de pega, pico de temperatura, gradientes térmicos e taxa de elevação indicam o comportamento máximo e instantâneo da reação, enquanto o calor acumulado reflete a extensão total da hidratação.

O tempo de início de pega foi determinado mediante análise da curva de temperatura, identificando o ponto que corresponde ao término do período dormente, instante em que ocorre pequena elevação sustentada da temperatura.

O pico máximo de temperatura foi definido como o valor máximo registrado na curva de cada obtida na leitura de cada termopar durante as 24 horas de monitoramento, conforme a Equação 3.7:

$$T_{pico,TPi} = \max(T_{pi}) \quad (3.7)$$

Os gradientes térmicos foram utilizados como indicadores da distribuição de temperatura entre os termopares e foram calculados como o módulo da diferença de temperatura registrada no mesmo instante (tempo), conforme a Equação 3.8. O gradiente térmico médio foi calculado pela Equação 3.9.

$$\Delta T_{TPi,TPj,k} = | T_{TPi,k} - T_{TPj,k} | \quad (3.8)$$

$$\overline{\Delta T_{TPi,TPj}} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N | \Delta T_{TPi,TPj,k} | \quad (3.9)$$

Onde TP_i e TP_{j,k} identificam os termopares em diferentes posições na amostra.

A taxa de elevação de temperatura foi obtida pela derivada numérica progressiva da temperatura em relação ao tempo, de acordo com a Equação 3.10. O resultado dessa equação quantifica a velocidade máxima de temperatura liberada durante a hidratação em cada posição monitorada.

$$r_k = \frac{T_{k+1} - T_k}{t_{k+1} - t_k} \quad (3.10)$$

Em que r_k representa a Taxa de elevação de temperatura em °C/h no intervalo k . A temperatura foi representada por T_k , sendo T_k o valor medido no instante t_k . O índice k identifica cada ponto da sequência de leituras, variando de 1 até n , número total de medições.

O calor acumulado foi estimado pela integração numérica da curva de temperatura em função do tempo, utilizando o método do trapézio. Os valores foram posteriormente convertidos em unidades de energia absoluta (Joules por grama de cimento) aplicando a

relação fundamental entre propriedades térmicas e calor, conforme estabelecido por Ukrainczyk; Kurajica; Šipušić (2010), em que a condutividade térmica e a capacidade térmica específica relacionam-se aos parâmetros de difusividade térmica e densidade através da Equação 3.11:

$$\lambda = a \times c_p \times \rho \quad (3.11)$$

Em que λ = condutividade térmica (W/m·K), a = difusividade térmica (m²/s), c_p : capacidade térmica específica (J/g·°C) e ρ = densidade (kg/m³).

Desta forma, o calor acumulado Q (J/g) é calculado pela integração da série temporal de temperatura normalizada pela massa de cimento e sua capacidade térmica específica. Esse procedimento foi realizado independentemente para cada um dos três termopares (TP1, TP2 e TP3), permitindo avaliar como o calor acumulado varia espacialmente nas zonas de interface avaliadas.

3.6.2 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

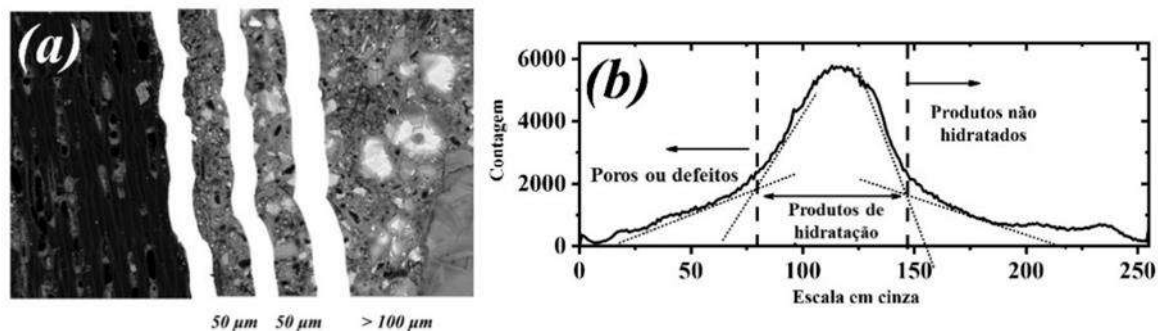
A análise microestrutural das zonas de transição interfacial (ZTI) entre o endocarpo da macaúba e a matriz cimentícia foi conduzida utilizando a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Amostras cilíndricas, moldadas em tubos de PVC com 20 mm de diâmetro, contendo argamassas das diferentes matrizes avaliadas ($a/c = 0,6$) e endocarpos com e sem recobrimento incorporados, foram produzidas e posteriormente impregnadas com resina epóxi, utilizando-se uma câmara de vácuo para assegurar a completa remoção de bolhas de ar. Após a impregnação, as amostras foram polidas com lixas de grãos 600 e 1200, até que todo o epóxi endurecido na superfície fosse removido, garantindo a superfície adequada para a análise.

As amostras polidas foram revestidas em carbono para melhorar a condução elétrica durante a análise MEV. As imagens foram obtidas por meio de retroespalhamento, permitindo a distinção das diferentes fases e porosidades na ZTI.

Após a obtenção das imagens, com o auxílio de software de análise de imagem *ImageJ* (Schindelin *et al.*, 2012), a interação entre matriz e endocarpo foi avaliada. O procedimento foi baseado na metodologia descrita por Zhu *et al.* (2023). Inicialmente, as imagens foram segmentadas para isolar a ZTI entre a matriz e o bioagregado (Figura 3.14 a). Cada faixa segmentada foi analisada para estimar as variações nas propriedades físicas da interface, avaliando o grau de hidratação e a porosidade entre o endocarpo e a matriz. O grau de hidratação foi estimado com base nas intensidades da escala de cinza presente

nas imagens (Figura 3.14 b), que foram correlacionadas aos produtos de hidratação identificáveis na matriz cimentícia (Scrivener, 2004). A porosidade foi avaliada a partir da análise da distribuição dos pixels de menor intensidade, que representam os vazios ou poros na região segmentada.

Figura 3.14 - Metodologia de avaliação da ZTI: segmentação da ZTI (a); metodologia de avaliação da escala em cinza (b).



Fonte: Zhu *et al.* (2023).

3.6.3 Análise de Micro Tomografia Computadorizada (MicroCT)

Para avaliar as características morfológicas e a aderência do endocarpo da macaúba com e sem recobrimento na matriz cimentícia, foram realizadas análises de Micro Tomografia Computadorizada (MicroCT). As partículas de endocarpo foram imersas nas diferentes matrizes cimentícias estudadas (Matriz 1 e Matriz 2).

A análise por MicroCT foi realizada no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da COPPE/UFRJ, utilizando um sistema SkyScan 1273 (Bruker). As amostras foram confeccionadas em tubos de PVC com 20 mm de diâmetro, contendo uma partícula de endocarpo embebida na pasta cimentícia. Amostras de endocarpos com e sem recobrimento, e com as diferentes matrizes testadas, foram avaliadas para observar as interações com a matriz cimentícia, incluindo a morfologia e a adesão das partículas.

Para a digitalização das amostras foram adotados os seguintes parâmetros: voltagem de 70 kV, corrente de 214 μ A, tempo de exposição de 200 ms, média de 5 frames, rotação de 360° com passo angular de 0,5°, totalizando 721 imagens, e tamanho de voxel de aproximadamente 16 μ m. A reconstrução tridimensional foi realizada no software NRecon (Bruker), com ajustes de alinhamento dos cortes e aplicação de correções de endurecimento do feixe, artefatos de anel e suavização por filtro gaussiano, visando à melhoria do contraste entre a matriz cimentícia, o bioagregado e os poros. Para visualização 3D e 2D, foi utilizado o software ImageJ (Schindelin *et al.*, 2012).

3.7 Avaliação do desempenho mecânico da interface

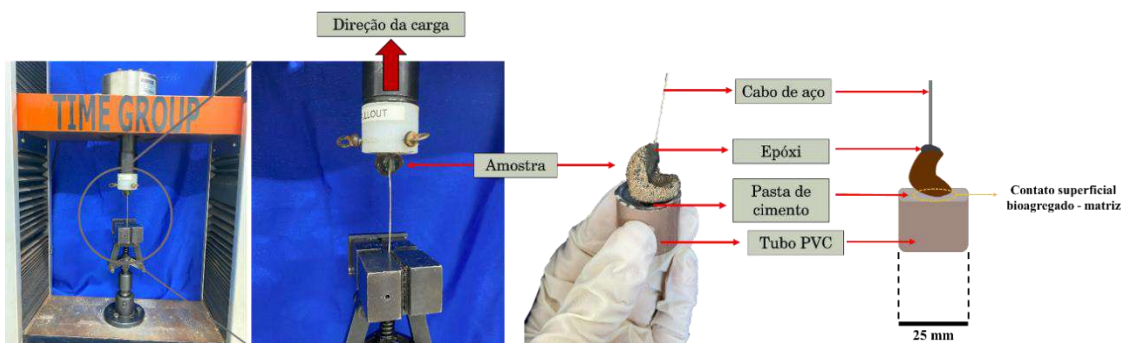
3.7.1 Ensaio de arrancamento (*Pull-out*)

Foram realizados ensaios de arrancamento em corpos de prova cilíndricos com 25 mm de diâmetro e 30 mm de altura, utilizando como moldes tubos em PVC. Para esse ensaio os dois tipos de matrizes (Matriz 1 e Matriz 2) foram analisadas. A proporção dos materiais foi de 1:0,6 para Matriz 1 (cimento:água) e 0,3:0,3:0,4:0,6 (cimento:metacaulinita:cinza volante:água).

As amostras foram posicionadas de forma que a ligação entre o endocarpo e a matriz seja apenas superficial, evitando a imersão total do endocarpo na matriz. Cada amostra de endocarpo foi fixada a um cabo de aço usando resina epóxi.

O ensaio foi realizado aplicando uma carga axial controlada para extrair as amostras de endocarpo da matriz cimentícia, utilizando máquina de ensaio universal *Inspekt table* da Hegewald & Pescheke MPT GmbH, equipada com célula de carga de 20 kN e velocidade de deslocamento de 0,1 mm/min. A força necessária para descolar o endocarpo foi registrada, permitindo a avaliação da capacidade de aderência entre o endocarpo e a matriz cimentícia na interface. Esse procedimento é uma adaptação do método descrito por Ferreira *et al.* (2022) e está ilustrado na Figura 3.15.

Figura 3.15 - Set-up do ensaio de arrancamento.



Fonte: Autor (2025).

3.7.1.1 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Com o objetivo de avaliar as alterações químicas na superfície do recobrimento após o ensaio de arrancamento, foi utilizada a Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) no modo de refletância total atenuada (ATR), empregando um espectrômetro Bruker Alpha II FT-IR, no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET) da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Os espectros foram obtidos na faixa de 4000 a 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 128

varreduras por amostra. As amostras analisadas foram retiradas da superfície do bioagregado após o ensaio de arrancamento e consistiram em fragmentos contendo o recobrimento polimérico retirado da região de contato com a matriz cimentícia.

3.7.2 Ensaio de flexão de partícula única

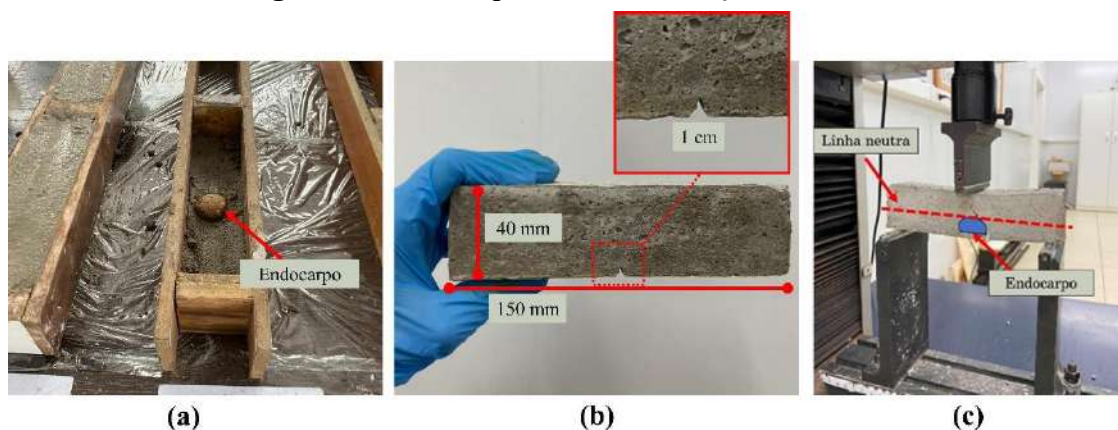
O ensaio de flexão foi realizado seguindo a metodologia proposta por Resende (2025). Foram utilizados corpos de prova retangulares com dimensões de $150 \times 40 \times 40$ mm, moldados conforme a dosagem descrita na Seção 3.4. Em ambas as matrizes, foi utilizada areia com fração passante na peneira de $300 \mu\text{m}$.

Durante a moldagem, uma partícula de endocarpo da macaúba, com e sem recobrimento, foi inserida no centro da amostra, abaixo da linha neutra de flexão. A partícula foi inserida com sua abertura voltada para baixo, de modo que a concavidade permanecesse orientada para cima. Além disso, foi executado um entalhe central com aproximadamente 1 cm de profundidade em cada corpo de prova, com o objetivo de induzir e controlar o local de início da fissuração.

O objetivo é avaliar a capacidade do endocarpo de suportar tensões de tração, sua adesão à matriz cimentícia e o comportamento da fissura ao interagir com a partícula. A intenção é verificar se a fissura será aprisionada ou desviada pela partícula, explorando as propriedades mecânicas e de adesão do endocarpo em um cenário que simula uma aplicação como compósito.

O ensaio foi realizado em máquina de ensaio universal, 7 dias após a moldagem. A Figura 3.16 ilustra as etapas e a configuração do ensaio: (a) o processo de moldagem dos corpos de prova com a inserção da partícula de endocarpo; (b) a amostra após a moldagem, com destaque para o entalhe central e sua geometria; e (c) o set-up do ensaio de flexão na máquina de ensaios universal.

Figura 3.16 - Set-up do ensaio de tração na flexão.



Fonte: Autor (2025).

4 RESULTADOS

4.1 Caracterização dos materiais

4.1.1 Caracterização granulométrica

A Figura 4.1 apresenta as curvas de distribuição acumulada de tamanho de partículas de cimento, metacaulinita, cinza volante e areia. A Tabela 4.1 resume os principais parâmetros característicos obtidos, incluindo os diâmetros correspondentes a 10%, 50% e 90% do volume acumulado (D10, D50 e D90) e a área superficial específica.

Figura 4.1 - Granulometria dos materiais.

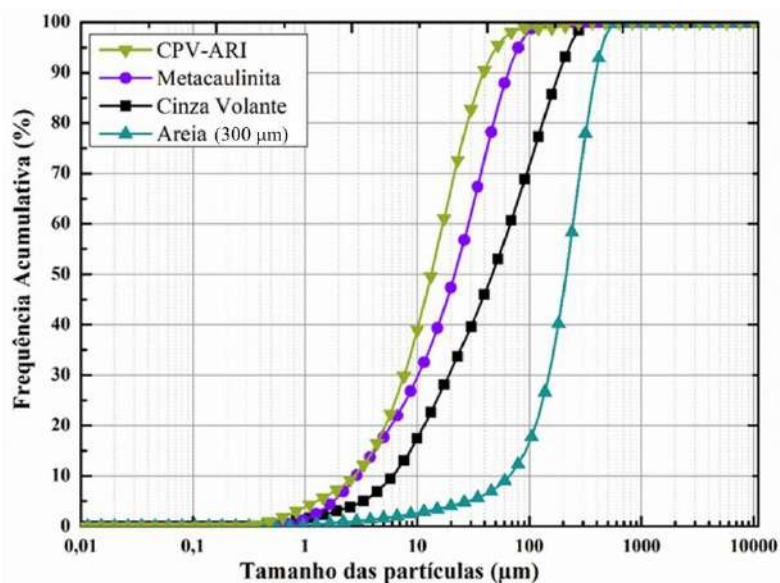


Tabela 4.1 - Parâmetros característicos da distribuição granulométrica dos materiais obtida por difração a laser.

Material	D10	D50	D90	Área superficial específica (m²/g)
	(µm)			
Cinza volante	6,9	53,7	212	0,45
Cimento (CPV-ARI)	2,7	13,3	38,9	1,12
Metacaulinita	2,8	21,6	64,6	0,79
Areia	66,6	212,6	389,9	0,11

Observa-se que o Cimento CPV-ARI apresenta as partículas mais finas (D50= 13,3 µm) e a maior área superficial específica (1,12 m²/g), o que favorece as reações de hidratação e formação dos produtos cimentícios. A metacaulinita também apresenta partículas finas (D50 = 21,6 µm), com área superficial relativamente elevada (0,79 m²/g), indicando alto potencial pozzolânico. A cinza volante possui uma distribuição mais ampla

(D90 = 212 μm), com frações finas e médias que podem contribuir para o preenchimento de poros para a continuidade da microestrutura.

A areia apresenta as partículas significativamente mais grossas (D50 = 212 μm), atuando como fase inerte e responsável pelo volume e estabilidade dimensional do compósito. A presença de materiais com diferentes faixas granulométricas e superfícies específicas permite uma distribuição mais contínua de partículas, favorecendo a densificação da matriz cimentícia, o que pode reduzir a porosidade e melhorar a aderência entre a matriz e o bioagregado.

4.1.2 Composição química (FRX)

A Tabela 4.2 apresenta os principais elementos identificados por fluorescência de raios X (FRX) nos materiais utilizados. Observa-se que o cimento apresenta elevada concentração de cálcio (Ca), característica típica de materiais cimentícios, enquanto a metacaulinita e a cinza volante apresentam teores expressivos de silício (Si) e alumínio (Al), confirmando seu caráter pozzolânico. A areia apresenta composição predominantemente silicosa, com elevado teor de Si, confirmando sua baixa reatividade. Os teores de ferro (Fe) e potássio (K) são observados em menores proporções e refletem impurezas minerais naturais. Elementos com teores muito inferiores a 1% em massa foram omitidos por apresentarem baixa representatividade.

Tabela 4.2 - Principais elementos químicos (% em massa) determinados por FRX dos materiais utilizados.

Elemento	Cimento (%)	Metacaulinita (%)	Cinza Volante (%)	Areia (%)
Mg	2,9	0,2	0,8	0,7
Al	7,4	29,9	24,6	13,0
Si	23,2	57,5	50,9	65,4
S	3,8	-	0,3	-
K	2,7	2,7	8,6	4,1
Ca	51,1	0,2	1,2	0,4
Ti	0,8	3,4	2,5	4,9
Fe	5,3	5,4	10,0	10,6
Mn	0,7	-	-	0,3

4.2 Propriedades de interação superfície-água do bioagregado

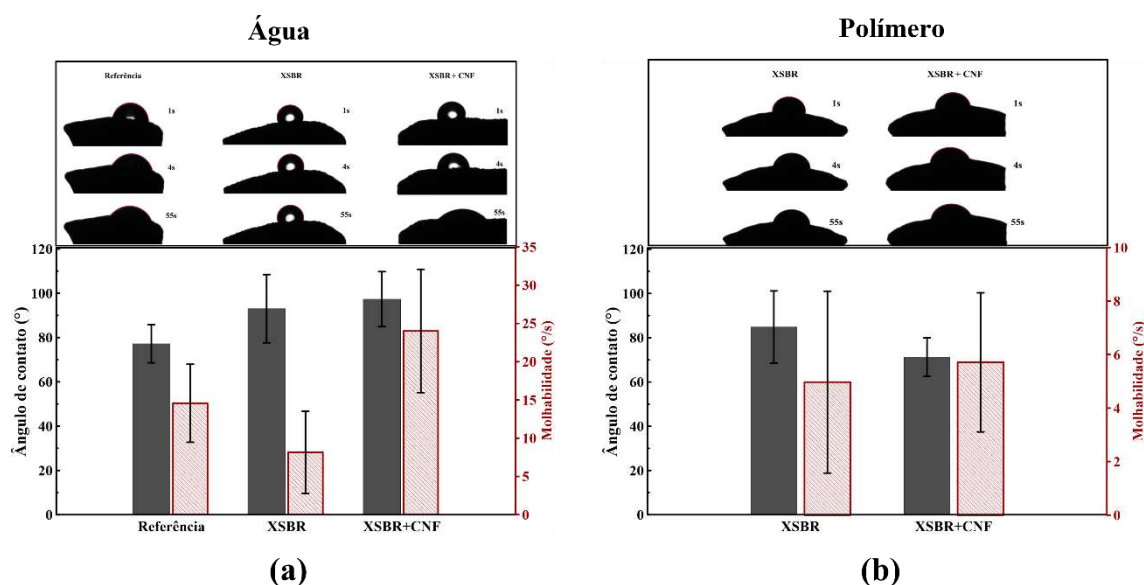
4.2.1 Ângulo de contato

Os resultados da análise de ângulo de contato permitiram avaliar como os tratamentos superficiais alteraram a molhabilidade da superfície do endocarpo da macaúba, tanto frente à água quanto frente ao próprio polímero de recobrimento. Os resultados da análise estão dispostos na Tabela 4.3 e ilustrados na Figura 4.2.

Tabela 4.3 - Resultados médios e desvio padrão (parênteses) de ângulo de contato.

