



JACINTA VELOSO DE CARVALHO

**EFEITO DO TRATAMENTO COM SULFATO DE
ALUMÍNIO E HIDRÓXIDO DE CÁLCIO NAS
PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS
PRODUZIDOS COM POLPAS QUIMIOTERMOMECÂNICAS**

LAVRAS - MG

2024

JACINTA VELOSO DE CARVALHO

**EFEITO DO TRATAMENTO COM SULFATO DE ALUMÍNIO E
HIDRÓXIDO DE CÁLCIO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS
CIMENTÍCIOS PRODUZIDOS COM POLPAS QUIMIOTERMOMECÂNICAS**

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

Orientador
Dr. Lourival Marin Mendes

**LAVRAS – MG
2024**

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

de Carvalho, Jacinta Veloso.

Efeito do tratamento com sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio nas propriedades de compósitos cimentícios produzidos com polpas quimiotermomecânicas / Jacinta Veloso de Carvalho. - 2024.

34 p. : il.

Orientador(a): Lourival Marin Mendes.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2024.

Bibliografia.

1. Fibras vegetais. 2. Fibrocimento. 3. Mineralização. I. Mendes, Lourival Marin. II. Título.

JACINTA VELOSO DE CARVALHO

**EFEITO DO TRATAMENTO COM SULFATO DE ALUMÍNIO E
HIDRÓXIDO DE CÁLCIO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS
CIMENTÍCIOS PRODUZIDOS COM POLPAS QUIMIOTERMOMECÂNICAS**

**EFFECT OF TREATMENT WITH ALUMINUM SULFATE AND CALCIUM
HYDROXIDE ON THE PROPERTIES OF CEMENTIOUS COMPOSITES
PRODUCED WITH CHEMOTHERMOMECHANICS PULP**

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

APROVADA em 20 de fevereiro de 2024.

Dr. Lourival Marin Mendes	UFLA
Dr. José Benedito Guimarães Júnior	UFLA
Dra. Andrea Aparecida Ribeiro Correa	UFLA
Dra. Bárbara Maria Ribeiro Guimarães de Oliveira	UFC

Orientador

Dr. Lourival Marin Mendes

LAVRAS – MG

2024

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Célia e José Bernardino por todo o apoio ao longo dessa trajetória.

A todos os meus familiares que através de palavras de incentivo e afeto me ajudaram a manter a serenidade.

Ao professor Lourival por todos os ensinamentos, paciência e orientação.

Aos amigos que fiz no Complexo da Biomateriais por toda a leveza e ternura com que me ajudaram a vencer esta etapa.

À Universidade Federal de Lavras e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomaterias por possibilitarem o desenvolvimento deste estudo.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), agradeço o apoio financeiro concedido, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Enfim, a todos aqueles que, de maneira direta ou indireta, contribuíram para realização deste trabalho.

RESUMO GERAL

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da mineralização das polpas de *Pinus*, oriundas do processo quimiotermodinâmico de polpação, adicionando diferentes porcentagens de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio, nas propriedades físico-mecânicas de fibrocimentos extrudados. Para a produção dos fibrocimentos foram utilizados cimento Portland CPV-ARI, calcário agrícola, 5% de polpa de *Pinus* spp., Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéter carboxílico (ADVA). As polpas foram tratadas com sulfato de alumínio nas concentrações de 9 e 18% (m/m) e com hidróxido de cálcio nas concentrações de 4,5 e 9% (m/m), em um plano experimental com cinco tratamentos. O controle foi composto por polpas não tratadas. Foram adicionadas a mistura 30% de calcário, 1% de HPMC e 1% de ADVA. A relação água:cimento foi de 0,40. Os corpos de prova (7 repetições por tratamento) foram produzidos pelo processo de extrusão. Foram determinadas as propriedades mecânicas, físicas e microestruturais. Observou-se que o tratamento da polpa de celulose com o uso combinado de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio resultou em um aumento da resistência mecânica dos fibrocimentos. No entanto, para as concentrações com apenas sulfato de alumínio, os valores médios de MOR e MOE se mantiveram próximos ao do fibrocimento produzido sem polpas tratadas. Os compósitos extrudados com polpas tratadas com a combinação de sulfato de alumínio (9%) e hidróxido de cálcio (4,5%) apresentaram propriedades superiores.

Palavras-chave: fibras vegetais; celulose; extrusão; polpação.

ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate the effect of mineralization of *Pinus* pulps, originating from the chemothermomechanical pulping process, by adding different percentages of aluminum sulfate and calcium hydroxide, on the physical-mechanical properties of extruded fiber-cements. For the production of fiber-cements, Portland CPV-ARI cement, agricultural limestone, 5% *Pinus* spp. pulp, Hydroxypropyl Methylcellulose (HPMC), and polycarboxylic ether (ADVA) were used. The pulps were treated with aluminum sulfate at concentrations of 9 and 18% (m/m) and with calcium hydroxide at concentrations of 4.5 and 9% (m/m), in an experimental plan with five treatments. The control was composed of untreated pulps. The mixture was added with 30% limestone, 1% HPMC, and 1% ADVA. The water-to-cement ratio was 0.40. Test specimens (7 repetitions per treatment) were produced by the extrusion process. Mechanical, physical, and microstructural properties were determined. It was observed that treating the cellulose pulp with the combined use of aluminum sulfate and calcium hydroxide resulted in an increase in the mechanical strength of the fiber-cements. However, for concentrations with only aluminum sulfate, the average values of MOR (Modulus of Rupture) and MOE (Modulus of Elasticity) remained close to those of fiber-cement produced without treated pulps. Extruded composites with pulps treated with a combination of 9% aluminum sulfate and 4.5% calcium hydroxide showed superior properties.

Keywords: vegetable fibers; cellulose; extrusion; pulping.

INDICADORES DE IMPACTO

O presente estudo investigou diferentes teores de agentes mineralizadores como tratamento de polpas quimiotermomecânicas de Pinus com o objetivo de diminuir a degradação da polpa quando inserida como reforço em uma matriz cimentícia alcalina. Desta forma, através das análises realizadas nos corpos de prova de fibrocimentos extrudados, o estudo identificou teores de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio com potencial de tornar a polpa menos degradável. A dissertação gerou potenciais impactos tecnológicos, como o desenvolvimento de novos fibrocimentos que utilizam reforço para a matriz de origem renovável, com durabilidade semelhante aos fibrocimentos que utilizavam mineral cancerígeno, o amianto. O trabalho contribuiu no fortalecimento da pesquisa nacional, especialmente na área de produção responsável promovendo a sustentabilidade nos setores da construção civil e florestal. Além disso, o estudo possui potencial econômico, já que, contribui para estudos envolvendo a utilização de resíduos florestais em materiais cimentícios. Deste modo, de acordo com as áreas temáticas da Política Nacional de extensão os impactos do trabalho desenvolvido estão classificados em: educação, meio ambiente, saúde, tecnologia e produção. O estudo está alinhado a quatro dos dezessete objetivos de desenvolvimento sustentável da ONU: saúde e bem-estar, indústria, inovação e infraestrutura, cidades e comunidades sustentáveis, consumo e produção responsáveis.

IMPACT INDICATORS

This study investigated different levels of mineralizing agents in the treatment of chemi-thermomechanical Pinus pulp with the aim of reducing the degradation of the pulp when inserted as reinforcement in an alkaline cement matrix. Thus, through the analyses carried out on the extruded fiber cement specimens, the study identified levels of aluminum sulfate and calcium hydroxide with the potential to make the pulp less degradable. The dissertation generated potential technological impacts, such as the development of new fiber cement using reinforcement for the matrix of renewable origin, with durability similar to fiber cement using the carcinogenic mineral asbestos. The work has contributed to strengthening national research, especially in the area of responsible production promoting sustainability in the construction and forestry sectors. In addition, the study has economic potential, as it contributes to studies involving the use of forest waste in cementitious materials. Thus, according to the thematic areas of the National Extension Policy, the impacts of the work carried out are classified as: education, environment, health, technology and production. The study is aligned with four of the seventeen UN Sustainable Development Goals: health and well-being, industry, innovation and infrastructure, sustainable cities and communities, responsible consumption and production.

SUMÁRIO

PRIMEIRA PARTE	9
1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVOS	11
2.1. OBJETIVO GERAL	11
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	11
3. REFERENCIAL TEÓRICO	11
3.1. FIBROCIMENTO.....	11
3.2. MÉTODO DE PRODUÇÃO DE FIBROCIMENTO.....	12
3.3. PROCESSO DE PRODUÇÃO DA POLPA DE CELULOSE QUIMIOTERMOMECÂNICA (CTMP) .	13
3.4. FIBRAS VEGETAIS COMO REFORÇO DE FIBROCIMENTO.....	15
4. CONCLUSÕES	17
REFERÊNCIAS	18
SEGUNDA PARTE - ARTIGO	20
ARTIGO – EFEITO DA MINERALIZAÇÃO DA POLPA QUIMIOTERMOMECÂNICA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS	21
RESUMO	21
ABSTRACT	21
1. INTRODUÇÃO	22
2. MATERIAL E MÉTODOS	23
2.1. OBTENÇÃO E MODIFICAÇÃO QUÍMICA DAS POLPAS	23
2.2. PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS FIBROCIMENTOS.....	23
2.3. CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DOS FIBROCIMENTOS.....	24
3. RESULTADOS E DISCUSSÕES	25
4. CONCLUSÕES	32
REFERÊNCIAS	33

PRIMEIRA PARTE

1. INTRODUÇÃO

A utilização de fibras adicionadas à matriz cimentícia tem sido amplamente estudada com o propósito de buscar novas tecnologias, que visam melhorar as propriedades desse material. Espera-se que elas transmitam adequadamente as tensões à matriz e reduzam as aberturas de trincas.

