

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

CAROLINA KSIASKIEWCZ CZOVNY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FRESCAS E ENDURECIDAS DE
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE CELULOSE NANOFIBRILADA**

GUARAPUAVA

2021

CAROLINA KSIASKIEWCZ CZOVNY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FRESCAS E ENDURECIDAS DE
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE CELULOSE NANOFIBRILADA**

**EVALUATION OF FRESH AND HARDENED PROPERTIES OF CEMENT
COMPOUNDS WITH ADDITION OF NANOFIBRILLATED CELLULOSE**

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): Dr. Gustavo de Miranda Saleme Gidrão.
Coorientador(a): Ma. Géssica Katalyne Bilcati.

GUARAPUAVA

2021



[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.

CAROLINA KSIASKIEWCZ CZOVNY

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FRESCAS E ENDURECIDAS DE
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE CELULOSE NANOFIBRILADA**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação
apresentado como requisito para obtenção do título de
Bacharel Engenharia Civil da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 03 /dezembro / 2021

Ma. Marcela Maier Farias Czap
Mestrado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Jackson Deliz Ditz
Mestrado
Complexo de Ensino Superior Meridional (IMED).

Gustavo de Miranda Saleme Gidrão
Doutorado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Géssica Katalyne Bilcati
Mestrado
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

GUARAPUAVA

2021

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais João e Maria, eu devo a vida e todas as oportunidades que nela tive e que espero um dia poder lhes retribuir.

Aos meus irmãos Karina e Raphael que me apoiaram e ajudaram durante todo o curso.

Agradeço ao Eng. Leandro Castelani, por me ajudar em todos os momentos e estar sempre ao meu lado.

Aos meus orientadores Gustavo de Miranda Saleme Gidrão e Gêssica Katalyne Bilcati, pela paciência, apoio, disponibilidade de tempo e ensinamentos apresentados durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao técnico de laboratório Alexandre da UTFPR campus Curitiba, por me ajudar com os ensaios experimentais.

Por último, quero agradecer também à UTFPR e todo o seu corpo docente.

A todos, de forma geral, que contribuíram de forma direta e indireta para a realização deste trabalho.

RESUMO

A avaliação dos efeitos de materiais a base de celulose em sistemas cimentícios é de suma importância para projeção de materiais de construção civil de elevado desempenho. O presente trabalho tem por objetivo estudar a influência de nanopartículas de celulose (NFC's) em sistemas cimentícios avaliando o desempenho das NFC's nas características químicas e mecânicas, como também sua consistência. Os resultados obtidos através do índice de consistência apontaram que as pastas cimentícias com NFC's apresentaram diminuição no espalhamento em comparação com a referência. Todos os resultados dos ensaios mecânicos foram comparados com a amostra referência e apresentaram valores superiores significativos à resistência na compressão. Já para os ensaios de Difração de raios – X (DRX) ocorreu aumento nos picos de Portlandita e etringita aos 7 dias, porém para os 28 dias ocorreu diminuição da maioria dos picos comparados com a referência.

Palavras-chave: nanocelulose, celulose nanofibrilada, compósitos cimentícios.

ABSTRACT

The evaluation of the effects of cellulose-based materials in cementitious systems is of paramount importance for the projection of high-performance civil construction materials. The present work aims to study the influence of cellulose nanoparticles (NFC's) in cementitious systems, evaluating the performance of NFC's on chemical and mechanical characteristics, as well as its consistency. The results obtained through the consistency index showed that the cementitious pastes with NFC's showed a decrease in spreading compared to the reference. All the results of the mechanical tests were compared with the reference sample and showed significantly higher values for the resistance both in compression. As for the x-ray diffraction (XRD) assays, there was an increase in the peaks of Portlandite and ettringite at 7 days, but for 28 days there was a decrease in most peaks compared to the reference.

Keywords: nanocellulose, nanofibrillated cellulose, cementitious composites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Molécula de Celulose.....	15
Figura 2: Estrutura simplificada de uma parede celular	16
Figura 3: Esquema da estrutura molecular da celulose.	17
Figura 4: Estrutura da nanocelulose.....	18
Figura 5: Celulose nanofibrilada.....	19
Figura 6: Comparação nanocelulose com fibra de sisal.....	21
Figura 7: Planejamento experimental.....	25
Figura 8: Celulose Nanofibrilada (NFC)	26
Figura 9: Análise de variância (ANOVA) e teste Tukey.....	40
Figura 10: Diferenças entre as médias significativas	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Estudos realizados das propriedades frescas dos compósitos cimentícios com NFC's.....	23
Tabela 2: Estudos realizados de compósitos cimentícios com NFC's no estado endurecido.....	24
Tabela 3: Características cimento CPV - ARI.....	27
Tabela 4: Dosagem das amostras.....	27

