

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

BRUNA RÉGIO DE LIMA

**EFEITO DA CELULOSE NANOFIBRILADA NO ESTADO FRESCO DE PASTAS
CIMENTÍCIAS**

GUARAPUAVA

2023

BRUNA RÉGIO DE LIMA

**EFEITO DA CELULOSE NANOFIBRILADA NO ESTADO FRESCO DE PASTAS
CIMENTÍCIAS**

**EFFECT OF NANOFIBRILLATED CELLULOSE IN THE FRESH STATE OF
CEMENTIOUS PASTES**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentada como requisito para obtenção do
título de Bacharel em Engenharia Civil da
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
(UTFPR).
Orientador(a): Prof^ª Ma. Gessica Katalyne Bilcati.

GUARAPUAVA

2023



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

BRUNA RÉGIO DE LIMA

**EFEITO DA CELULOSE NANOFIBRILADA NO ESTADO FRESCO DE PASTAS
CIMENTÍCIAS**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentada como requisito para obtenção do
título de Bacharel em Engenharia Civil da
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
(UTFPR).
Orientador(a): Prof^ª Ma. Gessica Katalyne Bilcati.

Data de aprovação: 21/junho/2023

Géssica Katalyne Bilcati

Mestra

Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Guarapuava

Laura Silvestro

Doutora

Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Guarapuava

Rafaella Salvador Paulino

Mestra

Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Guarapuava

GUARAPUAVA

2023

Dedico este trabalho à minha família, que me deu todo o suporte necessário, financeiro e emocional, para que eu pudesse realizar o sonho de ser Engenheira Civil.

AGRADECIMENTOS

Aos 11 anos de idade decidi que um dia me tornaria Engenheira Civil, e hoje, 12 anos depois, estou muito feliz por poder dizer que estou um passo mais perto deste grande sonho, desse modo, em primeiro lugar, gostaria de agradecer a Deus, pela minha vida, por ser meu guia e porto seguro.

Aos meus pais e irmão, obrigada por terem sido para mim uma fonte de força e de inspiração ao longo do caminho, agradeço por incentivarem a minha educação e investirem em mim, e pelos sacrifícios que fizeram para que eu chegasse até aqui.

Agradeço também ao meu namorado que nunca me negou o seu apoio, amor e encorajamento desde que eu receava não conseguir entrar na universidade, tranquilizando-me e alegrando o meu processo.

Gostaria também de agradecer aos meus amigos da universidade que estiveram ao meu lado durante o meu percurso na universidade por tornarem tudo mais leve. Às minhas amigas de apartamento, com quem convivi intensamente durante os últimos anos da graduação, agradeço a amizade e troca de experiências.

Deixo meus agradecimentos aos meus professores do Técnico em Edificações do IFSP, campus Registro, que me incentivaram a cursar o ensino superior e inclusive me auxiliaram com demandas da universidade.

Agradeço especialmente à minha orientadora Gessica, querida mestra e professora, que me apoiou, acreditou no meu potencial e me guiou ao longo deste projeto final, suas críticas construtivas, as discussões e reflexões foram fundamentais ao longo de todo o percurso.

Agradeço também a Rafaela Salvador e ao Felipe Perreto, técnicos dos laboratórios de Materiais de engenharia civil da UTFPR de Guarapuava e Curitiba, por todo o carinho, atenção e apoio que me deram para que eu pudesse realizar os ensaios necessários.

Agradeço também ao MEIU, BARRA CONCRETO, Centro Acadêmico de Engenharia Civil e Atlético Lobo onde ganhei novos amigos e experiências ao longo dessa jornada acadêmica.

A UTFPR, professores, diretores, coordenadores e administradores que me proporcionaram o melhor ambiente para a realização deste trabalho.

Gostaria de expressar minha gratidão a todos os envolvidos direta e indiretamente na minha formação.

“Tão importante quanto pesquisar e apostar em novas tecnologias, visando à melhoria contínua nas obras, é investir em educação, na formação e qualificação dos trabalhadores da construção civil, do contrário, todo o investimento em tecnologia será em vão.”
(BAUER, 2019).

RESUMO

Ao observar o cenário atual da engenharia, é oportuno, com o aumento do volume de construções, a utilização de compostos de matriz cimentícia inteligente. A incorporação da nanotecnologia nos compósitos de matriz cimentícia pode alterar a sua microestrutura, fornecendo materiais mais eficientes e duráveis. Contudo, em função da elevada superfície específica, os nanomateriais à base de celulose podem afetar as propriedades reológicas dos materiais cimentícios. O presente trabalho teve como objetivo avaliar o comportamento no estado fresco de pastas cimentícias produzidas com de diferentes teores de polpa de celulose nanofibrilada (CNF). Através dos resultados obtidos pelo ensaio de índice consistência, foi possível observar que a incorporação de polpa de celulose nanofibrilada não afetou o espalhamento das pastas. Assim como, ao realizar a análise estatística dos resultados obtidos para a densidade de massa e teor de ar incorporado, não se pode afirmar que a polpa de CNF atuou como incorporador de ar nos materiais cimentícios, reduzindo sua densidade, visto que as variações foram pouco significativas. Por meio do ensaio de *squeeze-flow*, pode-se observar que a Polpa de CNF atuou como lubrificante nos materiais cimentícios, reduzindo o atrito entre as partículas e melhorando a capacidade de espalhamento das pastas.

Palavras-Chave: nanomateriais; polpa de celulose; pasta cimentícia; propriedades reológicas.

ABSTRACT

When observing the current engineering scenario, it is opportune, with the increase in the volume of constructions, the use of intelligent cementitious matrix compounds. According to research, incorporating nanotechnology in cementitious matrix composites can change its microstructure, providing more efficient and durable materials. In these respects, cellulose-based nanomaterials have emerged as a promising option to modify the properties of cement-based products in their fresh state. The present work aimed to evaluate the rheological behavior of cementitious pastes produced with different nanofibrillated cellulose pulp (CNF) contents. Through the results obtained by the consistency index test, it cannot be stated that the addition of pulp affected the spreading of the pastes. Through the statistical analysis, it cannot be stated that the NFC pulp acted as an air entrainer in the cementitious materials, reducing its density, since the variations were not very significant. The squeeze-flow test shows that the CNF Pulp acted as a lubricant in cementitious materials, reducing the friction between the particles and improving the spreadability of the pastes.

Keywords: nanomaterials; cellulose pulp; cement paste; rheological properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Estágios de deformação	28
Figura 2 – Planejamento Experimental.....	31
Figura 3 – Ensaio de massa específica do CP - ARI.....	33
Figura 4 – Celulose nanofibrilada (CNF)	35
Figura 5 – Picnômetros.....	36
Figura 6 – Picnômetro com Polpa de CNF	37
Figura 7 – Banho Termorregulador.....	37
Figura 8 – Procedimento de Mistura.....	40
Figura 9 – Índice de consistência da pasta.....	41
Figura 10 – Amostra para o ensaio de densidade de massa e teor de ar incorporado	41
Figura 11 – Ensaio de <i>squeeze-flow</i>	43
Figura 12 – DRX da polpa de Celulose Nanofibrilada (CNF).....	45
Figura 13 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey.....	48
Figura 14 – Gráfico de densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas	50
Figura 15 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey - Densidade de Massa	52
Figura 16 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey - Teor de Ar Incorporado	52
Figura 17 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para todos os teores submetidos a punção lenta	53
Figura 18 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para todos os teores submetidos a punção média	54
Figura 19 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para todos os teores submetidos a punção rápida.....	54
Figura 20 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para pasta de referência	55
Figura 21 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para pasta com teor de 1,0% de Polpa de CNF	56
Figura 22 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para pasta com teor de 1,5% de Polpa de CNF	56

Figura 23 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para pasta com teor de 2,0% de Polpa de CNF	57
Figura 24 - Gráfico de curvas do <i>squeeze-flow</i> para pasta com teor de 2,5% de Polpa de CNF	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características cimento CPV- ARI.....	32
Tabela 2 – Dosagem das amostras (CP V-ARI)	38
Tabela 3 – Dosagem das amostras com correção da dosagem d'água	39
Tabela 4 – Caracterização do cimento.....	44
Tabela 5 – Caracterização da Polpa de CNF	46
Tabela 6 – Índice de consistência	46
Tabela 7 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação do índice de consistência das pastas	47
Tabela 8 – Densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas	49
Tabela 9 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação da densidade massa e teor de ar incorporado das pastas.....	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANOVA	Análise de variância
ARI	Alta Resistência Inicial
CETENE	Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste
CNF	Celulose Nanofibrilada
CP	Cimento Portland
DRX	Difração de Raio-X
MgO	Óxido de magnésio
N	Newton
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
SANEPAR	Companhia de Saneamento do Paraná
SNIC	Sindicato Nacional da Indústria do Cimento
SO ₃	Trióxido de Enxofre
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Z	Material Pozolânico

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 Considerações Iniciais	Erro! Indicador não definido.
1.2 Objetivos	17
1.3.2 Objetivo Geral	17
1.3.2 Objetivos Específicos.....	17
2 REFERÊNCIA DA LITERATURA	19
2.1 Sistemas Cimentícios	19
2.2 Cimento Portland	20
2.3 Aditivos	20
2.4 Nanotecnologia	20
2.5 Celulose Nanofibrilada (CNF)	21
2.6 Influência da Celulose Nanofibrilada em Sistemas Cimentícios	22
2.7 Análise do comportamento reológico	26
2.7.1 Squeeze Flow	Erro! Indicador não definido.
2.8 Análise da consistência pelo método Flow Table	24
2.9 Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado	24
3 MATERIAIS E MÉTODOS	30
3.1 Caracterização dos materiais	31
3.1.1 Cimento Portland	31
3.1.1.1 Massa específica - CP V - ARI.....	32
3.1.1.2 Massa unitária: CP V- ARI	33
3.1.2 Celulose Nanofibrilada.....	35
3.2 Produção das pastas cimentícias	38
3.2.1 Correção na dosagem de água.....	38
3.2.2 Procedimento de mistura	39
3.3 Caracterização das pastas cimentícias	40
3.3.1 Flow Table.....	40
3.3.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado.....	41
3.3.3. Squeeze-Flow	43
4 RESULTADOS	44
4.1 Caracterização dos materiais	44
4.1.1 Caracterização CP – V ARI.....	44

4.1.2 Caracterização Polpa de Celulose Nanofibrilada	45
4.2 Caracterização das pastas cimentícias	46
4.2.1 Análise da consistência das pastas cimentícias produzidas	46
4.2.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas cimentícias produzidas.....	48
4.2.3 Influência do teor de polpa de CNF no comportamento reológico das pastas produzidas	53
4.2.4 Influência da velocidade de deslocamento do squeeze flow nas diferentes amostras produzidas	55
5 CONCLUSÃO	60
REFERÊNCIAS	61

1 INTRODUÇÃO

Materiais cimentícios estão presentes na maioria das aplicações de construção, incluindo edifícios, infraestrutura de transporte e elementos não estruturais, tais como em revestimentos. De acordo com o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (SNIC), em 2020 o consumo aparente de cimento no Brasil foi equivalente a 60,6 toneladas (SNIC, 2020).

Ao observar o cenário atual da engenharia, é oportuno, com o aumento do volume de construções, a utilização de compostos de matriz cimentícia inteligente. Paulo José Melaragno Monteiro, argumenta que o futuro dos edifícios reside na nanotecnologia (BAUER, 2019). Segundo pesquisas, a incorporação da nanotecnologia nos compósitos de matriz cimentícia pode alterar a sua microestrutura, fornecendo materiais mais eficientes e duráveis.

Nestes aspectos, os nanomateriais à base de celulose surgiram como uma opção promissora para modificar as propriedades dos produtos à base de cimento no seu estado fresco, apesar da sua adoção como reforços na indústria do papel, farmacêutica e cosmética. A nanocelulose apresenta propriedades tais como alta superfície específica que pode fornecer uma, elevada resistência mecânica ao sistema cimentício e grupos hidroxilas superficiais, podendo ser vantajoso no controle do tempo de pega, retração e umidade relativa interna dos sistemas cimentícios. Mesmo níveis baixos (0,1%) de nanopartículas podem alterar significativamente as propriedades reológicas dos compostos cimentícios (SANTOS *et al.*, 2021).

Apesar das vantagens agregadas aos compostos à base de cimento, os nanomateriais de origem vegetal apresentam significativas dificuldades de dispersão. Mendes *et al.* (2022) afirmam que a homogeneidade da mistura dá aos materiais uma excelente trabalhabilidade, tendo um reflexo significativo sobre o sistema cimentício. Isto porque a não homogeneidade do compósito reduz suas vantagens, dado que se formam áreas que não reagem com o conjunto do compósito, permitindo o aparecimento de zonas fracas na microestrutura, sendo necessário assim que o processo de mistura das partículas seja estudado e padronizado, a fim de garantir uma boa dispersão das dos materiais (SANCHEZ; SOBOLEV, 2010).

Pesquisas desenvolvidas na área de compósitos cimentícios com adição de materiais celulósicos, como as dos autores Martins *et al.* (2019), Savastano Jr. (2000)

e Garcia (2021), têm-se concentrado nas suas propriedades no estado endurecido, com pouca avaliação das suas propriedades no estado fresco. No entanto, para um bom desempenho na construção são necessários estudos do controle tecnológico dos materiais empregados, de uma padronização e qualidade na execução dos materiais cimentícios. Assim, para obter um composto cimentício de qualidade, devem ser realizadas corretamente, a massa fresca deve ser avaliada corretamente, pois existe uma influência significativa nas propriedades do estado endurecido do composto, tais como a durabilidade e a impermeabilidade.

A avaliação do comportamento reológico dos compósitos cimentícios é considerada necessária para desenvolver formulações que apresentem propriedades adequadas para a aplicação no estado fresco e que não comprometam o desempenho do material no estado endurecido (CARDOSO; PILEGGI; JOHN, 2005). Portanto, é crescente o número de pesquisas que buscam o aprimoramento e estudos reológicos das propriedades dos materiais cimentícios a fim de ampliar as possibilidades de utilização de novos produtos dentro da construção civil (ARARUNA, 2021).

Acerca disto, o estudo de um novo tipo de pasta cimentícia, composta com nanopartículas de celulose apresenta um grande potencial, pois além da vantagem de ser um material proveniente de fontes renováveis, a nanocelulose apresenta propriedades capazes de melhorar as características dos componentes cimentícios empregados na construção civil. Com base nas informações supracitadas o projeto tem por foco, estudar as propriedades no estado fresco de compósitos cimentícios com adição de polpa de celulose nanofibrilada.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento no estado fresco de pastas cimentícias produzidas com de diferentes teores de polpa de celulose nanofibrilada (CNF).