Líquido de teste	Tratamentos	Ângulo de contato (°)	Molhabilidade (°/s)
Água	Referência	77,2 ($\pm 8,6$)	14,6 ($\pm 5,1$)
	XSBR	93,1 ($\pm 15,4$)	24,45 ($\pm 18,7$)
	XSBR+CNF	97,4 ($\pm 12,4$)	24,0 ($\pm 8,6$)
XSBR	Referência	84,9 ($\pm 16,3$)	5,0 ($\pm 3,4$)
XSBR + CNF	Referência	71,2 ($\pm 8,7$)	5,7 ($\pm 2,6$)

Figura 4.2 - Ângulo de contato e molhabilidade para água (a) e polímero (b).



Segundo Law (2014), superfícies com ângulo de contato inferior a 90° apresentam finidade com a água (hidrofílicas), enquanto valores superiores a 90° indicam caráter hidrofóbico, refletindo a competição entre a energia de coesão da água e a energia de molhamento da superfície. Com água como líquido de teste, o endocarpo natural apresentou ângulo médio de 77,2°, caracterizando-se como uma superfície levemente hidrofílica. Esse resultado está associado à presença de grupos polares disponíveis em parte da superfície lignocelulósica, mas ainda moderadamente hidrofóbica devido à presença de extrativos naturais, como ceras, resinas, ácidos graxos e outros compostos hidrofóbicos (Rowell, 2012).

Após a aplicação dos recobrimentos, o ângulo de contato aumentou para 93,1° (XSBR) e 97,4° (XSBR+CNF), indicando um incremento da hidrofobicidade. Esse aumento revela que o recobrimento polimérico formou uma barreira contínua e apolar, o que reduz a interação com a água. Assim, os recobrimentos tornam o bioagregado menos propenso à absorção capilar e à absorção da água de hidratação da matriz cimentícia.

Efeito semelhante foi relatado por (Hugen *et al.*, 2023b) ao avaliar recobrimentos à base de microfibrilas de celulose (CMF) e XSBR aplicados em papel Kraft. Os autores observaram que o recobrimento contendo apenas CMF apresentou caráter mais hidrofílico que o papel não revestido, que apresentaram ângulo de contato de aproximadamente 86° e 93°, respectivamente, enquanto a adição de XSBR elevou o ângulo para cerca de 99°, tornando a superfície mais hidrofóbica. Esse resultado foi atribuído pelos autores à formação de ligações de hidrogênio internas entre grupos hidroxila e carboxila, que reduzem a disponibilidade de sítios polares na superfície para interação com a água, além do maior grau de consolidação e da suavização da superfície após secagem do recobrimento, fatores que diminuem a rugosidade e aumentam o ângulo de contato.

O aumento do ângulo de contato observado no endocarpo após os recobrimentos com XSBR e XSBR+CNF reflete a mesma tendência, visto que a presença do polímero promove a formação de uma camada mais compacta e apolar, reduzindo a molhabilidade e a afinidade com a água. Por outro lado, ao analisar o ângulo de contato do polímero sobre o endocarpo natural, observa-se o padrão inverso, o XSBR apresentou 84,9°, enquanto o XSBR+CNF reduziu para 71,2°, sugerindo melhor molhabilidade e espalhamento do recobrimento modificado sobre a superfície lignocelulósica.

Resultados semelhantes foram relatados em estudos de adesivos sobre substratos lignocelulósicos, nos quais menores ângulos de contato indicam maior molhabilidade e melhor adesão ao substrato (Faria *et al.*, 2020, 2025). Assim como relatado para adesivos contendo nanofibrilas de celulose (Faria *et al.*, 2025), a redução do ângulo observada para o tratamento XSBR+CNF sugere que as CNFs aumentam a polaridade da mistura e favorecem a formação de pontes de hidrogênio com grupos hidroxila da superfície do endocarpo, resultando em maior espalhamento e ancoragem do recobrimento. Além disso, o efeito do polímero sobre o endocarpo também depende de propriedades como viscosidade e microtopografia do substrato (Chau *et al.*, 2009), que, em conjunto, determinam a formação de uma interface mais coesa e aderente ao recobrimento XSBR+CNF.

4.2.2 Absorção de água com o tempo

Os resultados de absorção de água (Figura 4.3, Tabela 4.4) demonstram diferenças entre os tratamentos aplicados ao bioagregado de endocarpo da macaúba. A amostra de referência apresentou absorção inicial elevada, cerca de 6,9% em menos de 1 minuto,

atingindo 11,8% em 10 minutos e 13,3% após 24 horas, reflexo da alta porosidade e da natureza hidrofílica do material lignocelulósico.

Figura 4.3 - Absorção de água com o tempo para os bioagregados tratados e não tratados.

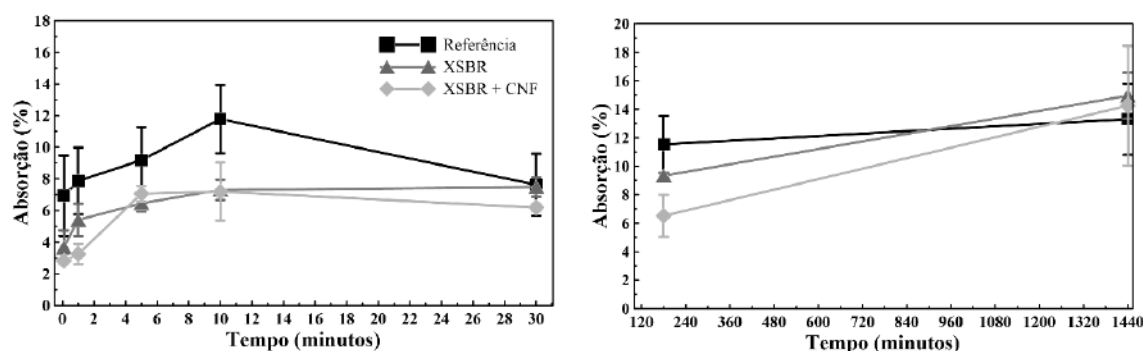


Tabela 4.4 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) da análise de absorção de água com o tempo para os bioagregados tratados e não tratados.

Tempo (minutos)	Referência	XSBR %	XSBR + CNF
0,08	6,9 ($\pm 2,5$)	3,7 ($\pm 1,1$)	2,8 ($\pm 0,2$)
1	7,9 ($\pm 2,1$)	5,4 ($\pm 1,0$)	3,2 ($\pm 0,7$)
5	9,2 ($\pm 2,1$)	6,5 ($\pm 0,5$)	7,1 ($\pm 0,5$)
10	11,8 ($\pm 2,2$)	7,3 ($\pm 0,6$)	7,2 ($\pm 1,8$)
30	7,6 ($\pm 2,0$)	7,5 ($\pm 0,6$)	6,2 ($\pm 0,2$)
180	11,5 ($\pm 2,0$)	9,3 ($\pm 0,2$)	6,5 ($\pm 1,5$)
1440	13,3 ($\pm 2,5$)	15,0 ($\pm 1,6$)	14,2 ($\pm 4,2$)

O recobrimento com XSBR reduziu a absorção inicial de água para 3,7% ao 0,08 min e 7,3% aos 10 minutos, indicando formação de uma barreira parcial à penetração de água. Entretanto, esse efeito de bloqueio hídrico diminui ao longo do tempo. Após 24 horas, a absorção atingiu 15,0%, superando discretamente o valor da amostra de referência. Esse aumento tardio pode ser atribuído à permeabilidade gradual do recobrimento, que atrasa, mas não impede o transporte de água através do material.

Ferreira *et al.* (2020) observaram resultado semelhante ao avaliar fibras tratadas com XSBR. O polímero não bloqueia totalmente os sítios hidrofílicos, apenas reduz sua disponibilidade, uma vez que adesão ocorre principalmente por interação química, pois os grupos carboxílicos ($-\text{COOH}$) do XSBR reagem com as hidroxilas ($-\text{OH}$) da celulose e hemicelulose. Essa reação diminui a quantidade de grupos disponíveis para ligação com água, embora ainda ocorra absorção em menor intensidade.

O tratamento combinado XSBR+CNF apresentou os menores valores de absorção nas etapas iniciais, com 2,8% aos 0,08 minutos e 7,2% aos 10 minutos, permanecendo relativamente estável até 24 horas (14,2%). Embora a CNF seja hidrofílica, sua incorporação favorece a formação de uma matriz mais densa e coesa, em que a rede de nanofibrilas atua como reforço físico, reduzindo microvazios e dificultando o avanço da água. Ainda assim, fatores como a inclusão de partículas finas da areia durante o recobrimento podem ter introduzido poros adicionais, favorecendo a difusão em alguns pontos.

Esses resultados indicam que ambos os recobrimentos reduziram significativamente a absorção inicial de água, sendo XSBR+CNF o mais eficaz na restrição do transporte de umidade. Tal redução beneficia o desempenho do bioconcreto ao evitar absorção excessiva de água pelos bioagregados e minimizar variações dimensionais prejudiciais à aderência e à estabilidade da interface.

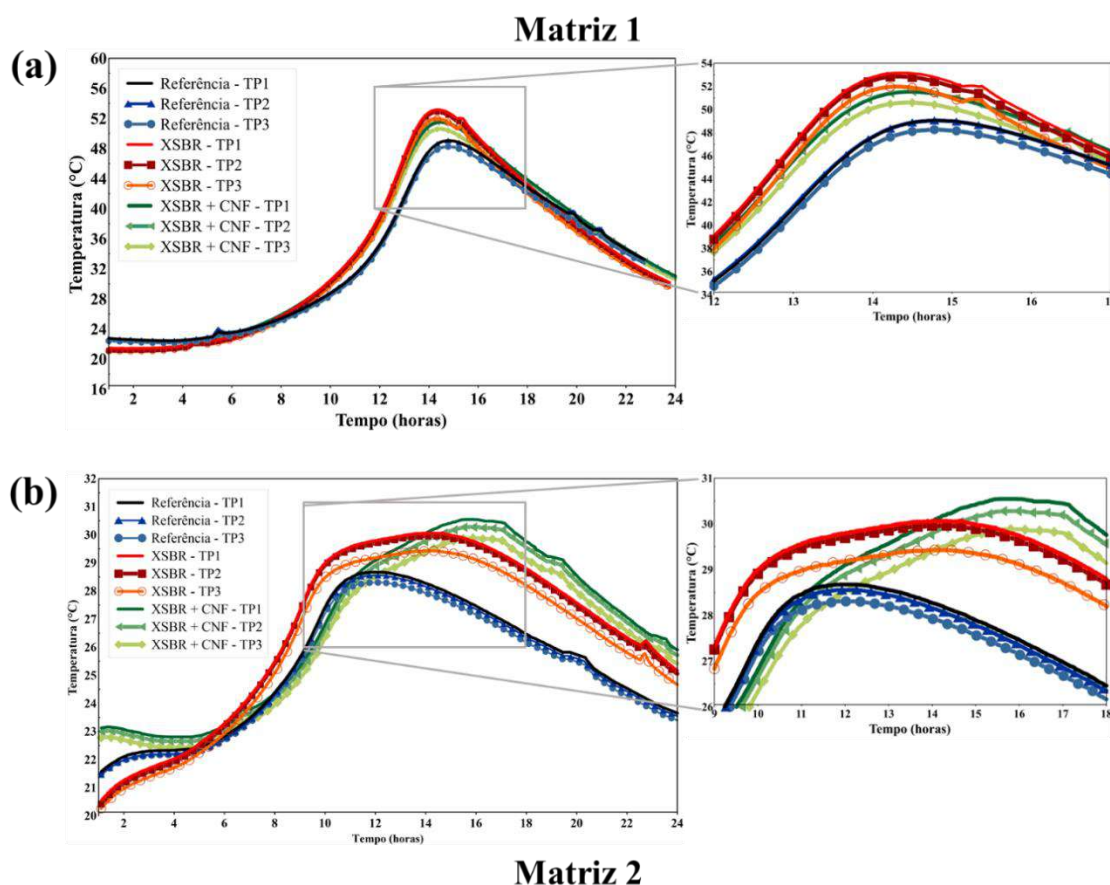
4.3 Hidratação e microestrutura da matriz

4.3.1 Calorimetria Semi-adiabática

A Figura 4.4 apresenta as curvas de temperatura em função do tempo para cada matriz estudada (Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b)) e posição dos termopares em relação a interface (TP1, TP2 e TP3). Os dados foram obtidos a partir de três pontos da amostra: TP1 (na superfície do bioagregado), TP2 (1 cm distante de TP1) e TP3 (2 cm distante de TP2). Como mencionado na metodologia, essa configuração foi definida com o objetivo de monitorar a distribuição de temperatura de hidratação com ênfase na interface bioagregado–matriz, desde a região de contato imediato com o endocarpo até as zonas mais afastadas.

As curvas obtidas apresentadas na Figura 4.4 evidenciam o comportamento típico de materiais cimentícios em condições semi-adiabáticas, com aquecimento inicial, pico associado à fase de aceleração e resfriamento gradual. Embora as curvas sejam semelhantes entre as matrizes, tratamentos e posições dos termopares, pequenas variações nas magnitudes e no instante do pico indicam que o recobrimento do endocarpo exerce alguma influência na intensidade e no ritmo da liberação de calor, especialmente nas regiões mais próximas ao bioagregado. Essas tendências gerais orientam a interpretação dos parâmetros térmicos detalhados nas seções seguintes.

Figura 4.4 - Curvas típicas da análise de calorimetria semi-adiabática para a Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b), com registro de temperatura nos termopares TP1, TP2 e TP3.



4.3.1.1 Parâmetros observados para Matriz 1

Início de Pega

Na Tabela 4.5 são apresentados os valores médios e desvio padrão do tempo de início de pega obtidos para os três tratamentos avaliados na Matriz 1. Os resultados mostraram diferenças expressivas entre os tratamentos. A referência apresentou os maiores tempos médios de início de pega, variando de 3,14 a 3,51 h entre os termopares. Considerando TP1 como posição de maior influência do bioagregado, o tempo médio de 3,51 h para a referência foi aproximadamente 44% maior que o valor observado para o tratamento XSBR (2,44 h), cerca de 65 minutos, e 28% maior que o registrado para XSBR+CNF (2,74 h), correspondendo a 47 minutos. Também foi possível observar uma diferença de 24 minutos entre TP1 e TP3, evidenciando que o TP1, localizado mais próximo da superfície do bioagregado sem recobrimento, apresentou o maior atraso na pega, possivelmente por reflexo da ação dos extrativos presentes no bioagregado.

Tabela 4.5 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de início de pega para os tratamentos analisados.

Tratamentos	TP	Início de pega (h)
Referência	TP1	3,51 ($\pm 0,28$)
	TP2	3,14 ($\pm 0,08$)
	TP3	3,41 ($\pm 0,03$)
XSBR	TP1	2,44 ($\pm 0,24$)
	TP2	2,41 ($\pm 0,23$)
	TP3	2,40 ($\pm 0,25$)
XSBR+CNF	TP1	2,74 ($\pm 0,28$)
	TP2	2,95 ($\pm 0,08$)
	TP3	2,86 ($\pm 0,04$)

TP = Posição dos termopares

Embora o endocarpo utilizado neste estudo tenha sido submetido a cinco ciclos de lavagem em água quente, esse processo remove até 80% dos extrativos hidrossolúveis segundo Da Gloria *et al.* (2021), não eliminando completamente compostos como açúcares, hemiceluloses e outros extrativos.

Portanto, os resultados observados para a referência são coerentes com os mecanismos de inibição amplamente descritos em literatura para materiais lignocelulósicos em matrizes cimentícias. Peschard *et al.* (2004) demonstraram que polissacarídeos e extrativos, quando presentes em pastas cimentícias, interagem com os íons Ca^{2+} , adsorvem-se às partículas de cimento e dificultam a difusão de água, reduzindo a disponibilidade de íons livres e retardando a nucleação dos produtos hidratados. Andrade *et al.* (2024) também relataram atrasos significativos, com prolongamento do período de indução em até 2,25 vezes para o endocarpo sem tratamento. Assim, a maior proximidade ao bioagregado explica o atraso mais pronunciado em TP1.

O tratamento com XSBR apresentou o menor tempo de início de pega e a menor variação entre os termopares (2,40-2,44 h). A diferença entre TP1 e TP3 foi de apenas 0,04 h (2,4 minutos), indicando que o recobrimento com polímero foi efetivo em reduzir a inibição do bioagregado. Em comparação à referência, o XSBR reduziu o tempo de início de pega em aproximadamente 30% no TP1 e 23% no TP2. (Jo; Chakraborty; Yoon, 2014) aplicaram polímero XSBR em fibras de juta e observaram que o XSBR previne a lixiviação dos compostos inibidores da hidratação presentes na fibra, permitindo que a hidratação prossiga sem grandes interferências.

O tratamento XSBR+CNF apresentou valores intermediários (2,74-2,95 h), com diferença TP1-TP3 de 7 minutos, maior que no XSBR, mas ainda inferior à referência. Esse resultado pode estar associado à natureza altamente hidrofílica das nanofibrilas, que promovem absorção inicial de água por capilaridade e por ligações de hidrogênio com grupos -OH. Conforme demonstrado por Oumer e Gwon (2024), essa retenção hídrica reduz temporariamente a água livre para as reações iniciais, atrasando a formação de produtos hidratados nas primeiras horas.

Gwon *et al.* (2024), aplicaram a análise de Ressonância Magnética Nuclear (RMN T₂) para monitorar a dinâmica da água em compósitos cimentícios com microfibrilas de celulose e observaram atrasos na hidratação em até cerca de 8 h, pois as microfibrilas absorvem água entre 0 e 4 h e, posteriormente, liberam parte desse conteúdo entre 4 e 10 h, o que se manifesta como um aumento do teor de água capilar em relação à pasta sem fibras. Essa liberação gradual ocorre conforme a matriz consome água para formar os produtos de hidratação e pode explicar por que o tratamento XSBR+CNF apresenta um atraso um ligeiramente maior que o XSBR, porém sem alcançar o mesmo nível de retardo observado na referência.

Pico de temperatura e gradientes térmicos

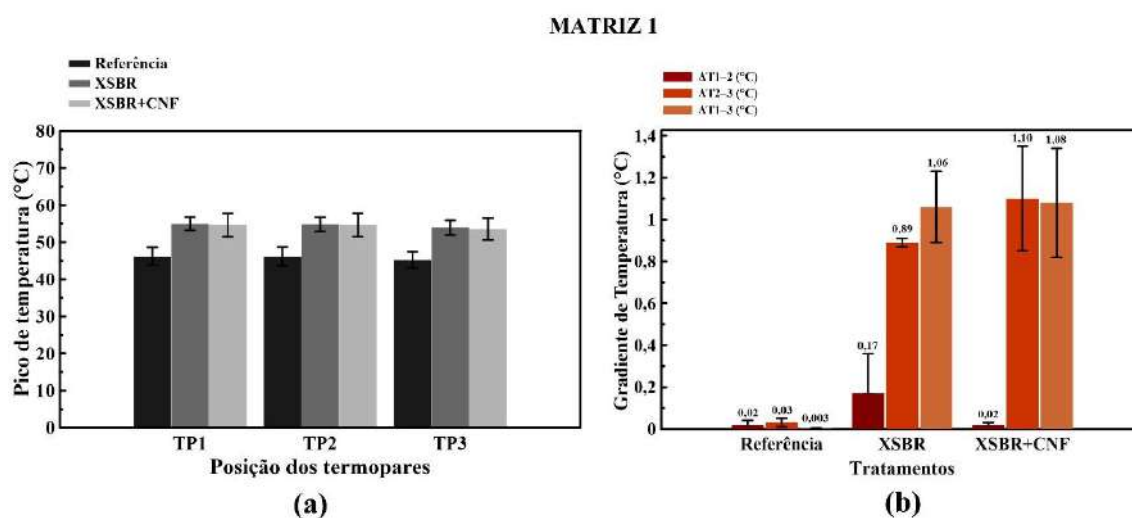
Na Matriz 1, a referência apresentou os menores valores médios de pico de temperatura entre os tratamentos, com 46,21 °C, 46,19 °C e 46,22 °C, para TP1, TP2 e TP3, respectivamente (Tabela 4.6, Figura 4.5). A distribuição de temperatura foi semelhante entre os termopares, resultando nos menores gradientes observados, com ΔT_{1-3} de apenas 0,003 °C. Essa resposta deve-se, provavelmente, à capacidade de absorção de água do endocarpo, que absorve parte da água de hidratação (Andrade *et al.*, 2024), e à presença de componentes como hemiceluloses e açúcares capazes de inibir as reações de hidratação da matriz cimentícia (Da Gloria; Toledo Filho, 2021; Dias *et al.*, 2022; Fan *et al.*, 2012; Jorge; Pereira; Ferreira, 2004; Kochova *et al.*, 2017; Na *et al.*, 2014). A combinação desses fatores pode reduzir a energia liberada durante a hidratação e limitar a formação de regiões mais reativas dentro da amostra, levando a menores valores de pico de temperatura e variações de temperatura muito pequenas entre as diferentes posições medidas nas amostras.

Tabela 4.6 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de pico máximo de temperatura e gradientes de temperatura entre termopares para Matriz 1.