LISTA DE GRAFICOS

Gráfico 1 : Difratoograma CPV ARI.....	32
Gráfico 2 : DRX Celulose Nanofibrilada	33
Gráfico 3 : DRX pasta cimentícia referência.....	34
Gráfico 4 : DRX Pasta cimentícia com 2,5% NFC.....	34
Gráfico 5 - DRX Pasta cimentícia com 5,0 % NFC.....	35
Gráfico 6 : DRX Pasta cimentícia com 7,5 % NFC.....	35
Gráfico 7 : Difratoograma da pasta cimentícia referência	36
Gráfico 8 : Difratoograma da pasta cimentícia com 2,5% NFC	36
Gráfico 9 : Difratoograma da pasta cimentícia com 5,0% NFC	37
Gráfico 10 : Difratoograma da pasta cimentícia com 7,5% NFC	37
Gráfico 11: Resultados do Flow Table	38
Gráfico 12: Resistência à Compressão 7 dias.....	39
Gráfico 13: Resistência à Compressão 28 dias.....	39
Gráfico 14 - Resistência à Tração na Flexão	41
Gráfico 15: Análise das variáveis estudadas.....	42

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 - Pasta Cimentícia	28
Fotografia 2 - Compósito cimentício em corpos prismáticos.	30
Fotografia 3 - Representação esquemática ensaio de compressão.....	31
Fotografia 4 - Ensaio de tração na flexão.....	32

LISTA DE ABREVIATURAS OU SIGLA

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NFC	Celulose Nanofibrilada
DRX	Difração de raios - X

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 Justificativa	14
1.2 Objetivos	14
2 REFERENCIAL TEÓRICO	15
2.1 Celulose	15
2.1.1 Celulose Nanofibrilada	19
2.2 Compósitos cimentícios com adição de materiais a base de celulose	20
2.2.1 Influência dos materiais celulósicos no estado fresco em compósitos cimentícios	21
2.2.2 Influência dos materiais celulósicos no estado endurecido em compósitos cimentícios	23
3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	25
3.1 Caracterização dos materiais empregados na pesquisa	25
3.1.1 Celulose nanofibrilada (DRX).....	26
3.1.2 Cimento	27
3.2 Matriz experimental	27
3.3 Procedimento de mistura	28
3.4 Flow table	29
3.5 DRX	29
3.6 Caracterização Mecânica	30
3.6.1 Resistência à compressão	30
3.6.2 Resistência à tração na flexão	31
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	32
4.1 Caracterização dos materiais	32
4.1.1 Cimento	32
4.1.2 Celulose Nanofibrilada (NFC)	33
4.1.3 Pastas Cimentícias com NFC	33
4.2 Flow table	38
4.3 Resistência à compressão	39
4.4 Resistência à tração na flexão	41
5 CONCLUSÃO	44
REFERÊNCIAS	45

1 INTRODUÇÃO

Materiais compósitos à base de aglomerantes minerais desempenham um papel importante no mercado da construção civil, que são atribuídos a alta resistência à compressão, elevada vida útil e requisitos de manutenção relativamente baixos. Contudo a baixa resistência à tração, resistência à ruptura e tenacidade à fratura, consiste nas principais limitações relacionadas à utilização dos concretos e argamassas (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Assim é necessário avaliar emprego de materiais alternativos com intuito de reduzir as limitações de desempenho de argamassas e concretos.

Estudos sobre celulose têm sido de grande importância, sendo o polímero mais abundante do mundo, com uma produção estimada de 10^{14} toneladas por ano podendo ser encontrada em diferentes formas de vida como em plantas verdes, fungos, protozoários e procariontes (OWEN *et al.* 2011).

A celulose é geralmente empregada na produção de papel, na indústria madeireira, como possível emulsificador, e agente dispersante (ALBUQUERQUE, 2019). Embora ela seja um produto natural, tem potencial para substituir os polímeros sintéticos, uma vez que são biodegradáveis, podendo também ser empregadas para produzir nanomateriais, como celulosas nanofibriladas e nanocristalinas (TIBOLLA, 2014).

As celulosas nanofibriladas (NFC's) são produzidas a partir da desintegração mecânica das fibras celulósicas, ocasionando assim o rompimento da parede celular tendo como resultado a exposição das fibrilas e microfibrilas (BATISTA, 2018). As NFC's têm sido utilizadas atualmente para fabricação de filmes, embalagens e produtos biomédicos (MACHADO *et al.* 2017).

As adições de partículas de celulose empregadas em compósitos cimentícios modificam significativamente as propriedades reológicas e mecânicas, mesmo com baixos teores de nanopartículas (0,1%) (ARDANUY *et al.* 2012). As celulosas nanofibriladas apresentam uma alta resistência mecânica em relação ao comprimento/largura, podendo ser usada para aperfeiçoar as propriedades mecânicas de materiais cimentícios (SANTOS *et al.* 2021).

O cenário atual requer uma nova abordagem tecnológica para o estudo de nanomateriais a ser empregados em materiais de construção. Sendo assim, é

necessário avançar no conhecimento sobre a influência das NFC's em diferentes tipos de cimentos, nas propriedades no estado fresco e endurecido de compósitos.

1.1 Justificativa

Tendo em vista que as celulosas têm diversas características que despertam interesse como reforço em componentes cimentícios, para emprego na construção civil, torna-se importante o estudo da caracterização dos compósitos formados para melhor aplicá-los.

Com a crescente demanda por componentes de construção com alto desempenho, uma segunda geração de produtos celulósicos surgiu, com base em tratamentos da celulose produzindo produtos em escala micro e nanométrica (SANTOS *et al.* 2021).