1.1.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar as propriedades químicas da polpa de celulose nanofibrilada (CNF);
- Desenvolver uma análise reológica comparativa de acordo com a variação dos teores de polpa celulose nanofibrilada (CNF) em pastas cimentícias;
- Verificar o efeito dispersivo da celulose nanofibrilada (CNF) no sistema cimentício.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Sistemas Cimentícios

Materiais compósitos, são aqueles que são constituídos por matriz ou fase contínua, que envolve uma outra fase, chamada reforço ou fase dispersa. A matriz confere estrutura ao material compósito, podendo ser um metal, um polímero ou uma cerâmica, preenchendo os espaços vazios que ficam entre os materiais de reforço (VENTURA, 2009).

Para Silva (2013) a matriz possui como função principal manter a integridade estrutural do compósito. A fase de reforço, possui a função de proporcionar melhorias em propriedades desejadas do composto da matriz, garantindo assim, a melhoria das propriedades químicas e físicas do composto final.

Desta forma, o compósito é fabricado para formar um material com melhor desempenho do que os seus componentes, dando origem a materiais com melhores propriedades físico-químicas e mecânicas (VENTURA, 2009).

As matrizes cimentícias possuem como limitações a sua baixa resistência à tração e fratura frágil, características estas que podem ser melhoradas pela adição de materiais de reforço (SILVA NETO, 2018).

Além das características mecânicas, o setor da construção civil, exige materiais cimentícios com elevada fluidez, para que possam ser lançados e adensados com facilidade. Estas propriedades podem ser obtidas pela adição de aditivos dispersantes, uma vez que o estado de dispersão da matriz de cimento tem uma influência significativa no comportamento reológico do material e determina que método deve ser utilizado para a sua aplicação (OLIVEIRA; GARCIA; PANDOLFELLI, 2006).

Tem-se que o comportamento de sistemas cimentícios depende da viscosidade da pasta de cimento Portland e da quantidade de agregados, no entanto, tendo que os aditivos afetam apenas o comportamento da pasta de cimento, sem alterar as características dos agregados, justifica-se a importância de se estudar a reologia e em selecionar aditivos e adições a partir de ensaios com a pasta (OLIVEIRA, 2013).

2.2 Cimento Portland

Definido como ligante hidráulico, substâncias que endurecem quando misturadas com água, o cimento Portland é obtido através da moagem de clínquer Portland, sendo composto majoritariamente, por silicatos e aluminatos de cálcio hidráulicos, obtidos por queima, até a fusão parcial, de uma mistura homogênea e convenientemente proporcionada, constituída basicamente de calcário e argila (BAUER, 2019).

2.3 Aditivos

Segundo a NBR 13529:2013, um aditivo é um produto adicionado em pequenas quantidades a uma argamassa para melhorar uma ou mais das suas propriedades no estado fresco ou endurecido.

Os principais benefícios dos aditivos em compósitos cimentícios no estado fresco são o aumento da plasticidade da mistura, o atraso ou aceleração do tempo inicial de pega, a redução da segregação do material e a facilidade de aplicação no processo de bombeamento (ACI, 2010).

Portanto, a incorporação de aditivos em compósitos cimentícios pode fornecer propriedades mais adequadas em termos de preparação e utilização de materiais, e por isso, a investigação de novos aditivos para melhorar o desempenho dos materiais compósitos é altamente relevante (SOARES, 2021).

Neste contexto, a adição de pasta de celulose a compósitos à base de cimento é de interesse devido ao seu potencial para melhorar as propriedades mecânicas e porque os materiais celulósicos são provenientes de um recurso renovável e contribuindo para a sustentabilidade na construção civil (ALMEIDA *et al.*, 2010)

2.4 Nanotecnologia

Conforme o Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (CETENE, 2022), a nanotecnologia é o estudo da manipulação da matéria à escala atômica e molecular, desenvolvendo estruturas e novos materiais a partir dos átomos, com o objetivo principal de elaborar estruturas estáveis.

Segundo Sobolev *et al.* (2008), ao manipular materiais, as dimensões do material são reduzidas da escala macroscópica para a escala nanométrica, com a consequente agregação de mais átomos na superfície da partícula, resultando em alterações significativas na energia e morfologia da superfície, e conseqüentemente na condutividade eléctrica, reatividade química e propriedades mecânicas ocorrem mudanças significativas.

Além disso, a utilização de nanopartículas em compósitos de matriz de cimento oferece vantagens em termos de microestrutura e desempenho mecânico. Isto porque nanopartículas bem dispersas aumentam a viscosidade da fase líquida, ajudam a suspender grãos de cimento e aglomerados, melhoram a resistência à segregação, bem como preenchem os vazios entre os grãos e densificam a estrutura (efeito *fíler*) (SOBOLEV *et al.*, 2008).

Dependendo do nanomaterial e do seu grau de dispersão, as nanopartículas podem também facilitar o processo de hidratação do cimento, promovendo a formação de pequenos cristais como o hidróxido de cálcio e pequenos grupos uniformes de silicato de cálcio hidratado. Além disso, as nanopartículas melhoram a estrutura da zona de transição e melhoram a ligação entre o agregado e a pasta de cimento (SOBOLEV *et al.*, 2008).

Melo (2009) constatou no seu estudo que as argamassas com nanotubos de carbono a 0,3% mostraram efeitos superiores em relação à resistência à tração, densidade absoluta, porosidade e tamanho médio dos poros. Também descobriu que o tamanho médio dos poros menores afeta diretamente a durabilidade das estruturas de concreto, uma vez que impede o movimento de substâncias agressivas dentro do concreto.

2.5 Celulose Nanofibrilada (CNF)

A celulose é um dos polímeros naturais renováveis mais abundantes do planeta e pode ser encontrada em várias plantas e algas, bem como através da síntese bacteriana (MAGALHÃES; CLARO, 2018). Além disso, a celulose oferece vantagens na sua utilização, tais como baixo custo, disponibilidade em grandes quantidades durante todo o ano, biodegradabilidade/compostagem, alta rigidez, boas

propriedades mecânicas e a possibilidade de reciclagem térmica por combustão, além de permitir uma utilização econômica (CHIROMITO, 2021).

A Celulose Nanofibrilada (CNF) é um produto à base de celulose, produzida a partir de uma suspensão da polpa de celulose (MISSOUM; BELGACEM; BRAS, 2013). Obtidas através de um processo mecânico, no qual as fibras passam por uma desfibrilação, ou através do processo químico, no qual reagentes químicos causam a degradação e dissolução de materiais lignocelulósicos (CORREIA, 2015).

Para obter celulose nanofibrilada através de processos mecânicos, as amostras de polpa são dispersas em água destilada, depois são preparadas para diferentes consistências de base de massa seca, por exemplo 0,5% e 1,5%, e em seguida procede-se a um processo de desfibrilação no moinho desfibrilador, utilizando determinado número de passes e a frequência constante (POTULSK *et al.*, 2016).

As fibras de celulose antes de receberem qualquer tipo de tratamento mecânico apresentam diâmetro micrométrico e pouca fibrilação da parede celular, no entanto, durante ensaio, as polpas de celulose que foram submetidas ao moinho desfibrilador, geraram a fibrilação da parede celular das fibras de celulose, reduzindo o seu diâmetro e originando as CNF. O tratamento de desfibrilação também resulta numa diminuição da cristalinidade e da viscosidade (POTULSK *et al.*, 2018).

2.6 Influência da Celulose Nanofibrilada em Sistemas Cimentícios

Correia (2015) afirma que a utilização de celulose nanofibrilada pode contribuir para a resistência de matrizes frágeis como as matrizes cimentícias, melhorando o empacotamento de partículas através de poros mais finos e bloqueando fissuras à escala nanométrica através da absorção de energia.

Estudos têm relatado que a adição de microfibras de celulose à argamassa melhorou o desempenho do revestimento no estado plástico devido à natureza hidrofílica das microfibras, e se observou um aumento na viscosidade do material composto (PESCAROLO *et al.*, 2021).

No trabalho de Garcia (2021), obteve-se com a adição de 0,03% de CNF em um concreto permeável, o aumento de 16% da resistência à tração na flexão, sem provocar alterações na permeabilidade do material.

Em geral, a adição de 0,02% e 3% de CNF aos compósitos cimentícios, possibilita o aumento do grau de hidratação do cimento, melhoria de propriedades reológicas, tais como viscosidade e limite elástico, além de favorecer a retenção de água da mistura com indícios de redução da segregação e exsudação, bem como um melhor desempenho na retração de compósitos cimentícios (ROCHA; FARIAS; SIQUEIRA, 2022).

Martins *et al.* (2019) constatam em seu estudo que a incorporação de CNF de polpa branqueada de eucalipto em concentrações que variam entre 0,05% e 0,2% resultaram na melhoria das propriedades mecânicas das matrizes cimentícias, com valores de resistência à flexão, compressão e módulo de elasticidade. Os autores também relataram que a resistência compressão dos compósitos cimentícios na idade inicial é prejudicada quando os valores de celulose excedem 0,2%.

Neste contexto, Savastano Jr.(2000), relata em seu trabalho que a utilização de polpas celulósicas demonstra enorme contribuição para o aumento da ductilidade e também da resistência à tração na flexão, porém o fato observado deu-se em decorrência das fibras estarem distribuídas homogeneamente e com boa aderência à matriz, desse modo, o emprego de fibras celulósicas deve ser realizado com atenção, visto que podem apresentar problemas de má distribuição, gerando vazios e aumentando a porosidade do material.

Desse modo, é importante salientar que o processo de mistura deve ser preciso e cuidadoso, uma vez que a boa dispersão das fibras, a homogeneidade da matriz e o teor de CNF utilizado influenciam diretamente no produto.

Além disso, o elevado teor de fibras tende a formar aglomerados que causam defeitos no produto, o que afeta negativamente os resultados (ROCHA; FARIAS; SIQUEIRA, 2022). Testes com um reômetro em pastas de cimento mostraram uma diminuição da trabalhabilidade com doses crescentes de CNF, fato que pode ser associado à maior área específica do material (KOLOUR, 2019).

Para Santos *et al.* (2021), os CNF ainda têm o potencial de aumentar a durabilidade dos compósitos de cimento, pois os nano-aditivos incorporados na matriz de cimento têm baixa penetração de sulfato (~50%), alta resistência térmica (sem microfissuras a 250°C) e alta resistência à degradação acelerada

Czovny (2021), ao avaliar as propriedades frescas de compósitos cimentícios com adição de celulose nanofibrilada, constatou a partir de ensaios, que entre teores

de 2,5%, 5% e 7,5% de CNF, as variáveis mecânicas estudadas, sendo elas resistência à tração na flexão, resistência à compressão e Flow-Table, apresentaram melhores resultados para o traço com o teor de 2,5% CNF.

Para Rocha, Farias e Siqueira (2022) a amostra com adição de 0,05% de CNF obteve uma permeabilidade inferior em relação a amostra de referência, no entanto, em relação às outras misturas ensaiadas, esta foi a que apresentou uma resistência à tração na flexão superior.

Para Sun *et al.* (2016), a adição de 0,04% CNF's aumentou o limite de escoamento e o grau de hidratação dos compósitos da pasta de cimento de poço de petróleo.

2.7 Análise da consistência pelo método *Flow Table*

A análise de consistência pelo método *Flow Table* é regida pela NBR 13276:2016, a qual permite determinar a consistência de pastas cimentícias após submeter uma amostra do material a golpes de adensamento e a golpes da própria mesa de consistência, desse modo, a consistência do material ensaiado será igual ao diâmetro final da amostra após o ensaio.

Para Souza *et al.* (2019), o através do teste de consistência pelo do método *Flow Table*, foi possível determinar o fator água/cimento adequado para cada argamassa dosada em seu trabalho.

Santos (2019 *apud* SENFF, 2009) relata que o valor do espalhamento obtido pela mesa de consistência está relacionado com a tensão de escoamento do material.

No entanto, de acordo com Albuquerque *et al.* (2019) o ensaio de *flow-table* é um ensaio monoponto, insuficiente para descrever o comportamento reológico complexo dos sistemas cimentícios, pois os resultados obtidos através do ensaio não dissociam a contribuição dos principais parâmetros reológicos, tais como viscosidade e taxa de cisalhamento.

2.8 Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado

A NBR 13278:2005 (ABNT, 2005) rege o método para determinar a massa específica e o teor de ar incorporado no estado fresco da argamassa.

De acordo com Baía e Sabbatini (2008), a massa específica é a relação entre a massa do material e seu volume, podendo ser absoluta, quando não considera os vazios presentes no volume, ou unitária, quando considera os vazios existentes. Enquanto o teor de ar é a quantidade de ar presente em determinado volume da argamassa.

2.9 Análise do comportamento reológico

A reologia é a ciência que estuda o fluxo e a deformação dos materiais quando submetidos a uma determinada tensão ou sollicitação mecânica externa. (MELO, 2009). Para Teixeira (2015 apud Glatthor; Schweizer, 1994), a reologia compreende o estudo da deformação e do fluxo da matéria, no qual possui dois aspectos fundamentais, sendo a tensão de escoamento, que é a tensão necessária para iniciar o escoamento, e a viscosidade, que é a resistência apresentada pelo material, opondo-se ao movimento do sistema.

De acordo com Reis (2008), as propriedades reológicas dos materiais cimentícios, são diretamente ligadas ao seu desempenho tanto no estado fresco quanto no estado endurecido. Desse modo, o autor julga que o estudo reológico das pastas cimentícias pode ser utilizado para selecionar e otimizar aditivos químicos e adições minerais, fornecendo informações úteis para a critérios dosagem.

Para Oliveira (2013) tem-se que o comportamento de sistemas cimentícios no estado fresco depende da viscosidade da pasta de cimento Portland e da quantidade de agregados, no entanto, tendo que as adições e/ou os aditivos afetam o comportamento do escoamento da pasta de cimento, sem alterar as características dos agregados, justifica-se a importância de se estudar o comportamento reológico da pasta de cimento Portland no estado fresco e o interesse em selecionar aditivos e adições a partir de ensaios com a pasta.

Os autores Campos, Caetano e Maciel (2022) relatam que para que os materiais cimentícios atendam aos requisitos de consistência, resistência mecânica e durabilidade esperados, é necessário o correto controle de suas propriedades nos estados fresco, visto que a resistência e a durabilidade dos materiais cimentícios são seriamente influenciadas pelo grau de compactação, é importante garantir que os compostos apresentam propriedades adequadas no estado fresco, de modo a serem transportados, lançados, adensados e acabados corretamente, sem segregação e/ou exsudação.

O comportamento reológico das pastas cimentícias pode ser alterado por diversos fatores, como o tipo de cimento e sua natureza reativa, a relação água/cimento utilizada, a presença de aditivos, as condições de mistura, entre outros (SATO *et al.*, 2013). Portanto, quando as características reológicas são medidas

corretamente, estas podem auxiliar no controle de utilização de adições químicas e minerais (MELO, 2009).