O uso de fibras vegetais para o reforço de matrizes cimentícias oferece muitas vantagens, como custo-benefício, disponibilidade, além de ser renovável quando comparada às fibras sintéticas. Estas fibras também oferecem boas características mecânicas que permitem ultrapassar as limitações da matriz cimentícia e melhorar alguns dos seus principais atributos, nomeadamente; resistência à compressão, resistência à tração, tenacidade, e resistência à fissuração precoce causada por cargas térmicas e de impacto. No entanto, foi observado que significativa degradação ocorre nas fibras de celulose no ambiente altamente alcalino do cimento hidratado, além da perda da ligação fibra-matriz com o passar do tempo (NASSAR *et al.*, 2021).

Senso assim, observa-se que a fabricação de agregados cimento requer a mineralização dos agregados, porque os compostos solúveis em água ou solúveis no ambiente básico contidos nas fibras inibem a hidratação do cimento (BALČIUNAS *et al.*, 2015).

Os principais compostos que inibem a hidratação do cimento em materiais compostos de cimento e agregados de origem vegetal incluem açúcares e uma parte da hemicelulose que pode liberar açúcar sob certas condições (BALČIUNAS *et al.*, 2015).

Algumas técnicas de tratamentos químicos vem sendo aplicados às fibras antes de combiná-las com o aglutinante de cimento. A resistência à compressão e outras propriedades mecânicas dos compósitos de fibra de madeira tratada são maiores do que as das fibras não tratadas (KATIUKAS *et al.*, 2015; LIU *et al.*, 2016; PANTAWEE *et al.*, 2017).

Produtos químicos como NaOH , CaCl_2 e $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, às vezes também chamados de agentes de mineralização (mineralizadores), melhoram a compatibilidade do cimento com os agregados de origem vegetal. Mineralizadores complexos como $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{Ca}(\text{OH})_2$ (cal hidratada) também são utilizados. Quando o $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ é usado como mineralizador impede a liberação de açúcar de agregados orgânicos e reduz a higroscopicidade e a absorção de água (PANTAWEE *et al.*, 2017).

Pantawee *et al.* (2017) citam que o $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ na forma de hidrato é característico de uma reação ácida em água, e o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é característico de uma reação alcalina em água. A

mineralização é conseguida aumentando a eficiência do $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, neutralizando o ambiente ácido causado pelo $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e melhorando a trabalhabilidade da mistura.

Em função da necessidade de novos estudos a respeito do efeito da mineralização das fibras vegetais de *Pinus* na durabilidade de fibrocimentos produzidos por extrusão e, visando a melhor estratégia para se obter a adesão eficiente entre a fibra e a matriz cimentícia e a redução significativa do caráter hidrofílico das fibras, esse trabalho foi desenvolvido. Objetivou-se avaliar o desempenho físico-mecânico de compósitos de fibrocimento extrudados e produzidos com polpas de *Pinus* mineralizadas com sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da mineralização de polpas quimiotermomecânicas de *Pinus*, adicionando diferentes porcentagens de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio nas propriedades físico-mecânicas de fibrocimentos produzidos pelo processo de extrusão.

2.2. Objetivos específicos

- Avaliar o efeito de diferentes teores de sulfato de alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e hidróxido de cálcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ das polpas tratadas, bem como sua influência nas propriedades físico-mecânicas dos fibrocimentos;
- Avaliar os teores dos agentes mineralizantes das polpas de CTMP de *Pinus* com hidróxido de sódio (NaOH) e sulfato de alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, e sua influência nas propriedades físico-mecânicas dos fibrocimentos.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Fibrocimento

O fibrocimento é um compósito de cimento Portland, adições minerais e carbonáticas reforçadas com celulose e/ou fibras sintéticas distribuídas ao longo da matriz cimentícia. Devido à sua versatilidade, o fibrocimento é utilizado em diversas aplicações na indústria da

construção civil em edifícios residenciais e comerciais, como telhas corrugadas, caixas d'água, tubulações e placas planas (CRUZ *et al.*, 2023).

A maioria dos materiais cerâmicos e matrizes cimentícias têm um caráter semifrágil e sofrem de baixa resistência à tração e à flexão. Nos últimos anos, um interesse particular tem sido focado em melhorar esta característica destes materiais, e o reforço de fibra continua sendo um método eficaz para transformar falha frágil em modo dúctil, melhorando a resistência à tração e flexão de materiais cerâmicos, uma vez que limita a propagação e alargamento de trincas sob estresse mecânico (OLIVEIRA *et al.*, 2023).

O concreto reforçado com fibras é um tipo de material compósito composto de concreto simples misturado com fibras. O efeito sinérgico de fibras e cimento pode melhorar notavelmente a tenacidade à fratura dos materiais porque a formação de pontes de fibras impede o desenvolvimento de microtrincas na matriz de cimento e suporta a tensão de tração através das rachaduras, e o efeito de ponte depende de a absorção de energia do processo de arrancamento de fibras da matriz de cimento (QIN *et al.*, 2023).

O desempenho mecânico dos compósitos está diretamente relacionado à compatibilidade química entre cimento e biomassa. Os principais constituintes da madeira são celulose, hemicelulose e lignina, além de outras substâncias naturais como taninos, extrativos e resinas algumas dessas substâncias podem promover efeitos inibitórios da pega, ou seja, dificultar a adequada hidratação do cimento, comprometendo o concreto (ALENCAR *et al.*, 2023).

No processo de extrusão, a matéria-prima empregada, o tipo de fibra bem como a composição química em compósitos de fibrocimento produzido podem melhorar a dispersão do material de reforço e a durabilidade dos produtos extrudados obtidos (FONSECA *et al.*, 2016). Embora a tecnologia de extrusão apresente bom potencial, ela não é amplamente adotada pela indústria de fibrocimento. Ainda se faz necessário maiores estudos acerca do comportamento reológico das misturas extrudáveis, ou seja, fase líquida, fase sólida e fibras, e redução do custo dos modificadores reológicos (SANTOS *et al.*, 2015).

3.2. Método de produção de fibrocimento

O processo de extrusão consiste em forçar uma mistura plástica altamente viscosa através de uma matriz moldada. A extrusora tipo trado é capaz de produção em massa contínua. Consiste em um moinho *pug*, uma seção de deairing e uma câmara de compactação seguida por uma matriz. O moinho *pug* proporciona uma ação de mistura de alto cisalhamento que espreme

a mistura entre as lâminas e a parede do moinho *pug*. A mistura então entra em uma câmara de deaired que usa o movimento do trado mais um vácuo aplicado para remover o máximo de ar possível. A mistura finalmente se move para a câmara de compactação, onde o movimento do trado pré-compacta a mistura para remover o máximo de espaço vazio possível antes da extrusão através de uma matriz moldada (Figura 1) (NASSAR *et al.*, 2021).

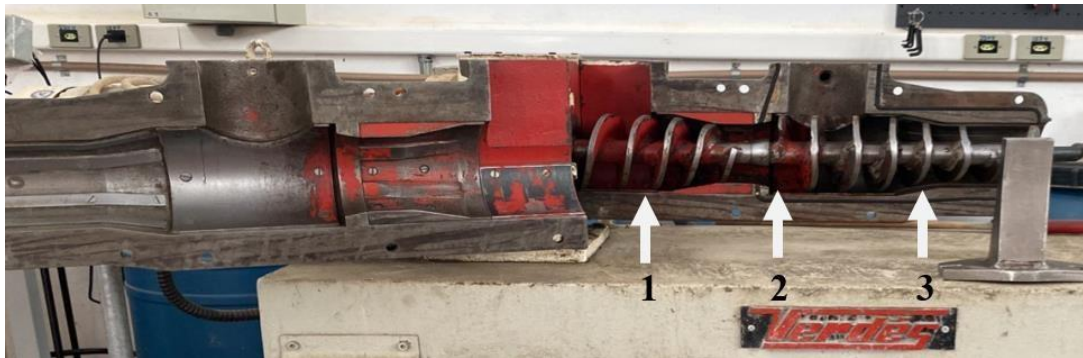


Figura 1 – Partes funcionais de uma extrusora: 1) Zona de alimentação; 2) Zona de compressão dos materiais; 3) Zona de dosagem.

Fonte: Do autor (2024).

Estudos têm apresentado o processo de extrusão como alternativa mais econômica para produzir elementos construtivos. Há um ganho significativo na resistência à tração e à flexão devido à melhoria da interface fibra/matriz, bem como no alinhamento das fibras e menor porosidade devido à maior força de compressão aplicada na formação do compósito. Além de ser um processo contínuo que permite a produção de uma ampla gama de seções transversais dos produtos extrudados, permite a utilização de máquinas mais simples, baixa relação água/cimento e um processo produtivo com menos resíduos líquidos e sólidos (PEREIRA *et al.*, 2019).