Desta forma, falhas associadas à estrutura hierárquica das celulosas podem ser extraídas, gerando compósitos cimentícios de alta qualidade. Com a melhoria da reologia no estado fresco dos materiais, maior a resistência e módulo a flexão aumento no módulo de compressão e diminui as fissuras que ocorrem em materiais cimentícios no estado endurecido.

1.2 Objetivos

A presente pesquisa tem por objetivo avaliar as nanopartículas de celulose em sistemas cimentícios para proposição de produtos na construção civil. Os seguintes objetivos específicos podem ser listados:

- Avaliar a consistência das pastas cimentícias com e sem celulose nanofibrilada no estado fresco;
- Avaliar os fenômenos químicos e mecânicos relevantes nos compósitos na presença de NFC's em duas fases de hidratação (7 e 28 dias);
- Identificar os benefícios das NFC's nos compósitos cimentícios.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Celulose

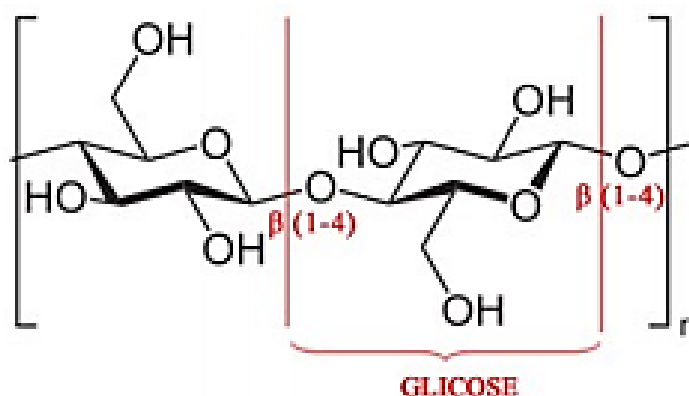
Em 1838 foi descrito pela primeira vez por um químico francês Anselme Payen, a celulose como sendo uma fibra sólida proveniente do tratamento químico em tecidos de plantas e posterior a extração com água, álcool e éter (CALDEIRA, 2013).

A celulose tem uma formação de cadeia rígida, sendo um homopolímero formado pela repetição de uma estrutura chamada celobiose, unidos com ligações de hidrogênio que é composta por duas moléculas de glicose com estrutura com dois níveis moleculares supramolecular e morfológico (SOLOMONS, 2005; BOSCHETTI 2017).

Em sua estrutura consiste em um homopolissacarídeo linear composto por unidades de β -D-glucopiranososa, unidas por ligações do tipo β -1-4, onde cada monômero possui três grupos hidroxilas, como ilustrado na figura 1 (SILVA, 2019).

Nas moléculas de celulose, possuem as ligações de hidrogênio formadas pelos grupos hidroxilas que podem ser intramoleculares ou intermoleculares, e essas ligações fazem com que a celulose seja um polímero estável (DAMASIO, 2015).

Figura 1- Molécula de Celulose



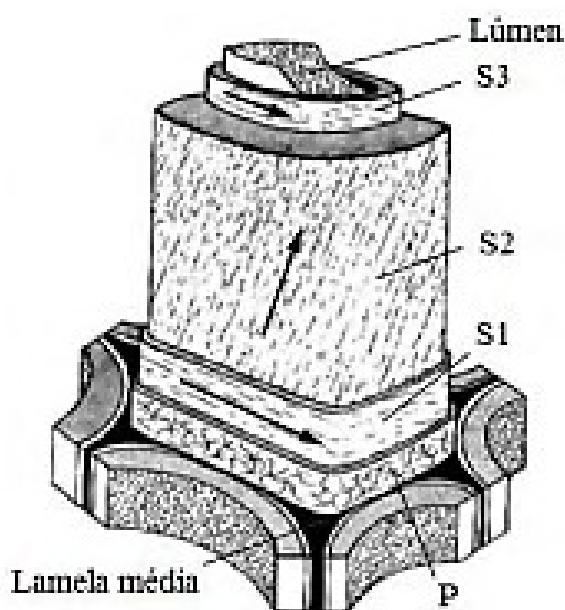
Fonte: SILVA (2019)

As ligações intermoleculares são responsáveis pela rigidez da molécula e as ligações intramoleculares são responsáveis pela formação da fibrila que são estruturas altamente ordenadas que se organizam e formam a fibra de celulose (DAMASIO, 2015).

As regiões intermediárias por regiões amorfas são as menos ordenadas já as altamente ordenadas da estrutura da celulose são regiões cristalinas. As regiões amorfas são mais suscetíveis ao ataque de enzimas, reagentes ou ainda mesmo à absorção de água apresentando maior flexibilidade (POTULSKI, 2018).

A Figura 2 mostra a estrutura da parede celular compreendendo quatro partes sendo elas: lamela média, parede primária, parede secundária, e lúmen. Sendo às paredes primárias (P) e secundárias (S1, S2 e S3) existindo os feixes de microfibrilas formadas das moléculas de celulose, e sua orientação desempenhando um papel importante nas propriedades (CORREIA, 2015).