Tratamentos	TP	T _{máx} (°C)	Gradientes de temperatura (°C)		
			ΔT_{1-2}	ΔT_{2-3}	ΔT_{1-3}
Referência	TP1	46,21 ($\pm 1,68$)			
	TP2	46,19 ($\pm 1,29$)	0,02 ($\pm 0,02$)	0,03 ($\pm 0,02$)	0,003 ($\pm 0,002$)
	TP3	46,22 ($\pm 1,68$)			
XSBR	TP1	55,01 ($\pm 1,86$)			
	TP2	54,84 ($\pm 1,99$)	0,16 ($\pm 0,19$)	0,89 ($\pm 0,02$)	1,06 ($\pm 0,17$)
	TP3	53,95 ($\pm 1,98$)			
XSBR+CNF	TP1	54,63 ($\pm 3,12$)			
	TP2	54,65 ($\pm 3,11$)	0,02 ($\pm 0,01$)	1,10 ($\pm 0,25$)	1,08 ($\pm 0,26$)
	TP3	53,55 ($\pm 2,94$)			

TP = Posição dos termopares; T_{máx}: Pico máximo de temperatura

Figura 4.5 - Pico de temperatura (a) e gradiente de temperatura entre termopares (b) para Matriz 1.



O tratamento XSBR apresentou os valores mais elevados de pico de temperatura em todas as posições dos termopares (55,01-53,95 °C), o que sugere uma maior intensidade das reações durante o processo de hidratação. A redução de temperatura entre TP1 e TP2 foi de 0,31% e entre TP1 e TP3 de 1,93%. Os gradientes foram maiores especialmente em ΔT_{2-3} (0,89 °C) e ΔT_{1-3} (1,06 °C), indicando baixas variações, porém com uma leve elevação de temperatura na região mais próxima ao bioagregado.

Esses resultados podem ser interpretados a partir de dois mecanismos complementares. O primeiro envolve o papel do polímero XSBR como indutor de nucleação preferencial. Estudos mostram que grupos carboxílicos presentes no polímero

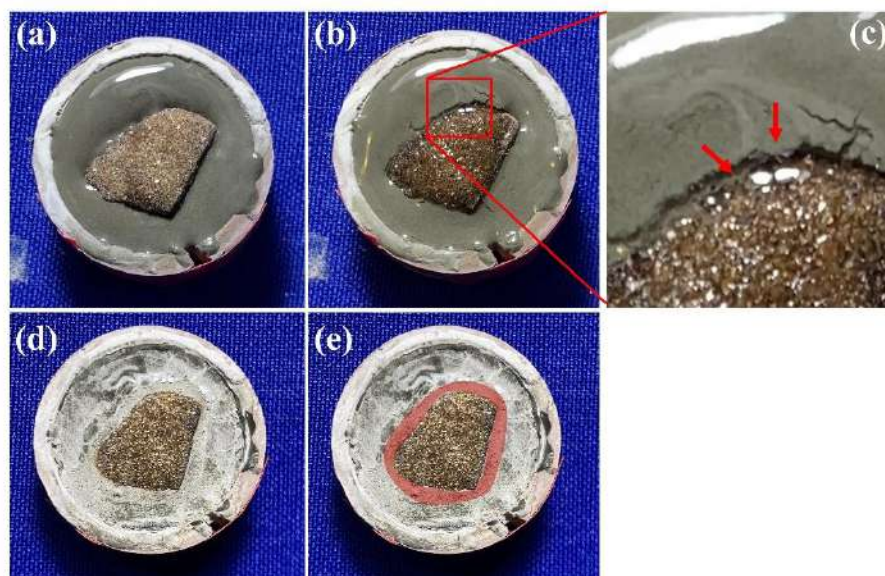
interagem com íons Ca^{2+} liberados durante a dissolução inicial do cimento, promovendo a formação de carboxilatos de cálcio que funcionam como sítios de nucleação de C-S-H (Ilango *et al.*, 2021; Shirani *et al.*, 2023). Isso favorece uma hidratação mais intensa na interface, o que é coerente com as maiores temperaturas registradas em TP1.

O segundo mecanismo está relacionado ao efeito do recobrimento sobre o balanço hídrico local. Como discutido na Seção 4.2.2, o endocarpo não tratado apresentou absorção inicial de 6,9%, enquanto o recoberto com XSBR absorveu 3,7%, redução de aproximadamente 46%. Essa menor absorção preserva maior disponibilidade de água na região de interface, criando um ambiente localmente mais favorável à dissolução de C_3S e ao transporte de íons, fenômeno que, segundo Hewlett (2003), acelera a taxa de hidratação em matrizes com maior fluidez inicial.

Portanto, a razão água/cimento global da amostra (0,6) não reflete a heterogeneidade da distribuição de água na zona de transição interfacial quando agregados porosos são utilizados. Em concretos convencionais, variações locais de concentração de água e pasta são atribuídas a fenômenos como *bleeding*, segregação e acomodação das partículas (Wu; An, 2014), assim, fenômenos semelhantes podem ter ocorrido no presente estudo. No caso do endocarpo recoberto, a menor absorção, combinada aos efeitos gravitacionais, favorece a concentração de água na interface, criando um microambiente de hidratação intensificada e uma região propensa a ter mais sítios de nucleação proporcionados pelo XSBR.

A Figura 4.6 ilustra essa característica, mostrando a presença de uma zona mais clara ao redor do bioagregado após a cura, possivelmente associada à redistribuição local de água. Essa observação reforça que variações locais de umidade e composição podem influenciar simultaneamente a cinética de hidratação e a microestrutura da interface.

Figura 4.6 - Comportamento da interface entre o bioagregado recoberto e a pasta de cimento durante a cura.



Legenda: (a-b) Fase inicial de imersão do bioagregado na pasta fresca; (c) detalhe ampliado mostrando o acúmulo localizado de água na interface (setas vermelhas); (d-e) aspecto após a cura, evidenciando a formação de uma zona mais clara (“coroa”) ao redor do endocarpo.

O tratamento com XSBR+CNF apresentou resultados distintos do XSBR, embora ambos indiquem concentração de calor na região próxima ao bioagregado. Observou-se que a diferença percentual entre os resultados de temperatura de pico em TP1 (54,63 °C) e TP2 (54,65 °C) foi de apenas 0,18%. Já entre TP1 e TP3 (53,55 °C) observou-se uma redução de cerca de 1,93% na temperatura, o que gerou os maiores gradientes térmicos entre os termopares ($\Delta T_{2-3} = 1,10$ °C; $\Delta T_{1-3} = 1,08$ °C). Esses valores indicam que, embora o pico térmico se mantenha elevado próximo ao bioagregado, o decréscimo da temperatura ao longo da amostra é mais acentuado no XSBR+CNF, gerando maior variação espacial das temperaturas de reação.

Assim como discutido para os resultados de início de pega, esse resultado pode estar relacionado à ação das nanofibrilas de celulose, que possuem alta área superficial e grupos hidroxila capazes de fornecer sítios adicionais de nucleação distribuídos na interface (Guimarães *et al.*, 2024). Além disso, sua natureza hidrofílica sugere que possam atuar como microreservatórios, absorvendo água nas primeiras horas e liberando-a de forma gradual. Essa dinâmica é compatível com o modelo de “*tunnels, reservoirs and bridges*” descrito por Cao *et al.* (2015), segundo o qual as CNFs podem formar canais de transporte, reservatórios de água e reforços estruturais da interface matriz-agregado.

Assim, é possível que a liberação localizada de água tenha sustentado maior reatividade nas posições próximas ao bioagregado, enquanto regiões mais distantes, como

TP3, podem ter contado com menos água disponível para sustentar a hidratação, atingindo temperaturas mais baixas e gerando os maiores gradientes térmicos.

Taxa de elevação da temperatura e calor acumulado

Os resultados de taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e de Calor acumulado (J/g) estão apresentados na Figura 4.7 e Tabela 4.7.

Para referência foram observados os maiores tempos para atingir o pico de dT/dt em todos os termopares, com valores de 13,09 h no TP1 e 13,00 h tanto no TP2 quanto no TP3. Em comparação, o pico em XSBR reduziu cerca de 0,33 h, representando uma diminuição de aproximadamente 2,5%. No TP2 e no TP3, a redução foi a mesma, passando de 13,00 h para 12,81 h, o que corresponde a aproximadamente 1,5%.

Figura 4.7 - Curvas típicas de (a) Taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e (b) Calor acumulado (J/g) para Matriz 1.

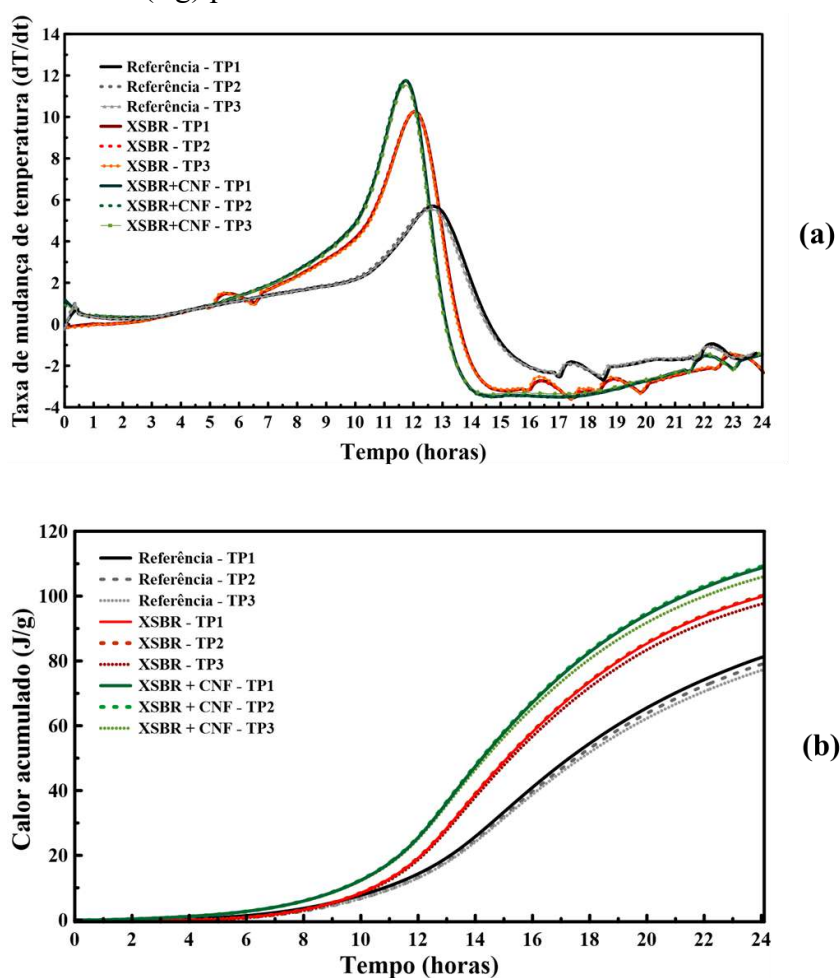


Tabela 4.7 – Valores médios e desvio padrão (parênteses) para o tempo de maior elevação de temperatura ($T_{dT/dt}$) e Calor acumulado (J/g).

Tratamento	TP	$T_{dT/dt}$ (h)	Calor acumulado (J/g)
Referência	TP1	13,09 ($\pm 0,35$)	81,77 ($\pm 5,64$)
	TP2	13,00 ($\pm 0,26$)	79,63 ($\pm 3,99$)
	TP3	13,00 ($\pm 0,20$)	77,74 ($\pm 5,54$)
XSBR	TP1	12,76 ($\pm 0,18$)	93,74 ($\pm 8,67$)
	TP2	12,81 ($\pm 0,29$)	93,54 ($\pm 9,34$)
	TP3	12,81 ($\pm 0,30$)	90,88 ($\pm 9,54$)
XSBR+CNF	TP1	12,27 ($\pm 0,54$)	108,71 ($\pm 24,97$)
	TP2	12,27 ($\pm 0,54$)	108,92 ($\pm 25,33$)
	TP3	12,28 ($\pm 0,55$)	105,46 ($\pm 24,90$)

TP = Posição dos termopares; $T_{dT/dt}$ = tempo (horas) necessário para o sistema atingir a taxa máxima de elevação de temperatura.

A antecipação do pico foi mais evidente no tratamento XSBR+CNF. No TP1, o tempo caiu para 12,27 h, o que representa redução de aproximadamente 49,2 minutos em relação à referência. No TP2, o valor permaneceu 12,27 h, e em TP3, a taxa máxima de mudança de temperatura ocorreu em 12,28 h, ou seja, 43,2 minutos antes do TP3 na referência.

Quando comparados diretamente ao XSBR, os valores do XSBR+CNF mostram reduções adicionais de 29,4 minutos (TP1), 32,4 minutos (TP2) e 31,8 minutos (TP3), o que equivale a aproximadamente 3,8 a 4,2%. Esses resultados indicam que a matriz em contato com o endocarpo não revestido tende a alcançar mais tardiamente o estágio de máxima aceleração da hidratação, enquanto os recobrimentos, especialmente o XSBR+CNF, promoveram uma antecipação dessa etapa.

A partir dos resultados dispostos na Tabela 4.7, também é possível observar que a taxa de elevação de temperatura foi mais intensa nas matrizes com bioagregados tratados, com valores mais altos para o XSBR+CNF, enquanto a referência apresentou os mais baixos.

Os resultados de calor acumulado reforçam a mesma ordem de reatividade observada nas curvas de elevação de temperatura. A referência apresentou os menores valores, variando entre 77,74 e 81,77 J/g, enquanto o XSBR exibiu aumentos expressivos entre 11,97 e 13,91 J/g, correspondendo a incrementos de 14,6 a 17,5%. O tratamento XSBR+CNF mostrou valores ainda mais elevados, com aumentos de 26,94 a 29,29 J/g,

equivalentes a 32,9 a 36,8% em relação à referência. Mesmo quando comparados diretamente, o tratamento com XSBR+CNF apresentou aumentos adicionais de 15 a 17% sobre o XSBR em todos os termopares.

O calor acumulado total liberado ao longo das 24 horas analisadas pode ser considerado o indicador mais robusto da extensão da hidratação da matriz cimentícia, uma vez que está diretamente relacionado à somatória da energia liberada pelas reações exotérmicas de dissolução e precipitação dos produtos de hidratação (Wadsö *et al.*, 2018). Portanto, os aumentos de calor observados para os tratamentos XSBR e XSBR+CNF indicam que essas pastas alcançaram um grau de hidratação mais elevado em relação à referência. Isso foi observado para os três pontos monitorados, mostrando que o efeito dos tratamentos ocorreu de forma global na amostra. Consequentemente, esse resultado é fundamental para avaliar a influência de cada tratamento na cinética de hidratação.

As diferenças entre as curvas de calor acumulado registradas pelos termopares (Figura 4.7) foram inferiores a 3% (Tabela 4.7), o que indica que não houveram variações térmicas expressivas entre os pontos medidos. Como os sensores estavam a distâncias distintas, qualquer influência térmica forte do bioagregado teria sido detectada, o que não ocorreu dentro da sensibilidade do método aplicado.

Ainda assim, essa limitação do calor acumulado não reduz a relevância dos valores de pico e gradientes de temperatura discutidos nas seções anteriores. Estudos de calorimetria isotérmica mostram que o pico de liberação de calor responde de maneira direta às alterações na cinética inicial da hidratação e tende a ser mais sensível a mudanças sutis na composição ou nas condições locais da mistura. Isso ocorre porque o pico representa o momento de máxima taxa de reação, em que variações microscópicas de disponibilidade de íons, nucleação ou disponibilidade de água, têm impacto imediato no fluxo de calor (Linderöth; Wadsö; Jansen, 2021; Tan e Tang, 2024; Yan *et al.*, 2021). Já em relação ao calor acumulado, os valores correspondem à integração de todas as etapas da hidratação e pode suavizar diferenças que foram expressivas apenas nas primeiras horas, levando a perfis totais semelhantes mesmo quando os tratamentos apresentam cinéticas distintas (Frías *et al.*, 2024; Li *et al.*, 2024).

Dessa forma, a ausência de gradientes no calor acumulado não implica necessariamente que o endocarpo não tenha influenciado a hidratação, pois alterações restritas à zona de transição interfacial podem ocorrer em escalas menores do que aquelas detectadas pelos termopares. Portanto, o calor acumulado o comportamento térmico do compósito como um todo para cada tratamento, enquanto possíveis heterogeneidades

muito próximas ao bioagregado permanecem fora do alcance do ensaio e apenas podem ser consideradas como hipóteses ou avaliadas com técnicas complementares.

4.3.1.2 Parâmetros observados para Matriz 2

Início de pega

A Tabela 4.8 apresenta os valores médios e desvio padrão do tempo de Início de Pega obtidos para os três tratamentos avaliados na Matriz 2, contendo adições minerais (cinza volante e metacaulinita). Diferentemente da Matriz 1, os resultados mostram um padrão distinto entre os tratamentos, com a referência apresentando tempos de pega mais semelhantes entre os termopares (4,09-4,10 h) e variação mínima de 0,01 h entre TP1 e TP3.

Tabela 4.8 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de início de pega para os tratamentos analisados.

Tratamentos	TP	Início de pega (h)
Referência	TP1	4,09 ($\pm 0,68$)
	TP2	4,09 ($\pm 0,29$)
	TP3	4,10 ($\pm 0,39$)
XSBR	TP1	4,56 ($\pm 0,05$)
	TP2	4,31 ($\pm 0,20$)
	TP3	4,76 ($\pm 0,08$)
XSBR+CNF	TP1	4,16 ($\pm 0,52$)
	TP2	4,18 ($\pm 0,58$)
	TP3	4,24 ($\pm 0,51$)

TP = Posição dos termopares

O tratamento XSBR apresentou maiores valores no início de pega, com valores de 5,57 h (TP1), 5,39 h (TP2) e 5,56 h (TP3), representando um atraso de aproximadamente 36% no TP1 e 32% no TP2 em relação à referência. Em termos absolutos, esse atraso corresponde a cerca de 85 minutos em média (88,8 min em TP1, 78,0 min em TP2 e 87,6 min em TP3). Este resultado é oposto ao observado na Matriz 1, onde o XSBR acelerou a pega.

Na Matriz 1, o comportamento acelerador associado ao XSBR foi atribuído à interação entre grupos carboxílicos do polímero e íons Ca^{2+} . Na Matriz 2, a redução do teor de clínquer e o consumo inicial de Ca^{2+} pelas reações com cinza volante e metacaulinita tornam a matriz mais sensível à disponibilidade desse íon nas primeiras horas (Sowoidnich *et al.*, 2023; Wang *et al.*, 2025). Nessa condição, a complexação de

Ca²⁺ associada ao recobrimento polimérico do endocarpo pode deixar de atuar predominantemente como indutor de nucleação e passar a contribuir para uma cinética inicial mais lenta, refletida no atraso do início de pega observado por calorimetria. Assim, os resultados indicam que o efeito do XSBR inicialmente depende do balanço químico da matriz, especialmente da disponibilidade de Ca²⁺ nas idades iniciais.

O tratamento XSBR+CNF apresentou valores intermediários (4,16-4,24 h), com atraso médio de apenas 6 minutos em relação à referência (4,2 min em TP1, 5,4 min em TP2 e 8,4 min em TP3), correspondendo a um aumento de aproximadamente 2% nos valores de pega. Este resultado sugere que as CNFs foram efetivas em compensar o atraso de início de pega causado pelo XSBR, possivelmente devido à ação de nucleação e disponibilidade de água das CNFs. A variação entre termopares foi de 4,8 minutos, ligeiramente superior ao XSBR, mas inferior ao observado na Matriz 1.

Pico de temperatura e gradientes térmicos

Na Matriz 2, a referência apresentou valores médios de pico de temperatura de 28,67 °C, 28,55 °C e 28,31 °C para TP1, TP2 e TP3, respectivamente (Tabela 4.9, Figura 4.7). A distribuição espacial da temperatura apresentou gradiente ΔT_{1-3} de 0,37 °C, indicando baixa variação térmica entre os termopares avaliados.

Observou-se uma redução geral dos valores de pico de temperatura em relação à Matriz 1, como esperado para matrizes com substituição parcial do cimento por adições minerais. Essa característica está associada à diluição do teor de clínquer e ao efeito retardador da hidratação inicial, uma vez que materiais pozzolânicos reagem de forma mais lenta e gradual, resultando em menor intensidade de liberação de calor nas idades iniciais (Khan e Yong, 2024; Snelson; Wild; O'Farrell, 2008).

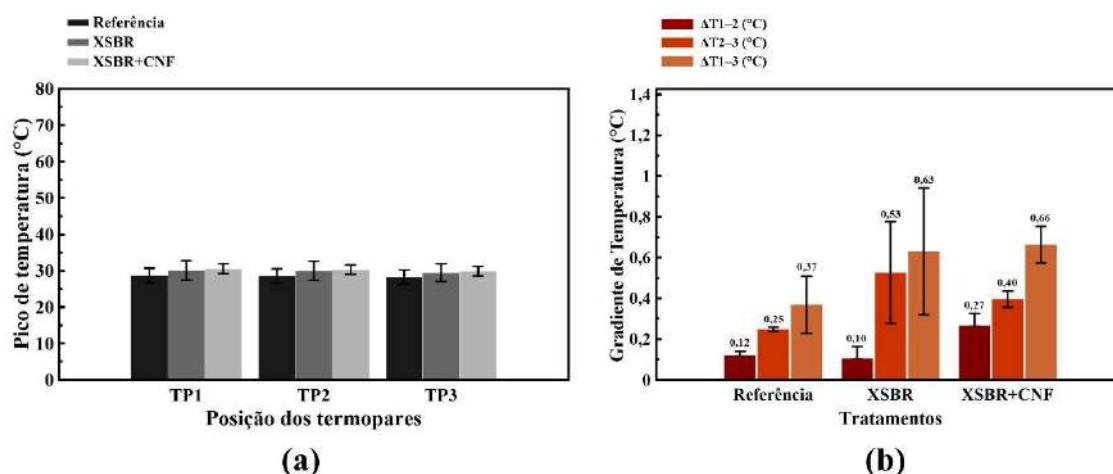
Tabela 4.9 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) de pico máximo de temperatura e gradientes de temperatura entre termopares para Matriz 2.