Estudiosos descobriram que as fibras alinhadas na matriz ao longo da direção principal de tensão têm melhor resistência à fissura, efeitos de fortalecimento e tenacidade do que as fibras alinhadas aleatoriamente, que podem efetivamente resistir à propagação de trinca, melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos e, em seguida, reduzir custos (QING *et al.*, 2023).

3.3. Processo de produção da polpa de celulose quimiotermodinâmica (CTMP)

Em geral, um processo CTMP geralmente começa a partir do componente de pré-tratamento de cavacos de madeira, no qual uma série de operações são realizadas para preparar

os cavacos de madeira para um nível aceitável pelo refinador. Especificamente, os cavacos de madeira de alimentação passam primeiro pela unidade de tela para remover os fragmentos com tamanhos não qualificados e, em seguida, são lavados para se livrar dos contaminantes, após o que uma operação de vaporização é conduzida com pressão e temperatura pré-projetadas. Produtos químicos são adicionados ao tanque que contém os cavacos de madeira processados, conhecido como impregnação de cavacos. Este tratamento químico adicional visa aumentar o brilho e a resistência da polpa e reduzir o teor de shive (FANG *et al.*, 2023).

A operação de refino em dois estágios segue de perto as unidades de pré-tratamento de cavacos de madeira e atua como um componente crítico no processo CTMP. Transportados por uma rosca de transferência de cavacos, os cavacos de madeira pré-processados são alimentados em refinadores primários e secundários para completar as conversões de cavacos de madeira em fibras de madeira e, eventualmente, em celulose. No processo de refinação, as placas rotativas dos refinadores mantêm sempre uma carga de trabalho elevada e intensiva para criar as zonas de refinação, onde o refinador primário pode quebrar eficientemente as aparas de madeira em fibras e o refinador secundário pode desenvolver qualidades de pasta. Enquanto isso, a água de diluição é alimentada continuamente nos refinadores de dois estágios para manter um ambiente de alta consistência nas zonas de refino. No entanto, altas consistências e altas temperaturas durante todo o processo de refino podem tornar as fibras da madeira extremamente deformadas e emaranhadas, resultando em lignina rígida e fibras deformadas. Como resultado, a remoção da latência é necessária como unidade chave para deflocular e endireitar as fibras (GAO, 2014). O processo de refinamento de alta consistência e remoção de latência geralmente custa mais 1,5 h no processo CTMP investigado. Além da remoção da latência, as operações de processamento da celulose incluem triagem, refino de baixa consistência e procedimentos de limpeza.

Após estas operações, as polpas são ainda limpas para retirada dos resíduos e obtenção de fibras longas mais flexíveis. Para tanto, a celulose no estágio atual está qualificada para posterior branqueamento e fabricação de papel. Em todo o processo CTMP, este artigo concentra-se principalmente nas operações desde a impregnação química até a remoção da latência para avaliar os impactos das condições operacionais do processo nas qualidades da celulose (FANG *et al.*, 2023).

As fibras de celulose quimiotermomecânica (CTMP) possuem uma grande porção de lamela média remanescente recobrimo a superfície da fibra, uma vez que a separação das fibras ocorre na região da lamela média no processo de refino. O material da lamela média rico em lignina é particularmente prejudicial para a ligação entre fibras. A remoção do material

superficial rico em lignina pode melhorar significativamente a resistência de aderência interna (YANG *et al.*, 2008).

A polpação mecânica tem sido utilizada desde que a tradicional polpação de madeira moída foi desenvolvida no século 19. Os rendimentos de celulose mecânica são altos, em torno de 90-98%, e são muito maiores do que normalmente obtidos após a polpação química (cerca de 40-50% de rendimento).

No entanto, o brilho e a opacidade das polpas termomecânicas (TMP), que são importantes parâmetros de qualidade da polpa, são inferiores às polpas químicas, principalmente devido ao seu alto teor de lignina. Assim, as aplicações são tipicamente limitadas à produção de papel de jornal e papelão. À medida que a demanda global por papel de jornal continua a diminuir, uma quantidade considerável de trabalho investigou o possível reaproveitamento de plantas de celulose mecânica em instalações de pré-tratamento (TAKADA *et al.* 2020).

3.4. Fibras vegetais como reforço de fibrocimento

Para a formação do compósito fibrocimento, há uma diversidade de fibras sendo estudadas e utilizadas em substituição à fibra mineral de amianto, anteriormente utilizadas, pois o pó de amianto está ligado a doenças pulmonares graves, incluindo câncer e asbestose, prejudicando os envolvidos no processamento e transporte deste mineral (MENDES, 2001).

A finalidade das fibras é de reforçar o compósito cimentício, minimizando a concentração de tensão, atuando como pontes de transferência de tensão (Figura 2), principalmente nas extremidades das fissuras, levando a uma significativa redução na velocidade da propagação das mesmas.

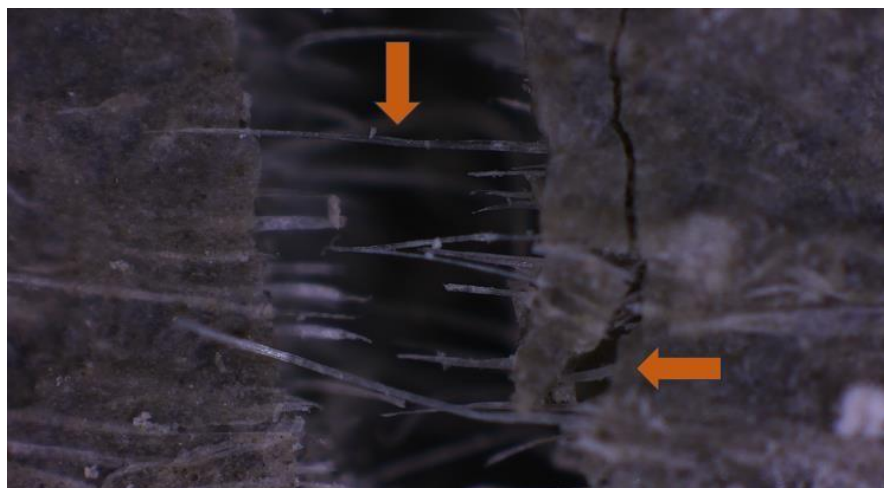


Figura 2 – Representação do comportamento à flexão de um compósito e caminhamento da trinca através do compósito com fibra.

Fonte: Do autor (2024).

Fibras naturais são definidas como fragmentos, fios ou cabelos que se originam de recursos naturais. Essas fibras são geralmente divididas em três categorias com base em sua origem: fibras de origem animal, mineral e vegetal.

As fibras animais compreendem proteínas específicas, incluindo fibras de seda, lã e cabelo, enquanto as fibras minerais incluem vidro, amianto e fibras à base de rocha, como wollastonita e paligorsquita. Alternativamente, as fibras vegetais de mesa incluem juta, linho, algodão, sisal, cânhamo, entre outras. Este último grupo de fibras tem uma ampla gama de morfologias dependendo da seção da planta de onde são extraídas e são classificadas como fibras do liber (por exemplo, cânhamo, juta, kenaf e linho), folha (sisal, abacaxi, e banana), caule (palha, bambu e capim) ou sementes (algodão, fibra de coco, etc.).

Além disso, as fibras também são categorizadas com base em seu comprimento: macrofibras, como cordões (200 a 1.000 mm), fibras descontínuas para fiação de fibras, fibras curtas (0,5 a 2 mm) e microfibras ou polpas. A última categoria é submetida a um processo de polpação (por exemplo, o processo kraft), como o eucalipto kraft (LAVARDE *et al.*, 2022).

O uso de fibras naturais (vegetais e de madeira) para o reforço de matrizes cimentícias oferece muitas vantagens, como custo-benefício, facilidade de disponibilidade, uso ecologicamente correto e fonte renovável quando comparada às fibras sintéticas. Estas fibras também oferecem boas características mecânicas que permitem ultrapassar as limitações da matriz cimentícia e melhorar alguns dos seus principais atributos, nomeadamente; resistência à compressão, resistência à tração, tenacidade, propriedades reológicas e resistência à fissuração precoce causada por cargas térmicas e de impacto. No entanto, foi observado que significativa degradação ocorre nas fibras de celulose no ambiente altamente alcalino do cimento hidratado, além da perda da ligação fibra-matriz com o passar do tempo (NASSAR *et al.*, 2021).

As fibras naturais têm ganhado destaque como potencial substituto das sintéticas convencionais, tanto pela preocupação ambiental, quanto pelo baixo custo, e por suas características atrativas, como a combinação de propriedades mecânicas e físico-térmicas. Além dessas fibras naturais, a madeira, tanto partículas (cavacos) quanto fibras, têm sido utilizadas como substitutos de agentes sintéticos de reforço/ enchimento. As partículas são processadas por lascas de grandes peças de madeira em partes menores, enquanto as fibras são fabricadas usando um processo de refino de alto custo (KUQO e MAI, 2021).