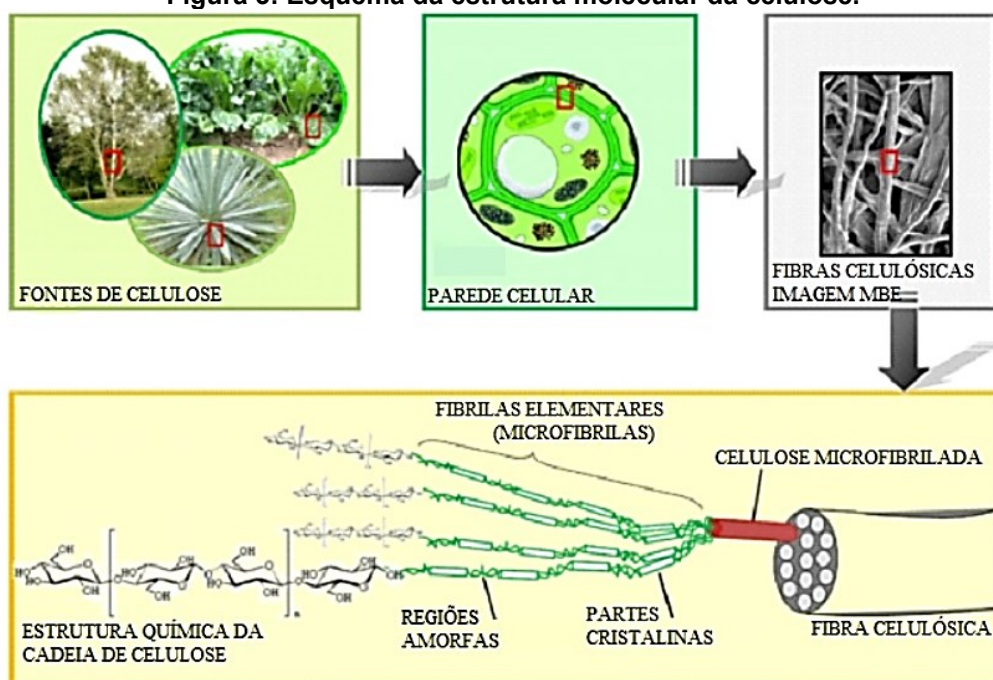
Figura 2: Estrutura simplificada de uma parede celular



Fonte: CORREIA (2015)

Cadeias diferentes interagem umas com as outras através de ligações de hidrogênio e forças de van der Waals formando microfibrilas (ou fibrilas elementares). Essas microfibrilas são associadas a celuloses nanofibrilada e, por fim, constituem as fibras de celulose (DAMASIO, 2015) conforme a figura 3.

Figura 3: Esquema da estrutura molecular da celulose.



Fonte: Adaptado de SANTOS, *et al.* (2021).

A celulose antes do pré-tratamento se encontra envolvida com lignina e hemicelulose tornando difícil o processo posterior para obtenção de nanocelulose. Após o pré-tratamento, devido a desconstrução da estrutura das fibras lignocelulósicas a celulose encontra mais acessível, após sua desfibrilação e remoção dos componentes amorfos (KABIR, *et al.* 2012). Os principais métodos de pré-tratamentos podem ser classificados em: físicos, químicos, físico-químicos, biológicos/enzimáticos (COUTINHO, 2018).

Com às suas características de ampla capacidade de modificação química, hidrofiliabilidade, biodegradabilidade, biocompatibilidade têm atraído a atenção de vários pesquisadores (MARINHO, 2017).

A celulose, graças a sua abundância, apresenta larga utilização em diversos setores da indústria. Seja como emulsificante, agentes dispersantes, celulose regenerada para utilização como fibras, aditivos para argamassa, produtos químicos especiais para a construção civil, produtos farmacêuticos e até alimentos. (PESCAROLO, 2019).

Com o aumento das pesquisas em nanotecnologia vem proporcionando, destaque em diversos setores industriais, onde permite a manipulação de materiais com menos de 100 nm e permite novas aplicações técnicas. Com a junção de nanotecnologia e o estudo da celulose levou a criação de uma nova classe de material

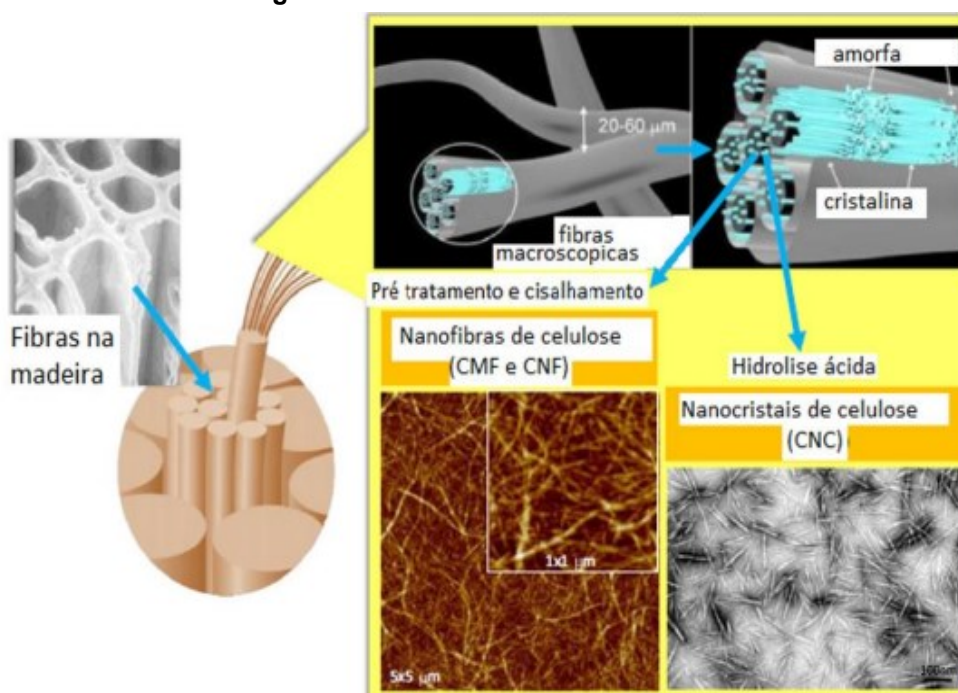
designada nanocelulose, que apresenta propriedades e utilizações diferentes da celulose em tamanho micro ou nanométrico (LENGOWSKI, JUNIOR, 2019).