Tratamentos	TP	$T_{\text{máx}}$ (°C)	Gradientes de temperatura (°C)		
			ΔT_{1-2}	ΔT_{2-3}	ΔT_{1-3}
Referência	TP1	28,67 ($\pm 1,56$)			
	TP2	28,55 ($\pm 2,35$)	0,12 (0,02)	0,25 (0,01)	0,37 (0,12)
	TP3	28,31 ($\pm 1,86$)			
XSBR	TP1	30,07 ($\pm 2,66$)			
	TP2	29,97 ($\pm 2,61$)	0,10 (0,06)	0,53 (0,25)	0,63 (0,31)
	TP3	29,44 ($\pm 2,44$)			
XSBR+CNF	TP1	30,54 ($\pm 1,32$)			
	TP2	30,28 ($\pm 1,27$)	0,27 (0,06)	0,40 (0,04)	0,66 (0,09)
	TP3	29,88 ($\pm 1,25$)			

TP = Posição dos termopares; $T_{\text{máx}}$: Pico máximo de temperatura.

Figura 4.8 - Pico de temperatura (a) e gradiente de temperatura entre termopares (b) para Matriz 2.

MATRIZ 2



O tratamento XSBR apresentou valores de pico de temperatura superiores aos da referência, com médias de 30,07 °C no TP1, 29,97 °C no TP2 e 29,44 °C no TP3. Esse aumento corresponde a aproximadamente 4,9% em relação à referência no TP1. A redução entre TP1 e TP3 foi de cerca de 2,1%, enquanto o gradiente ΔT_{1-3} foi atingiu 0,63 °C, valor superior ao observado na referência. Além disso, o aumento expressivo de ΔT_{2-3} (0,53 °C) indica maior variação de temperatura em regiões mais afastadas do bioagregado, sugerindo que o XSBR intensificou a liberação de calor na Matriz 2.

O tratamento XSBR+CNF apresentou os maiores valores de pico de temperatura entre os tratamentos avaliados, com médias de 30,54 °C no TP1, 30,28 °C no TP2 e 29,88 °C no TP3. Em relação à referência, o aumento no TP1 foi de aproximadamente 6,5%. A

diferença entre TP1 e TP2 foi de 0,27 °C, enquanto entre TP1 e TP3 observou-se uma redução de cerca de 2,2%, evidenciando um decréscimo progressivo da temperatura com o afastamento do bioagregado. Os gradientes térmicos foram os mais elevados da Matriz 2, com ΔT_{1-2} de 0,27 °C e ΔT_{1-3} de 0,66 °C, indicando que a temperatura registrada na interface bioagregado–matriz é superior à observada nos pontos mais afastados, e que essa diferença se mantém ao longo da amostra.

Entre os tratamentos com recobrimento, o tratamento XSBR+CNF apresentou pico de temperatura no TP1 0,47 °C superior ao observado para o XSBR. As nanofibrilas de celulose podem intensificar a reatividade local da matriz cimentícia próxima ao bioagregado, seja pelo aumento de sítios de nucleação, seja pela melhor organização da fase aquosa na interface, conforme já mencionado em resultados anteriores. Esse efeito torna-se particularmente relevante na Matriz 2, em que a substituição parcial do cimento por adições minerais reduz a cinética global de hidratação, ampliando a sensibilidade da matriz a mecanismos locais de ativação. Diferentemente do observado na Matriz 1, em que o XSBR+CNF resultou em valores intermediários de temperatura, na Matriz 2 a combinação entre polímero e CNF potencializou tanto o pico térmico quanto os gradientes de temperatura.

Taxa de elevação da temperatura e calor acumulado

Os resultados de taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e de Calor Acumulado (J/g) estão apresentados na Figura 4.9 e Tabela 4.10. Observa-se que, na Matriz 2, a referência apresentou valores muito próximos de tempo para atingir o pico da taxa de elevação da temperatura em todos os termopares, com médias de 9,64 h no TP1, 9,60 h no TP2 e 9,61 h no TP3 (Tabela 4.10).

Figura 4.9 - Curvas típicas de (a) Taxa de elevação da temperatura (dT/dt) e (b) Calor acumulado (J/g) para Matriz 2.

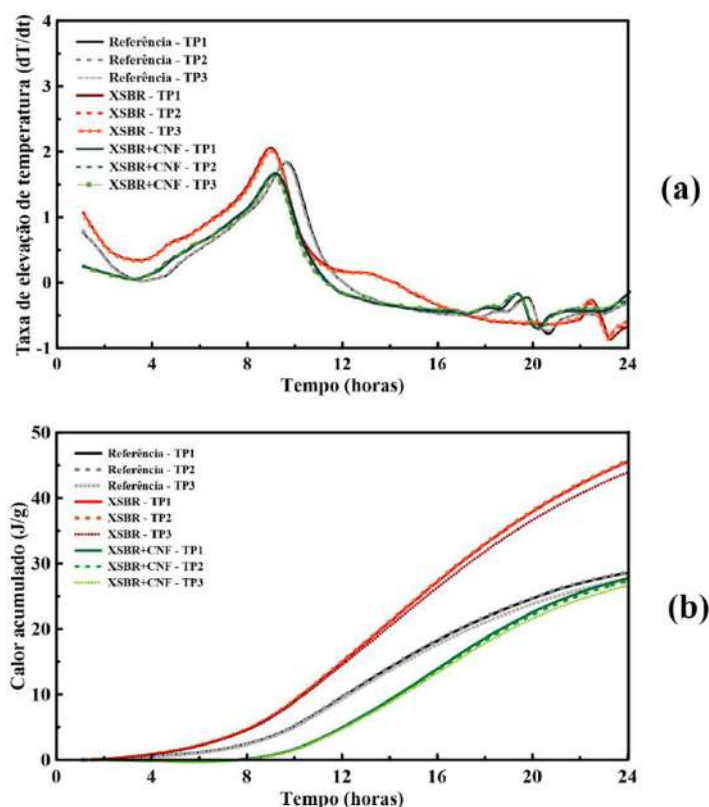


Tabela 4.10 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) para o tempo de maior elevação de temperatura ($T_{dT/dt}$) e Calor acumulado (J/g).

Tratamento	TP	$T_{dT/dt}$ (h)	Calor acumulado (J/g)
Referência	TP1	9,64 ($\pm 0,25$)	29,83 ($\pm 5,64$)
	TP2	9,60 ($\pm 0,19$)	29,96 ($\pm 3,99$)
	TP3	9,61 ($\pm 0,22$)	28,82 ($\pm 5,54$)
XSBR	TP1	8,98 ($\pm 1,37$)	32,64 ($\pm 14,75$)
	TP2	8,96 ($\pm 1,38$)	32,81 ($\pm 14,74$)
	TP3	9,02 ($\pm 1,35$)	32,24 ($\pm 13,45$)
XSBR+CNF	TP1	9,16 ($\pm 0,45$)	26,83 ($\pm 1,57$)
	TP2	9,57 ($\pm 0,49$)	26,48 ($\pm 1,49$)
	TP3	9,14 ($\pm 1,26$)	25,79 ($\pm 1,57$)

TP = Posição dos termopares

Em comparação, o tratamento XSBR apresentou antecipação do tempo de maior taxa de elevação de temperatura, com valores médios de 8,98 h no TP1, 8,96 h no TP2 e 9,02 h no TP3. Essa antecipação corresponde a reduções de aproximadamente 40 minutos em relação à referência, o que representa cerca de 6,5 a 7,0%. Esses resultados indicam que, na Matriz 2, o XSBR promoveu um deslocamento do pico de liberação de calor para

tempos mais curtos, resultado que pode ser atribuído aos mesmos mecanismos interfaciais já discutidos para a Matriz 1, relacionados à atuação do polímero na interface bioagregado–matriz, que promove alterações locais na disponibilidade de água e cria sítios preferenciais de nucleação.

Na presença de pozolanas, que impõem uma cinética global mais lenta, esses efeitos locais tornam-se particularmente relevantes e contribuem para a aceleração da hidratação inicial, conforme descrito na literatura (Ilango *et al.*, 2021; Shirani *et al.*, 2023; Yao *et al.*, 2021).

O tratamento XSBR+CNF apresentou tempos intermediários para atingir a taxa máxima de elevação de temperatura, com médias de 9,16 h no TP1, 9,57 h no TP2 e 9,14 h no TP3. Em relação à referência, observa-se uma leve antecipação nos TP1 e TP3, indicando que o sistema atinge mais cedo o ponto de maior velocidade das reações. No entanto, essa antecipação é menos pronunciada do que a observada para o XSBR, sugerindo que a adição de nanofibrilas de celulose modulou a aceleração da cinética inicial promovida pelo polímero, promovendo uma resposta térmica intermediária entre o XSBR e a matriz de referência.

No que se refere ao calor acumulado ao longo de 24 horas, a referência apresentou valores médios próximos de 29 J/g, variando entre 28,82 e 29,96 J/g entre os termopares, com diferenças inferiores a 4%. O tratamento XSBR apresentou os maiores valores médios de calor acumulado, com aproximadamente 32 J/g em todos os termopares.

O tratamento XSBR apresentou os maiores valores médios de calor acumulado, com aproximadamente 32 J/g em todos os termopares. Em relação à referência, esse aumento corresponde a incrementos de 9 a 11%, ainda que associados a desvios padrão elevados, indicando maior variabilidade entre as amostras. Esses resultados mostram que, além de antecipar o tempo de maior taxa de elevação de temperatura, o XSBR também promoveu uma maior liberação total de energia no intervalo de 24 horas, evidenciando uma hidratação mais intensa nesse período inicial.

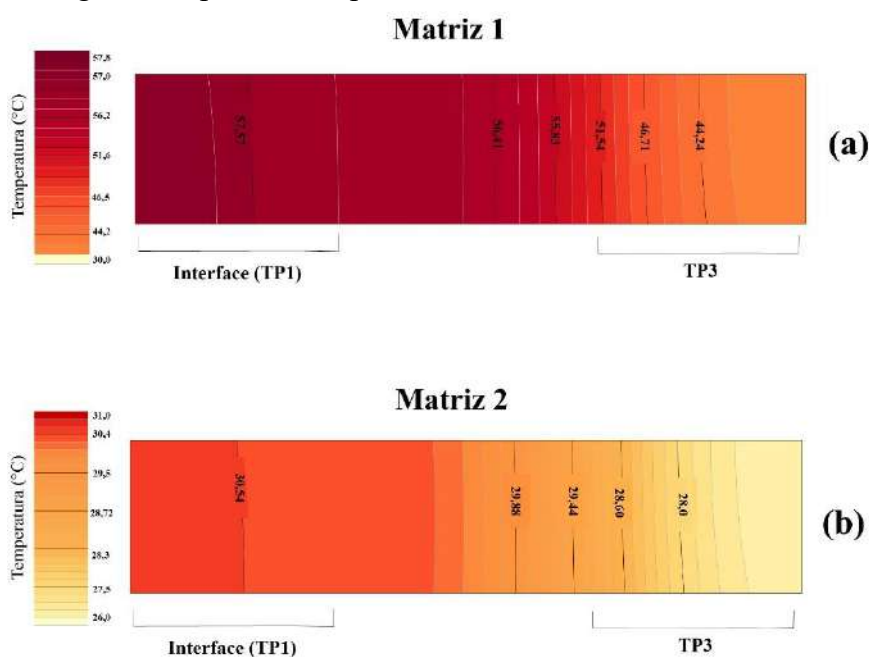
Por outro lado, o tratamento XSBR+CNF apresentou os menores valores de calor acumulado, variando entre aproximadamente 26 e 27 J/g. Em comparação com a referência, observa-se uma redução de 10 a 12%, enquanto em relação ao XSBR a diminuição atinge cerca de 18 a 20%. Esses resultados sugerem que, embora o XSBR+CNF tenha apresentado picos de temperatura locais mais elevados, a energia total liberada nas primeiras 24 horas foi menor, indicando uma cinética de hidratação menos concentrada nesse intervalo.

O padrão observado para a Matriz 2 difere daquele verificado na Matriz 1, na qual os recobrimentos resultaram em aumento consistente do calor acumulado. Na presença de adições minerais, a interação entre o polímero, as nanofibrilas de celulose e a matriz cimentícia parece modificar a cinética global de hidratação. Enquanto o XSBR favoreceu tanto a antecipação da cinética inicial quanto o aumento do calor acumulado, o XSBR+CNF apresentou uma liberação de calor mais distribuída no tempo, possivelmente com parte significativa da energia sendo liberada em idades superiores a 24 horas.

A Figura 4.10 ilustra de forma esquemática as diferenças gerais nas intensidades de calor observadas para as duas matrizes avaliadas. Para a construção do mapa, os valores médios de temperatura obtidos experimentalmente nos diferentes termopares foram organizados em função da posição ao longo da amostra e interpolados no software Surfer®.

O procedimento teve como objetivo estimar de forma contínua a distribuição térmica média ao longo do compósito, permitindo a visualização integrada das diferenças entre a região de interface e as regiões mais afastadas do bioagregado. Ressalta-se que o mapa possui caráter descritivo e comparativo, não representando medições contínuas, mas sim uma interpolação dos valores médios experimentais para facilitar a interpretação espacial do comportamento térmico do compósito.

Figura 4.10 - Mapa interpolado da distribuição média de temperatura ao longo da amostra para a Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b), construído a partir dos valores médios registrados pelos termopares.

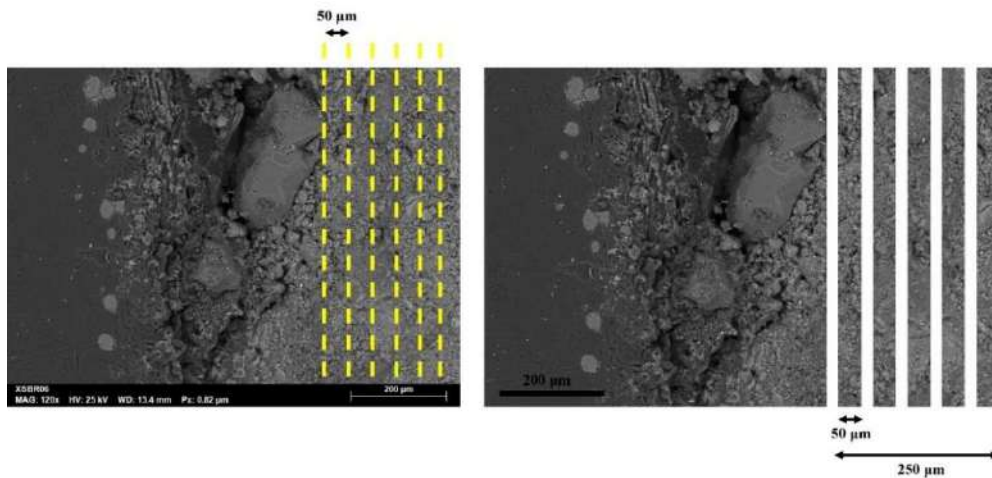


4.3.2 Microestrutura da interface bioagregado-matriz

4.3.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

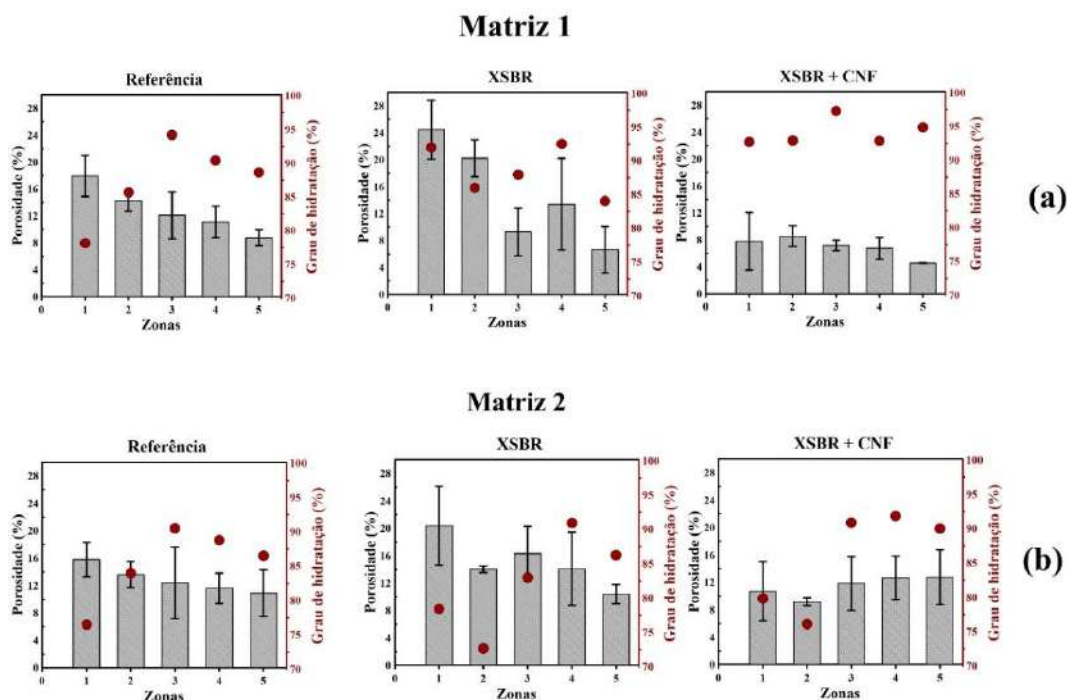
A partir da análise das camadas realizadas por meio das micrografias de MEV foi possível quantificar a variação espacial do grau de hidratação e da porosidade para cada tratamento aplicado (Zhu *et al.*, 2023). Foram consideradas cinco camadas ao longo da interface, iniciando na região adjacente ao bioagregado e avançando em direção à matriz. Cada camada apresentou largura de 50 micrômetros, resultando em um comprimento total de análise de 250 micrômetros. A Figura 4.11 representa o esquema de análise aplicado.

Figura 4.11 - Esquema de análise de camadas a partir de imagens MEV.



A partir dos resultados apresentados na Figura 4.12, observa-se que, para ambas as matrizes, a porosidade tende a apresentar valores mais elevados na camada mais próxima ao bioagregado, com redução progressiva nas camadas subsequentes, indicando uma influência direta da interface sobre a organização microestrutural da matriz.

Figura 4.12 - Distribuição da Porosidade (%) e Grau de hidratação (%) nas diferentes camadas avaliadas na Matriz 1 (a) e Matriz 2 (b) e tratamentos de recobrimento (Referência, XSBR e XSBR+CNF).



Na Matriz 1, o tratamento de referência apresentou elevada porosidade na camada 1 (17,9%), com diminuição progressiva ao longo das zonas analisadas, chegando a 8,8% na camada 5, refletindo uma redução de 50,8%. Esse resultado pode estar associado à formação do efeito-parede (*wall-effect*), no qual a presença do bioagregado interrompe o empacotamento das partículas de cimento na interface, resultando em uma região com maior porosidade e microestrutura mais heterogênea (Maso, 1996; Scrivener, 2004; Zhu *et al.*, 2023).

Embora o tratamento de referência apresente elevada porosidade nas primeiras camadas, observa-se que o grau de hidratação mostrou tendência de aumento da camada 1 (78,2%) para a camada 3 (94,2%), com leve diminuição nas camadas 4 e 5.

Apesar da formação de uma ITZ mais porosa associada ao efeito parede e à absorção inicial de água pelo endocarpo natural, pode ter ocorrido hidratação tardia do clínquer a partir da camada 2, favorecida pela redistribuição gradual da água previamente absorvida pelo endocarpo natural, o que resulta em um maior grau de hidratação mesmo em uma microestrutura ainda porosa. Assim, valores elevados de grau de hidratação não implicam necessariamente em uma microestrutura mais densa, mas podem refletir a formação de produtos hidratados em um meio localmente mais diluído, resultando em elevada heterogeneidade na microestrutura da matriz.

O tratamento com XSBR apresentou os maiores valores de porosidade observados para a Matriz 1. A camada 1 apresentou uma porosidade de 24,5%, valor aproximadamente 37% superior ao observado na referência, acompanhada por um elevado grau de hidratação (92%). Esse padrão se manteve na camada 2, com porosidade de 20,2%, ou seja, observa-se a formação de uma ITZ mais porosa nas duas primeiras camadas quando comparada ao sistema sem recobrimento. A partir da camada 3, há uma redução abrupta para 9,3%. Esses valores mostram que o tratamento XSBR apresentou características microestruturais mais variáveis entre as camadas avaliadas.

Esses resultados podem estar associados à atuação do recobrimento com XSBR como uma barreira física à absorção de água pelo endocarpo. Ao limitar a absorção da água de hidratação pelo bioagregado, o recobrimento contribui para a manutenção de uma maior quantidade de água disponível na região de interface. Como consequência, há maior porosidade nessa região, visto que a água que não é quimicamente combinada durante a hidratação permanece como poros capilares (Powers; Brownyard, 1946).