Para Bauer, Sousa e Guimarães (2005), é a avaliação da consistência é um dos ensaios mais realizados na caracterização de argamassas no estado fresco, o qual pode ser realizado em grande parte dos laboratórios de materiais de construção civil. Lacerda (2022) afirma que a densidade de massa e o teor de ar incorporado são outros dois parâmetros no estado fresco que também afetam a trabalhabilidade dos materiais cimentícios, visto que pastas muito densas, dificultam o manuseio da mão-de-obra, pois demandam uma maior força para a aplicação.

Apesar do ensaio do índice de consistência ser de fácil acesso, o ensaio de *flow-table* é um ensaio monoponto, insuficiente para descrever o comportamento reológico complexo das argamassas, desse modo outros ensaios podem ser utilizados para avaliar as propriedades no estado fresco de materiais cimentícios como, por exemplo, reometria rotacional, *squeeze – flow* (Albuquerque *et al.*;2019).

De acordo com a NBR 15839:2010, o método estuda o fluxo e deformação de uma amostra cilíndrica de fluidos sob um determinado esforço de compressão axial, entre duas placas paralelas. Acerca disto, o ensaio de *Squeeze-Flow* pode fornecer um dos parâmetros reológicos fundamentais, como tensão de escoamento, sendo especialmente interessante para caracterização de sistemas cimentícios, pois a mudança geométrica que ocorre durante o ensaio simula condições do processamento desses materiais como nas etapas de espalhamento, nivelamento e acabamento (CARDOSO; JOHN; PILEGGI, 2010). Apesar do ensaio fornece dados para identificar a tensão de escoamento dos materiais, de acordo com Engmann, Servais e Burbidge (2005) converter dados experimentais em funções reológicas não é uma tarefa fácil devido à natureza transiente e espacialmente não uniforme do fluxo de compressão.

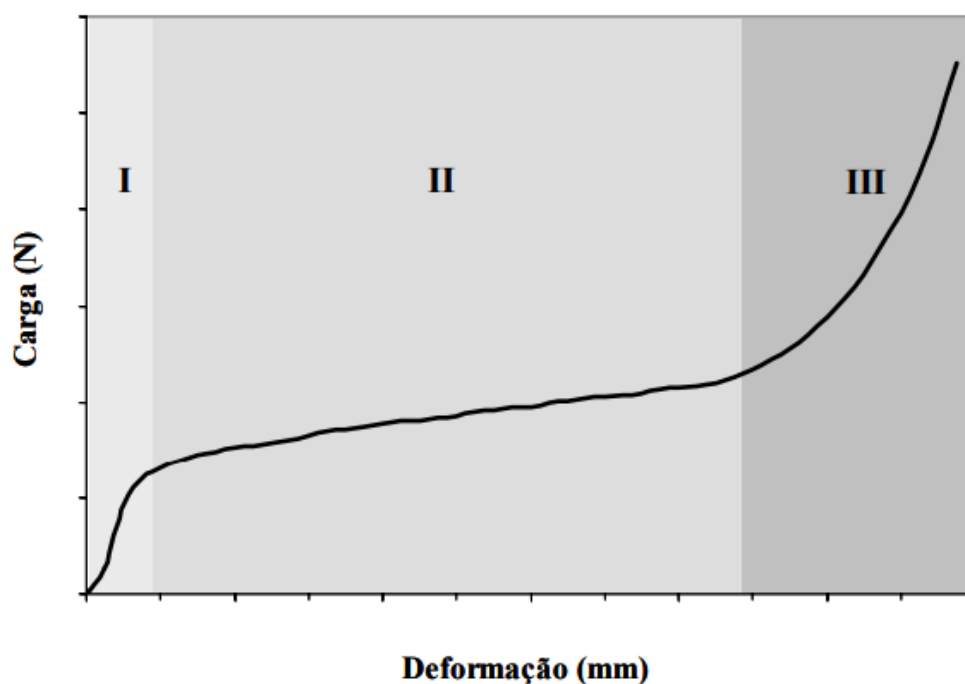
Pescarolo *et al.* (2021) ao analisar a influência de microfibras de celulose no estado fresco de argamassas, identificou que a inserção de microfibras promoveu a incorporação de ar na mistura, fato que ocorre devido ao contato das partículas do composto com a superfície plana das microfibras, gerando assim, bolhas dentro do sistema. Além disso, através do ensaio de *Squeeze-Flow*, os autores concluíram que a argamassa de referência apresentou o menor deslocamento, desse modo,

pressupõe que as microfibras empregadas atuaram como lubrificantes nas misturas, promovendo a deformação e reduzindo a tensão de escoamento.

Através dos resultados emitidos pelo teste de *Squeeze-Flow* é possível classificar os materiais em três estágios de deformação, avaliados em curvas exponenciais, sendo eles (Figura 1) (AZEVEDO *et al.*, 2018):

- Comportamento elástico linear (I);
- Comportamento plástico ou fluxo viscoso (II); e
- Fase de endurecimento de tensão (III).

Figura 1 – Estágios de deformação.



Fonte: CARDOSO; PILEGGI; JOHN (2005).

De acordo com Azevedo *et al.* (2018), os estágios são avaliados da seguinte maneira:

- Primeiro estágio: Tem-se um pequeno deslocamento devido a deformação elástica, desse modo, as argamassas desse estágio, podem apresentar problemas de fissuração ainda no estado fluido, decorrente da recuperação elástica após a remoção da força aplicada;

- Segundo estágio: Tem-se um deslocamento intermediário devido a deformação plástica e/ou fluxo viscoso, desse modo, as argamassas desse estágio, tendem a sofrer grandes deformações sem necessitar de um aumento expressivo de força para ocorrer um deslocamento; e
- Terceiro estágio: Tem-se um grande deslocamento.

Ressalta-se também que a intensidade dos estágios pode variar de acordo com a composição dos materiais e com a configuração de ensaio utilizado.

Para Grandes *et al.* (2021), o ensaio de *Squeeze-Flow* tem grande potencial para esclarecer aspectos complexos do fluxo de materiais heterogêneos em situações confinadas, através do ensaio, os autores constataram que o comportamento mais homogêneo também pode ser verificado pela variação relativamente pequena no raio médio análise, principalmente se comparada com as argamassas de referência.

Cardoso *et al.* (2009) afirma que o ensaio de *Squeeze-Flow*, é completamente adequado na avaliação do comportamento reológico em relação ao tempo decorrido e relação água/sólido em diversos graus de deformação, que simulam espalhamento e acabamento em diversas situações.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O objetivo deste programa experimental foi analisar comparativamente, as propriedades frescas das pastas cimentícias com adição de polpa celulose nanofibrilada.

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

- Os materiais utilizados para a produção das pastas;
- Procedimento de mistura das pastas; e
- Relação água/cimento de 0,4495.

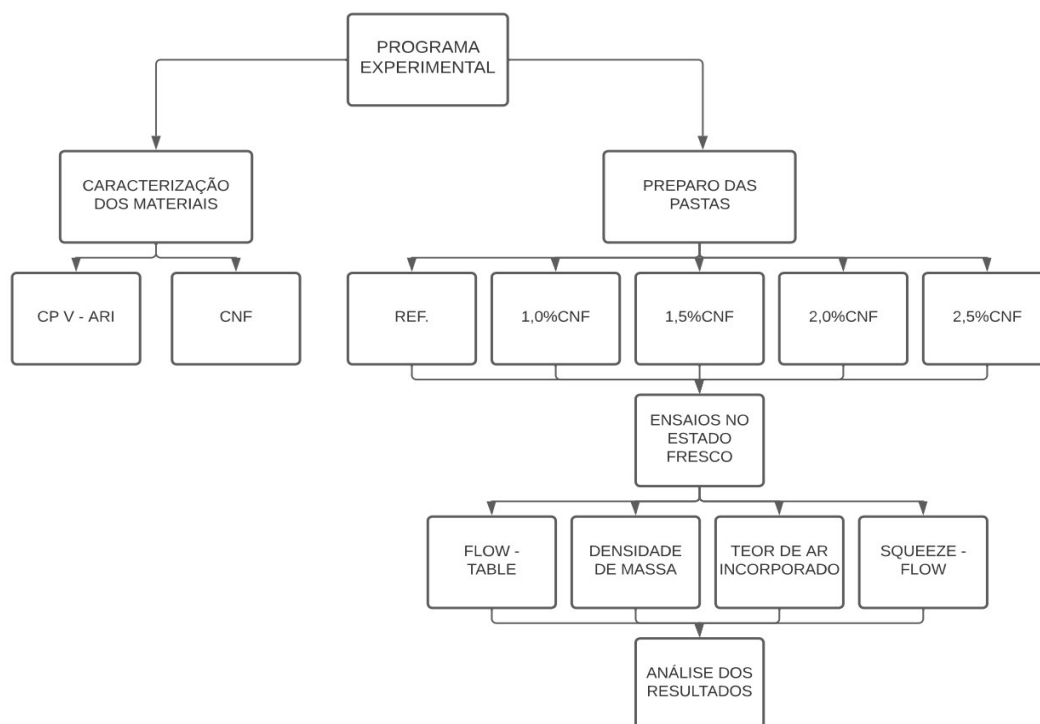
A relação a/c fixada nesta pesquisa, teve como base o planejamento de pesquisa do autor Quarcioni (2008) no qual, ele justifica que a relação a/c de 0,45 possibilita obter-se pastas sem exsudação aparente e trabalháveis.

As variáveis do programa experimental foram:

- Porcentagem de adição de polpa de celulose nanofibrilada em relação a massa de cimento: 0%, 1,0%, 1,5%, 2,0% e 2,5%;

Desse modo, os dados foram coletados através da ordem expressa pelo fluxograma (Figura 2).

Figura 2 – Planejamento Experimental.



Fonte: Autoria própria (2023).

3.1 Caracterização dos materiais

Neste estudo, foram produzidas pastas de cimento constituídas por água, cimento CP V - ARI e polpa de celulose nanofibrilada. Os materiais utilizados foram caracterizados para verificar a sua composição e assim verificar as interações entre os materiais empregados nessa pesquisa. A água utilizada no estudo foi a da rede pública de abastecimento (SANEPAR), do município de Guarapuava/Paraná.

3.1.1 Cimento Portland

Optou-se pela utilização do cimento Portland de Alta Resistência Inicial, regido pela ABNT NBR 16697:2018 - Cimento Portland - Requisitos e tem como características os dados apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Características cimento CPV- ARI

Parâmetros	CP V - ARI
Tempo inicial de pega (h)	≥ 1
MgO %	≤ 6,5
SO ₃	≤ 4,5
Perga ao fogo %	≤ 6,5

Fonte: Fabricante (2018).

Para complementar a caracterização do CP V ARI, realizou-se os seguintes ensaios, regidos pelas normas a seguir:

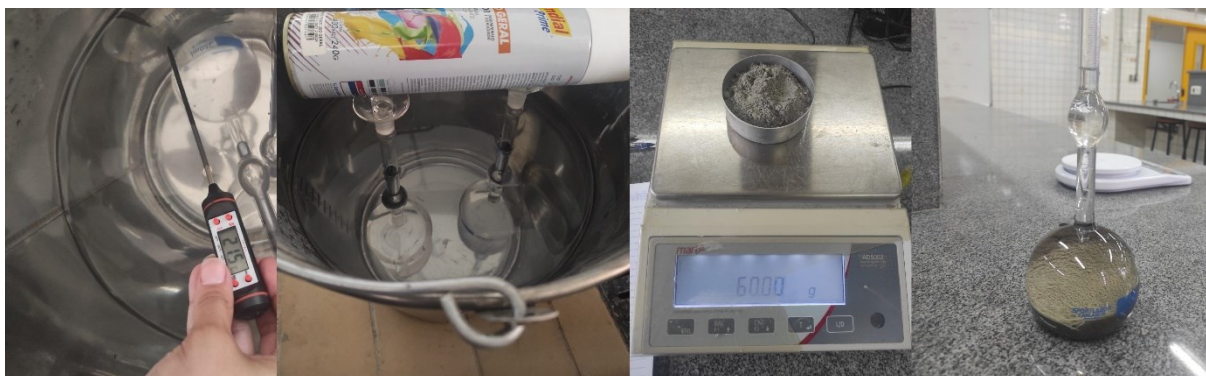
- Massa Específica: ABNT NBR 16605:2017; e
- Massa unitária: ABNT NBR 45:2006.

3.1.1.1 Massa específica - CP V - ARI

Assim como indicado na norma, a amostra foi ensaiada conforme foi recebido, neste caso, o CP V - ARI já estava armazenado no laboratório de ensaios. Para dar início ao procedimento de ensaio, o frasco volumétrico de Le Chatelier foi preenchido com líquido não reagente (querosene) entre as marcas de zero e 1 cm³, em seguida secou-se o interior do frasco acima do nível do líquido, por fim, o frasco foi fechado.

Feito isto, o recipiente para o banho termorregulador, foi preenchido com água, e com o auxílio do termômetro foi aferida a temperatura dela. Em seguida, colocou-se o frasco em posição vertical em banho de água, submerso até a marca de 24cm³, pelo período de 30 min. Passados os 30min, registou-se a primeira leitura do volume, V1 em cm³. Posteriormente, foi separado 60,00g de CP V - ARI para realização do ensaio. Com o auxílio do funil, a amostra foi introduzida no frasco de Le Chatelier. O frasco foi então agitado em movimentos circulares até que não subissem bolhas de ar para a superfície. Feito isto, o frasco retornou ao banho termorregulador por mais 30 minutos. Ao fim do período, registrou-se o volume no frasco V2 em cm³ (Figura 3).

Figura 3 – Ensaio de massa específica do CP - ARI.



Fonte: Autoria própria (2023).

Com os dados em mão, calculou-se a massa específica do aglomerante através da equação 1.

$$\rho = \frac{m}{(V2 - V1)} \quad \text{Equação 1}$$

Sendo:

ρ = a massa específica do aglomerante ensaiado, em g/cm³;

m = a massa do aglomerante ensaiado, em g;

V = o volume deslocado pela massa do material ensaiado, dado pela diferença entre o volume inicial (V1) e o volume final (V2) obtido, em cm³.

3.1.1.2 Massa unitária: CP V- ARI

Com a amostra separada, o recipiente foi levado à estufa pelo período de 24h.

Enquanto a amostra secava, realizou-se a calibração do recipiente, para isso, foi necessário o uso da placa de vidro, copo, termômetro e água.

Primeiramente pesou-se o recipiente vazio mais a placa de calibração (mrp), e em seguida preencheu-se o recipiente com água a uma temperatura de 22,9°C, cobriu-se o mesmo com a placa de calibração, eliminando as bolhas de ar e a água em excesso e aferiu seu peso (mrpa).