Os métodos para produção de nanoceluloses podem ser divididos em químicos, físicos e biológicos onde algumas formas de obtenção, vários tipos de equipamentos e combinações de tratamentos químicos, enzimáticos e/ou mecânicos já foram utilizados para a realização da nanocelulose. Dentre estes, existe o sonicação, refinação ultrassom electrospinning (eletrofiação), hidrólise ácida e enzimática (LENGOWNSKI, 2016).

Um dos focos principais da utilização das nanoceluloses é na preparação de materiais poliméricos compósitos, onde houve um avanço industrial nos últimos anos (HENRIKSSON, *et al.* 2007). Devido ao fato, das nanopartículas proporcionarem melhorias nas propriedades de biodegradabilidade e mecânicas quando bem dispersas (NECHYPORCHUK, *et al.* 2016).

As nanoceluloses podem ser divididas em dois tipos: celulose nanocristalina (CNC) e celulose nanofibrilada (NFC). Onde a classificação pode ser observada na figura 5 em que é realizada com base na distinção de tamanho, razão de aspecto, morfologia, cristalinidade e propriedades que esses dois tipos de nanopartículas possuem (PINTO, 2019).

Figura 4: Estrutura da nanocelulose

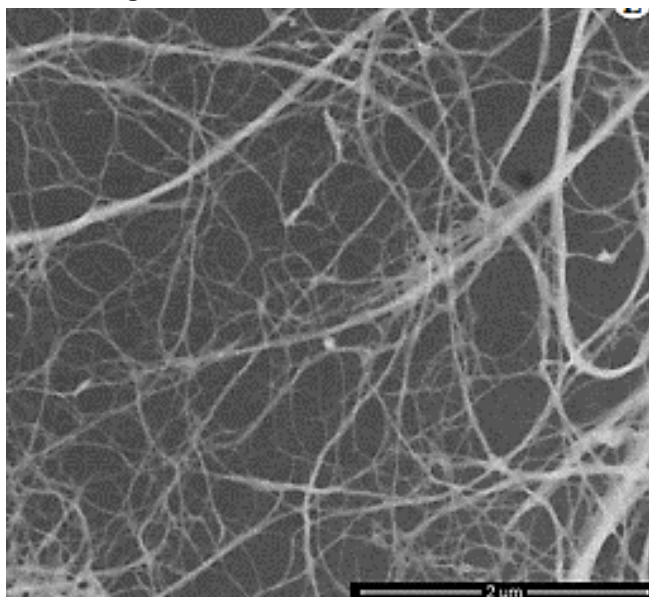


Fonte: LENGOWNSKI (2016).

2.1.1 Celulose Nanofibrilada

A Figura 5 mostra a celulose nanofibrilada, que são obtidas através da delaminação de fibras de celulose submetidas a um processo mecânico isolamento de fibrilas da celulose, aplicando alta força de cisalhamento nas fibras, onde essas forças são capazes de desfibrilar a estrutura das fibras da celulose resultando em nanofibras com dimensões que, variam dependendo da fonte, pré-tratamento e processo específico de desconstrução (BARROS, 2020). Provocando alterações irreversíveis nas fibras e aumentando o seu potencial de ligação por modificação da morfologia e do tamanho das fibras (PINTO, 2019).

Figura 5: Celulose nanofibrilada.



Fonte: CORREIA (2015).

As NFC's possuem fibrilas contendo regiões amorfas e cristalinas e, geralmente, são mais longas. São geralmente obtidas na forma de gel aquoso altamente viscoso. Elas possuem propriedades de alta resistência, flexibilidade, material viscoelástico e alta relação de aspecto (relação comprimento/diâmetro) (BARROS, 2020).

O processo de desfibrilação mecânica leva a uma redução significativa no comprimento das fibras, resultando em um aumento da área específica do material. Isso dá pela constante exposição das microfibras de celulose que compõe a parede celular do material. O aumento da área específica permite um maior número de ligações entre nanofibrilas, com menos poros e espaços vazios entre elas. Esta nova

dinâmica resulta em uma maior densidade e transparência da substância, contudo, existe um grande consumo de energia no processo, em especial se for usada moagem mecânica, influenciando assim o custo final do material (DAMASIO, 2015).