Já o tratamento com XSBR+CNF apresentou valores de porosidade menos variáveis ao longo de todas as camadas, variando entre 7,8% (camada 1) e 4,5% (camada 5), com redução de 42,3% entre elas. Esse padrão representa diminuição de 56,4% em relação à referência na camada 1 e 68,2% em relação ao XSBR.

O grau de hidratação manteve-se elevado e com baixa variação ao longo das camadas analisadas, com valores próximos de 94%. Portanto, o recobrimento com XSBR+CNF favoreceu a formação de uma microestrutura mais densa na Matriz 1, associada a um elevado nível de hidratação em toda ZTI.

Esse resultado corrobora com o observado nos resultados de calorimetria, os quais, embora representem uma escala espacial distinta, indicam uma modulação da disponibilidade de água ao longo do processo de hidratação. Nesse contexto, a presença das nanofibrilas de celulose pode contribuir tanto para o controle da interação água-superfície quanto para a disponibilização de sítios de nucleação, favorecendo a formação mais distribuída dos produtos de hidratação, conforme evidenciado pela análise microestrutural.

Para a Matriz 2, a referência também apresentou maiores valores de porosidade na camada próxima ao bioagregado, seguidos por uma redução nas zonas subsequentes. A camada 1 apresentou porosidade média de 15,8% e 10,9% na camada 5, confirmando o efeito parede e o empacotamento menos eficiente próximo ao bioagregado. O grau de hidratação apresentou comportamento inverso nas camadas iniciais, partindo de 76,5%

na interface e atingindo um máximo de 90,5% na Zona 3. A partir dessa região, observou-se leve redução e tendência à estabilização, indicando que a zona intermediária (200-250 μm) sofre menos influência do bioagregado, formando uma microestrutura mais homogênea.

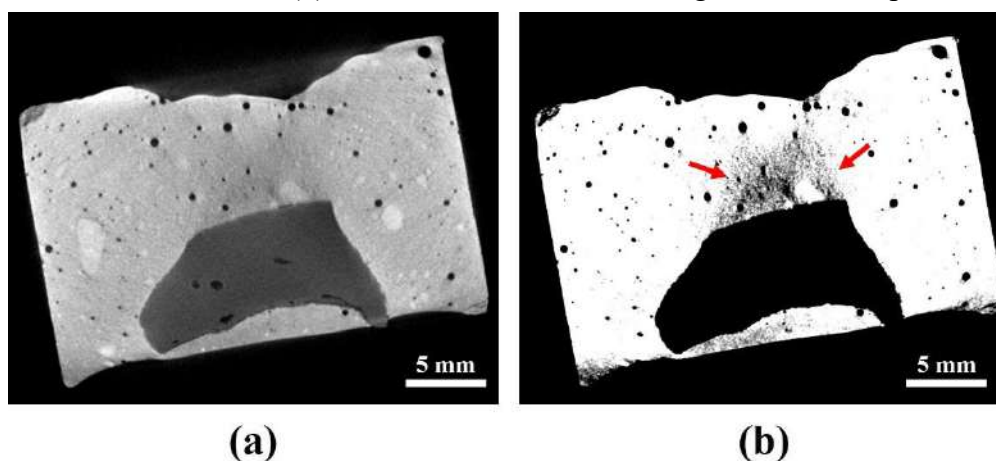
Para o tratamento XSBR, a Zona 1 apresentou a maior porosidade média entre os tratamentos (20,4%). Diferentemente da referência, não se observou um gradiente contínuo de redução de porosidade, mas sim variações entre as camadas. O grau de hidratação refletiu esse comportamento, com queda acentuada na Zona 2 (72,7%) e posterior recuperação, alcançando valores elevados na Zona 4 (90,9%).

No tratamento com XSBR+CNF as menores porosidades foram observadas nas camadas mais próximas ao bioagregado (10,7% na Zona 1 e 9,2% na Zona 2), aumentando levemente nas regiões mais distantes. Esse resultado indica uma efetiva densificação da interface promovida pela nanofibrila de celulose, com refinamento da estrutura porosa na região de contato. O grau de hidratação acompanhou esse efeito, mantendo valores elevados e estáveis a partir da Zona 3.

4.3.2.2 Microtomografia Computadorizada (MicroCT)

A Figura 4.13 apresenta um exemplo do procedimento de segmentação aplicado às imagens de microtomografia. A Figura 4.13 a corresponde ao *slice* bidimensional original selecionado a partir do volume tridimensional obtido via MicroCT, enquanto a Figura 4.13 b mostra a imagem após o processo de limiarização (*threshold*) realizado no software *ImageJ*, resultando em uma imagem segmentada baseada na intensidade de cinza.

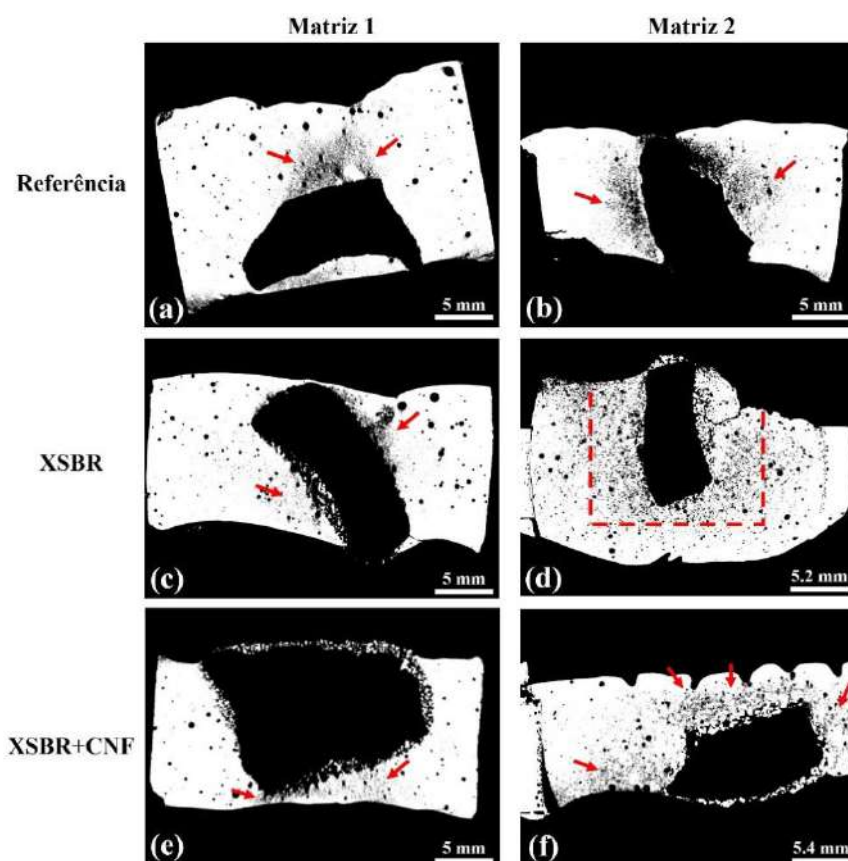
Figura 4.13 - Processamento das imagens de MicroCT: slice original em escala de cinza (amostra referência da Matriz 1) (a); e imagem segmentada após aplicação do *threshold* (b). Setas vermelhas indicam regiões de maior porosidade.



Na imagem segmentada (Figura 4.13 b), as regiões mais escuras correspondem a áreas de menor atenuação dos raios X e, portanto, de menor densidade, englobando tanto os vazios quanto o bioagregado, enquanto as regiões mais claras estão associadas predominantemente à matriz cimentícia. As setas vermelhas indicam zonas com maior concentração de regiões escuras, interpretadas como áreas de maior porosidade. Dessa forma, a segmentação permite evidenciar qualitativamente as zonas com maior concentração de vazios do material.

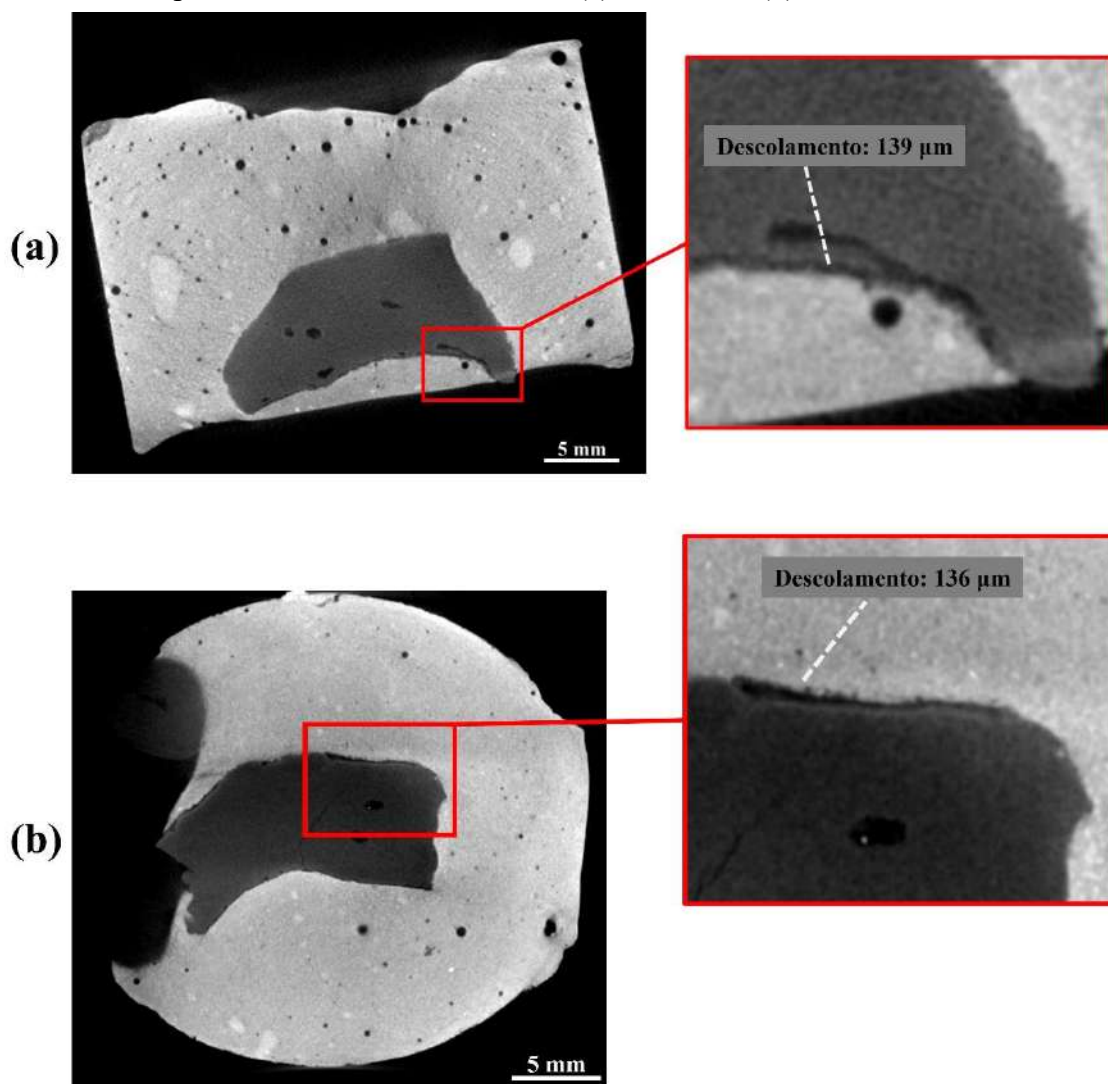
A Figura 4.14 apresenta a comparação entre as duas matrizes e os diferentes tratamentos de recobrimento. Observa-se que a Matriz 1 apresenta, de modo geral, uma distribuição de porosidade mais localizada na região da interface, com concentração de vazios em pontos específicos ao redor do bioagregado (Figura 4.14 a, c, e). Em contraste, a Matriz 2 (Figura 4.14 b, d, f) apresenta uma zona porosa mais contínua e extensa, envolvendo praticamente todo o perímetro do endocarpo. Entre os tratamentos, na Matriz 2, o bioagregado recoberto apenas com XSBR apresenta as regiões de maior concentração de vazios, quando comparado aos demais tratamentos (Figura 4.14 d).

Figura 4.14 - Imagens segmentadas de MicroCT representativas da interface bioagregado-matriz para as diferentes combinações de matrizes e tratamentos: (a–c) Matriz 1 e (d–f) Matriz 2. Setas vermelhas e linha tracejada destacam zonas com maior concentração de vazios.



A partir desses resultados observou-se que, independentemente da porosidade interfacial, não foram identificados descolamentos ou fissuras entre o bioagregado e a matriz nos materiais tratados com recobrimento polimérico, tanto com XSBR quanto com XSBR+CNF, em ambas as matrizes. Em contrapartida, no material de referência, sem tratamento superficial, são observadas regiões com vazios contínuos e descolamentos entre o endocarpo e a matriz, tanto na Matriz 1 (Figura 4.15 a) quanto na Matriz 2 (Figura 4.15 b), apresentando valores médios de $139 \pm 0,02 \mu\text{m}$ e $136 \pm 0,04 \mu\text{m}$, respectivamente.

Figura 4.15 - Imagens de microtomografia (MicroCT) da interface bioagregado-matriz para as amostras de referência: (a) Matriz 1 e (b) Matriz 2.



Considerando as observações feitas a partir da análise de MicroCT, observa-se que o efeito do recobrimento está associado à estabilização dimensional do bioagregado. O endocarpo in natura apresenta elevada afinidade por água, podendo sofrer variações volumétricas devido à absorção e à perda de umidade, o que favorece o surgimento de tensões interfaciais, fissuração e descolamento após a cura. A aplicação do recobrimento

polimérico torna a superfície do bioagregado mais hidrofóbica, como observado nos resultados de ângulo de contato, reduzindo sua capacidade de absorção de água e, consequentemente, minimizando os fenômenos de inchamento e retração.

Dessa forma, mesmo na presença de uma matriz com elevada porosidade na ZTI, como observado principalmente na Matriz 2, o recobrimento é capaz de diminuir a formação de descontinuidades macroscópicas na interface bioagregado-matriz, o que se reflete em uma melhor adesão e possivelmente menor propagação de fissuras

Entretanto, a presença de regiões porosas na interface indica que o recobrimento, embora eficaz na prevenção do descolamento, não é suficiente para eliminar completamente a porosidade interfacial, a qual permanece influenciada pelas características da matriz cimentícia e por sua cinética de hidratação, conforme também indicado pelos resultados de calorimetria e de microscopia discutido nas seções anteriores.

4.4 Desempenho mecânico da interface

4.4.1 Ensaio de arrancamento superficial (*pull-out*)

As curvas típicas de carga $\times$ deformação da análise de arrancamento superficial, que avalia a aderência na interface imediata entre bioagregado e a matriz, estão apresentadas na Figura 4.16, enquanto as médias e desvios constam na Tabela 4.11. Amostras com endocarpo natural não puderam ser avaliadas nesse ensaio devido à ausência de ancoragem suficiente para transferência de esforços, o que confirma a baixa interação físico-química da superfície natural do endocarpo com a matriz.

Figura 4.16 - Curvas típicas de força de arrancamento versus deslocamento para os bioagregados tratados com XSBR e XSBR+CNF nas Matrizes 1 e 2, aos 7 e 28 dias de cura.

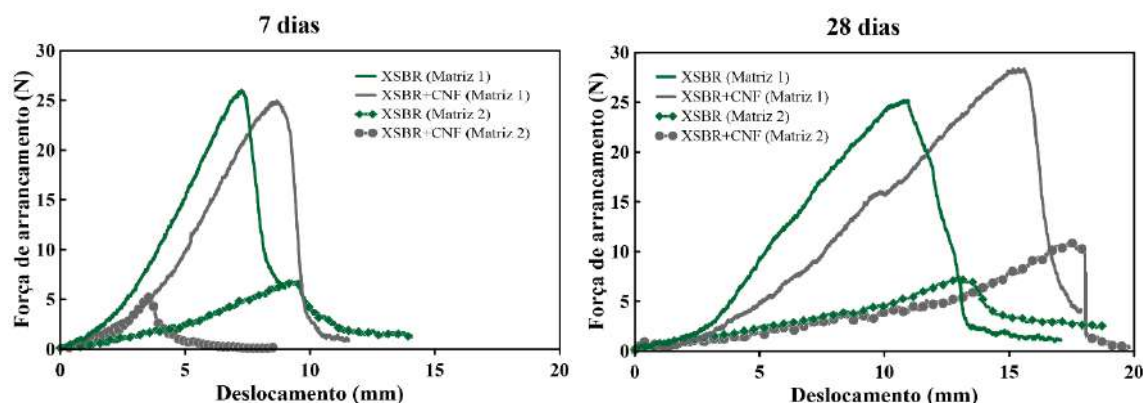


Tabela 4.11 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) dos parâmetros avaliados a partir do ensaio de arrancamento para os tratamentos XSBR e XSBR+CNF em diferentes dias de cura.

Tratamentos	Idade (dias)	M	$F_{\text{máx}}$ (N)	$\delta_{\text{máx}}$ (mm)	E (N/mm)	Área da curva (N/mm)
XSBR	7	1	20,7 ($\pm 6,6$)	8,9 ($\pm 3,8$)	3,1 ($\pm 0,9$)	125,2 ($\pm 68,3$)
		2	9,8 ($\pm 4,3$)	7,7 ($\pm 4,0$)	1,8 ($\pm 1,0$)	32,9 ($\pm 22,4$)
	28	1	20,6 ($\pm 3,4$)	15,2 ($\pm 7,6$)	2,1 ($\pm 1,2$)	165,9 ($\pm 42,9$)
		2	5,1 ($\pm 1,7$)	11,9 ($\pm 6,4$)	0,7 ($\pm 0,5$)	49,8 ($\pm 17,8$)
XSBR+CNF	7	1	22,8 ($\pm 7,3$)	8,9 ($\pm 4,1$)	2,5 ($\pm 0,8$)	108,7 ($\pm 52,6$)
		2	5,6 ($\pm 2,8$)	3,8 ($\pm 1,9$)	2,6 ($\pm 0,4$)	17,0 ($\pm 2,8$)
	28	1	30,1 ($\pm 6,3$)	14,1 ($\pm 1,7$)	3,0 ($\pm 1,0$)	222,5 ($\pm 52,9$)
		2	12,5 ($\pm 7,3$)	14,4 ($\pm 9,4$)	2,0 ($\pm 2,0$)	51,7 ($\pm 30,2$)

Legenda: M: Matriz; $F_{\text{máx}}$: Carga máxima; $\delta_{\text{máx}}$: Deslocamento no ponto de carga máxima; E: Rigidez.

Entre os tratamentos aplicados, observa-se que o recobrimento com XSBR promoveu aumento expressivo da carga máxima e da energia de adesão (área sob a curva), especialmente na Matriz 1. Aos 7 dias, a força máxima média atingiu 20,7 N, aproximadamente 112% superior à Matriz 2 (9,8 N). Essa diferença evidencia que a adesão superficial é mais efetiva na Matriz 1, possivelmente devido ao maior grau de hidratação nas camadas próximas à interface, conforme observado nos resultados da análise MEV. A maior disponibilidade de produtos de hidratação nos estágios iniciais favorece uma interação mais forte entre bioagregado e matriz, promovendo uma adesão superior (Chen, Qingqing *et al.*, 2024b; Chen, Xiang *et al.*, 2024a; Powers e Brownyard, 1946; Scrivener, 2004; Zhu *et al.*, 2023). A rigidez inicial foi superior na Matriz 1 (3,1 N/mm), enquanto a Matriz 2 registrou 1,8 N/mm, sugerindo uma melhor coesão e eficiência na transferência de carga no primeiro caso.

Aos 28 dias, a Matriz 1 manteve a carga máxima estável (20,6 N), enquanto a Matriz 2 apresentou redução de 48%, indo de 9,8 N aos 7 dias para 5,1 N aos 28 dias. Esse resultado não é consistente com o esperado para matrizes após 28 dias de cura, porém, talvez a justificativa para esse resultado esteja associada à heterogeneidade da interface evidenciada pelo MEV. A camada próxima ao bioagregado apresentou maior porosidade (20,4%) e menor grau de hidratação (72,7%), indicando regiões menos consolidadas. Essa microestrutura irregular favorece microdestacamentos ao longo do

tempo, possivelmente induzidos por tensões internas geradas durante a hidratação, explicando a queda de resistência na ZTI.

Diversos estudos demonstram que a ZTI geralmente apresenta maior porosidade, heterogeneidade microestrutural e menor densidade, características que comprometem a consolidação da interface e influenciam negativamente as propriedades mecânicas e de aderência entre cimento e agregado. (Scrivener; Crumbie; Laugesen, 2004) destacam que essas regiões mais porosas favorecem concentração de tensões e microfissuração, enquanto Wong *et al.* (2009) e Korouzhdeh; Eskandari-Naddaf; Kazemi (2022) mostram que a microestrutura irregular da ZTI está associada à redução da resistência e à suscetibilidade a destacamentos. Revisões recentes de Zhou *et al.* (2025) e Chen, Qingqing *et al.* (2024b) reforçam que a qualidade da ZTI é determinante para a performance do compósito, sendo fortemente influenciada pela distribuição de produtos de hidratação e pela porosidade local.