Com a temperatura da água aferida, e auxílio da Tabela 02 da NM 45 foi possível determinar a massa específica da água utilizada, por meio de interpolação

linear entre dois pontos (x_a, y_a) e (x_b, y_b), está que pode ser deduzida usando-se proporcionalidade da equação 2.

$$\frac{y - y_0}{x - x_0} = \frac{y_1 - y_0}{x_1 - x_0} \quad \text{Equação 2}$$

O próximo passo foi determinar o volume do recipiente (V), para isso dividiu-se a massa de água necessária para preencher o recipiente pela massa específica da água, conforme equação 3.

$$V = \frac{(m_{arp} - m_{rp})}{\gamma} \quad \text{Equação 3}$$

Com a amostra seca e o recipiente calibrado, deu-se início ao procedimento de ensaio, este que procedeu de acordo com método A exemplificado em norma.

Determinou e registrou-se a massa do recipiente vazio (m_r), e em seguida, preencheu o recipiente com o CP V - ARI até um terço de sua capacidade, feito isto, efetuou-se o adensamento da camada do aglomerante mediante 25 golpes da haste de adensamento, distribuídos uniformemente em toda a superfície do material.

Para dar continuidade, preencheu o recipiente até dois terços de sua capacidade e aplicou 25 golpes com a haste de adensamento.

Por fim, o recipiente foi preenchido totalmente com o aglomerante e recebeu mais 25 golpes com a haste de adensamento e nivelou a camada da superfície com uma espátula, de forma a rasá-la com a borda superior do recipiente.

Com o procedimento finalizado, determinou e registrou a massa do recipiente mais o conteúdo (m_{ar}).

Para calcular sua massa unitária, foi utilizada a equação 4.

$$\rho_{ap} = \frac{(m_{ar} - m_r)}{V} \quad \text{Equação 4}$$

Sendo:

pap = a massa unitária do material, em g/cm³;

mar = a massa do recipiente mais o material, em g;

m_r = a massa do recipiente vazio, em g;

V = o volume do recipiente, em cm^3 .

3.1.2 Celulose Nanofibrilada

A celulose nanofibrilada empregada nesta pesquisa foi desenvolvida, no Programa de Pós-graduação em Engenharia Florestal na Universidade Federal do Paraná. A celulose nanofibrilada foi produzida a partir da *polpa kraft* branqueada de *Eucalyptus sp.*, na qual foi desintegrada em liquidificador com 450W de potência por 30 segundos. Posteriormente foi processada no Microprocessador Super Masscolloider Masuko Sangyo. Os parâmetros para obtenção das CNF's foram: 1500 rpm de rotação, 10 passes pelo moinho e consistência de 1%. O termo polpa de celulose nanofibrilada se refere ao gel onde as CNF's estão suspensas em água, conforme Figura 4.

Figura 4 – Celulose nanofibrilada (CNF)



Fonte: Czovny (2021).

A caracterização da polpa de celulose nanofibrilada ocorreu por meio do ensaio de difração de raios-X. Os dados foram coletados em um difratômetro executado em modo de transmissão com radiação $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) na faixa de

10° a 70° e com grau 0,015°, o tempo de contagem utilizado foi de 100 segundos a cada 1,05°.

Além disso, calculou-se a massa específica relativa da CNF através da NBR 11768-3:2019.

Primeiramente, realizou a calibração do picnômetro, para iniciar pesou-se o picnômetro vazio (mb) e em seguida encheu o recipiente por completo com água destilada e o imergiu em um banho termorregulador pelo período de 30min (Figura 5).

Figura 5 – Picnômetros.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Após este procedimento, foi aferida a massa do mesmo com a água (mb), e então foi possível determinar seu volume. Dado que a CNF possui o papel de aditivo, e sua consistência é pastosa, o procedimento seguiu-se da seguinte maneira:

Depois, com esse mesmo recipiente limpo e seco, o preencheu até a metade de seu volume com a polpa de celulose nanofibrilada, e aferiu-se o seu peso (mc).

Em seguida, completou o volume do recipiente com água destilada, está que foi filtrada no próprio laboratório. O recipiente foi levado ao banho termorregulador pelo tempo de 30min, após o período, aferiu-se seu peso (md) (Figura 6).

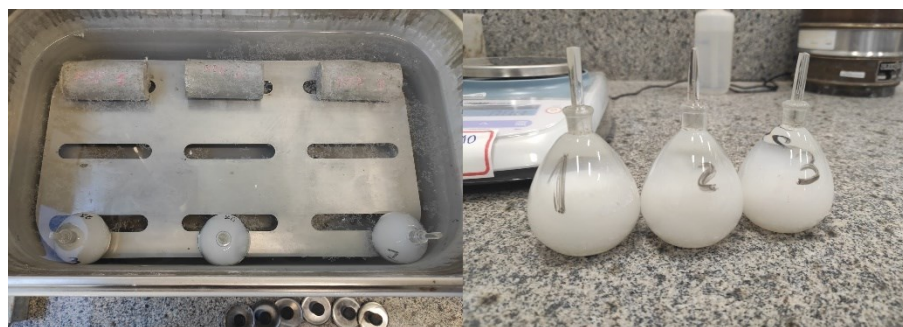
Figura 6 – Picnômetro com Polpa de CNF.



Fonte: Autoria Própria (2023).

A fim de garantir maior precisão dos resultados, realizou-se este ensaio três vezes, de forma simultânea (Figura 7).

Figura 7 – Banho Termorregulador.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Por fim, para calcular a massa específica da polpa de celulose nanofibrilada, foi utilizada a equação 5.

$$d_s = \frac{(m_c - m_a)}{(m_b - m_a) - (m_d - m_c)}$$

Equação 5

Sendo:

d_s = a massa específica relativa da polpa;

m_a = a massa do picnômetro vazio, em g;

m_b = a massa do picnômetro mais água, em g;

m_c = a massa do picnômetro mais a polpa, em g;

m_d = a massa do picnômetro mais amostra e água, em g.

3.2 Produção das pastas cimentícias

Atrelando aos dados descritos no tópico de revisão de literatura, pesquisas relatam que teores altos de celulose podem prejudicar a resistência à compressão do compósito de cimento em suas primeiras idades, desse modo para a pesquisa experimental dos efeitos da CNF no estado fresco da pasta cimentícia, utilizou-se 4 teores de polpa CNF's com CP V – ARI, com a relação água/cimento de 0,4495. As dosagens utilizadas para os ensaios estão presentes nas Tabela 2.

Tabela 2 – Dosagem das amostras (CP V-ARI)

Amostra	Polpa (%)	Cimento (V-ARI) (g)	Polpa (g)	A/C
REF	0,0	1000	0,00	0,4495
CNF_1,0	1,0	1000	10,00	
CNF_1,5	1,5	1000	15,00	
CNF_2,0	2,0	1000	20,00	
CNF_2,5	2,5	1000	25,00	

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.2.1 Correção na dosagem de água

Dado que a polpa utilizada possui apenas 1% de concentração de CNF, sendo constituída por 99% de água, foram feitas correções de água para cada amostra conforme Tabela 3.

Tabela 3 – Dosagem das amostras com correção da dosagem d'água.

Amostra	Polpa (%)	Cimento (V-ARI) (g)	Polpa (g)	CNF (g)	Água da polpa (g)	Água (g)
REF	0,0	1000,00	0,00	0,00	0,00	449,50
CNF_1,0	1,0	1000,00	10,00	0,10	09,90	439,60
CNF_1,5	1,5	1000,00	15,00	0,15	14,85	434,65
CNF_2,0	2,0	1000,00	20,00	0,20	19,80	429,70
CNF_2,5	2,5	1000,00	25,00	0,25	24,75	424,75

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.2.2 Procedimento de mistura

O procedimento de mistura das pastas cimentícias teve como base a ABNT NBR 16541:2016, além disso foi realizado no tempo total de 2 minutos, através das etapas descritas a seguir:

- A. Mistura manual das polpas CNF's com a água por 2 minutos (Figura 8.a);
- B. Mistura do cimento e 75% dos componentes líquidos na argamassadeira com capacidade de 5 litros de eixo vertical e em velocidade lenta por 1 minuto (Figura 8.b);
- C. Raspagem da cuba com o auxílio de uma espátula (Figura 8.c);
- D. Adição dos 15% dos componentes líquidos e homogeneização por mais 30 segundos (Figura 8.d);
- E. Raspagem da cuba com o auxílio de uma espátula (Figura 8.e); e
- F. Em seguida mais 30 segundos de mistura na argamassadeira em velocidade lenta (Figura 8.f).

Figura 8 – Procedimento de mistura.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Todos os ensaios foram realizados em triplicata.

3.3 Caracterização das pastas cimentícias

3.3.1 Flow Table

As pastas cimentícias com adição de polpa de CNF's no estado fresco foram submetidos à avaliação da consistência no estado fresco por meio do ensaio de *Flow Table* regido pela NBR 13276:2016.

Para dar início ao ensaio, posicionou-se o molde tronconico no centro da mesa de consistência e o preencheu em três camadas sucessivas, com alturas aproximadamente iguais, aplicando em cada uma delas, respectivamente, quinze, dez e cinco golpes com o soquete, de maneira a distribuí-las uniformemente.

Em seguida, o molde foi retirado verticalmente e acionou o comando para a realização de 30 golpes no período de 30 segundos.

Por fim, foi registrado o diâmetro da pasta após o espalhamento em três pares de pontos, e assim realizar a média aritmética das amostras cimentícias (Figura 9).

Figura 9 – Índice de consistência da pasta.



Fonte: Aatoria Própria (2023).

3.3.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado

As pastas cimentícias com adição de CNF's foram submetidas à avaliação da densidade de massa e o teor de ar incorporado no estado fresco por meio do ensaio regido pela NBR 13278:2005.

Primeiramente aferiu a massa do recipiente vazio, em seguida a pasta foi adicionado em três camadas, adensados com 20 golpes cada, por fim foi realizada a pesagem do conjunto (Figura 10).

Figura 10 – Amostra para o ensaio de densidade de massa e teor de ar incorporado.



Fonte: Aatoria Própria (2023).

A densidade de massa e o teor de ar incorporado são obtidos pelas equações 6, 7 e 8.

$$D = \frac{mc - mv}{vr} * 1000 \quad \text{Equação 6}$$

Sendo:

D = a densidade de massa da argamassa, em gramas por centímetro cúbico;

mc = a média da massa do recipiente com argamassa, em gramas;

mv = a massa do recipiente vazio, em gramas;

vr = o volume do recipiente, em centímetros cúbicos.

$$A = 100 * \left(1 - \frac{D}{dt}\right) \quad \text{Equação 7}$$

$$dt = \sum \frac{mi}{\sum mi / yi} \quad \text{Equação 8}$$

Sendo:

A = o teor de ar incorporado;

D = a densidade de massa da argamassa, em gramas por centímetro cúbico, conforme a Equação 2;

dt = a densidade de massa teórica da argamassa, em gramas por centímetro cúbico, sem vazios;

mi = a massa seca de cada componente da argamassa, mais massa da água;

yi = a densidade de massa de cada componente da argamassa.

Realizou-se o procedimento três vezes para cada amostra a fim de garantir maior precisão com os resultados.

3.3.3. Squeeze-Flow

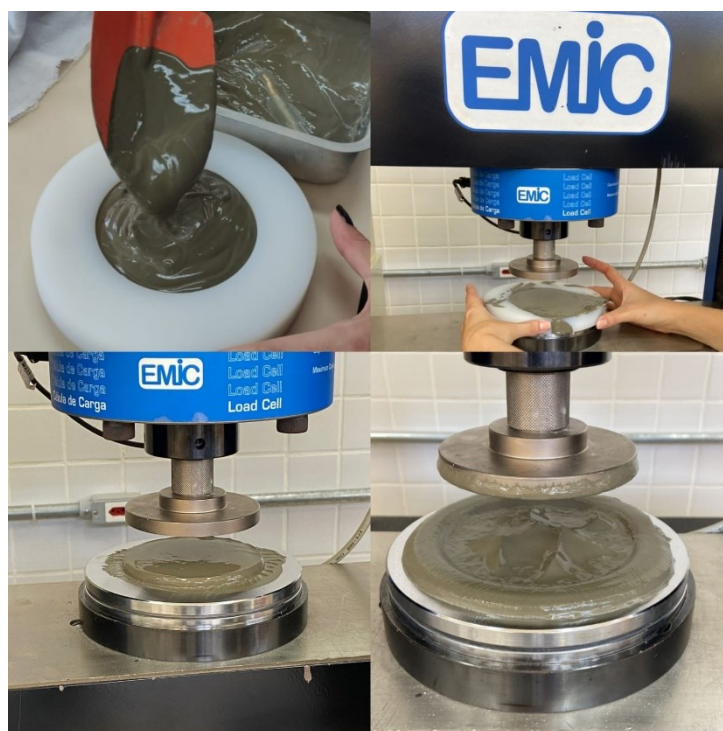
Após a mistura e realizado os ensaios de teor de ar incorporado e densidade de massa, as amostras foram submetidas ao ensaio de *squeeze-flow*, realizado de acordo com NBR 15839:2010, no qual objetivou avaliar o fluxo do material decorrente da aplicação de uma carga de compressão sobre a amostra fresca, visto que provoca deslocamentos no interior da amostra devido a tensões de cisalhamento geradas durante o fluxo radial.

Para execução do ensaio utilizou-se uma máquina universal EMIC DL 10000, célula de carga de 20 KN e três variações da velocidade de deslocamento, sendo estas respectivamente de 0,1 mm/s, 1,0 mm/s e 3mm/s.

Cada amostra foi ensaiada para as três velocidades do ensaio, e finalizado ao atingir o deslocamento de punção de 9mm ou a carga máxima de 1 KN.

Durante a preparação dos corpos de prova, foi aplicado dez golpes paralelos e uniformes distribuídos ao longo do diâmetro do corpo-de-prova, em seguida foi rasado, a fim de obter uma superfície plana. A Figura 11 apresenta a moldagem das pastas, e a execução do ensaio na prensa universal.

Figura 11 – Ensaio de squeeze-flow.



Fonte: Autoria Própria (2023).

4 RESULTADOS

Os resultados obtidos foram subdivididos na caracterização dos materiais utilizados, seguido da análise comparativa entre as amostras com diferentes teores de CNF quando submetidos aos ensaios de Índice de Consistência, Densidade e Teor de Ar Incorporado e Squeeze-Flow.

4.1 Caracterização dos materiais

4.1.1 Caracterização CP – VARI

Após realizar os procedimentos descritos no item 3.1.1, foi possível determinar os valores de massa específica e massa unitária do aglomerante utilizado, assim como consta na Tabela 4.

Tabela 4 – Caracterização do cimento.