Barros (2020) classifica as NFC's sendo são partículas alongadas, semelhantes a agulhas ou em forma de hastes, apresentam-se em redes emaranhadas com diâmetros entre 5 e 300 nm e até alguns micrômetros de comprimento. Por sua vez Lavoine *et al.* (2012) relata que a celulose nanofibrilada possui diâmetro de 20 e 60 nm e alguns micrometros de comprimento.

As nanopartículas de celulose quando constituídas com um compósito apresentam excelentes propriedades. Por ter características únicas em propriedades mecânicas e químicas, renovável, leve, abundante (TIBOLLA, 2014) a nanocelulose fibrilada tem aplicações em diversas áreas como:

- Estruturas densas e superfícies extremamente lisas para revestimento de folhas para impressão de alta qualidade (TORVINEM *et al.* 2012);
- Aerogels e espumas com propriedades melhoradas utilizando assim para isolamento sonoro, barreira de gases entre outros (SVAGAN, SAMIR, BERGLUNG, 2008);
- Revestimento de filmes e papeis especiais e como aditivos na produção de papel (POTULSKI, *et al.* 2018);
- Setor de embalagens de alimentos, contribuindo para preservação de alimentos frescos ao estender sua vida útil (LENGOWNSKI, 2016).

Devido a inúmeras vantagens estudadas em trabalhos anteriores, as NFC'S possuem características de rigidez, transparência, biocompatibilidade e biodegradabilidade que permitem sua aplicação e emprego na formulação de um vasto contingente de produtos sejam como bens duráveis, podendo assim apresentar um bom desempenho como reforço em materiais cimentícios.

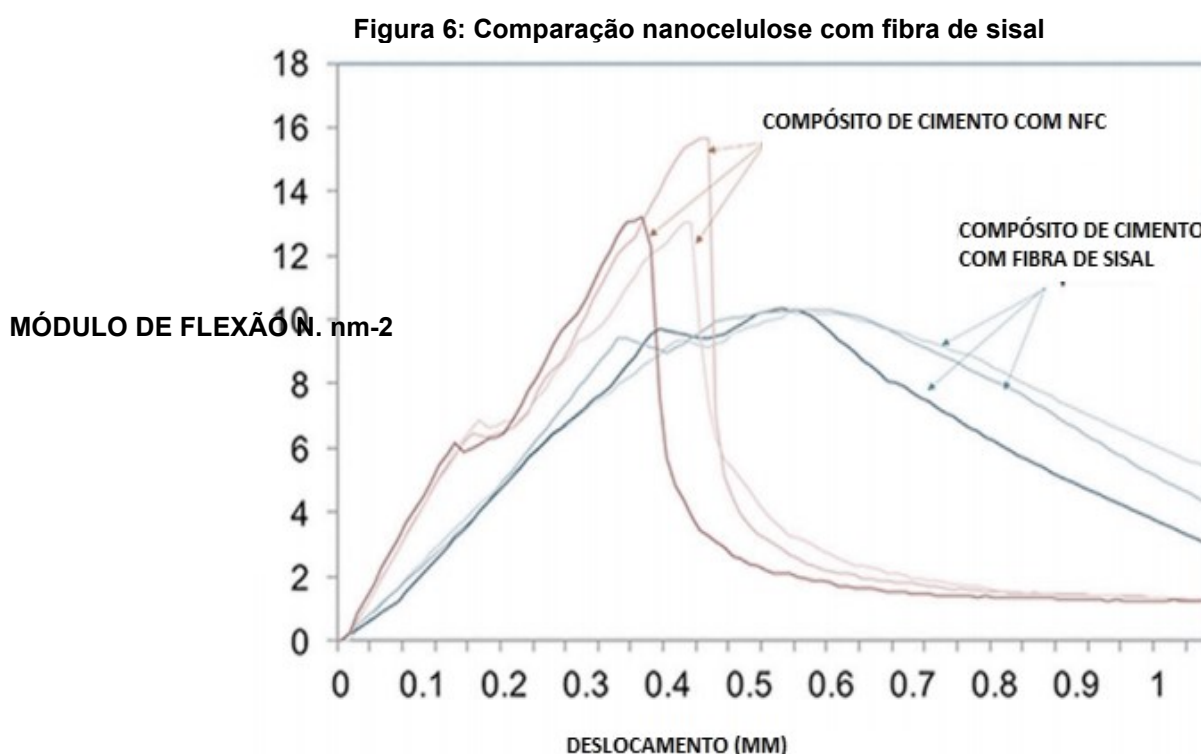
2.2 Compósitos cimentícios com adição de materiais a base de celulose

A celulose nanofibrilada tem potencial para melhorar as propriedades dos compósitos cimentícios mudando suas microestruturas, desde aumentar sua trabalhabilidade, participar da cura interna e como alterar suas propriedades de retração, melhorias das propriedades de compressão e tração (KOLOUR, 2018).

Existem indícios de que a nanocelulose tem um melhor desempenho para reforço do que sua contraparte em macro escala, por conta de suas interações em nano escala que compõe uma rede percolada unida por ligações de hidrogênio. (SOUZA, 2010).

O trabalho de Faria *et al.* (2017) indica que a utilização de 50% de teor de celulose gerou uma estabilidade de seus painéis cimentícios, sendo propriedades de coesão interna das partículas, absorção de água e inchamento em espessura após imersão em água.