O recobrimento XSBR+CNF apresentou desempenho superior e mais coerente ao longo do tempo. Na Matriz 1, aos 7 dias, a carga máxima atingiu 22,8 N, aumentando para 30,1 N aos 28 dias, ganho de aproximadamente 32%. A área sob a curva acompanhou essa tendência, passando de 108,7 para 222,5 N/mm, o que representa um incremento de mais de 100% na energia de adesão. A deformação no pico máximo, que aumentou de 8,9 para 14,1 mm, indica uma interface mais dúctil e capaz de acomodar deslocamentos antes da ruptura.

Na Matriz 2, o comportamento foi mais limitado, embora tenha ocorrido evolução ao longo do tempo. A carga máxima subiu de 5,6 N aos 7 dias para 12,5 N aos 28 dias acompanhada por aumento da deformação máxima, de 3,8 para 14,4 mm, e da área sob a curva, de 17,0 para 51,7 N/mm. Embora os valores absolutos permaneçam inferiores aos da Matriz 1, o padrão de ganho é superior, indicando que a Matriz 2 requer maior tempo de cura para que os mecanismos de adesão se consolidem.

Esse ganho tardio reforça a hipótese sobre a contribuição das reações pozolânicas e do desenvolvimento de produtos secundários de hidratação, evidenciando a atuação das CNFs como sítios de nucleação e consolidação da interface. A nanocelulose facilita o crescimento de fases cristalinas que ancoram mecanicamente o revestimento polimérico e preenchem descontinuidades, reduzindo a porosidade local. Isso explica por que o tratamento XSBR+CNF apresenta evolução mais consistente entre 7 e 28 dias, refletida na redução da variabilidade e no padrão linear de ganho de rigidez, reafirmando o papel

estratégico das CNFs na otimização da interação química entre polímero e matriz cimentícia.

A análise estatística (Tabela 4.12) confirma as tendências observadas experimentalmente. Aos 7 dias, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos XSBR e XSBR+CNF para força de arrancamento ($p = 0,852$), indicando que a presença de CNF no polímero não influenciou de forma relevante a adesão inicial entre o bioagregado e a matriz. Em contrapartida, o fator matriz foi altamente significativo ($p < 0,001$), evidenciando que a composição cimentícia exerce papel determinante na ancoragem nas idades iniciais. A interação entre o recobrimento e matriz não foi significativa ($p = 0,384$), indicando que os efeitos de cada fator são independentes neste estágio inicial.

Aos 28 dias, observa-se novamente a ausência de efeito significativo do recobrimento isoladamente, enquanto a matriz manteve influencia expressiva sobre a resistência de aderência ($p = 0,0006$). Diferentemente do observado aos 7 dias, a interação entre recobrimento e matriz foi significativa ($p = 0,003$), o que indica que o desempenho do recobrimento depende do tipo de matriz empregada. Esse resultado sugere que o efeito do polímero pode ser potencializado ou limitado conforme as características físico-químicas da matriz, refletindo na evolução da adesão ao longo do tempo.

Tabela 4.12 - Resultados da análise de variância bifatorial (ANOVA) para o parâmetro avaliado aos 7 e 28 dias.

	Fonte de variação	F	p-valor	Significância
7 dias	Recobrimento (B)	0,04	0,852	ns
	Matriz (C)	25,60	<0,001	*
	Interação B×C	0,81	0,384	ns
28 dias	Recobrimento (B)	0,06	0,806	ns
	Matriz (C)	20,02	0,0006	*
	Interação B×C	13,31	0,003	ns

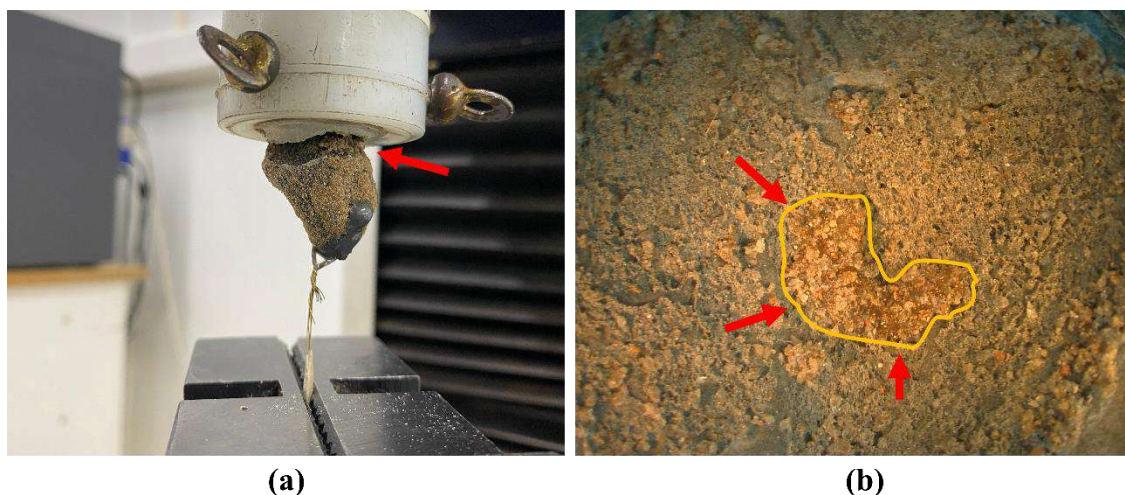
Legenda: ns = não significativo ($p > 0,05$); * = significativo ($p < 0,05$)

A rigidez apresentou menores variações entre os tratamentos, situando-se entre 2,0 e 3,1 N/mm. Isso confirma que os recobrimentos influenciam mais fortemente na adesão e a energia de arrancamento do que a rigidez inicial, reforçando que o mecanismo dominante de melhora está associado à coesão superficial e ao atrito durante o arrancamento, e não apenas à resistência elástica inicial.

Quando a ligação entre o bioagregado e matriz é apenas superficial, como no ensaio realizado nesse trabalho, a deformação até o pico deixa de representar o deslizamento ao longo do comprimento embebido, como em ensaios convencionais de fibras, e passa a refletir o comportamento adesivo e coesivo da interface. Maiores deformações, como observadas no tratamento XSBR+CNF, indicam interfaces mais dúcteis e resilientes, com aderência mantida sob deslocamento progressivo. Já as deformações menores, típicas do XSBR isolado, estão associadas a uma interface mais rígida e suscetível à ruptura frágil, limitada principalmente à ancoragem mecânica.

Um aspecto importante observado pós-ensaio de arrancamento refere-se ao padrão de falha interfacial, onde parte dos recobrimentos permaneceram aderido à matriz cimentícia, enquanto o destacamento ocorreu na interface polímero-bioagregado (Figura 4.17). Esse comportamento evidencia que a ligação entre polímero e matriz é mais forte do que com o bioagregado. Esse padrão está em acordo com Ferreira *et al.* (2020), que identificaram pontos de ancoragem entre polímero e matriz, indicando que a ligação XSBR-cimento é mediada por interações químicas via íons Ca^{2+} . Complementarmente, Kolour; Ashraf; Landis (2021) avaliaram o potencial zeta de nanofibrilas de celulose e cimento e observaram que há grande afinidade eletrostática entre CNFs e partículas de cimento, reforçando o papel das nanoceluloses na densificação da interface.

Figura 4.17 - Aspecto macroscópico pós-ensaio de arrancamento superficial de uma amostra com recobrimento. (a) Bioagregado (endocarpo) destacado da matriz cimentícia e (b) detalhe aproximado do recobrimento polimérico aderido à matriz (setas).



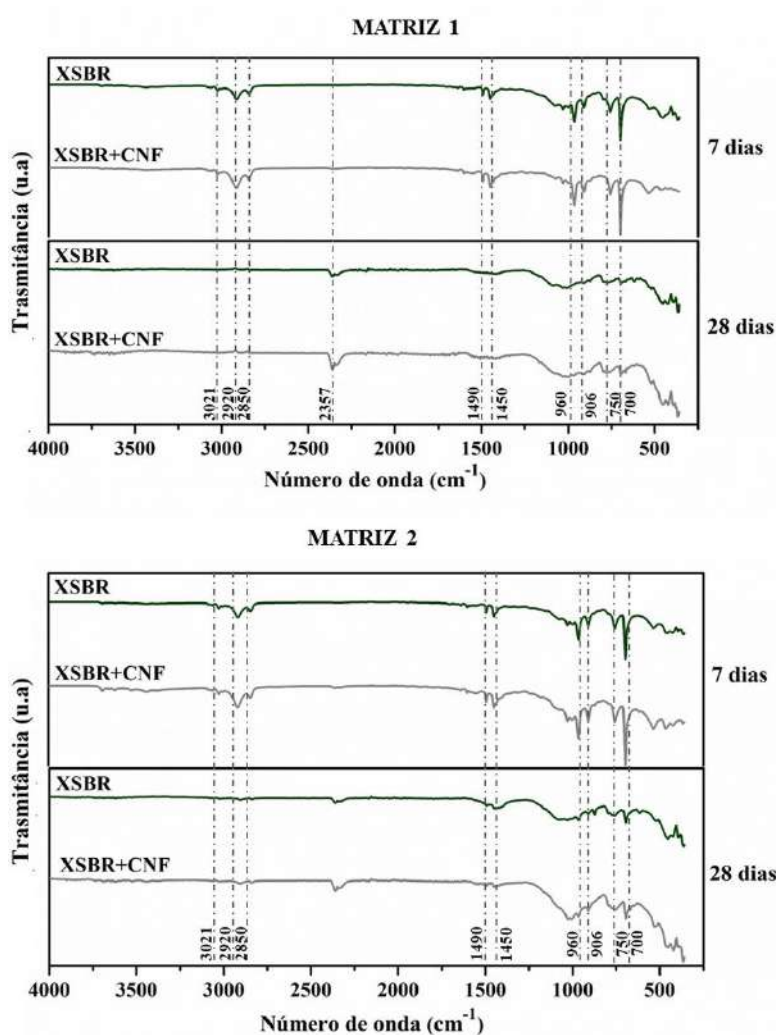
Nesse contexto, a análise por FTIR foi utilizada como ferramenta complementar para verificar o comportamento do recobrimento após o ensaio mecânico. Para isso, foram

analisadas amostras retiradas da superfície do endocarpo recoberto após o ensaio, especificamente da região que esteve em contato direto com a matriz cimentícia.

Os mesmos conjuntos de bandas associadas ao XSBR foram observados tanto para a Matriz 1 quanto para a Matriz 2 (Figura 4.18). Nos espectros, destacam-se picos característicos do polímero, destacando-se os picos em torno de 3021, 2920 e 2850 cm^{-1} , correspondentes ao estiramento das ligações C–H dos anéis aromáticos do polímero (Chakraborty *et al.*, 2013; Ferreira *et al.*, 2020).

As absorções em 700 e 960 cm^{-1} são característicos das estruturas do estireno presentes no XSBR, atribuída ao estiramento das ligações C–C aromáticas (Baeta *et al.* 2009; Castoldi *et al.*, 2023). Adicionalmente, os picos em aproximadamente 750 e 906 cm^{-1} à estrutura trans-1,4 do butadieno (Ferreira *et al.*, 2020; Baeta *et al.* 2009). Esses resultados confirmam que parte do recobrimento permaneceu aderido ao endocarpo após o ensaio de arrancamento.

Figura 4.18 - Espectros de FTIR do recobrimento polimérico pós-ensaio de arrancamento.



Entretanto, a redução da intensidade dos picos aos 28 dias, associada à observação de material polimérico aderido à matriz cimentícia após o ensaio (Figura 4.17) indica que parte do recobrimento foi transferido do endocarpo para a matriz durante o arrancamento. Isso mostra que a falha ocorreu na interface polímero-endocarpo, evidenciando que a adesão do polímero à matriz é, em vários pontos, igual ou superior à sua adesão ao bioagregado.

4.4.2 Ensaio de flexão de partícula única

As curvas típicas do ensaio de flexão de partícula única estão apresentadas na Figura 4.19, enquanto os valores médios e desvio padrão para os parâmetros avaliados: Carga Máxima, Rigidez (E) e Tenacidade, estão dispostos na Tabela 4.13.

Figura 4.19 - Curvas típicas do ensaio de flexão de partícula única da Matriz 1 e 2 aos 7 dias.

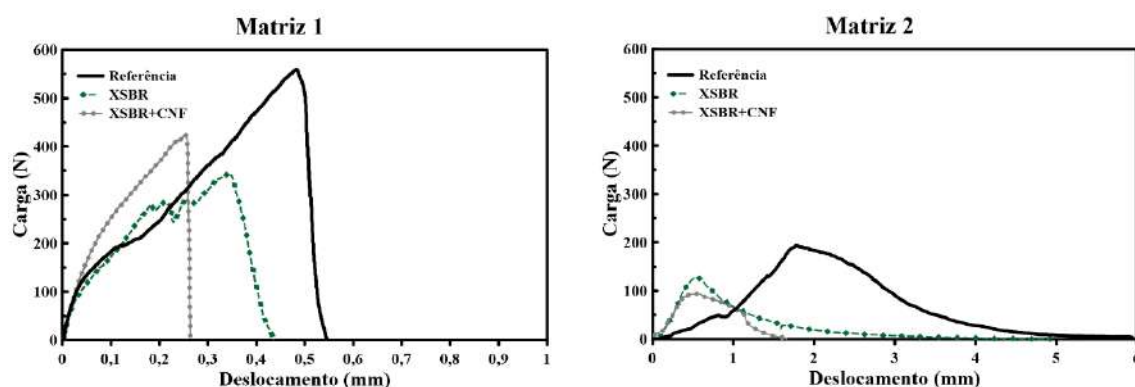


Tabela 4.13 - Valores médios e desvio padrão (parênteses) para os parâmetros avaliados a partir do ensaio de flexão de partícula única aos 7 dias.

Matriz	Tratamento	Carga _{máx} (N)	E (MPa)	Tenacidade (N/m ³)
1	Referência	851,0 (±194,4)	634,0 (±331,6)	2118,4 (±380,8)
	XSBR	464,1 (±322,3)	240,6 (±154,5)	1367,4 (±718,9)
	XSBR+CNF	614,7 (±149,5)	453,2 (±241,3)	1716,7 (±254,1)
2	Referência	211,3 (±18,3)	117,9 (±6,6)	980,9 (±0,4)
	XSBR	131,4 (±42,4)	125,4 (±38,4)	549,0 (±169,3)
	XSBR+CNF	109,4 (±53,8)	167,1 (±7,3)	781,3 (±518,8)

Na Matriz 1, a amostra de referência apresentou os maiores valores para todos os parâmetros. O recobrimento com XSBR as menores médias, com reduções de aproximadamente 45% na carga máxima, 62% na rigidez e 36% na tenacidade em relação à referência. O tratamento XSBR+CNF apresentou desempenho intermediário. Em relação à referência, observam-se reduções de cerca de 28% na carga máxima, 29% na rigidez e 19% na tenacidade, entretanto, observa-se também que em relação ao XSBR puro, a presença das CNFs promoveu uma recuperação dos parâmetros mecânicos, principalmente da rigidez e da tenacidade. Esse comportamento sugere que a presença das nanofibrilas melhora a interação na interface, favorecendo a transferência inicial de tensões.

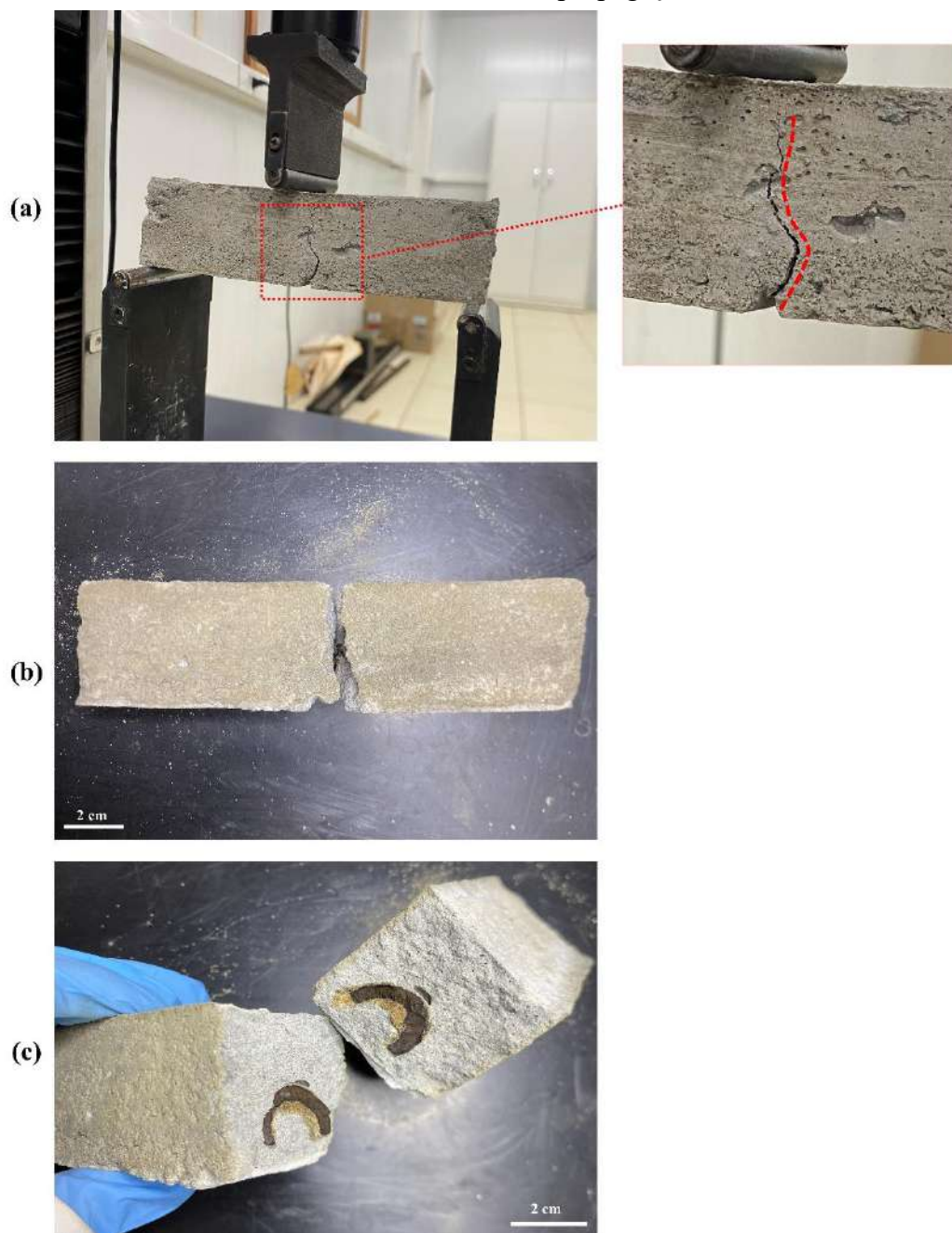
Na Matriz 2, todos os tratamentos apresentaram valores de carga máxima e tenacidade inferiores aos observados na Matriz 1, o que está associado à maior substituição do cimento por adições minerais e à menor densidade inicial da matriz aos 7

dias. Para a carga máxima, o XSBR reduziu os valores em aproximadamente 38% e o XSBR+CNF em cerca de 48% em relação à referência. A tenacidade também diminuiu para ambos os recobrimentos, com reduções de aproximadamente 44% para XSBR e 20% para XSBR+CNF.

Em contraste, a rigidez apresentou comportamento distinto. O recobrimento com XSBR promoveu um aumento de cerca de 6% em relação à referência, enquanto o XSBR+CNF resultou em um aumento mais expressivo, próximo de 42%. Esse resultado está relacionado ao modo de propagação da fissura. Quando a interface é fraca, a fissura tende a contornar o endocarpo, limitando a transferência de tensões. Quando a interface é mais resistente, a fissura tende a atravessar diretamente a região do agregado, concentrando tensões e tornando a resposta inicial mais rígida, porém com ruptura mais rápida e menor dissipação de energia. Assim, o aumento de rigidez observado para o XSBR+CNF pode ser associado à melhoria da adesão do bioagregado com a matriz.

O material pós-ensaio confirma essa interpretação. Na Figura 4.20 a, observa-se a fissura contornando o endocarpo, característica de uma interface mais fraca, na qual a propagação ocorre preferencialmente ao longo da interface, com menor transferência direta de tensões. Já na Figura 4.20 b e c, a fissura atravessa a região do endocarpo, indicando uma interface mais resistente.

Figura 4.20 - Aspecto do material após o ensaio de flexão de partícula única, evidenciando diferentes modos de propagação da fissura.



É importante ressaltar que os resultados apresentam elevada variabilidade, associada à heterogeneidade natural do endocarpo e ao número limitado de amostras ensaiadas. Isso restringe a representatividade estatística dos valores, mas ainda permite a identificação de tendências de comportamento que são compatíveis com as observações obtidas nos demais resultados apresentados nesta pesquisa.

A análise estatística reforça a predominância do tipo de matriz sobre o desempenho mecânico global. A ANOVA de dois fatores (matriz $\times$ recobrimento) indicou efeito significativo da matriz sobre a rigidez (E) e a tenacidade, enquanto o recobrimento

e a interação entre os fatores não apresentaram efeito estatisticamente significativo para os parâmetros avaliados (Tabela 4.14).

Tabela 4.14 - Resultados ANOVA de dois fatores (matriz x recobrimento).