NM 16605 - MASSA ESPECÍFICA		
m	60,0000	g
V1	0,2000	cm ³
V2	19,1000	cm ³
r	3,1746	g/cm ³
NM 45 - MASSA UNITÁRIA		
mrp	0,34057	kg
mrpa	0,62302	kg
PESO DA ÁGUA	0,28245	kg
T ° da água	22,90000	°C,
Massa Especifica da Água (y)	997,56000	kg/m ³
V	0,00028	m ³
m,ar	0,46154	kg
mr	0,20897	kg
r,ap	892,02949	kg/m ³
r,ap	0,89203	g/cm ³

Fonte: Autoria própria (2023).

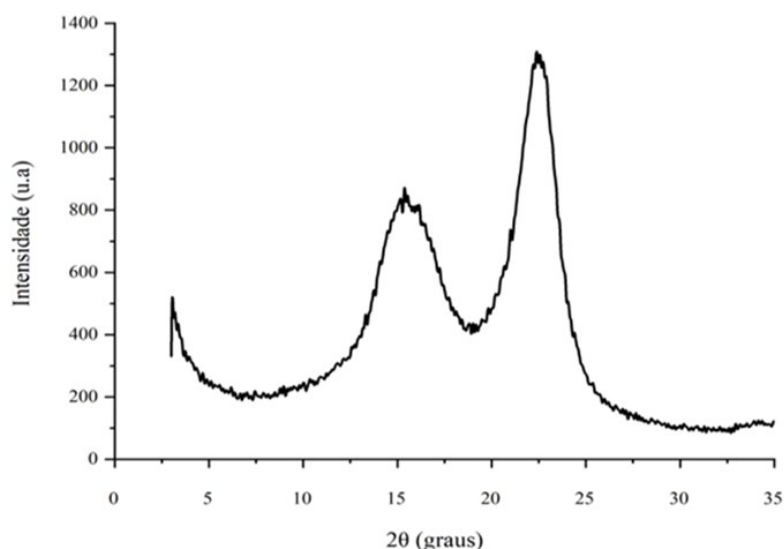
Albuquerque (2014) e Tessari (2001) encontraram valores próximos para a massa específica do CP VARI, sendo eles respectivamente de 3,04 g/cm³, e de 3,14

g/cm³, por outro lado, Andreatta *et al.* (2017) obteve o valor igual a 2,36 g/cm³. Lacerda *et al.* (2023) obteve para a massa unitária do CPV ARI o valor de 1,29 g/cm³. Essas variações podem ocorrer devido as condições de ensaios e lotes de fabricação, no entanto é possível identificar que o valor obtido neste trabalho condiz com os valores de massa específica encontrados na literatura.

4.1.2 Caraterização Polpa de Celulose Nanofibrilada

As intensidades dos picos cristalinos e do halo amorfo foram obtidas através do gráfico da Figura 12. O gráfico da nanocelulose branqueada de *Eucalyptus sp.* é característico de celulose tipo I, onde o halo amorfo e o pico cristalino ficam situados entre os ângulos $18^\circ \leq 2\theta \leq 19^\circ$ e $22^\circ \leq 2\theta \leq 23^\circ$ (Figura 12).

Figura 12 – DRX da polpa de Celulose Nanofibrilada (CNF).



Fonte: Autoria própria (2023).

Seguindo o procedimento estabelecido no item 3.1.2, encontrou-se a massa específica relativa da polpa de celulose nanofibrilada, na qual o valor foi igual a 1,0028, assim como consta na Tabela 5.

Tabela 5 – Caracterização da Polpa de CNF.

NBR11768-3 ADITIVOS QUÍMICOS PARA CONCRETO DE CIMENTO PORTLAND - PARTE 3: ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO						
7. Determinação da massa específica: Aditivo pastoso						
PICNOMÊTRO	ma(g)	mb(g)	mc(g)	md(g)	ds	ds médio
P1	39,2	138,97	93,77	139,13	1,0029	1,0028
P2	41,11	140,59	93,02	140,71	1,0023	
P3	37,41	137,78	86,63	137,93	1,0031	

Fonte: Autoria própria (2023).

Considerando que a polpa utilizada possui a concentração em massa de 1% de celulose nanofibrilada em relação a sua solução, sendo 99% da sua composição a água, justifica-se o valor obtido.

4.2 Caracterização das pastas cimentícias

4.2.1 Análise da consistência das pastas cimentícias

Com o procedimento 3.4 finalizado, foi possível encontrar o índice de consistência das pastas cimentícias estudadas, na Tabela 6, é possível encontrar o diâmetro médio de cada amostra.

Tabela 6 – Índice de consistência.

Amostra	Polpa %	IC 1	IC 2	IC 3	IC Médio	IC Méd. final (mm)
REF	0,00	370,0	370,0	360,0	366,7	379,9
		400,0	399,0	390,0	396,3	
		380,0	380,0	370,0	376,7	
CNF_1,0	1,00	370,0	372,0	370,0	370,7	381,3
		390,0	390,0	400,0	393,3	
		380,0	380,0	380,0	380,0	
CNF_1,5	1,50	390,0	398,0	380,0	389,3	379,6
		378,0	370,0	382,0	376,7	
		372,0	376,0	370,0	372,7	

CNF_2,0	2,00	410,0	408,0	402,0	406,7	388,6
		380,0	382,0	393,0	385,0	
		380,0	370,0	372,0	374,0	
CNF_2,5	2,50	398,0	394,0	400,0	397,3	388,2
		384,0	380,0	388,0	384,0	
		388,0	380,0	382,0	383,3	

Fonte: Autoria própria (2023).

Tabela 7 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação do índice de consistência das pastas.

Amostra	POLPA%	IC Médio (mm)	Desv. Padrão	Coef de V. (%)
REF	0,00	379,9	1,23	3,24%
CNF_1,0	1,00	381,3	0,93	2,44%
CNF_1,5	1,50	379,6	0,71	1,87%
CNF_2,0	2,00	388,6	1,36	3,49%
CNF_2,5	2,50	388,2	0,64	1,66%

Fonte: Autoria própria (2023).

Com base nas Tabelas 6 e 7, a amostra com o teor de 2,0% CNF apresentou o maior incremento (cerca de 2,29%), no entanto esta variação é pouco significativa em relação as características da amostra de referência.

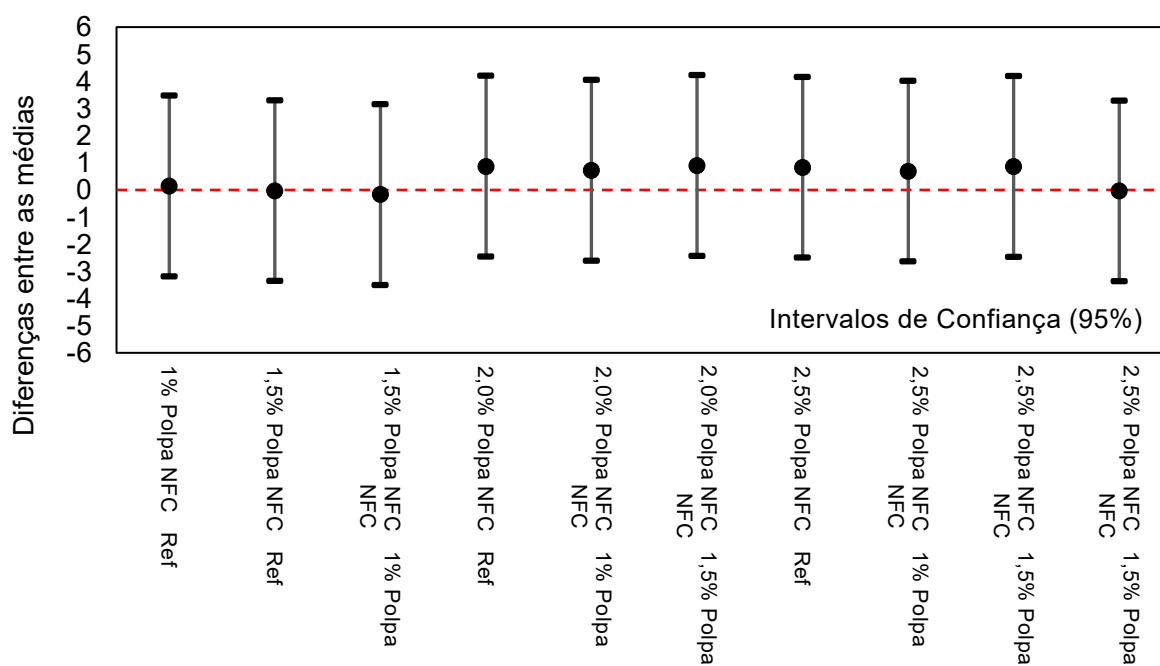
Lacerda *et al.* (2023) ao analisar o índice de consistência na argamassa com adição da CNF, encontrou o maior índice com a porcentagem de 3,5% de CNF, no entanto essa variação pode ser influenciada pelo uso de diferentes tipos de cimentos em virtude das diferenças nas características físicas (granulometria, massa específica) e na composição.

Para complementar a pesquisa, foi utilizado a análise de variância (ANOVA), com intervalo de confiança de 95%, e o teste de *Tukey* de comparação múltipla entre grupos para verificar se houve diferença estatística entre os tratamentos e mensurar quais tratamentos diferiram significativamente entre si.

Através da Figura 13 é possível concluir que as formulações produzidas com polpa de celulose nanofibrilada (CNF 1,0%, CNF 1,5%, CNF 2,0% e CNF 2,5%) não apresentaram diferenças significativas em relação à pasta de referência (REF 0,0%)

no ensaio de consistência, ou seja, o incremento do espalhamento apresentado pelas adições de polpa de celulose nanofibrilada não foi significativo estatisticamente, portanto não se pode afirmar que a adição de polpa afetou o espalhamento das pastas.

Figura 13 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey.



Fonte: Autoria Própria (2023).

4.2.2 Densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas cimentícias produzidas

De acordo com as Tabelas 8 e 9 foi possível obter dados sobre a densidade de massa e ar incorporado nas pastas cimentícias estudadas.

Tabela 8 – Densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas.

Amostra	Traço (em massa)	Amostra	M molde (g)	M molde + paasta (g)	V molde (cm ³)	Dens. De Massa (g/cm ³)	Dens. De Massa teórico (g/cm ³)	Teor de ar Incorporado (%)
REF	0,0%	I	17,90	231,94	105,19	2,035	5,17534	60,68
		II	17,39	224,78	105,19	1,972		61,90
		III	17,62	237,01	105,19	2,086		59,70
CNF_1,0	1,0%	I	17,30	225,78	105,19	1,982	5,17534	61,70
		II	17,56	230,22	105,19	2,022		60,94
		III	17,87	228,08	105,19	1,998		61,39
CNF_1,5	1,5%	I	17,98	230,63	105,19	2,022	5,17534	60,94
		II	17,40	224,27	105,19	1,967		62,00
		III	17,18	221,97	105,19	1,947		62,38
CNF_2,0	2,0%	I	17,38	224,22	105,19	1,966	5,17534	62,01
		II	17,62	233,53	105,19	2,053		60,34
		III	17,97	232,05	105,19	2,035		60,68
CNF_2,5	2,5%	I	17,22	224,83	105,19	1,974	5,17534	61,86
		II	17,61	237,90	105,19	2,094		59,53
		III	17,90	233,94	105,19	2,054		60,32

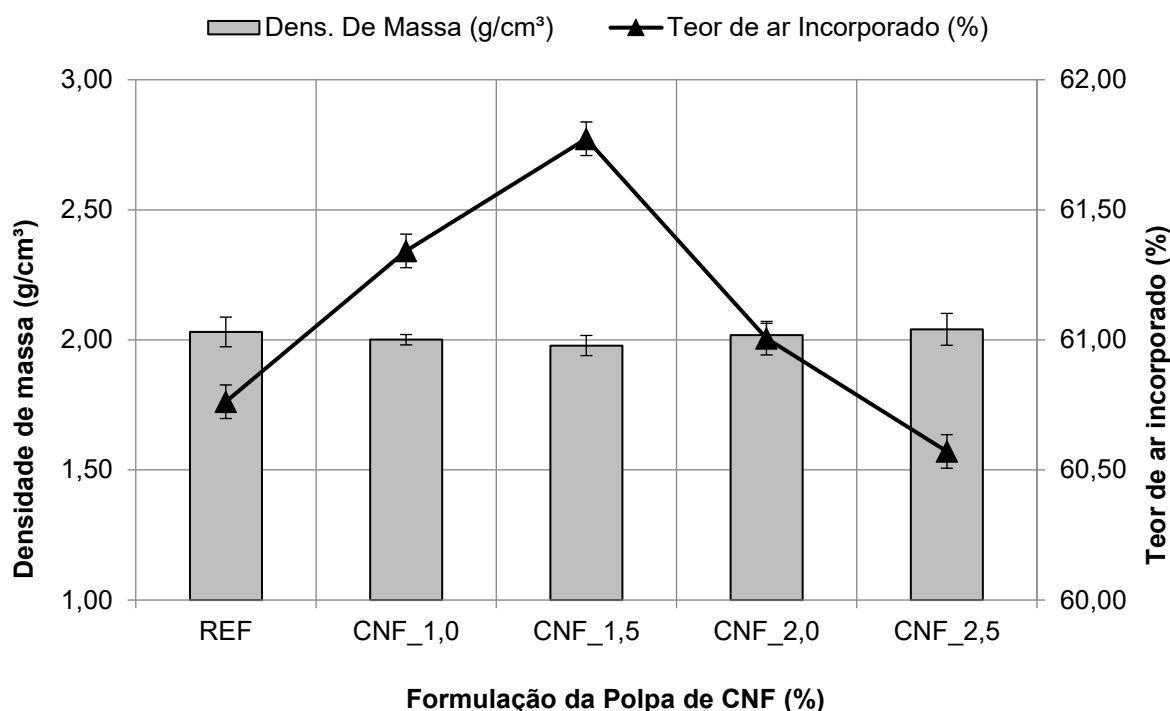
Fonte: Autoria própria (2023).

Tabela 9 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação da densidade massa e teor de ar incorporado das pastas.

Amostra	Traços (em massa)	Dens. De Massa (g/cm ³)	Desvio Padrão	CV (%)	Teor de ar Incorporado (%)	Desvio Padrão	CV (%)
REF	0,0%	2,03	0,06	2,81	60,76	1,10	1,82
CNF_1,0	1,0%	2,00	0,02	1,00	61,34	0,39	0,63
CNF_1,5	1,5%	1,98	0,04	1,96	61,77	0,75	1,21
CNF_2,0	2,0%	2,02	0,05	2,26	61,01	0,88	1,44
CNF_2,5	2,5%	2,04	0,06	3,01	60,57	1,19	1,96

Fonte: Autoria própria (2023).