Segundo o estudo de Fu *et al.* (2017) foi realizado duas pastas cimentícias uma com nanocelulose e outra usando fibra de sisal. A utilização de nanocelulose obteve um aumento de 40% na resistência a flexão e quase o dobro no modulo de flexão em comparação com o reforçado com o compósito de sisal, como pode ser observado na figura abaixo.



Fonte: Adaptado de FU *et al.* (2017).

2.2.1 Influência dos materiais celulósicos no estado fresco em compósitos cimentícios

Em seu estudo, Kolour (2018) faz experimentos utilizando Flow Table mostrando que o aumento da porcentagem de celulose nanofibrilada na pasta

cimentícia, prejudica a trabalhabilidade dela. Porém a utilização de plastificante ajuda na trabalhabilidade, mas afetando a as propriedades mecânicas finais.

Além disso, Mejdoub *et al.* (2016)., comenta que com o aumento da dosagem de NFC em até 0,3% do peso do cimento, a porosidade foi reduzida.

Segundo o Guo *et al.* (2020) relata que as NFC'S podem atrasar o início da hidratação do cimento, em média nas primeiras 10 horas. Elas podem prologar o período de indução de calor e atrasar o pico de fluxo de calos das pastas cimentícias em idades posteriores. As pastas cimentícias em idade de 7 dias, o grau de hidratação aumenta, devido a reação mais eficiente entre a NFC, reduzindo assim as partículas não hidratadas (JIAO *et al.* 2016).

Sobre os efeitos de várias dosagens de NFC em produtos com compósitos cimentícios mostram que reduz a trabalhabilidade, além disso é relatado que aumenta a tensão de escoamento e viscosidade (KOLOUR, 2018).

No trabalho de Sun *et al.*, (2016), relata que a tensão de escoamento e viscosidade plástica aumenta com o aumento de NFC, onde foram calculados a partir do ensaio de slump test.

Já para Sargenius (2011), ocorreu um efeito oposto de Kolour (2018), relatando que não ocorreu efeito significativo na reologia, aumentando a necessidade de superplastificantes, para não ficar rígida. Onde a reologia é possível estudar as propriedades frescas dos compósitos (FILHO, *et al.*, 2020).

A tabela 01, mostra a relação entre alguns dos estudos realizados e seus equipamentos utilizados para avaliar as propriedades no estado fresco de NFC com compósito cimentício.

Tabela 1: Estudos realizados das propriedades frescas dos compósitos cimentícios com NFC's

Equipamento medidor	Autor	Resultado
Tensão de escoamento	Hoyos, C. <i>et al.</i> 2019	5,17Pa 0,1%. Diminui a trabalhabilidade em maiores teores de NFC
Flow table	Kolour, 2018	Reduziu 10% com 0,5% NFC e 16% com 1,0% NFC Indicando que o aumento da NFC diminui a trabalhabilidade
Viscosidade medida com Misturador rotacional com amperímetro		0,5N.m.s
Reometro controlado por tensão com faixa de cisalhamento $1s^{-1}$ a $1000 s^{-1}$	Sun <i>et al.</i> 2016	Tensão de cisalhamento 90MPa à 200 rotação por s Viscosidade plástica aumenta com o teor de 0 para 0,28% NFC/OWC de 0,109 para 0,27 Pa.s

Fonte: Autora (2021).

2.2.2 Influência dos materiais celulósicos no estado endurecido em compósitos cimentícios

Os materiais cimentícios são frágeis quando submetidos a uma carga, possuem baixa resistência mecânica a tração, por conta da fissuração que se inicia em escala nanométrica, onde essas fissuras influenciam a durabilidade uma vez que facilita a entrada de agentes agressivos no meio (CORREIA, 2015).

Atualmente o uso de materiais para reforço de matrizes cimentícias com o intuito de melhorar as características relacionadas aos esforços de tração em concretos tem sido frequente. Dentre os tipos de fibras comumente utilizadas, as principais são: fibras poliméricas, fibras metálicas, fibras vegetais e fibras minerais. Na matriz cimentícia, as fibras geram dois efeitos importantes a primeira de controlar a fissuração e micro fissuração, conferindo ductilidade e melhorando a tenacidade (RODRIGUES, *et al.* 2017).

Estudos realizados mostram que a utilização de NFC aumenta a tenacidade à fratura, onde elas foram ineficazes para a prevenção do início de fissuras, porém são eficazes para a prevenção de crescimento de rachaduras (PETERS *et al.* 2010).

Foi produzido argamassa por Sargenius (2011), com teores distintos de celulose nanofibrilada para avaliação da resistência à flexão e compressão depois de 28 dias em que observou que com os teores de 1% de NFC apresentaram melhores

resultados.

Hoyos *et al.* (2019) fez análises em pastas cimentícias com dosagens de NFC entre 0,1% à 0,4%, para determinar a sua rigidez variando a temperatura de 35 entre 250°C. Eles observaram que as concentrações de 0,2%, 0,3% e 0,4% obtiveram-se um maior controle a microfissuras geradas pela evaporação da água, como pode ser observado pela imagem abaixo.