A aplicação de fibras vegetais como reforço em compósitos de matriz cimentícia é limitada pela durabilidade desses materiais, que está relacionada principalmente à sua estrutura e propriedades. Os compósitos cimentícios são caracterizados por uma matriz porosa com alta alcalinidade, que é uma das principais causas da baixa durabilidade das pastas cimentícias, pois contribui para a formação de trincas, diminuindo assim a resistência e tenacidade desses materiais. O ambiente significativamente alcalino da matriz cimentícia degrada as fibras vegetais por um processo chamado de mineralização, pelo qual ocorre a migração de produtos de hidratação na matriz cimentícia, como o hidróxido de cálcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, nas paredes celulares e no lúmen das fibras. Essa reação de mineralização da portlandita na matriz cimentícia causa hidrólise alcalina parcial da celulose, o que reduz o grau de polimerização das cadeias macromoleculares dentro da fibra e, assim, fragiliza o concreto pela decomposição química da lignina e da hemicelulose na estrutura da fibra (LAVARDE *et al.*, 2022).

Estudos descobriram que ao modificar as fibras e tratar a superfície da fibra, a compatibilidade interfacial dos materiais compósitos pode ser promovida, a resistência da ligação interfacial das fibras e dos materiais à base de cimento pode ser melhorada e o efeito interfacial pode ser melhorado, assim dando pleno uso às propriedades do próprio material de fibra para melhorar as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos de fibra (XU *et al.*, 2023). Diversos tratamentos químicos são aplicados em materiais lignocelulósicos, como por exemplo, o $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (ABED, KHALEEL e FAYYADH, 2021), $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{Ca}(\text{OH})_2$ (BALCIUNAS *et al.*, 2018) e $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ (KATIUKAS *et al.*, 2015), também chamados de agentes de mineralização e retardantes.

4. CONCLUSÕES

Esta revisão bibliográfica apresentou as informações essenciais sobre a polpa de celulose CTMP e a necessidade de se realizar tratamentos químicos nas fibras celulósicas para melhorar a interação desta com o cimento. Assim, o presente trabalho pretende contribuir com informações que podem otimizar as propriedades físicas e mecânicas dos fibrocimentos e minimizar a degradação das fibras na matriz cimentícia através da mineralização das fibras.

REFERÊNCIAS

- ABED, Mohammed J.; KHALEEL, Omar R.; FAYYADH, Moatases M. Effect of aluminium sulphate $Al_2(SO_4)_3$ treatment on paper waste as a fine aggregate partial replacement in lightweight cement mortar. **Materials Today: Proceedings**, v. 42, p. 1152-1159, 2021.
- ALENCAR, M. A. S. *et al.* Feasibility study of incorporation of bamboo plant fibers in cement matrices. **Sustainable Chemistry for the Environment**, v. 2, 2023.
- BALČIUNAS, Giedrius *et al.*. Impact of hemp shives aggregate mineralization on physical-mechanical properties and structure of composite with cementitious binding material. **Industrial Crops and Products**, v. 77, p. 724–734, 2015.
- BALČIŪNAS, Giedrius *et al.* Long-term curing impact on properties, mineral composition and microstructure of hemp shive-cement composite. **Construction and Building Materials**, v. 188, p. 326-336, 2018.
- CRUZ, Eduardo O. *et al.* Novel surface functionalization of cellulose fibers with polyurethane prepolymers in fiber cement composites: Impact on final properties and potential benefits for the production process. **Construction and Building Materials**, v. 409, n. November, p. 133934, 2023.
- FANG, Menggi *et al.* Real-time process operation evaluation and model reliability assessment for chemi-thermomechanical pulping process. **Control Engineering Practice**, v. 138, p. 105598, 2023.
- FONSECA, Camila S. *et al.* Micro/nanofibrilas celulósicas de eucalyptus em fibrocimentos extrudados. **Cerne**, v. 22, p. 59-68, 2016.
- GAO, Jiyang. **Modelling latency removal in mechanical pulping processes**. (Ph.D. thesis) University of British Columbia (2014).
- KASTIUKAS, Gediminas *et al.* Effects of lactic and citric acid on early-age engineering properties of Portland/calcium aluminate blended cements. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 389-395, 2015.
- KUQO, Aldi; MAI, Carsten. Mechanical properties of lightweight gypsum composites comprised of seagrass *Posidonia oceanica* and pine (*Pinus sylvestris*) wood fibers. **Construction and Building Materials**, v. 282, p. 122714, 2021.
- LAVERDE, Valeria *et al.* Use of vegetable fibers as reinforcements in cement-matrix composite materials: A review. **Construction and Building Materials**, v. 340, 2022.
- LIU, Ming *et al.* Effect of pectin and hemicellulose removal from hemp fibres on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 90, p. 724-735, 2016.

MENDES, René. Asbesto (amianto) e doença: revisão do conhecimento científico e fundamentação para uma urgente mudança da atual política brasileira sobre a questão. **Cad. Saúde Pública**, v. 17, n. 1, p. 7-29, 2001.

NASSAR, Roz-Ud-Din *et al.* Evaluation of refined cement-based matrix systems for extrusion of wood fiber cement. **Case Studies in Construction Materials**, v. 15, 2021.

OLIVEIRA, Felipe C. *et al.* Uso do compósito reforçado com fibra de carbono em viga de concreto armado submetida a descontinuidade não prevista: reforço e análise numérica por elementos finitos. **Revista Eletrônica de Engenharia Civil**, v. 19, n. 2, p. 65-79, 2023.

PANTAWEE, Saksith *et al.* Utilization of hemp concrete using hemp shiv as coarse aggregate with aluminium sulfate $[Al_2(SO_4)_3]$ and hydrated lime $[Ca(OH)_2]$ treatment. **Construction and Building Materials**, v. 156, p. 435-442, 2017.

PEREIRA, Tamires G. T. *et al.* Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion. **Materials Today: Proceedings**, v. 31, p. 309–314, 2019.

QIN, Yan *et al.* Estudo experimental e avaliação das propriedades de ligação entre fibra e matriz de cimento sob ataque de sulfato. **Revista de Engenharia de Construção**, v. 76, 2023.

SANTOS, S. F. *et al.* Non-conventional cement-based composites reinforced with vegetable fibers: a review of strategies to improve durability. **Materiales de Construcción**, v. 65, n. 317, p. 1-20, 2015.

TAKADA, Masatsugu *et al.* The influence of lignin on the effectiveness of using a chemithermomechanical pulping based process to pretreat softwood chips and pellets prior to enzymatic hydrolysis. **Bioresource Technology**, v. 302, p. 122895, 2020.

YANG, Qifeng *et al.* Modification of eucalyptus CTMP fibres with white-rot fungus *Trametes hirsute* - Effects on fibre morphology and paper physical strengths. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 17, p. 8118–8124, 2008.

SEGUNDA PARTE - ARTIGO

ARTIGO – EFEITO DA MINERALIZAÇÃO DA POLPA QUIMIOTERMOMECÂNICA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE FIBROCIMENTOS EXTRUDADOS

Artigo redigido conforme a norma para publicação periódica científica NBR 6022 (ABNT, 2018).

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da mineralização das polpas de *Pinus*, oriundas do processo quimiotermomecânico de polpação, adicionando diferentes porcentagens de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio, nas propriedades físico-mecânicas de fibrocimentos extrudados. Para a produção dos fibrocimentos foram utilizados cimento Portland CPV-ARI, calcário agrícola, 5% de polpa de *Pinus* spp., Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéter carboxílico (ADVA). As polpas foram tratadas com sulfato de alumínio nas concentrações de 9 e 18% (m/m) e com hidróxido de cálcio nas concentrações de 4,5 e 9% (m/m), em um plano experimental com cinco tratamentos. O controle foi composto por polpas não tratadas. Foram adicionadas a mistura 30% de calcário, 1% de HPMC e 1% de ADVA. A relação água:cimento foi de 0,40. Os corpos de prova (7 repetições por tratamento) foram produzidos pelo processo de extrusão. Foram determinadas as propriedades mecânicas, físicas e microestruturais. Os tratamentos T2 e T3 obtiveram melhores propriedades físicas para os fibrocimentos, por consequente diminuição da hidrofiliçidade das fibras pré- tratadas e melhora na interação interfacial entre a matriz cimentícia e a fibra utilizada como reforço. Porém todos os tratamentos atendem às normas atuais de comercialização de fibrocimentos sem adição de amianto.

Palavras-chave: Amianto; compósitos cimentícios; polpa celulósica.

ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate the effect of mineralization of *Pinus* pulps, originating from the chemothermomechanical pulping process, by adding different percentages of aluminum sulfate and calcium hydroxide, on the physical-mechanical properties of extruded fiber-cements. For the production of fiber-cements, Portland CPV-ARI cement, agricultural limestone, 5% *Pinus* spp. pulp, Hydroxypropyl Methylcellulose (HPMC), and polycarboxylic ether (ADVA) were used. The pulps were treated with aluminum sulfate at concentrations of 9 and 18% (m/m) and with calcium hydroxide at concentrations of 4.5 and 9% (m/m), in an experimental plan with five treatments. The control was composed of untreated pulps. The mixture was added with 30% limestone, 1% HPMC, and 1% ADVA. The water-to-cement ratio was 0.40. Test specimens (7 repetitions per treatment) were produced by the extrusion process. Mechanical, physical, and microstructural properties were determined. Treatments T2 and T3 obtained better physical properties for fiber cements, resulting in a reduction in the hydrophilicity of the pre-treated fibers and an improvement in the interfacial interaction between the cement matrix and the fiber used as reinforcement. However, all treatments meet current standards for the commercialization of fiber cement without the addition of asbestos.