Figura 14 – Gráfico de densidade de massa e teor de ar incorporado das pastas.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Ao analisar a figura 14, é possível observar que ocorreu uma redução de 1,48% e 2,46% da densidade de massa com a adição de 1,0% e 1,5% da polpa de celulose nanofibrilada, respectivamente. Entretanto, conforme a proporção de polpa CNF aumenta, há uma tendência de aumentar a densidade em massa das pastas cimentícias. O teor de 2,5% de CNF proporcionou um aumento de 0,49% em relação a pasta de referência, resultado também encontrado por Lacerda *et al.* (2023) e Barnat-Hunek *et al.* (2019).

Para os resultados de teor de ar incorporado, foi possível verificar que houve um aumento de 0,95% e 1,66% em proporções de 1,0% e 1,5% de polpa de celulose nanofibrilada. Podendo correlacionar com a redução da fluidez das pastas cimentícias. Já as adições de 2,0% e 2,5% tiveram resultados similares à referência.

Fato observado por Farias (2022), em que o mesmo justifica que o teor de CNF pode levar à uma consequente diminuição da densidade das pastas, estando diretamente relacionada com a porosidade e a interconexão de poros do material, pois uma menor densidade indica uma maior porosidade. Em seu estudo, o autor

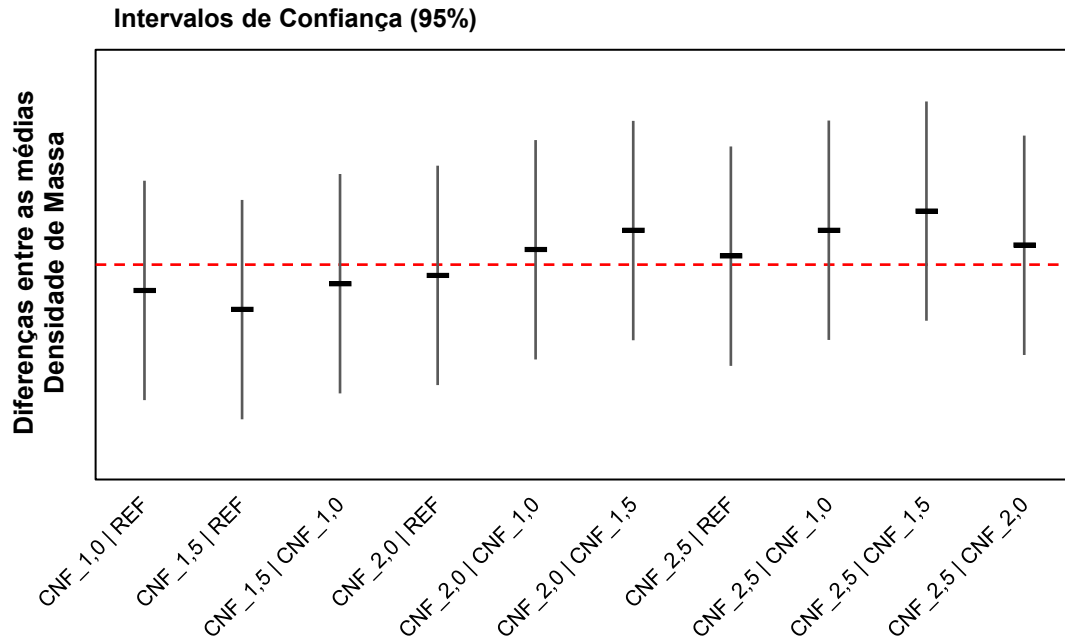
identificou que a diferença estatística mais pronunciada foi observada para a pasta 0,15 CNF, a qual teve uma redução de 2,4% em sua densidade.

A maior diferença observada para o estudo em questão foi de 1,5% de Polpa de CNF, a qual obteve 2,46% de redução em sua densidade e 1,66% de aumento em seu teor de ar incorporado, portanto conclui-se que o valor obtido neste trabalho condiz com os valores encontrados na literatura.

Para complementar a análise, foi utilizado a análise de variância (ANOVA), com intervalo de confiança de 95%, e o teste de *Tukey* de comparação múltipla entre grupos para verificar se houve diferença estatística entre os tratamentos e mensurar quais tratamentos diferiram significativamente entre si.

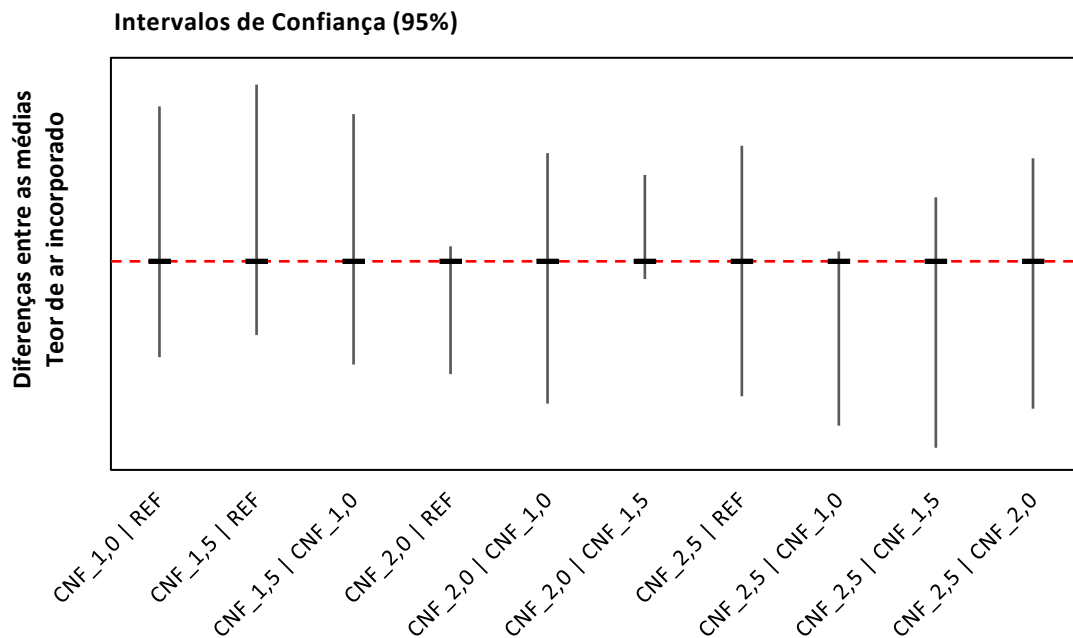
Através das Figuras 15 e 16 é possível concluir que as formulações produzidas com polpa de celulose nanofibrilada (CNF_1,0, CNF_1,5, CNF_2,0 e CNF_2,5) não apresentaram diferenças significativas em relação à pasta de referência (REF) nos ensaios de densidade de massa e teor de ar incorporado, ou seja, apesar dos resultados obtidos condizer com a literatura, os dados apresentados pelas adições de polpa de celulose nanofibrilada não foram significativos estatisticamente.

Figura 15 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey - Densidade de Massa.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 16 – Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey – Teor de Ar Incorporado.

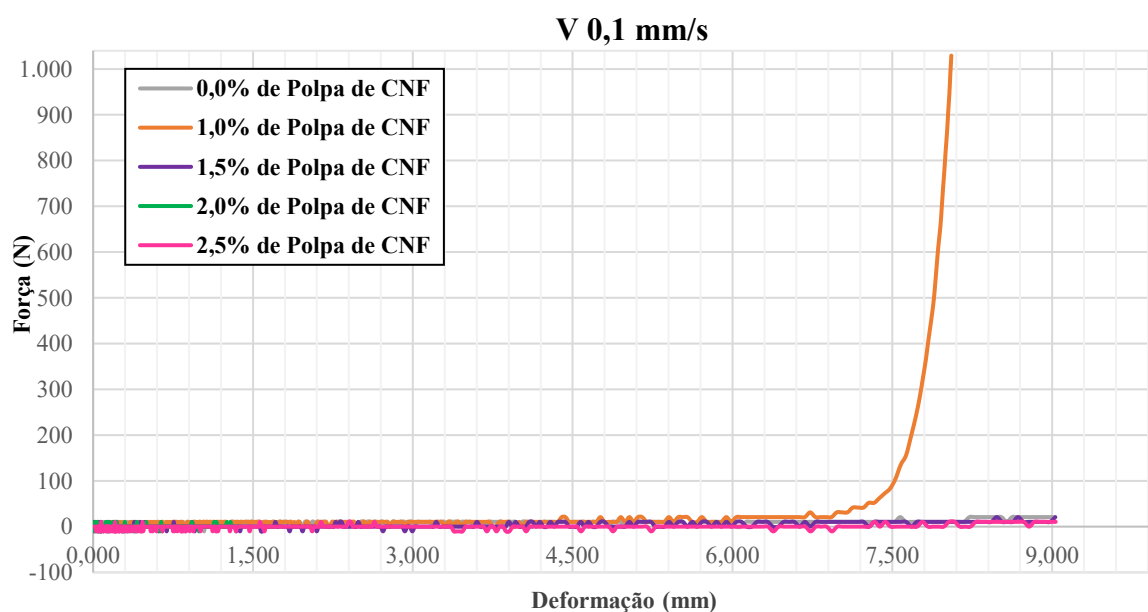


Fonte: Autoria Própria (2023).

4.2.3 Influência do teor de polpa de CNF no comportamento reológico das pastas produzidas

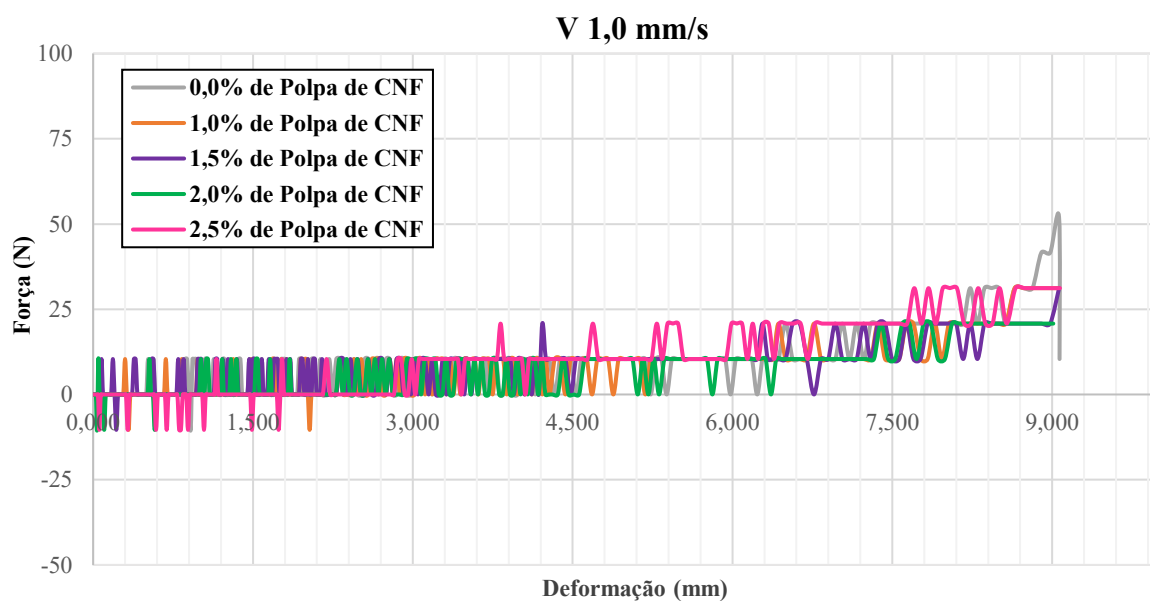
A caracterização reológica das pastas cimentícias com adição de polpa de celulose nanofibrilada foi avaliada a partir do método de *squeeze flow*, com diferentes teores de celulose nanofibrilada, como também diferentes velocidades de deslocamento. As figuras 17, 18 e 19 exemplificam a utilização do método para a comparação do comportamento reológico de diferentes teores de polpa de CNF.

Figura 17 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para todos os teores submetidos a punção lenta.



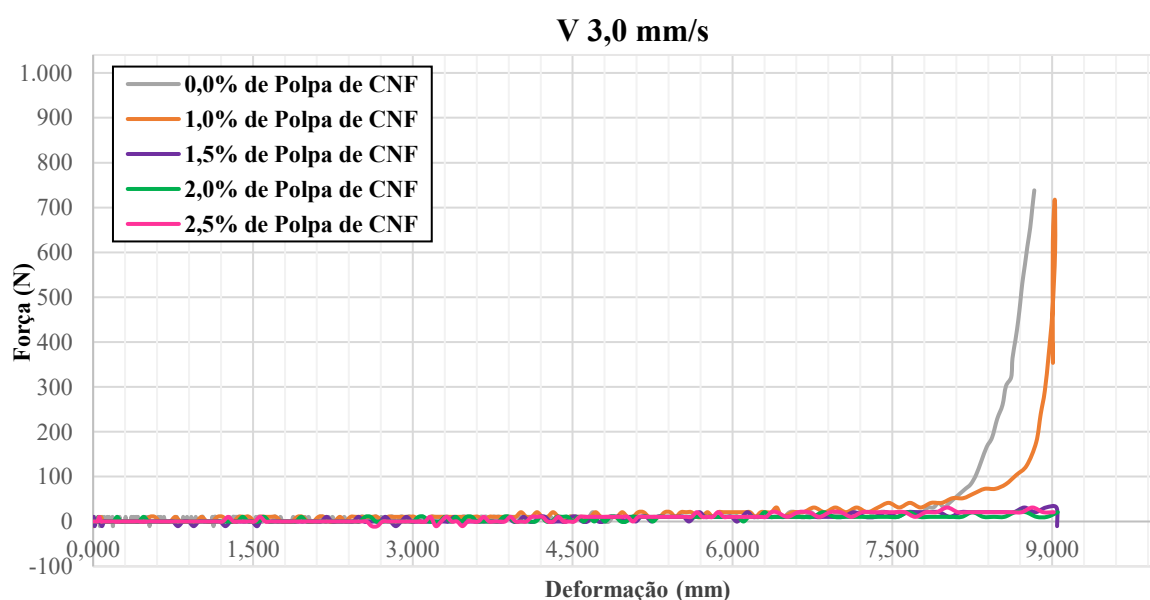
Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 18 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para todos os teores submetidos a punção média.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 19 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para todos os teores submetidos a punção rápida.



Fonte: Autoria Própria (2023).