Parâmetro	Fator	F	p	Significância
Rigidez (E)	Matriz	6,16	0,032	*
	Recobrimento	0,75	0,498	ns
	Interação	0,82	0,467	ns
Tenacidade	Matriz	13,85	0,005	*
	Recobrimento	1,79	0,222	ns
	Interação	0,36	0,710	ns

Legenda: ns = não significativo ($p > 0,05$); * = significativo ($p < 0,05$)

Esses resultados mostram que a composição da matriz é o principal fator determinante do comportamento mecânico, enquanto o recobrimento atua de forma secundária, modificando principalmente o comportamento local da interface e o modo de fratura, sem produzir diferenças estatísticas robustas.

Portanto, embora o recobrimento altere a qualidade da interface entre o endocampo e a matriz, seu efeito sobre a carga máxima, a rigidez e a tenacidade ainda é limitado quando comparado à influência da matriz. A recuperação observada para o XSBR+CNF em relação ao XSBR indica uma melhora da interação interfacial promovida pelas nanofibrilas de celulose, ainda que essa melhora não seja suficiente para gerar diferenças estatisticamente significativas nos valores médios obtidos.

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, concluiu-se que:

- Os recobrimentos poliméricos modificam a interação superfície-água do endocarpo de macaúba, promovendo o controle da absorção inicial de água e a estabilização dimensional do bioagregado, o que redefine o balanço hídrico local e altera o microambiente de hidratação na zona de transição interfacial;
- A calorimetria confirmou que o efeito do recobrimento é fortemente dependente da composição da matriz cimentícia, evidenciando que um mesmo tratamento pode atuar como acelerador ou retardador da hidratação conforme a disponibilidade iônica e a reatividade do sistema;
- A análise microestrutural da ZTI mostrou que interfaces mais densas e homogêneas, obtidas principalmente com o tratamento XSBR+CNF, estão associadas a maior energia de adesão, maior tenacidade e comportamento mecânico mais consistente ao longo do tempo;
- A composição da matriz cimentícia é o principal fator de controle da adesão e do desempenho mecânico, e o recobrimento atua como modulador desse comportamento. No entanto, os resultados indicam que ainda são necessários estudos mais aprofundados e o desenvolvimento de novas formulações de matriz, capazes de promover maior densificação da microestrutura e contribuir para a formação de uma ZTI mais densa em conjunto com os recobrimentos;
- O tratamento XSBR+CNF foi o mais eficiente para a otimização da interface bioagregado-matriz, pois modulou a cinética de hidratação, controlou a absorção de água e contribuiu para a formação de uma ZTI mais organizada, refletindo em melhor desempenho mecânico do bioconcreto.

REFERÊNCIAS

ABREU, Isabella Santiago *et al.* First karyotype, DNA C-value and AT/GC base composition of macaw palm (*Acrocomia aculeata*, Arecaceae) a promising plant for biodiesel production. **Australian Journal of Botany**, vol. 59, no 2, p. 149–155, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 8953:2015. Concreto para fins estruturais — classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro: ABNT, 2015. Disponível em: <https://www.normas.com.br/visualizar/abnt-nbr-nm/148/abnt-nbr8953-concreto-para-fins-estruturais-classificacao-pela-massa-especifica-por-grupos-de-resistencia-e-consistencia..> Acesso em: 15 dez. 2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12006:1990**. Cimento: determinação do calor de hidratação pelo método da garrafa de Langavant: método de ensaio. Rio de Janeiro: ABNT, 1990. Disponível em: <https://www.normas.com.br/visualizar/projeto-nbr/38741/abnt-nbr-12006-1990-cimento-determinacao-do-calor-de-hidratacao-pelo-metodo-da-garrafa-de-langavant-metodo-de-ensaio>. Acesso em: 15 dez. 2024.

ASTM INTERNATIONAL. ASTM C593-19. Standard specification for fly ash and other pozzolans for use with lime for soil stabilization. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2019. Disponível em: <https://www.astm.org/c0593-19.html>. Acesso em: 15 jul. 2024.

AHMAD, Hammad *et al.* A Comprehensive Review on Construction Applications and Life Cycle Sustainability of Natural Fiber Biocomposites. **Sustainability** 2022, Vol. 14, Page 15905, vol. 14, no 23, p. 15905, 2022.

AKINYEMI, Banjo A.; ADESINA, Adeyemi. Utilization of polymer chemical admixtures for surface treatment and modification of cellulose fibres in cement-based composites: a review. **Cellulose** 2021 28:3, vol. 28, no 3, p. 1241–1266, 2021.

AMARAL, Fabiano Pereira do. **Estudo das características físico-químicas dos óleos da amêndoa e polpa da macaúba [*Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart]**. 2007.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2007. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/90468>. Acesso em: 25 nov. 2024.

AMZIANE, Sofiane; SONEBI, Mohammed. Overview on bio-based building material made with plant aggregate. **RILEM Technical Letters**, vol. 1, p. 31–38, 2016.

ANDRADE, Gabriele Melo de *et al.* Macauba (*Acrocomia aculeata*) endocarp as a coarse aggregate for bio-concretes. **Construction and Building Materials**, vol. 451, p. 138667, 2024.

ANDREOLA, Vanessa M. *et al.* A Comprehensive Experimental Study on the Physical Performance and Durability of Bamboo Bio-Concrete. **Sustainability** (Switzerland), vol. 16, no 13, 2024.

ANTONI, M. *et al.* Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. **Cement and Concrete Research**, vol. 42, no 12, p. 1579–1589, 2012.

BAETA, D. A.; ZATTERA, J. A.; OLIVEIRA, M. G.; OLIVEIRA, P. J. The use of styrene-butadiene rubber waste as a potential filler in nitrile rubber: order of addition and size of waste particles. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 26, n. 1, p. 23–31, 2009. DOI: 10.1590/S0104-66322009000100003.

BASHEER, L.; BASHEER, P. A.M.; LONG, A. E. Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary Portland cement concrete. **Construction and Building Materials**, vol. 19, no 9, 2005.

BEISER, Vince. The Secret Ingredient to China's Aggression? Sand. *International New York Times*, p. NA-NA, 2018. Disponível em: <https://go.gale.com/ps/i.do?p=AONE&sw=w&issn=22699740&v=2.1&it=r&id=GALE%7CA552221610&sid=googleScholar&linkaccess=fulltext>. Acesso em: 14 nov. 2025.

BERALDO, Antonio L. Compuestos biomasa vegetal y cemento B. Aprovechamiento de residuos agroindustriales como fuente sostenible de materiales de construcción, vol. 1, p. 301–326, 2011.

BLANKENDAAL, Tom; SCHUUR, Peter; VOORDIJK, Hans. Reducing the environmental impact of concrete and asphalt: A scenario approach. **Journal of Cleaner Production**, vol. 66, p. 27–36, 2014.

BOIX, Estefania *et al.* Influence of chemical treatments of miscanthus stem fragments on polysaccharide release in the presence of cement and on the mechanical properties of bio-based concrete materials. **Cement and Concrete Composites**, vol. 105, 2020.

BRAGA JUNIOR, Marcelo Mendes *et al.* Forestry control in the Brazilian Amazon: charcoal anatomy of tree species from protected areas. **Australian Journal of Botany**, vol. 70, no 1, p. 13–31, 2022. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1071/BT21062>.

BRITO, Jorge de; KURDA, Rawaz. The past and future of sustainable concrete: A critical review and new strategies on cement-based materials. *Journal of Cleaner Production*, [s. l.], vol. 281, 2021.

BUFALINO, L *et al.* New products made with lignocellulosic nanofibers from Brazilian amazon forest. IOP Conference Series: **Materials Science and Engineering**, [s. l.], vol. 64, p. 012012, 2014. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/64/1/012012>.

CAI, Rongjin *et al.* The early hydration of metakaolin blended cements by non-contact impedance measurement. **Cement and Concrete Composites**, vol. 92, p. 70–81, 2018.

CALDAS, M Y R ; *et al.* A Comprehensive Approach for Designing Low Carbon Wood Bio-Concretes. **Materials** 2024, Vol. 17, Page 2742, [s. l.], vol. 17, no 11, p. 2742, 2024.

CALDAS, Lucas Rosse *et al.* Building materials in a circular economy: The case of wood waste as CO₂-sink in bio concrete. **Resources, Conservation and Recycling**, vol. 166, 2021a.

CALDAS, Lucas Rosse *et al.* Environmental impact assessment of wood bio-concretes: Evaluation of the influence of different supplementary cementitious materials. **Construction and Building Materials**, vol. 268, 2021b.

CALISKAN, Sinan; KARIHALOO, Bhushan L. Effect of surface roughness, type and size of model aggregates on the bond strength of aggregate/mortar interface. **Interface Science**, vol. 12, no 4, p. 361–374, 2004.

CAO, Yizheng *et al.* The influence of cellulose nanocrystal additions on the performance of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, vol. 56, p. 73–83, 2015.

CARGNIN, Adeliano *et al.* Potencial da macaubeira como fonte de matéria-prima para produção de biodiesel. **Embrapa Cerrado - Documentos (INFOTECA-E)**. Planaltina - DF: [s. d.], 2008. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/571923/1/doc217.pdf>. Acesso em: 25 nov. 2024.

CASTOLDI, Raylane de Souza *et al.* Effect of polymeric fiber coating on the mechanical performance, water absorption, and interfacial bond with cement-based matrices. **Construction and Building Materials**, vol. 404, p. 133222, 2023.

CHAKRABORTY, Sumit; KUNDU, Sarada Prasad; ROY, Aparna; ADHIKARI, Basudam; MAJUMDER, S. B. Polymer modified jute fibre as reinforcing agent controlling the physical and mechanical characteristics of cement mortar. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 214–222, 2013. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.08.025.

CHAU, T. T. *et al.* A review of factors that affect contact angle and implications for flotation practice. **Advances in Colloid and Interface Science**, vol. 150, no 2, p. 106–115, 2009.

CHEN, Qingqing *et al.* A review of the interfacial transition zones in concrete: Identification, physical characteristics, and mechanical properties. **Engineering Fracture Mechanics**, vol. 300, p. 109979, 2024a.

CHEN, Qingqing *et al.* A review of the interfacial transition zones in concrete: Identification, physical characteristics, and mechanical properties. **Engineering Fracture Mechanics**, vol. 300, p. 109979, 2024b.

CHEN, Xiang *et al.* Analysis of mechanical properties and failure mechanism of bamboo aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, vol. 422, 2024a.

CHEN, Liang *et al.* Biochar-augmented carbon-negative concrete. **Chemical Engineering Journal**, vol. 431, 2022.

CHEN, Xiang *et al.* Process optimization of acq-polyacrylate modified bamboo aggregate and durability analysis of all-bamboo aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, vol. 424, 2024b.

CONCEIÇÃO, Léo Duc Haa Carson SCHWARTZHAUPT da *et al.* Potencial da Macaúba e avaliação de maciços. 2013, Patos de Minas. **Congresso Brasileiro de Macaúba**. Patos de Minas: Embrapa Agroindústria de Alimentos-Artigo em anais de congresso (ALICE), 2013.

CORTÉS, Jerónimo González *et al.* Industrial Applications of Hemp Fiber in Europe and Evolving Regulatory Landscape. **Journal of Natural Fibers**, vol. 21, no 1, 2024. Disponível em: Acesso em: 12 nov. 2025.

COSTA, José M.C.; OLIVEIRA, Dalany M.; COSTA, Luis E.C. **Macauba Palm-Acrocomia aculeata**. In: RODRIGUES, Sueli; SILVA, Ebenezzer de Oliveira; BRITO, Edy Sousa (orgs.). *Exotic Fruits*. 1. ed. Londres: Academic Press, 2018. vol. 1, p. 297–304.

CUNHA, Armando Lucas Cherem da *et al.* Evaluation of the metakaolin pozzolanic reactivity in cement pastes. **Materials Science Forum**, vol. 591–593, p. 827–832, 2008.

DA GLORIA, M’hamed Yassin Rajiv. **Desenvolvimento e caracterização de painéis sanduíches de concreto com núcleo leve e faces em laminados reforçados com fibras**

longas de sisal. 2015. 1–115 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015. Disponível em: <http://www.coc.ufri.br/pt/documents2/mestrado/2015/2588-gloria-myr-tm-15-pdf>. Acesso em: 21 set. 2020.

DA GLORIA, M 'Hamed Yassin Rajiv; TOLEDO FILHO, Romildo Dias. Influence of the wood shavings/cement ratio on the thermo-mechanical properties of lightweight wood shavings-cement based composites. 2016. **6th Amazon & Pacific Green Materials Congress and Sustainable Construction Materials LAT-RILEM Conference**, 2016. p. 365–374.

DA GLORIA, M'hamed Yassin Rajiv; TOLEDO FILHO, Romildo Dias. Innovative sandwich panels made of wood bio-concrete and sisal fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, vol. 272, p. 121636, 2021.

DAN GAVRILETEA, Marius. Environmental Impacts of Sand Exploitation. Analysis of Sand Market. **Sustainability** 2017, Vol. 9, Page 1118, vol. 9, no 7, p. 1118, 2017.

DE ARAUJO, Olga M.O. *et al.* Evaluating the Microstructure and Interaction of Bioaggregates in Concrete Using microCT. **X-Ray Spectrometry**, 2025

DIAS, Sara *et al.* Lightweight cement composites containing end-of-life treated wood – Leaching, hydration and mechanical tests. **Construction and Building Materials**, vol. 317, p. 125931, 2022.

DINAKAR, P.; SAHOO, Pradosh K.; SRIRAM, G. Effect of Metakaolin Content on the Properties of High Strength Concrete. **International Journal of Concrete Structures and Materials**, vol. 7, no 3, 2013.

DIQUÉLOU, Youen *et al.* Impact of hemp shiv on cement setting and hardening: Influence of the extracted components from the aggregates and study of the interfaces with the inorganic matrix. **Cement and Concrete Composites**, vol. 55, p. 112–121, 2015.

DUARTE, Shirley *et al.* Alteration of physico-chemical characteristics of coconut endocarp — *Acrocomia aculeata* — by isothermal pyrolysis in the range 250–550 °C. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, [s. l.], vol. 126, p. 88–98, 2017.

ELSHARIEF, Amir; COHEN, Menashi D.; OLEK, Jan. Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 33, no 11, p. 1837–1849, 2003.

EVARISTO, Anderson Barbosa *et al.* Actual and putative potentials of macauba palm as feedstock for solid biofuel production from residues. **Biomass and Bioenergy**, [s. l.], vol. 85, p. 18–24, 2016.

FAN, Yueming *et al.* Activation of fly ash and its effects on cement properties. **Cement and Concrete Research**, vol. 29, no 4, p. 467–472, 1999.

FAN, Mizi *et al.* Cement-bonded composites made from tropical woods: Compatibility of wood and cement. **Construction and Building Materials**, vol. 36, p. 135–140, 2012.

FARIA, Douglas Lamounier *et al.* Multilayer paper composites interconnected by oblong cuts and sodium silicate adhesive reinforced with cellulose nanofibrils derived from cardboard waste. **Cellulose**, vol. 32, no 7, p. 4525–4552, 2025.

FARIA, Douglas Lamounier *et al.* Physical and mechanical behavior of glulam beams produced with rubberwood treated with preservatives. *Ciência e Agrotecnologia*, [s. l.], vol. 44, p. e012020, 2020.

FERREIRA, Saulo Rocha *et al.* Bond Behavior of a Bio-Aggregate Embedded in Cement-Based Matrix. **Materials**, [s. l.], vol. 15, no 17, 2022.

FERREIRA, Saulo Rocha *et al.* Effect of fiber treatments on the sisal fiber properties and fiber-matrix bond in cement based systems. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 101, p. 730–740, 2015.

FERREIRA, Saulo Rocha *et al.* Inverse identification of the bond behavior for jute fibers in cementitious matrix. **Composites Part B: Engineering**, [s. l.], vol. 95, p. 440–452, 2016.

FERREIRA, Saulo Rocha *et al.* The influence of carboxylated styrene butadiene rubber coating on the mechanical performance of vegetable fibers and on their interface with a cement matrix. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 262, p. 120770, 2020.

FIDELIS, Maria Ernestina Alves *et al.* Interface characteristics of jute fiber systems in a cementitious matrix. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 116, p. 252–265, 2019.

FIDELIS, Maria Ernestina Alves *et al.* The effect of accelerated aging on the interface of jute textile reinforced concrete. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], vol. 74, p. 7–15, 2016.

FODE, Tsion Amsalu; JANDE, Yusufu Abeid Chande; KIVEVELE, Thomas. Effects of different supplementary cementitious materials on durability and mechanical properties of cement composite – Comprehensive review. **Heliyon**, vol. 9, no 7, 2023.

FRÍAS, M. *et al.* Advances in understanding R3 chemical reactivity in various traditional and emerging pozzolans: Chemical, mineralogical and calorimetric dimensions. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 457, p. 139474, 2024.

FRÍAS, Moisés; CABRERA, Joseph. Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin±cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 30, p. 561–569, 2000.

FRYBORT, Stephan *et al.* Cement bonded composites - A mechanical review. **BioResources**, [s. l.], vol. 2, no 3, p. 602–626, 2008.

FUMAGALLI, Matthieu *et al.* Rubber materials from elastomers and nanocellulose powders: filler dispersion and mechanical reinforcement. **Soft Matter**, [s. l.], vol. 14, no 14, p. 2638–2648, 2018.

GAO, Yueyi *et al.* Characterisation of the interfacial transition zone in mortars by nanoindentation and scanning electron microscope. <https://doi.org/10.1680/jmacr.17.00161>, [s. l.], vol. 70, no 18, p. 965–972, 2018.

GAO, Yun *et al.* Characterization of ITZ in ternary blended cementitious composites: Experiment and simulation. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 41, p. 742–750, 2013a.

GAO, Song *et al.* Influence of supplementary cementitious materials on ITZ characteristics of recycled concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 363, p. 129736, 2023.

GAO, Yun *et al.* Porosity characterization of ITZ in cementitious composites: Concentric expansion and overflow criterion. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 38, p. 1051–1057, 2013b.

GAO, Yun *et al.* The ITZ microstructure, thickness and porosity in blended cementitious composite: Effects of curing age, water to binder ratio and aggregate content. **Composites Part B: Engineering**, [s. l.], vol. 60, p. 1–13, 2014.

GERIN, Mayara Turi; SALES, Almir; NARDIN, Silvana De. Mechanical and physical properties of recycled aggregates concrete. **Revista Tecnológica**, [s. l.], vol. 29, no 1, p. 259–274, 2020.

GIERGICZNY, Z. The hydraulic activity of high calcium fly ASH. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry** 2006 83:1, [s. l.], vol. 83, no 1, p. 227–232, 2006.

GLORIA, M’hamed Y.R. da *et al.* A Comprehensive Approach for Designing Low Carbon Wood Bio-Concretes. **Materials**, [s. l.], vol. 17, no 11, 2024.

GLORIA, M’hamed Yassin Rajiv da *et al.* A comprehensive approach for designing workable bio-based cementitious composites. **Journal of Building Engineering**, vol. 34, p. 101696, 2021.

GOLEWSKI, Grzegorz Ludwik. Evaluation of morphology and size of cracks of the Interfacial Transition Zone (ITZ) in concrete containing fly ash (FA). **Journal of Hazardous Materials**, [s. l.], vol. 357, p. 298–304, 2018.

GOVIN, A.; PESCHARD, A.; GUYONNET, R. Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood. **Cement and Concrete Composites**,

GUIMARÃES, Túlio Caetano *et al.* The influence of cellulose microcrystals and nanofibrils in XSBR polymers on the mechanical properties of jute textile-reinforced cementitious composites. **Cellulose**, [s. l.], vol. 31, no 6, p. 3961–3979, 2024.

GUIMARÃES JÚNIOR, Mario *et al.* Starch/PVA-based nanocomposites reinforced with bamboo nanofibrils. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], vol. 70, p. 72–83, 2015.

GUO, Aofei *et al.* State-of-the-art review on the use of lignocellulosic biomass in cementitious materials. **Sustainable Structures**, [s. l.], vol. 3, no 1, 2023.

GWON, Seongwoo *et al.* Water migration mechanism during internal curing of cement composites with cellulose microfibers. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 411, p. 134173, 2024.

HE, Changling; OSBAECK, Bjarne; MAKOVICKY, Emil. Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: Activation, reactivity assessments and technological effects. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 25, no 8, 1995.

HEMALATHA, T.; RAMASWAMY, Ananth. A review on fly ash characteristics – Towards promoting high volume utilization in developing sustainable concrete. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], vol. 147, p. 546–559, 2017.

HEWLETT, Peter C. Lea's Chemistry of Cement and Concrete. **Lea's Chemistry of Cement and Concrete**, [s. l.], p. 1–1057, 2003.

HILAL, Ameer A. Effect of Aggregate Roughness on Strength and Permeation Characteristics of Lightweight Aggregate Concrete. **Journal of Engineering**, [s. l.], vol. 2021, no 1, p. 9505625, 2021.

HOPPE FILHO, J. *et al.* High-Volume Fly Ash Concrete with and without Hydrated Lime: Chloride Diffusion Coefficient from Accelerated Test. **Journal of materials in civil engineering**, [s. l.], vol. 25, no 3, p. 411–418, 2013.

HUGEN, Lisiane Nunes *et al.* Addition of carboxylated styrene–butadiene rubber in cellulose nanofibrils composite films: effect on film production and its performance. **Iranian Polymer Journal** (English Edition), [s. l.], vol. 32, no 2, p. 165–176, 2023a.

HUGEN, Lisiane Nunes *et al.* Effect of cellulose micro/nanofibrils and carboxylated styrene butadiene rubber coating on sack kraft paper. **Nordic Pulp and Paper Research Journal**, [s. l.], vol. 38, no 3, p. 481–489, 2023b.