Keywords: Asbestos; cementitious composites; cellulosic pulp.

1. INTRODUÇÃO

Os compósitos de fibrocimento têm sido amplamente utilizados na construção civil em todo o mundo, devido à sua versatilidade para a fabricação de elementos construtivos, como chapas planas para paredes, tapumes, chapas e tubos ondulados, estando presentes em residências e em edificações agrícolas e industriais (ARDUNY *et al.*, 2015; IKAI *et al.*, 2010; MOHR *et al.*, 2005). Os compósitos de fibrocimento contêm fibras celulósicas como reforço, sendo essas fibras suscetíveis à degradação alcalina causada pela matriz cimentícia Portland, que leva à fragilização dos compósitos, principalmente quando expostos a intempéries (TONOLI *et al.*, 2019).

Dessa forma, o processo de mineralização possui a finalidade de proteger as fibras celulósicas superficialmente contra a agressão do meio alcalino, proporcionado pela matriz cimentícia, imobilizando o material lignocelulósico e diminuindo sua capacidade de absorção de água, evitando possíveis variações dimensionais (SARMIENTO E FREIRE, 1997). Produtos químicos chamados de agentes de mineralização (mineralizadores) melhoram a compatibilidade do cimento com o material lignocelulósico (COURARD *et al.*, 2011; MA *et al.*, 2010). Além disso, a mineralização também leva a uma melhor adesão entre a fibra e o cimento (MAŁASZKIEWICZ e BOŁTRYK, 2008).

Na literatura são citados como agentes mineralizadores o $Al_2(SO_4)_3$ (ABED *et al.*, 2021) e o tratamento com $Al_2(SO_4)_3 + Ca(OH)_2$ (BALCIUNAS *et al.*, 2018). A resistência à compressão e outras propriedades dos compósitos com fibras celulósicas tratadas mostram resultados superiores às das fibras não tratadas em diversos estudos (KATIUKAS *et al.*, 2015; LIU *et al.*, 2016; PANTAWEE *et al.*, 2017).

Apesar dessas informações, ainda não há na literatura estudos que verificaram o desempenho físico e mecânico de fibrocimentos utilizando polpas quimiotermodinâmicas (CTMP) tratadas com $Al_2(SO_4)_3$ e $Al_2(SO_4)_3 + Ca(OH)_2$. A partir destas lacunas, este estudo pretende melhorar a aderência das fibras na matriz cimentícia e reduzir sua mineralização, e avaliar os efeitos nas propriedades físicas e mecânicas de fibrocimentos extrudados.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Obtenção e modificação química das polpas

Como matéria-prima foram utilizadas folhas de polpas celulósicas comerciais não branqueadas de *Pinus*, obtidas pelo processo CTMP. Após hidratação em água por 36 horas, as folhas foram filtradas para retirada do excesso de água e secas em estufa a 70 °C por 24 horas. Posteriormente, foram processadas numa centrífuga a velocidade de rotação de 140 rpm para a produção das polpas celulósicas.

Para a modificação química superficial das polpas celulósicas estas foram agitadas em solução. No tratamento controle, tido como referência, não foram utilizados os agentes mineralizadores, no tratamento 1 foram incorporados à polpa solução de 9% de sulfato de alumínio, no tratamento 2 foram incorporados à polpa solução de 18% de sulfato de alumínio, no tratamento 3 foram incorporados à polpa solução de 9% de Sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio, no tratamento 4 foram incorporados à polpa solução de 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio. Na tabela 1 se encontra o plano experimental utilizado neste trabalho.

Tabela 1 – Plano experimental.

Tratamentos	Porcentagens (%)
Tratamento controle	Polpa sem tratamento
Tratamento 1	Polpas tratadas com 9% de $Al_2(SO_4)_3$
Tratamento 2	Polpas tratadas com 18% de $Al_2(SO_4)_3$
Tratamento 3	Polpas tratadas com 9% de $Al_2(SO_4)_3$ e 4,5% de $Ca(OH)_2$
Tratamento 4	Polpas tratadas com 18% de $Al_2(SO_4)_3$ e 9% de $Ca(OH)_2$

Fonte: Do autor (2024).

As tratadas foram secas em estufa a 70 °C por 24 horas, para fixação dos minerais na superfície. Posteriormente foram armazenadas em sacos plásticos à temperatura ambiente até sua utilização na produção do fibrocimento. Um grupo controle (polpas não tratadas) foi preparado para haver modelos comparativos entre os resultados obtidos.

2.2. Produção e caracterização dos fibrocimentos

Para produção dos fibrocimentos, as polpas já secas foram individualizadas em solução mineralizadora e agitadas mecanicamente, e logo depois aglutinadas mecanicamente com

auxílio de um liquidificador industrial, posteriormente a pasta de cimento foi adicionada e logo em seguida colocada na extrusora para a formação de uma matriz cimentícia reforçada com fibras celulósicas para a produção de corpos de prova.

Para a produção dos compósitos, a matriz cimentícia foi composta de cimento Portland CPV_ARI, calcário agrícola moído, água e, como agentes reológicos foram utilizados o hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e o aditivo poliéster carboxílico (ADVA).

A produção foi iniciada com a pesagem da massa dos compostos: polpa de celulose correspondente a 5% (m/m), cimento a 70%, calcário agrícola moído a 25%, 1% de ADVA, 1% de HPMC e água na relação água/cimento de 0,4, formulação esta, definida com base em estudos anteriores realizados por Raabe *et al.* (2022).

A mistura do cimento, calcário, ADVA, polpa celulósica, volume de água e o HPMC foram aglutinadas em uma bateadeira planetária com rotação de 140 rpm por dez minutos sendo posteriormente elevada para 285 rpm e mantida nesta condição por mais cinco minutos.

Os compósitos em escala laboratorial formando corpos de prova com dimensões de 51 mm de largura, 180 mm de comprimento e 18 mm de espessura foram obtidos de uma extrusora helicoidal, Verdes-51, de velocidade aproximada de 30 rpm. Posteriormente, esses corpos foram umidificados e selados em sacos plásticos, criando um ambiente saturado de umidade por 48 horas em temperatura ambiente e armazenados com umidade relativa (maior que 90% UR) em temperatura ambiente. A caracterização das propriedades físicas, mecânicas e microestruturais se deu após o período de cura de 28 dias.

Os compósitos foram submetidos aos ensaios mecânicos de flexão estática para determinação do limite de proporcionalidade (LOP), módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE) e tenacidade; aos ensaios físicos de densidade aparente, absorção de água e porosidade aparente e características microestruturais.

Para os testes mecânicos, uma máquina de testes universal equipada com célula de carga de 20 kN foi utilizada. Para o ensaio de flexão foi adotado uma configuração com três cutelos, vão de 135 mm e velocidade de ensaio de 2 mm/min.

Os procedimentos adotados para a realização dos ensaios mecânicos se basearam nos procedimentos descritos na norma NBR 15498 (2021).

2.3. Caracterização morfológica dos fibrocimentos

A superfície de ruptura dos corpos de prova que foram ensaiados por flexão estática teve sua microestrutura avaliada para verificação do efeito do tratamento químico nas polpas de

celulose e, conseqüentemente, seu efeito sobre as propriedades físicas e mecânicas com tratamento e sem tratamento das fibras utilizadas como reforço dos fibrocimentos produzidos. O microscópio eletrônico de varredura LEO EVO 40 XVP(Carl Zeiss,2002) localizado no Departamento de Fitopatologia da UFLA foi utilizado para análise da ligação interfacial entre matriz e reforço, bem como para verificar em qual estado de degradação as fibras se apresentam após um ano em que foram produzidos os fibrocimentos extrudados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Figura 1, está descrita a absorção de umidade dos fibrocimentos produzidos com fibras vegetais com tratamento químico e sem tratamento químico.

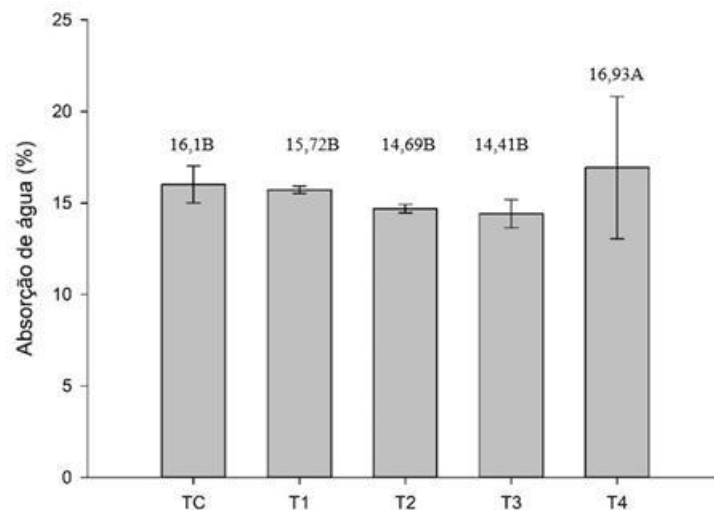


Figura 1 – Valores médios e desvio padrão da Absorção de água dos fibrocimentos preparados a partir de polpas de celulose tratadas com diferentes concentrações, onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de sulfato de alumínio; T2-18% de sulfato de alumínio; T3- 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; T4- 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio. Fonte: Do autor (2024).