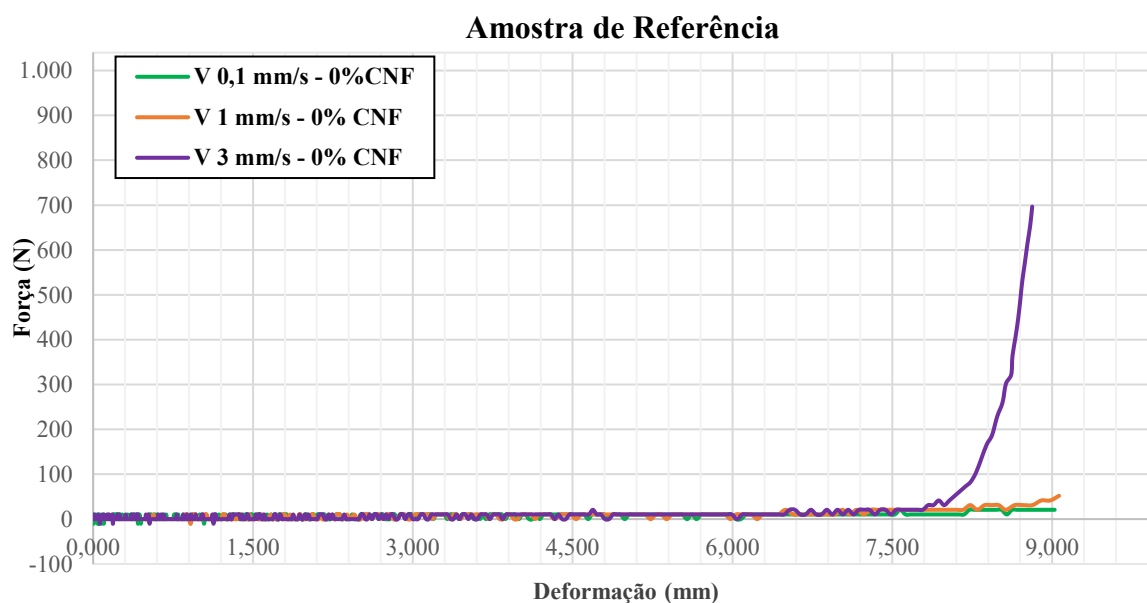
Com base nas figuras 17, 18 e 19 foi possível observar que as pastas cimentícias com polpa de celulose nanofibrilada em 1,5%, 2,0% e 2,5%

permaneceram no estágio II até o final do ensaio em todas as velocidades estudadas. Isso se deve ao fato da polpa de celulose nanofibrilada interagir com as partículas de cimento, no qual resulta em uma melhoria na dispersão das pastas, aumentando a fluidez da mistura.

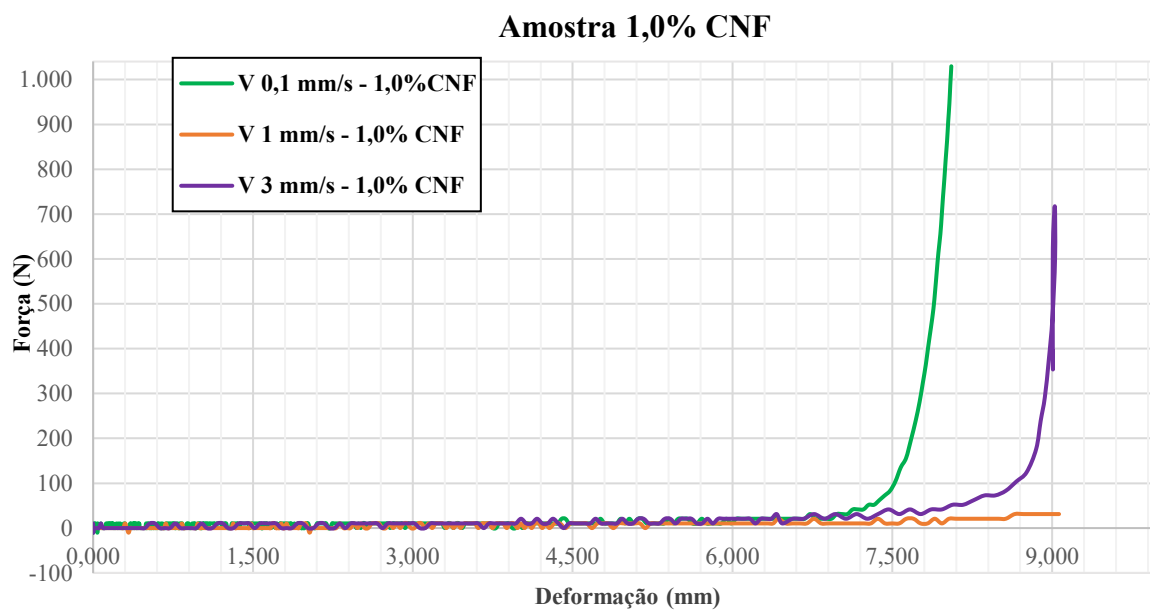
4.2.4 Influência da velocidade de deslocamento do *squeeze flow* nas diferentes amostras produzidas

As cinco amostras da formulação exemplificada anteriormente com 0%, 1%, 1,5%, 2% e 2,5% de CNF foram ensaiadas em velocidades de deslocamento de punção variando de 0,01 até 3mm/s, nas figuras 20, 21, 22, 23 e 24mostram as curvas resultantes do ensaio de *squeeze-flow* para as pastas avaliadas usando a placa de fundo metálica não absorvente.

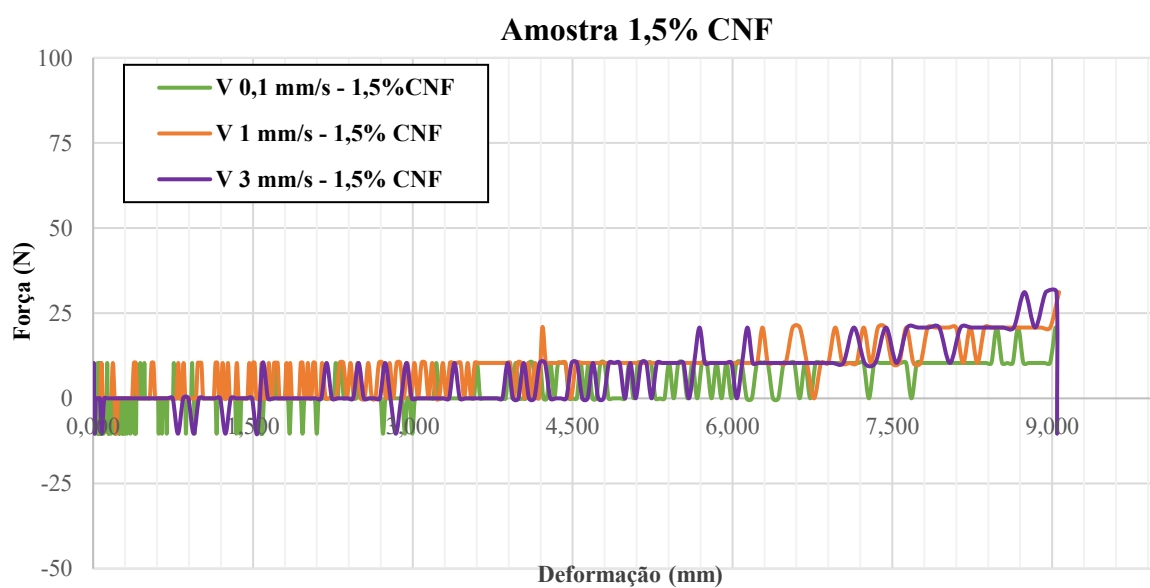
Figura 20 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para pasta de referência.



Fonte: Autoria Própria (2023).

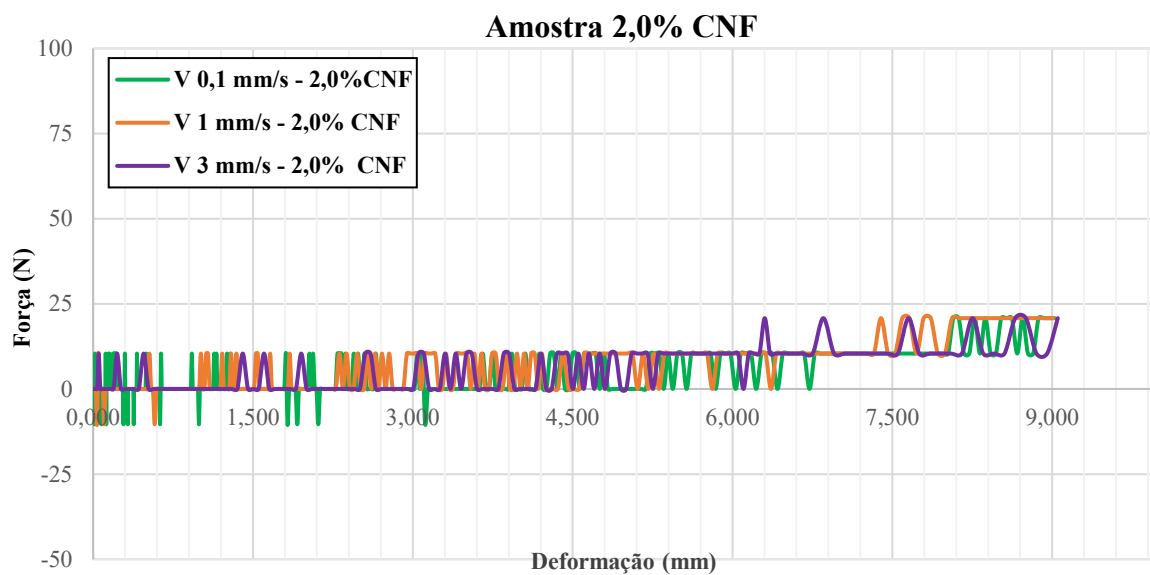
Figura 21 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para pasta com teor de 1,0% de Polpa de CNF.

Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 22 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para pasta com teor de 1,5% de Polpa de CNF.

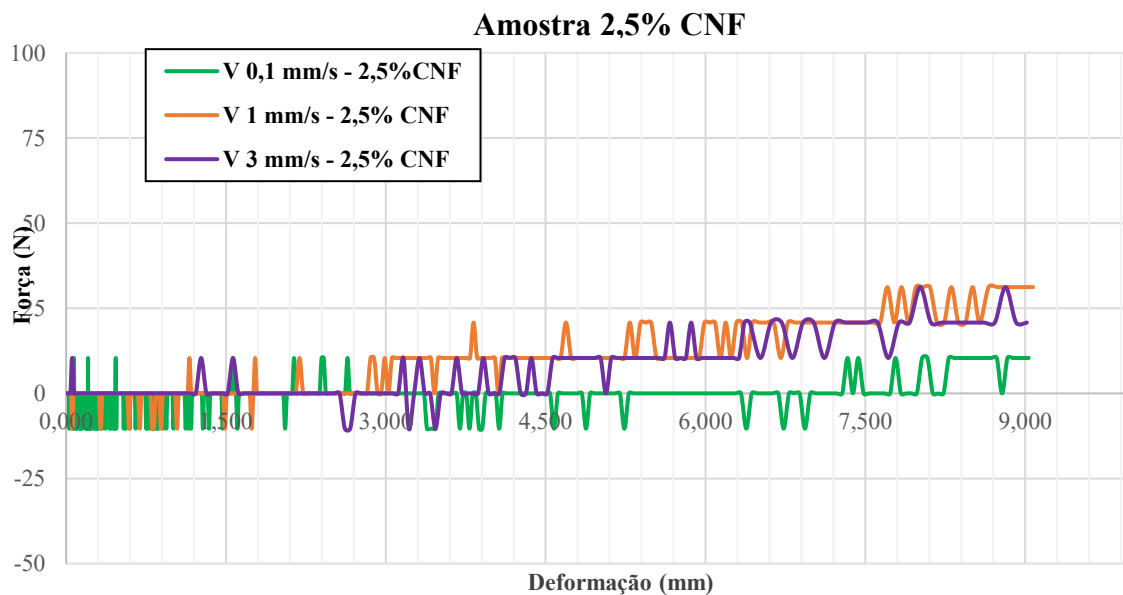
Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 23 - Gráfico de curvas do squeeze-flow para pasta com teor de 2,0% de Polpa de CNF.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 24 - Gráfico de curvas Curva do squeeze-flow para pasta com teor de 2,5% de Polpa de CNF.



Fonte: Autoria Própria (2023).

Com base nos resultados apresentados nas figuras 22, 23 e 24 foi possível verificar que não houve mudança do estágio plástico para o embricamento em nenhuma velocidade estudada nas pastas com adição de polpa de celulose nanofibrilada em 1,5%; 2,0% e 2,5%. Corroborando com trabalhos anteriores (BALEA *et al.*, 2019; CAO *et al.*, 2015) no qual é possível afirmar que as polpas de celulose nanofibrilada agem como lubrificante em materiais cimentícios, reduzindo o atrito entre as partículas e conseqüentemente retardando a fase de mudança para o embricamento.

Os resultados de *squeeze-flow* nas figuras 22, 23 e 24 demonstram um comportamento reológico, nota-se que as pastas se enquadram no estágio plástico, onde ocorreu grandes deformações com pouco aumento da carga, caracterizando as pastas com uma maior facilidade de espalhamento mesmo com menores níveis de carga

Na figura 20, é possível encontrar o estágio II para duas velocidades, sendo elas 0,1mm/s e 1mm/s. No entanto, ao aplicar a punção de 3mm/s temos a transição para o estágio de imbricamento (estágio 3) com cerca de 8mm de deformação, apresentando um enrijecimento e elevando consideravelmente a carga final, caracterizando.

Ao analisar a figura 21, presencia-se o estágio de imbricamento ao aplicar a carga de punção a 0,1mm/s e 3mm/s, atingidos respectivamente a 7,3 e 8,5 mm de deformação.

Desse modo, através do ensaio *squeeze-flow* foi possível concluir que o aumento do teor da polpa de celulose influenciou a capacidade de espalhamento das pastas, sendo observado para as condições de 1,5%, 2,0% e 2,5% de Popa de CNF.

Em seu estudo, Martins (2021) classificou os materiais que permaneceram em comportamento plástico, com aqueles que oferecem uma trabalhabilidade adequada para a aplicação do material. Por outro lado, as argamassas que inicialmente permaneceram no estágio plástico e apresentaram um enrijecimento com pequenas deformações, são materiais que apresentam dificuldades nas atividades de aplicação e acabamento.

Portanto, pode-se concluir que as condições de 1,5%, 2,0% e 2,5% de Popa de CNF proporcionam melhor desempenho para aplicação em comparação com as condições, quando comparadas as condições de 0% e 1,0% de Popa de CNF. Isso se

deve ao fato de que a capacidade de deformação faz com que o material possa se espalhar mais facilmente, principalmente quando se trata de forças menores, implicando em menor esforço do operário da obra para a execução do serviço.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho buscou analisar o efeito da adição de diferentes teores de polpa de celulose nanofibrilada nas propriedades reológicas de pastas cimentícias. Com base nos resultados experimentais apresentados ao decorrer do estudo, é possível concluir que:

- As pastas cimentícias apresentaram uma variação do índice de consistência pouco significativa em relação as características da amostra de referência, portanto não se pode afirmar que a adição de polpa afetou o espalhamento das pastas;
- Apesar da densidade de massa no estado fresco das pastas com polpa de CNF tender a diminuir em pequenas porcentagens de adição e retornar para os valores de referência quando a porcentagem de adição aumenta, enquanto o teor de ar incorporado tender a aumentar em pequenas porcentagens de adição e retornar para os valores de referência quando a porcentagem de adição aumenta, observando a menor densidade e consequentemente maior teor de ar incorporado para o teor de 1,5% de Polpa de CNF; Através da análise estatística, não se pode afirmar que a polpa de CNF atuou como incorporador de ar nos materiais cimentícios, reduzindo sua densidade, visto que as variações foram pouco significativas.
- Os teores de 1,5%, 2,0% e 2,5% de Polpa de CNF melhoraram a capacidade de espalhamento das pastas quando comparadas à referência, podendo concluir que, a polpa de CNF atuou como lubrificante nos materiais cimentícios, reduzindo o atrito entre as partículas.
- O ensaio de índice de consistência pelo método do *flow-table* é insuficiente para descrever o comportamento reológico das pastas.