IFUKU, Shinsuke *et al.* Fibrillation of dried chitin into 10–20 nm nanofibers by a simple grinding method under acidic conditions. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], vol. 81, no 1, p. 134–139, 2010.

ILANGO, Nirrupama Kamala *et al.* Interfacial adhesion mechanism between organic polymer coating and hydrating cement paste. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], vol. 115, p. 103856, 2021.

JABBAR, Adil. Using Cementitious Materials to Enhance Concrete Properties and Improve the Environment: A Review. **Wasit Journal of Engineering Sciences**, [s. l.], vol. 11, no 3, p. 140–154, 2023.

JO, Byung Wan; CHAKRABORTY, Sumit. A mild alkali treated jute fibre controlling the hydration behaviour of greener cement paste. **Scientific Reports**, [s. l.], vol. 5, 2015.

JO, Byung Wan; CHAKRABORTY, Sumit; YOON, Kwang Won. A hypothetical model based on effectiveness of combined alkali and polymer latex modified jute fibre in

controlling the setting and hydration behaviour of cement. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 68, p. 1–9, 2014.

JORGE, F. C.; PEREIRA, C.; FERREIRA, J. M.F. Wood-cement composites: A review. *Holz als Roh - und Werkstoff*, [s. l.], vol. 62, no 5, p. 370–377, 2004.

KANOJIA, Apeksha; JAIN, Sarvesh K. Performance of coconut shell as coarse aggregate in concrete., [s. l.], vol. 140, p. 150–156, 2017.

KHAN, Inam; YONG, Guotao. Role of supplementary cementitious materials in mitigating heat of hydration in mass concrete elements. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 431, p. 136482, 2024.

KIM, Jae Jun *et al.* The Recycled Aggregates with Surface Treatment by Pozzolamics. **Key Engineering Materials**, [s. l.], vol. 287, p. 63–68, 2005.

KINNANE, O *et al.* Experimental investigation of thermal inertia properties in hemp-lime concrete walls. [s. l.], 2015. Disponível em: <http://go.qub.ac.uk/oa-feedback>. Acesso em: 12 nov. 2025.

KOCHOVA, K. *et al.* Effect of saccharides on the hydration of ordinary Portland cement. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 150, p. 268–275, 2017.

KOLOUR, Hosain Haddad; ASHRAF, Warda; LANDIS, Eric N. Hydration and early age properties of cement pastes modified with cellulose nanofibrils. **Transportation Research Record**, [s. l.], vol. 2675, no 9, p. 38–46, 2021.

KOROUZHDEH, Tahereh; ESKANDARI-NADDAF, Hamid; KAZEMI, Ramin. The ITZ microstructure, thickness, porosity and its relation with compressive and flexural strength of cement mortar; influence of cement fineness and water/cement ratio. **Frontiers of Structural and Civil Engineering** 2022 16:2, [s. l.], vol. 16, no 2, p. 191–201, 2022.

KUNDU, Sarada Prasad *et al.* Chemically modified jute fibre reinforced non-pressure (NP) concrete pipes with improved mechanical properties. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 37, p. 841–850, 2012.

LAM, L.; WONG, Y. L.; POON, C. S. Degree of hydration and gel/space ratio of high-volume fly ash/cement systems. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 30, no 5, p. 747–756, 2000. Disponível em: Acesso em: 23 set. 2024.

LI, Lin *et al.* Hydration kinetics and apparent activation energy of cement pastes containing high silica fume content at lower curing temperature. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 435, p. 136881, 2024.

LIMA, Paulo Roberto Lopes; TOLEDO FILHO, Romildo Dias. Uso de metacaulinita para incremento da durabilidade de compósitos à base de cimento reforçados com fibras de sisal. **Ambiente Construído**, [s. l.], vol. 8, no 1678–8621, p. 7–19, 2008.

LIN, Ying; ALENGARAM, U. Johnson; IBRAHIM, Zainah. Effect of treated and untreated rice husk ash, palm oil fuel ash, and sugarcane bagasse ash on the mechanical, durability, and microstructure characteristics of blended concrete – A comprehensive review. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], vol. 78, 2023.

LINDEROTH, O.; WADSÖ, L.; JANSEN, D. Long-term cement hydration studies with isothermal calorimetry. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 141, p. 106344, 2021.

LIU, Haibao; LI, Qiuyi; WANG, Peihan. Assessment of the engineering properties and economic advantage of recycled aggregate concrete developed from waste clay bricks and coconut shells. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], vol. 68, p. 106071, 2023.

LIU, Zhiyong; ZHANG, Yunsheng; JIANG, Qian. Continuous tracking of the relationship between resistivity and pore structure of cement pastes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 53, p. 26–31, 2014.

LOPES, Carolina de Melo Nunes *et al.* Residues in cement-based composites: Occurrence mapping in Brazil. **Case Studies in Construction Materials**, [s. l.], vol. 18, p. e01763, 2023.

LORENZI, G. M. A. C.; NEGRELLE, R. R. B. *Acrocomia aculeata* (JACQ.) LODD. EX MART.: **ASPECTOS ECOLÓGICOS, USOS E POTENCIALIDADES**. [s. l.], 2006.

LOURENÇO, Ana; PEREIRA, Helena. Compositional Variability of Lignin in Biomass. **Lignin - Trends and Applications**, [s. l.], 2018.

LYU, Kai *et al.* Effect of fine aggregate size on the overlapping of interfacial transition zone (ITZ) in mortars. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 248, p. 118559, 2020.

LYU, Kai *et al.* Evaluation of the ITZ modification efficiency via aggregate surface coating with nano SiO₂ (NS) and its influence on properties. **Case Studies in Construction Materials**, [s. l.], vol. 17, p. e01488, 2022.

MASO, JC. **Interfacial transition zone in concrete**. [s. l.], 1996. Disponível em: <https://books.google.com/books?hl=pt-BR&lr=&id=X0VZDwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&ots=IHcjbslKEd&sig=oAFP9RPNobpmq0JsJUcuWJJhcuc>. Acesso em: 13 dez. 2025.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concrete: microstructure, properties, and materials*. 3. ed. New York: McGraw-Hill Education, 2006.

MMA - MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Estudo técnico aborda a sustentabilidade na construção civil**. 2014. Disponível em: <http://www.mma.gov.br/index.php/comunicacao/agenciainformma?view=blog&id=585>. Acesso em: 12 fev. 2021.

MO, Kim Hung *et al.* Green concrete partially comprised of farming waste residues: A review. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], vol. 117, p. 122–138, 2016.

MONTGOMERY, D. G.; HUGHES, D. C.; WILLIAMS, R. I. T. Fly ash in concrete - A microstructure study. **Cement and Concrete Research** [s. l.], vol. 11, p. 591–603, 1981.

MOTA, Clenilso Sehnem *et al.* Exploração sustentável da macaúba para produção de biodiesel: colheita, pós-colheita e qualidade dos frutos. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, vol. 32, no 265, p. 41–51, 2011.

MOTTA, Paulo Emílio Ferreira da *et al.* Ocorrência da macaúba em Minas Gerais: relação com atributos climáticos, pedológicos e vegetacionais. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, [s. l.], vol. 37, no 7, p. 1023–1031, 2002.

MOURA, Elisa Ferreira *et al.* Somatic embryogenesis in macaw palm (*Acrocomia aculeata*) from zygotic embryos. **Scientia Horticulturae**, [s. l.], vol. 119, no 4, p. 447–454, 2009.

MURAT, M. Hydration reaction and hardening of calcined clays and related minerals. I. Preliminary investigation on metakaolinite. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 13, no 2, 1983.

NA, Bin *et al.* Wood-cement compatibility review. [s. l.], vol. 5, no 59, p. 813–826, 2014.

NAIJA, Ahmed; MILED, Karim. Numerical study of the influence of W/C ratio and aggregate shape and size on the ITZ volume fraction in concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 351, p. 128950, 2022.

NAKAGAITO, A. N.; YANO, H. The effect of morphological changes from pulp fiber towards nano-scale fibrillated cellulose on the mechanical properties of high-strength plant fiber based composites. **Applied Physics A: Materials Science and Processing**, [s. l.], vol. 78, no 4, p. 547–552, 2004.

NEŽERKA, V. *et al.* Impact of silica fume, fly ash, and metakaolin on the thickness and strength of the ITZ in concrete. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], vol. 103, p. 252–262, 2019.

NUCCI, Stella Maris. **Desenvolvimento, caracterização e análise da utilidade de marcadores microssatélites em genética de população de macaúba**. 2007. 1-84f f. Dissertação (Mestrado em Genética, Melhoramento Vegetal e Biotecnologia) - Instituto Agrônomo de Campinas, Campinas, 2007. Disponível em: <http://www.iac.sp.gov.br/areadoinstitutoposgraduacao/repositorio/storage/pb1206305.pdf>. Acesso em: 20 fev. 2021.

OUMER, Anur; GWON, Seongwoo. Effects of cellulose microfibers on early-age hydration and microstructure of white cement composites. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 457, p. 139442, 2024.

PAIVA, Rayane de Lima Moura *et al.* Influence of bio-aggregates on the physical and hygrothermal properties of bio-concretes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 456, p. 139218, 2024.

PAPADAKIS, Vagelis G. Effect of fly ash on Portland cement systems: Part I. Low-calcium fly ash. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 29, no 11, p. 1727–1736, 1999.

PATEL, Jignesh *et al.* Strength and transport properties of concrete with styrene butadiene rubber latex modified lightweight aggregate. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 195, p. 459–467, 2019..

PEDUZZI, Pascal. **Sand, rarer than one thinks**. **Environmental Development**, [s. l.], vol. 11, p. 208–218, 2014.

PESCHARD, A. *et al.* Effect of polysaccharides on the hydration of cement paste at early ages. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 34, no 11, p. 2153–2158, 2004.

PING, Xie; BEAUDOIN, J. J. Modification of transition zone microstructure —silica fume coating of aggregate surfaces. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 22, no 4, p. 597–604, 1992.

POETSCH, Jens *et al.* Acrocomia aculeata-a sustainable oil crop. **Rural**, [s. l.], vol. 21, no 3, p. 41–44, 2012.

POWERS, T. C.; BROWNYARD, T. L. Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste. **Journal Proceedings**, [s. l.], vol. 43, no 9, p. 249–336, 1946.

RAHEEM, A. A. *et al.* Investigation on thermal properties of rice husk ash-blended palm kernel shell concrete. *Environmental Challenges*, [s. l.], vol. 5, 2021.

AMAN, J. Vengadesh Marshall; RAMASAMY, V. Various treatment techniques involved to enhance the recycled coarse aggregate in concrete: A review. **Materials Today: Proceedings**, [s. l.], vol. 45, p. 6356–6363, 2021.

RATSIMBAZAFY, Herinjaka Haga *et al.* A Review of the Multi-Physical Characteristics of Plant Aggregates and Their Effects on the Properties of Plant-Based Concrete. **Recent Progress in Materials**, [s. l.], vol. 03, no 02, p. 1–69, 2021.

RESENDE, Fernanda Carolina. Potencial de utilização do endocarpo do fruto da seringueira como elemento de reforço em compósitos cimentícios. 2025. 97p. **Tese (Doutorado em Engenharia de Biomateriais)** - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2025.

RIOS, R D F *et al.* **Adsorção de fenol no carvão ativado produzido a partir do endocarpo do fruto da macaúba**. 2014, Florianópolis . XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química . Florianópolis : COBEQ 2014, 2014. p. 19–22. Disponível em: <https://pdfs.semanticscholar.org/de9e/18e2ff722d0c033ab517c5522289968e1c18.pdf>. Acesso em: 23 nov. 2020.

ROSSIGNOLO, João A.; AGNESINI, Marcos V.C. Mechanical properties of polymer-modified lightweight aggregate concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 32, no 3, p. 329–334, 2002.

WELL, Roger M. Moisture properties. **Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites**, Second Edition, [s. l.], p. 75–98, 2012.

SANTOS, D. *et al.* Compressive stress strain behavior of workable bio-concretes produced using bamboo, rice husk and wood shavings particles. **Academic Journal of Civil Engineering**, [s. l.], vol. 35, no 2, p. 211–217, 2017.

SATYANARAYANA, K. G.; GUIMARÃES, J. L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s. l.], vol. 38, no 7, p. 1694–1709, 2007.

CARIOT, Aldicir O; LLERAS, Eduardo; HAY, John D. Reproductive biology of the palm *Acrocomia aculeata* in Central. **Biotropica**, [s. l.], vol. 23, no 1, p. 12–22, 1991.

SCHINDELIN, Johannes *et al.* Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. **Nature Methods** 2012 9:7, [s. l.], vol. 9, no 7, p. 676–682, 2012.

SCRIVENER, Karen L. Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], vol. 26, no 8, p. 935–945, 2004. Disponível em: Acesso em: 27 nov. 2024.

SCRIVENER, Karen L.; CRUMBIE, Alison K.; LAUGESSEN, Peter. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. **Interface Science**, [s. l.], vol. 12, no 4, p. 411–421, 2004

SCRIVENER, K. L.; PRATT, P. L. Characterisation of interfacial microstructure. *In*: MASO, J. C. (org.). *Interfacial Transition Zone in Concrete*. 1. ed. Londres: **RILEM report**, 1996. vol. 1, p. 3–16.

SHABAN, Wafaa Mohamed *et al.* Properties of recycled concrete aggregates strengthened by different types of pozzolan slurry. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 216, p. 632–647, 2019.

SHAFIGH, Payam *et al.* Agricultural wastes as aggregate in concrete mixtures - A review. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 53, p. 110–117, 2014.

SHAFIGH, Payam; JUMAAT, Mohd Zamin; MAHMUD, Hilmi. Oil palm shell as a lightweight aggregate for production high strength lightweight concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 25, no 4, p. 1848–1853, 2011.

SHIRANI, Shiva *et al.* 4D nanoimaging of early age cement hydration. **Nature Communications**, [s. l.], vol. 14, no 1, p. 2652, 2023. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC10167225/>.

SILETANI, Amir Hossein *et al.* Influence of coating recycled aggregate surface with different pozzolanic slurries on mechanical performance, durability, and micro-structure properties of recycled aggregate concrete. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], vol. 83, p. 108457, 2024.

SILVA, Mariana Guerra Fontes *et al.* Tratamento superficial de agregados graúdos reciclados para produção de concretos. **Revista Tecnologia**, [s. l.], vol. 41, no 2, 2020. Disponível em: <https://ojs.unifor.br/tec/article/view/10900>. Acesso em: 10 nov. 2025.

SILVA, José de Castro e; BARRICHELO, Luiz Ernesto George; BRITO, José Otavio. Endocarpos de babaçu e de macaúba comparados a madeira de Eucalyptus grandis para a produção de carvão vegetal. **Ipef**, [s. l.], vol. 34, p. 31–34, 1986.

SILVEIRA, M *et al.* Use of alternative aggregate for lightweight concrete production. **Academic Journal of Civil Engineering**, [s. l.], vol. 37, no 2, p. 576–582, 2019.

SKIBSTED, Jørgen; SNELLINGS, Ruben. Reactivity of supplementary cementitious materials (SCMs) in cement blends. [S. l.]: Elsevier Ltd, 2019.

SNELSON, David G.; WILD, Stan; O'FARRELL, Martin. Heat of hydration of Portland Cement–Metakaolin–Fly ash (PC–MK–PFA) blends. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 38, no 6, p. 832–840, 2008.

SOMSEEMEE, Oranooch; SAE-OUI, Pongdhorn; SIRIWONG, Chomsri. Reinforcement of surface-modified cellulose nanofibrils extracted from Napier grass

stem in natural rubber composites. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], vol. 171, p. 113881, 2021.

SOWOIDNICH, T. *et al.* The impact of metakaolin on the hydration of tricalcium silicate: effect of C-A-S-H precipitation. **Frontiers in Materials**, [s. l.], vol. 10, p. 1159772, 2023.

STANCATO, Augusto Cesare. **Caracterização de compósitos à base de resíduos vegetais e argamassa de cimento modificada pela adição de polímeros para a fabricação de blocos vazados**. 2006. 1–234 f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/257149>. Acesso em: 20 maio 2021.

SUN, Yang; LEE, Hanseung. Research on properties evolution of ultrafine fly ash and cement composite. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 261, p. 119935, 2020.

TAN, Yaowen; TANG, Kangkang. Evaluate the effect of coarse aggregates on cement hydration heat and concrete temperature modelling using isothermal calorimetry. **Heliyon**, [s. l.], vol. 10, no 19, p. e38322, 2024. Disponível em: <https://www.cell.com/action/showFullText?pii=S2405844024143538>. Acesso em: 9 dez. 2025.

THOMAS, Michael. **Supplementary cementing materials in concrete**. 1. ed. Boca Raton: CRC Press, 2013. vol. 1

TINOCO, Matheus Pimentel *et al.* The use of rice husk particles to adjust the rheological properties of 3D printable cementitious composites through water sorption. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 365, p. 130046, 2023.

UKRAINCZYK, N.; KURAJICA, S.; ŠIPUŠIĆ, J. Thermophysical Comparison of Five Commercial Paraffin Waxes as Latent Heat Storage Materials. **Chemical and Biochemical Engineering Quarterly**, [s. l.], vol. 24, no 2, p. 129–137, 2010.

ÜNAL, M. T. *et al.* Physical and mechanical properties of pre-treated plant-based lightweight aggregate concretes: A review. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 444, p. 137728, 2024.

UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME. Sand and sustainability: finding new solutions for environmental governance. Nairobi: United Nations Environment Programme, 2019. Disponível em: https://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/28321/Sand_and_sustainability_UNEP_2019.pdf?sequence=3&isAllowed=y. Acesso em: 15 dez. 2025.

VIANNA, S. A.; CAMPOS-ROCHA, A. **Flora do Brasil - Acrocomia aculeata (Jacq.) Lodd. ex Mart.** [S. l.], 2020. Disponível em: <http://floradobrasil.jbrj.gov.br/reflora/listaBrasil>. Acesso em: 2 dez. 2020.

VILAS BOAS, MarianaAlmeida *et al.* Efeito da temperatura de carbonização e dos resíduos de macaúba na produção de carvão vegetal. **Scientia Forestalis**, [s. l.], vol. 38, no 87, p. 481–490, 2010.

WADSÖ, Lars *et al.* Calorimetry. In: **A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials**. [S. l.]: CRC press, 2018. p. 56–93.

WANG, Bo *et al.* A Comprehensive Review on Recycled Aggregate and Recycled Aggregate Concrete. [S. l.]: **Elsevier B.V.**, 2021.

WANG, Jing *et al.* Effect of latex polymers with different functional monomers on time-dependent rheological properties of fresh cement pastes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 491, p. 142710, 2025.

WANG, Gaofei *et al.* Physical and mechanical properties of sustainable bamboo coarse aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 431, 2024.

WONG, H. S. *et al.* Influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying. **Magazine of Concrete Research**, [s. l.], vol. 61, no 8, p. 571–589, 2009.

WORLD WILDLIFE FUND. **Impacts of sand mining on ecosystem structure, process and biodiversity in rivers.** [S.l.]: WWF, 2018. Disponível em: https://wwfint.awsassets.panda.org/downloads/sandmining_execsum__final_.pdf.

Acesso em: 12 jan. 2025.

WU, Qiong; AN, Xuehui. Development of a mix design method for SCC based on the rheological characteristics of paste. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 53, p. 642–651, 2014

XIAO, Lianzhen; LI, Zongjin. **New Understanding of Cement Hydration Mechanism through Electrical Resistivity Measurement and Microstructure Investigations.** [s. l.], 2009.

YAN, Yu *et al.* Effect of a novel starch-based temperature rise inhibitor on cement hydration and microstructure development: The second peak study. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], vol. 141, p. 106325, 2021.

YANG, Jin *et al.* Green reaction-type nucleation seed accelerator prepared from coal fly ash ground in water environment. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 306, p. 124840, 2021

YANG, Boyuan; KAMALI-BERNARD, S.; BERNARD, F. Microstructure, tensile strength and shear strength of aggregate-mortar interface: Effect of aggregate mineralogy. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 388, p. 131721, 2023.

YAO, Wang *et al.* Research on Curing Water Demand of Cementing Material System Based on Hydration Characteristics. **Materials**, [s. l.], vol. 14, no 22, p. 7098, 2021.

ZAID, Abubakar; RABIUK, Muhammad; OLABODE, Olabimtan H. Potentials of Hempcrete in Building Technology in Nigeria: A Concise Review. **International Journal of Academic Engineering Research**, [s. l.], vol. 4, p. 1–7, 2020.

ZENG, Qiang *et al.* Determination of cement hydration and pozzolanic reaction extents for fly-ash cement pastes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], vol. 27, no 1, p. 560–569, 2012.

ZENG, Qiang; LI, Kefei. Reaction and microstructure of cement–fly-ash system. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, [s. l.], vol. 48, no 6, p. 1703–1716, 2015.

ZHOU, Jian *et al.* The Microstructure and Modification of the Interfacial Transition Zone in Lightweight Aggregate Concrete: A Review. **Buildings** 2025, Vol. 15, Page 2784, [s. l.], vol. 15, no 15, p. 2784, 2025.

ZHU, Xiaohong *et al.* Bonding mechanisms and micro-mechanical properties of the interfacial transition zone (ITZ) between biochar and paste in carbon-sink cement-based composites. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], vol. 139, 2023.