Observa-se que os fibrocimentos reforçados com fibras de celulose com tratamento 18% Sulfato de alumínio e 9% hidróxido de cálcio obtiveram o maior valor médio de absorção de água, diferenciando-se dos demais fibrocimentos produzidos com fibras de celulose pré-tratadas as quais obtiveram os menores valores médios. Tal fato comprova que houve uma super dosagem desses agentes minerais, e que portanto não se faz necessário o aumento da concentração da solução com de hidróxido de cálcio e sulfato de alumínio.

Abed, Khaleel e Fayyadh (2021) observaram redução da absorção de água em argamassas de cimento reforçadas com papel reciclado tratados com sulfato de alumínio, sendo

verificado também uma redução na quantidade de água para trabalhabilidade dos compósitos. Pantawee *et al.* (2017) verificaram que o aumento da concentração de $Al_2(SO_4)_3$ e $Ca(OH)_2$ não influenciaram nos valores de absorção de água de concretos reforçados com cânhamo.

Neste trabalho pode observar uma relação direta entre o aumento da quantidade aplicada de hidróxido de cálcio e sulfato de alumínio até as concentrações de 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio e o aumento da hidrofobicidade da polpa de celulose, o que pode estar relacionado à heterogeneidade no recobrimento da celulose a partir do método utilizado. Observa-se então que de maneira geral o tratamento 3 foi a que obteve os melhores resultados quanto à redução da hidrofiliabilidade da celulose, a partir da mineralização das fibras.

Os resultados médios de densidade aparente (DA) entre os diferentes tratamentos se encontram na Figura 2.

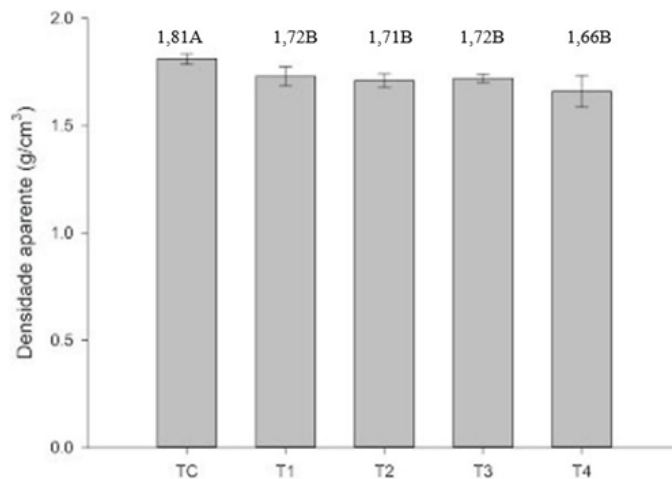


Figura 2 – Valores médios e desvio padrão da densidade aparente dos fibrocimentos preparados a partir de polas de celulose tratadas com diferentes concentrações onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de sulfato de alumínio; T2-18% de sulfato de alumínio; T3- 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; T4- 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Houve efeito significativo da porcentagem de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio sobre a densidade aparente do fibrocimento, em comparação com o tratamento controle. O aumento da quantidade de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio não promoveu aumento da densidade do compósito. Nas Figuras 3a, 3b, 3c e 3d, onde temos imagens microscópicas comparativas da polpa celulósica sem tratamento e com os demais tratamentos, observamos no entanto a dispersão do tratamento na fibra.

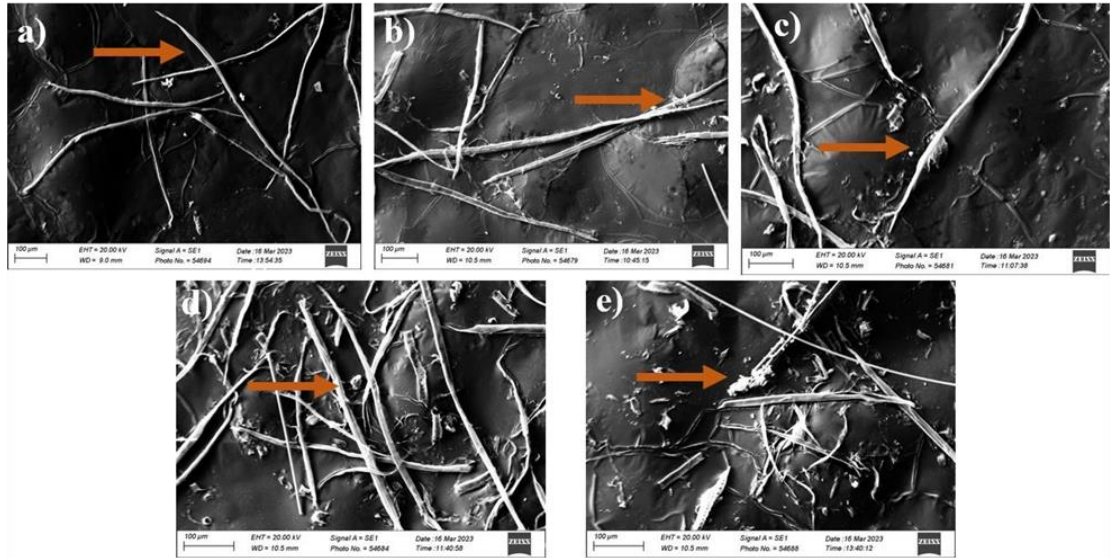


Figura 3 – (a) Imagens das fibras de celulose sem tratamento; (b) Imagens das fibras de celulose com 9 % de sulfato de alumínio ; (c) Imagens das fibras de celulose com 18 % de sulfato de alumínio; (d) Imagens das fibras de celulose com 9 % de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; (e) Imagens das fibras de celulose com 18 % de sulfato de alumínio e 9 % de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Observa-se que de forma geral, a densidade dos compósitos, após os tratamentos, obteve queda dos valores médios, sendo essa diminuição maior para os compósitos produzidos com fibras tratadas com 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio, que são justamente os tratamentos que apresentaram maior absorção de água das fibras (Figura 1). O que significa que está ocorrendo movimentação dimensional nas fibras em virtude do seu caráter hidrofílico, gerando assim espaços vazios e certa degradação da celulose, como pode ser visualizado nas Figuras 4a e 4b, que correspondem aos fibrocimentos produzidos a partir do grupo controle antes do pré-tratamento das fibras com sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio.

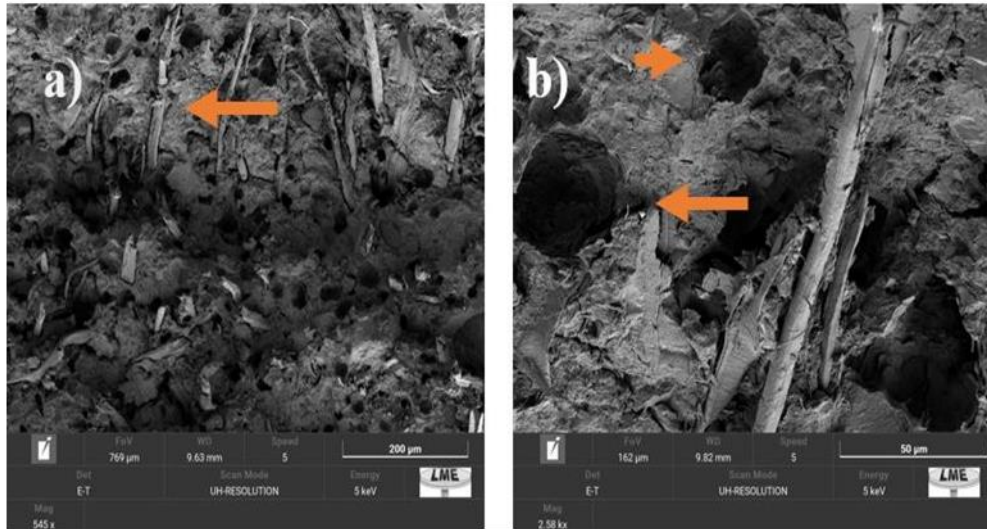


Figura 4 – (a) MEV fibrocimento produzido a partir do grupo controle sem o pré- tratamento; (b) MEV Fibrocimento produzido a partir do grupo controle explorando a ligação interfacial matriz e reforço.

Fonte: Do autor (2024).

Os resultados médios de porosidade aparente (PA), entre os tratamentos, estão apresentados na Figura 5. Houve efeito significativo da porcentagem de utilização de sulfato de alumínio e hidróxido de cálcio quando estes foram utilizados de maneira combinada na modificação da celulose sobre as propriedades de absorção de água e porosidade dos fibrocimentos. Para ambas as propriedades, a porcentagem até tratamento T3 resultou nos menores valores médios. Isso pode estar associado ao melhor recobrimento das fibras pelos agentes mineralizadores.