REFERÊNCIAS

Andreatta, G. L., et. Al. **Análise da resistência à compressão de concretos produzidos com CP II-F-40 e CP V-ARI**. An. 59º Cong. Bras. Concr, 2017
AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. ACI 212.3R-10. Report on Chemical Admixtures for Concrete. 2010, 65p.

ALBUQUERQUE, Sérgio Medeiros de. **Estudo para o desenvolvimento e caracterização de concretos de massa específica elevada para proteção às radiações gama e X**. 2014. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

ALBUQUERQUE, D. D. M. de et al. **Propriedades das argamassas de revestimento contendo resíduo proveniente da produção do TiO₂ (MNR)**. Cerâmica, v. 65, p. 340-350, 2019.

ALMEIDA, Alessandra Etuko Feuzicana de Souza et al. **Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas**. Ambiente Construído [online]. 2010, v. 10, n. 4, pp. 233-246. ISSN 1678-8621. DOI: <<https://doi.org/10.1590/S1678-86212010000400016>>.

ARARUNA, Júlio César Messias et al. **Reaproveitamento de fibra de coco como alternativa de adição ecológica para o melhoramento de propriedades mecânicas em argamassas**. XVII Congresso Internacional sobre Patologia e Reabilitação das Construções. 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos–Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13278**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13529:** Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas. Rio de Janeiro: ABNT, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15839:** **Argamassa de Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos:** Caracterização Reológica Pelo Método Squeeze-Flow. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16541:** Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura para a realização de ensaios. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16697:** Cimento Portland–Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM 16605:** Cimento Portland e outros materiais em pó-determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 11768-3:** Aditivos Químicos Para Concreto De Cimento Portland - Parte 3: Ensaio De Caracterização. Rio de Janeiro, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM 45:** Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

AZEVEDO, G. C. M. et al. **ANÁLISE DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO PELO MÉTODO SQUEEZE FLOW EM ARGAMASSAS INCORPORADAS COM RESÍDUO DE ROCHA ORNAMENTAL.** p. 726-734. In: 73º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2018. ISSN: 2594-5327. DOI: 10.5151/1516-392X-31460.

BAÍÁ, Luciana Leone Maciel; SABBATINI, Fernando Henrique. **Projeto e Execução de Revestimentos de Argamassa**. 4a Ed. São Paulo: Nome da Rosa, (Coleção primeiros passos da qualidade no canteiro de obras). 2008, 89 p.

BALEA, Ana et al. **In situ production and application of cellulose nanofibers to improve recycled paper production**. *Molecules*, v. 24, n. 9, p. 1800, 2019.

BARNAT-HUNEK, Danuta et al. **Effect of eco-friendly cellulose nanocrystals on physical properties of cement mortars**. *Polymers*, v. 11, n. 12, p. 2088, 2019.

BAUER, L. A. FALCÃO. **Materiais de construção**. V.1, 6ª ed. Rio de Janeiro: LCT, 2019.

BAUER, E.; SOUSA, J. G. G.; GUIMARÃES, E. A. **Estudo da consistência de argamassas pelo método de penetração estática de cone**. SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DAS ARGAMASSAS, VI, p. 95-105, 2005.

CAMPOS, Renan Serralvo; CAETANO, Helmer Murra; MACIEL, Geraldo de Freitas. **Influência da energia de mistura e do pré-cisalhamento na caracterização reológica de pastas de cimento**. *Matéria (Rio de Janeiro)* [online]. 2022, v. 27, n. 2. ISSN 1517-7076. DOI: <<https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2022-4580>>.

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

CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. **Squeeze-Flow aplicado a argamassas de revestimento**: Manual de utilização. Boletim técnico da Escola Politécnica da USP, v. 1, p. 1-29, 2010.

CARDOSO, Fábio A. et al. **Squeeze flow as a tool for developing optimized gypsum plasters**. *Construction and Building Materials*, v. 23, n. 3, p. 1349-1353, 2009.

CARDOSO, Fabio A.; PILEGGI, Rafael G.; JOHN, Vanderley M. **Caracterização reológica de argamassas pelo método de Squeeze-Flow**. VI SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS. I INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON MORTARS TECHNOLOGY, Florianópolis, 2005. Anais. Florianópolis: ANTAC, 2005. p.121-143.

CETENE (Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste). Disponível em: <<https://antigo.cetene.gov.br/index.php/area-de-atuacao/nanotecnologia/>>. 2022.

CHIROMITO, Emanoele Maria Santos. **Nanocompósitos de poli(hidroxitirato) e poli(ácido láctico) reforçados com celulose nanofibrilada utilizando poli(álcool vinílico) como agente de incorporação do reforço**. 2021. Tese (Doutorado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2021. DOI: <10.11606/T.18.2021.tde-18102021-153322>.

CORREIA, Viviane da Costa. **Produção de celulose nanofibrilada a partir de polpa organossolve de bambu para nanoreforço de compósitos cimentícios**. 2015. Tese (Doutorado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais voltados à Agroindústria) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2015.

CZOVNY, Carolina Ksiaskiewicz. **Avaliação das propriedades frescas e endurecidas de compósitos cimentícios com adição de celulose nanofibrilada**. 2021. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, 2021.

FARIAS, Marcelo Miranda. **Celulose nanofibrilada em compósito de cimento Portland: transformações físico-químicas, microestruturais e análise do potencial de mitigação de reação álcali-agregado**. 2022. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2022.

GARCIA, H. B. **Influência da adição de celulose nanofibrilada sobre as propriedades físicas e mecânicas de um concreto permeável**. 2021. Dissertação (mestrado) – Universidade São Judas Tadeu, São Paulo, 2021.

GRANDES, Franco A. et al. **Rheological behavior and flow induced microstructural changes of cement-based mortars assessed by Pressure Mapped Squeeze Flow**. Powder Technology, v. 393, p. 519-538, 2021.

ENGMANN, Jan; SERVAIS, Colin; BURBIDGE, Adam S. **Squeeze flow theory and applications to rheometry: A review**. Journal of non-newtonian fluid mechanics, v. 132, n. 1-3, p. 1-27, 2005.

KOLOUR, Hosain Haddad. **An Investigation on the Effects of Cellulose Nanofibrils on the Performance of Cement Based Composites**. The University of Maine, 2019.

LACERDA, Matheus Pereira de. **Efeito da celulose nanofibrilada na produção de argamassas de revestimento**. 2022. 81 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, 2022.

LACERDA, Matheus Pereira de et al. **Efeito da adição de polpa de celulose nanofibrilada nas propriedades de argamassas de revestimento**. Matéria (Rio de Janeiro), v. 28, p. e20230063, 2023.

LENGOWSKI, C., **Formação e caracterização de filmes com nanocelulose**. Programa de Pós- Graduação Engenharia Florestal, Universidade Federal do Paraná, (Pós-Graduação), Curitiba, 2016.

MAGALHÃES, Washington Luiz Esteves; CLARO, Francine Ceccon. **Produção de filmes de celulose nanofibrilada**. Embrapa Florestas, v. 413, p. 1-8, 2018.

MARTINS, Eliziane Jubanski. **Diretrizes para dosagem de argamassas de revestimento utilizando métodos de empacotamento de partículas e**

comportamento reológico. 2021. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2021.

MARTINS, S. K.; MARTINI, S.; BUENO, R. M.; SALVADOR, R. P. **Influência da celulose nanofibrilada sobre as propriedades mecânicas de matrizes cimentícias.** In: WORKSHOP DE TECNOLOGIA DE PROCESSOS E SISTEMAS CONSTRUTIVOS, 2019. Porto Alegre: ANTAC, 2019. p. 1–5. Disponível em: <<https://eventos.antac.org.br/index.php/tecsic/>>

MELO, Valquíria Silva. **Nanotecnologia Aplicada Ao Concreto: Efeito Da Mistura Física De Nanotubos De Carbono Em Matrizes De Cimento Portland.** 2009. 147 f. Programa De Pós-Graduação Em Construção Civil - Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2009.

MENDES, A. R.; VANDERELI, R. D.; BASSO, M. A. **Análise do processo de dispersão da nanocelulose cristalina para a produção de compósitos cimentícios.** Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 23, n. 1, p. 183-196, jan./mar. 2023. ISSN 1678-8621 Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído. <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212023000100657>

MISSOUM, K.; BELGACEM, M.N.; BRAS, J. **Nanofibrillated Cellulose Surface Modification: A Review.** Materials, 2013, pp. 1745-1766.

OLIVEIRA, Caroline. **Análise das propriedades reológicas de materiais cimentícios associando o conceito de empacotamento de partículas.** 2013. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2013. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/88851>>.

OLIVEIRA, I. R.; GARCIA, J. R.; PANDOLFELLI, V. C. **Influência de aditivos dispersantes e acelerador na hidratação de cimento e cimento-matriz.** Cerâmica [online]. 2006, v. 52, n. 323, pp. 184-193. ISSN 1678-4553. DOI: <<https://doi.org/10.1590/S0366-69132006000300012>>.

PESCAROLO, Aline et al. **A influência de microfibras de celulose no estado fresco de argamassas**. Ambiente Construído [online]. 2022, v. 22, n. 1, pp. 179-190. ISSN 1678-8621. DOI: <<https://doi.org/10.1590/s1678-86212022000100586>>.

POTULSK, Daniele Cristina et al. **Caracterização de nanofilmes de celulose nanofibrilada obtida em diferentes consistências**. Sci. For., Piracicaba, v. 44, n. 110, p. 361-372, 2016. DOI: <[dx.doi.org/10.18671/scifor.v44n110.09](https://doi.org/10.18671/scifor.v44n110.09)>.

POTULSK, Daniele Cristina et al. **Influência da adição de celulose nanofibrilada (CNF) nas propriedades ópticas e físicas do papel**. Universidade Federal Do Paraná. BIOFIX Scientific Journal, v. 3, n. 1, p. 122-129, 2018. DOI: <[dx.doi.org/10.5380/biofix.v3i1.57860](https://doi.org/10.5380/biofix.v3i1.57860)>.

QUARCIONI, Valdecir Angelo. **Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland-estudo em pasta**. 2008. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

REIS, João Felipe Araujo. **Determinação de parâmetros reológicos de concretos através do ensaio de abatimento de tronco de cone modificado**: estudo de caso. 2008. 177 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2008. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/94495>>.

ROCHA, J. H. A.; FARIAS, L. do N.; SIQUEIRA; T. P. L. **Nanofibras de celulose (NFC) como reforço de matrizes cimentícias: revisão sistemática da literatura**. V. 12, 3ª ed., pp. 311-327. Revista ALCONPAT. DOI: <https://doi.org/10.21041/ra.v12i3.594>

SANCHEZ, F.; SOBOLEV, K. **Nanotechnology in concrete: a review**. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 11, p. 2060-2071, Nov. 2010.

]SANTOS, R., RIBEIRO, J., CARVALHO, J., MAGALHÃES W., PEDROTI, L., NALON G., LIMA, G. **Nanofibrillated cellulose and its applications in cement-based composites: A review.** Construction and Building Materials, V. 288, 2021.

SANTOS, Valteson da Silva. **Estudo da viabilidade técnica da determinação do limite de liquidez dos solos finos pela mesa de consistência.** 2019. 60 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2019.

SATO, V. Y. et al. **Aplicação dos Conceitos de Reologia no Estudo de Pastas Cimentícias.** In: Anais do 55º Congresso Brasileiro do Concreto, p. 1-14, 2013.

SAVASTANO JUNIOR, H. **Materiais à base de cimento reforçado com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo.** Tese (Livre Docência em Materiais e Componentes de Construção) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000. DOI: 10.11606/T.3.2007.tde-08102007-155734.

SILVA NETO, João Trajano da. **Compósito Cimentício Reforçado Com Fibras Poliméricas De Alta Resistência Mecânica.** 2018. 127 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

SILVA, Karla Carolina Alves da. **Caracterização de compósitos de matriz polimérica com ligas com memória de forma para aplicação em microatuadores.** Recife, 2013. 65 f. Dissertação (mestrado) – UFPE, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, 2013.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO. **Dados do setor.** Disponível em: <<http://snic.org.br/numeros-do-setor.php>>.

SOARES, Pedro Henrique Pinheiro. **Incorporação de nanopartículas em compósitos cimentícios, uma pesquisa bibliográfica**. 2021. 58 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Mato Grosso, Campus Universitário do Araguaia, Instituto de Ciências Exatas e da Terra, Barra do Garças, 2021.

SOBOLEV, K.; FLORES, I.; HERMOSILLO, R.; TORRES-MARTÍNEZ, L. M. **Nanomaterials and nanotechnology for high-performance cement composites**. In: SOBOLEV, K. e SHAH, S. P. (Ed.). *Nanotechnology of concrete: recent developments and future perspectives*. United States of America: American Concrete Institute, 2008. SP-254, p. 93-120.

SOUZA, A. T. et al. **Análise da influência do tipo de misturador na consistência e nos índices físicos das argamassas de revestimento aditivadas**. XIII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS. I INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON MORTARS TECHNOLOGY. Goiania: ANTAC, pp.72-80, 2019.

SUN, X., WU, Q., Lee, S., QING, Y., WU, Y. **Cellulose Nanofibers as a Modifier for Rheology, Curing and Mechanical Performance of Oil Well Cement**. *Nature Scientific Reports*. V. 6, Sci Rep, 2016. DOI: < <https://doi.org/10.1038/srep31654>>.

TEIXEIRA, R. S. **Efeito das fibras de curauá e de polipropileno no desempenho de compósitos cimentícios produzidos por extrusão**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

TESSARI, Ricardo. **Estudo da capacidade de proteção de alguns tipos de cimentos nacionais, em relação à corrosão de armaduras sob a ação de íons cloreto**. 2001.

VENTURA, Ana Mafalda F.M. **Os Compósitos E A Sua Aplicação Na Reabilitação De Estruturas Metálicas**. *Ciência & Tecnologia dos Materiais*, V. 21, n. 3, 2009.