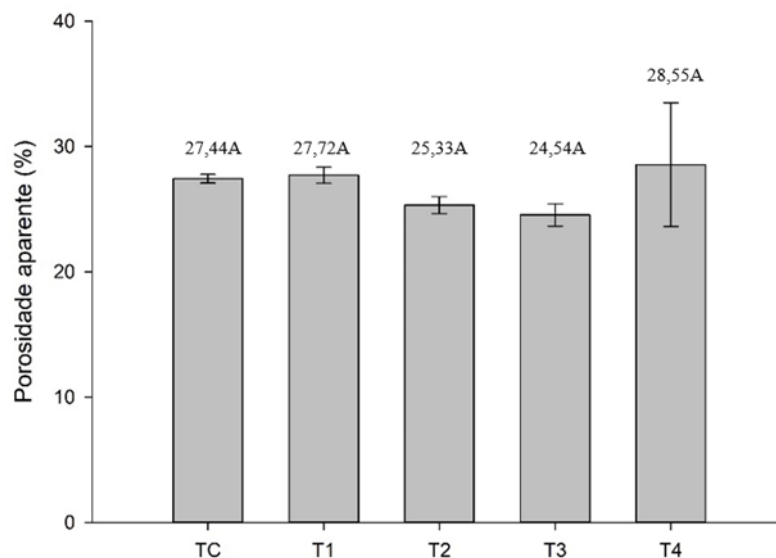


Figura 5 – Porosidade aparente de fibrocimentos produzidos a partir de fibras de celulose tratadas com hidróxido de cálcio e Sulfato de alumínio com diferentes concentrações.

Fonte: Do autor (2024).

Não foi verificada diferença estatística nos valores de porosidade aparente entre os tratamentos. Isso pode estar associado à melhoria entre a ligação interfacial entre a matriz cimentícia e as fibras.

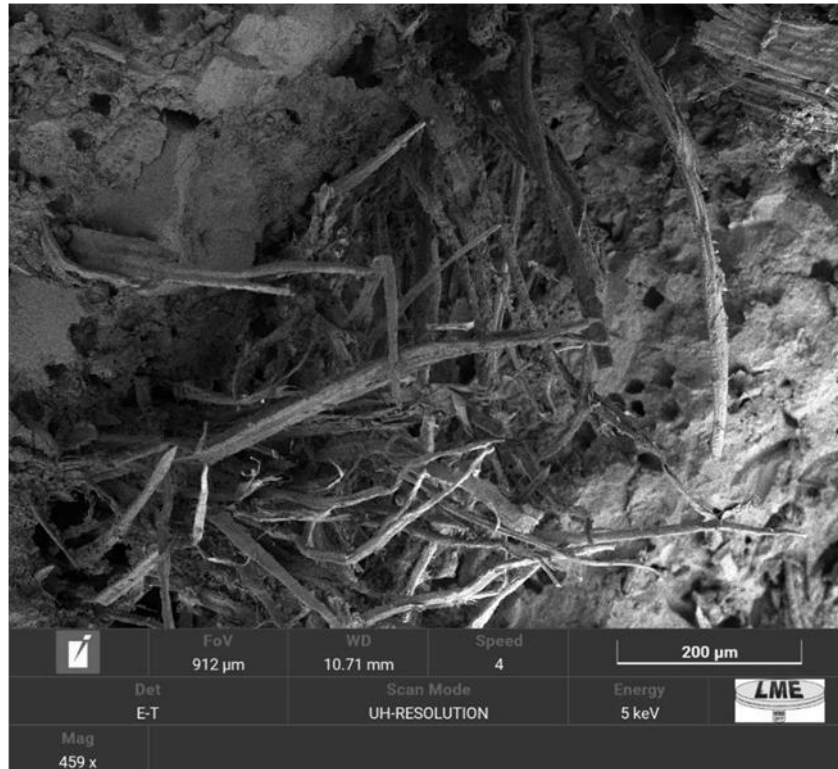


Figura 6 – MEV fibrocimento produzido a partir do pré-tratamento com solução de 18% de Sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Analisando a Figura 6 percebe-se o grande espalhamento das fibras de celulose no interior da matriz de cimento, o que gera grandes volumes de espaços vazios entre as próprias fibras e entre as fibras com a matriz de cimento. Isso está relacionado ao excesso de agentes mineralizantes no tratamento T4.

Apesar da diferenciação estatística entre o tratamento T4 e demais tratamentos, os valores de AA de todos os tratamentos estão dentro dos padrões descritos pela norma NBR 7581-1 (ABNT, 2014) que estabelece, para fibrocimentos livres de amianto, um valor máximo para AA de água de 37%. Os resultados médios das propriedades de módulo de ruptura (MOR) e limite de proporcionalidade (LOP) à flexão estática estão apresentados nas Figuras 7 e 8 respectivamente.

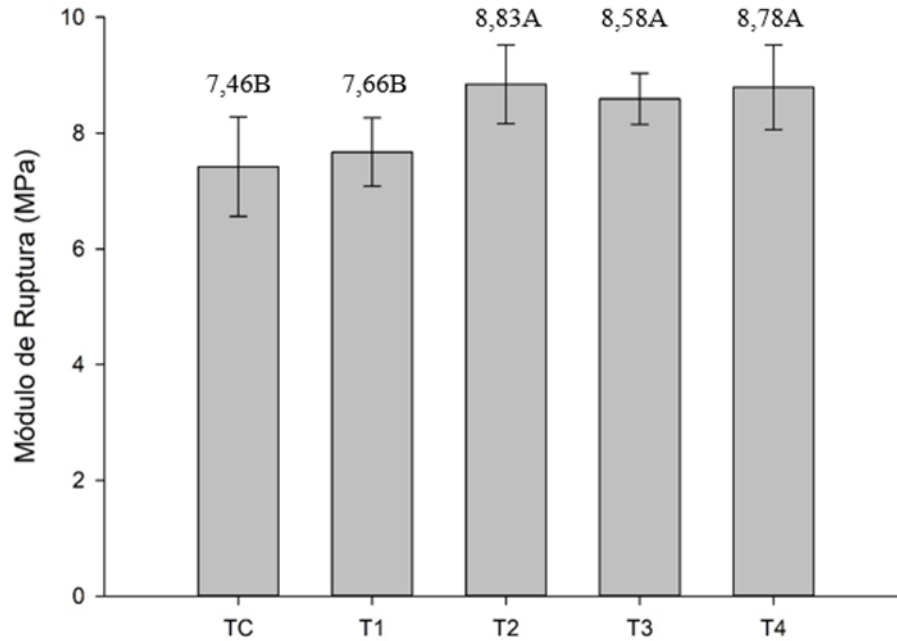


Figura 7 – Valores médios e desvio padrão do módulo de ruptura à flexão estática dos fibrocimentos preparados a partir de polpas de celulose tratadas com diferentes concentrações onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de sulfato de alumínio; T2-18% de sulfato de alumínio; T3- 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; T4- 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

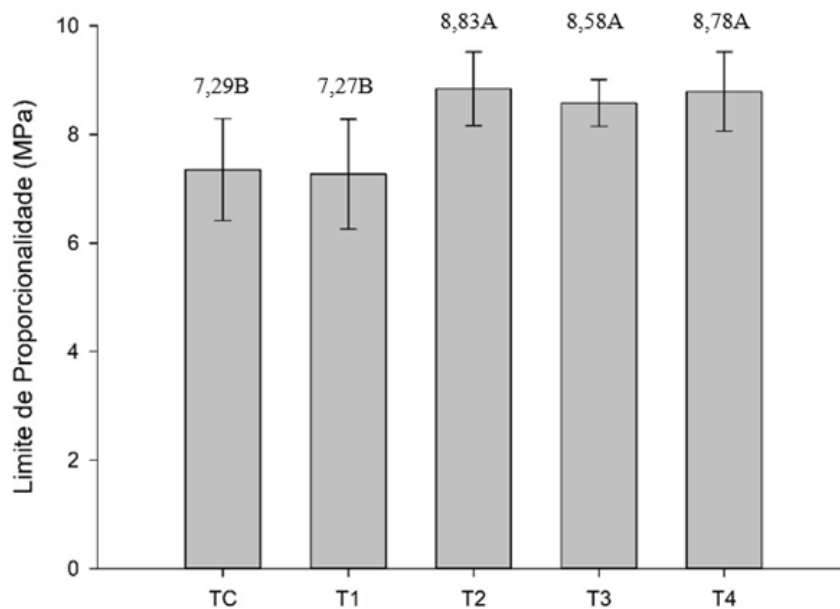


Figura 8 – Valores médios e desvio padrão do limite de proporcionalidade à flexão estática dos fibrocimentos preparados a partir de polpas de celulose tratadas com diferentes concentrações onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de sulfato de alumínio; T2-18% de sulfato de alumínio; T3- 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; T4- 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Observa-se que houve um ganho significativo dos fibrocimentos em ambas as propriedades, quando houve o aumento da porcentagem de Sulfato de Alumínio (T2) e quando o hidróxido de cálcio também foi incorporado no tratamento (T3 e T4). O controle e o tratamento T1 apresentaram valores de MOR e LOP semelhantes. Já os tratamentos T2, T3 e T4 obtiveram maiores valores, e semelhantes entre si, para MOR e LOP.

A norma para a placa plana cimentícia sem amianto NBR 15498 (ABNT, 2021) determina valores de MOR à flexão, para as placas ensaiadas em estado saturado, de 4 MPa para categoria 2, de 7 MPa para a categoria 3 e de 13 MPa para a categoria 4. Sendo assim todos os tratamentos atenderam a categoria 3 da norma de comercialização.

Os resultados médios das propriedades de módulo de elasticidade (MOE) e tenacidade à flexão estática estão apresentados nas Figuras 9 e 10 respectivamente. Para MOE à flexão estática os tratamentos T1, T3 e T4 apresentaram valores semelhantes estatisticamente ao controle. Já o tratamento T2 apresentou valores de MOE menor em relação aos demais tratamentos avaliados. O módulo de elasticidade do fibrocimento está diretamente relacionado à matriz cimentícia, sendo influenciado negativamente com a inserção de fibras de celulose.

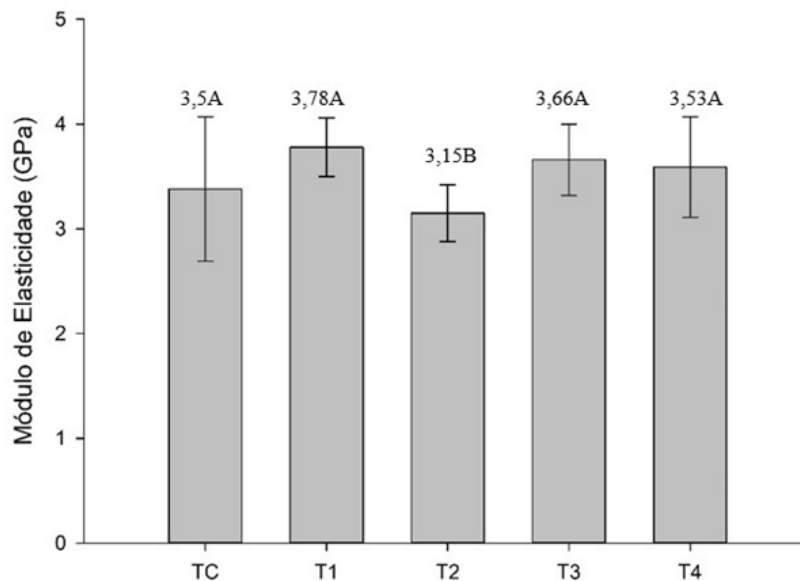


Figura 9 – Valores médios e desvio padrão do módulo de elasticidade à flexão estática dos fibrocimentos preparados a partir de polpas de celulose tratadas com diferentes concentrações onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de sulfato de alumínio; T2-18% de sulfato de alumínio; T3- 9% de sulfato de alumínio e 4,5% de hidróxido de cálcio; T4- 18% de sulfato de alumínio e 9% de hidróxido de cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Para a propriedade de tenacidade, foi observado para os fibrocimentos, uma queda dos valores. O que pode estar associado com a baixa aderência da fibra e cimento e também pela formação de agrupamentos de fibras.

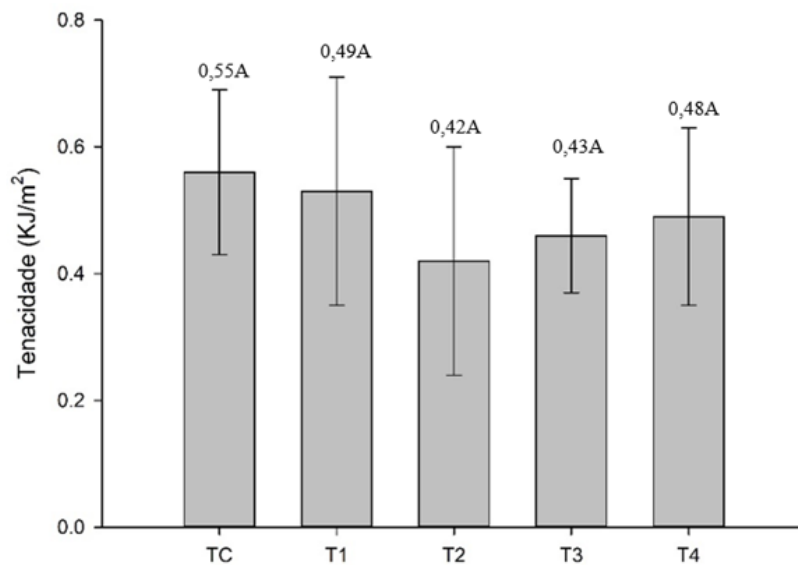


Figura 10 – Tenacidade de fibrocimentos dos fibrocimentos preparados a partir de polpas de celulose tratadas com diferentes concentrações onde: TC- Sem tratamento; T1-9% de Sulfato de alumínio;T2-18% de Sulfato de alumínio;T3- 9% de Sulfato de alumínio e 4,5% de Hidróxido de Cálcio; T4- 18% de Sulfato de Alumínio e 9% de Hidróxido de Cálcio.

Fonte: Do autor (2024).

Observou-se ainda o aumento dos valores médios das propriedades mecânicas de MOR, LOP e MOE dos fibrocimentos do T3, o que pode ser explicado pela continuação da cura da matriz cimentícia.

Apesar da diminuição dos valores médios de tenacidade nos tratamentos T2, o que comprova o início de perda de reforço pelas fibras, ou seja, há o início da degradação das fibras. Observa-se que existe uma aproximação da resistência e da tenacidade dos fibrocimentos o que faz o produto final atender as normas de produção da indústria.

4. CONCLUSÕES

Os tratamentos T1, T2 e T3 obtiveram menores valores de absorção de água, por consequente diminuição da hidrofiliabilidade das fibras pré- tratadas e melhora na interação interfacial entre a matriz cimentícia e a fibra utilizada como reforço. Porém todos os tratamentos atendem às normas atuais de comercialização de fibrocimentos sem adição de amianto.

Sugere-se a continuidade do trabalho com a avaliação da degradação das polpas pré-tratadas através do ensaio de termogravimetria (TG/DTG) e ensaio de envelhecimento acelerado afim de avaliar se a mineralização das fibras é efetiva ao longo do tempo.

Agradecimentos: Os autores agradecem ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais da Universidade Federal de Lavras (UFLA), ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e a Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG).

REFERÊNCIAS

ABED, Mohammed J.; KHALEEL, Omar R.; FAYYADH, Moatases M. Effect of aluminium sulphate $Al_2(SO_4)_3$ treatment on paper waste as a fine aggregate partial replacement in lightweight cement mortar. **Materials Today: Proceedings**, v. 42, p. 1152-1159, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **NBR 7581-1**. Telha ondulada de fibrocimento – Parte 1: classificação e requisitos. 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **NBR 15498**. Chapas cimentícias reforçadas com fios, fibras, filamentos ou telas: Requisitos e métodos de ensaio. 2021.

ARDANUY, Mònica *et al.* Cellulosic fiber reinforced cementbased composites: a review of recent. **Construction and Building Materials**, v. 79, p. 115–128, 2015.

BALČIŪNAS, Giedrius *et al.* Long-term curing impact on properties, mineral composition and microstructure of hemp shive-cement composite. **Construction and Building Materials**, v. 188, p. 326-336, 2018.

COURARD, L. *et al.* Condition evaluation of the existing structure prior to overlay. In: Bonded Cement-Based Material Overlays for the Repair, the Lining or the Strengthening of Slabs or Pavements. **Report of RILEM TC 193-RLS**, p. 17–50, 2011.

IKAI, S. *et al.* Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibers in air-cured Hatschek process, **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 2, p. 171–180, 2010.

KASTIUKAS, Gediminas *et al.* Effects of lactic and citric acid on early-age engineering properties of Portland/calcium aluminate blended cements. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 389-395, 2015.

LIU, Ming *et al.* Effect of pectin and hemicellulose removal from hemp fibres on the mechanical properties of unidirectional hemp/epoxy. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 90, p. 724-735, 2016.

MA, F. L. *et al.* Manufacture of Cement bonded Boards from Wood and Other Lignocellulosic Materials: Relationships between Cement Hydration and Mechanical Properties of Cement-bonded Boards. **Wood–Cement Composites in the Asia-Pacific Region**, p. 13-23. ISBN 186320346. 2010.

MAŁASZKIEWICZ, Dorota e BOLTRYK, Michal. Optimisation of composition of lightweight concrete with organic filler in the form of *Phragmites australis* reed. Role for concrete in global development. **Proceedings of the International Conference**, Dundee, Scotland, UK, p. 481–490, 2008.

MOHR, B. J. *et al.* Durability of Kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 4, p. 435–448, 2005.

PANTAWEE, Saksith *et al.* Utilization of hemp concrete using hemp shiv as coarse aggregate with aluminium sulfate [$Al_2(SO_4)_3$] and hydrated lime [$Ca(OH)_2$] treatment. **Construction and Building Materials**, v. 156, p. 435-442, 2017.

RAABE, Joabel *et al.* Impact of nanosilica deposited on cellulose pulp fibers surface on hydration and fiber-cement compressive strength. **Construction and Building Materials**, v. 326, 2022.

SARMIENTO, C. R. e FREIRE, W. J. Argamassa de cimento e areia combinada com fibras de bagaço de cana-de-açúcar. **Engenharia Agrícola**, v.17, n.2, p.1-8, 1997.

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