Foi também estudado a utilização da NFC com teores de 1%, 3% e 5% para produção de concreto em pó reativo, tendo um aumento de 50% na energia de fratura comparado ao material não reforçado (PETERS *et al.* 2010).

Já Onuaguluchi *et al.* (2014) fizeram um estudo mostrando que em comparação com a mistura de referência onde não havia porcentagem de NFC, o aumento percentual na resistência a flexão e absorção de energia das misturas com 0,1% de NFC foi de 106% e 184%, respectivamente.

A adição de NFC's em matriz cimentícia visa melhorar as propriedades mecânicas no desenvolvimento de compósitos a base de cimento através de materiais mais sustentáveis. Os trabalhos mais importantes da área começam a aparecer em 2009. A lista de trabalhos desenvolvidos com intuito de propriedades mecânicas no estado endurecido se encontra na Tabela 02.

Tabela 2: Estudos realizados de compósitos cimentícios com NFC's no estado endurecido.

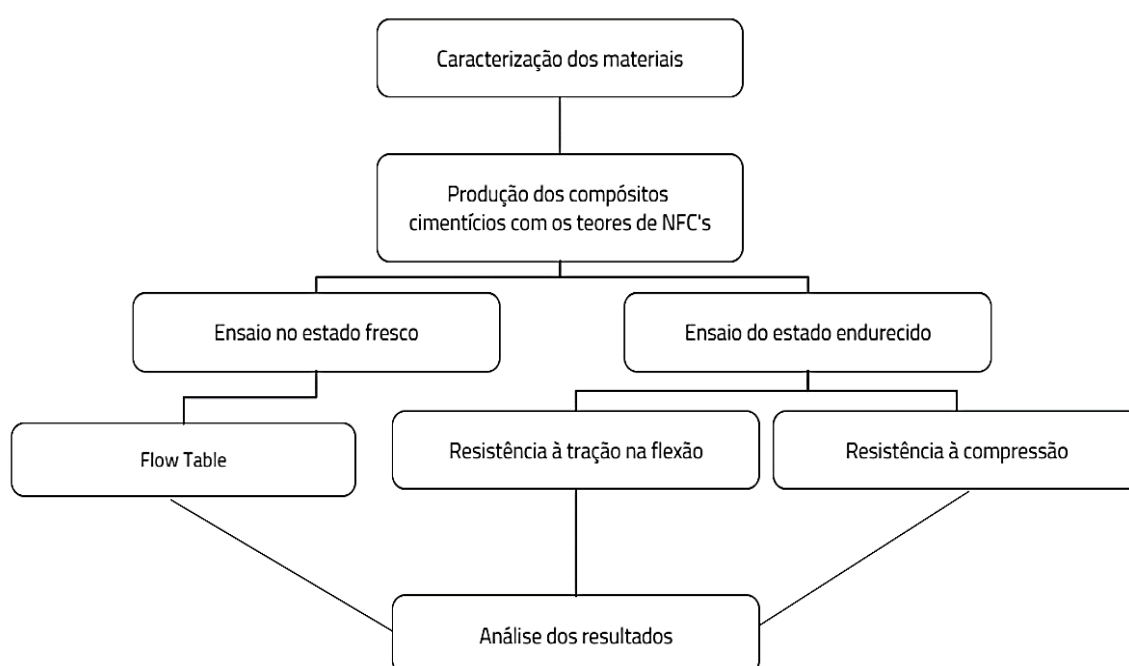
Autor	Solicitação mecânica	Resultado
Claramunt, <i>et al.</i> 2019	Modulo de Ruptura Modulo de Elasticidade	18MPa com 0,1% NFC 11GPa com 0,1% NFC
Correia, <i>et al.</i> 2018	Módulo de ruptura Tenacidade a fratura	19,9 MPa 1,15 MPa 1% NFC
Kolour 2018	Resistencia a compressão	48 MPa 0,5% NFC
Sun, <i>et al.</i> 2016	Resistencia a flexão	13,93 MPa 0,4% NFC
Correia, <i>et al.</i> 2015	Resistencia a Flexão Módulo de Ruptura	11,1MPa com 1% NFC 13MPa com 1% NFC
Onuaguluchi <i>et al.</i> 2014	Resistencia a Flexão	5,2MPa com 0,5% NFC
Ardanuy, <i>et al.</i> 2012	Módulo de Flexão Resistência a Flexão	4.1GPa 14 MPa 1% NFC
Filho, R. <i>et al.</i> 2011	Módulo de Flexão Resistencia a Flexão	6,5 GPa 13,1 MPa 1% NFC
Sargenius 2011	Resistencia a Compressão Resistencia a Flexão	62MPa com 0,5% NFC 8,70MPa com 0,5% NFC

Fonte: Autora (2021).

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Foi implementado um programa experimental para avaliação dos compósitos cimentícios com adição de NFC's e correlacionar o efeito de um tipo de cimento (CPV ARI), com comportamento no estado fresco, através do índice de consistência, e endurecido, em função da determinação das interações químicas e mecânicas em duas fases de hidratação. Na Figura 7 é apresentada o fluxograma que resume a programação do planejamento experimental da pesquisa:

Figura 7: Planejamento experimental



Fonte: Autora (2021).

3.1 Caracterização dos materiais empregados na pesquisa

Os materiais empregados na pesquisa (cimentos e celulose nanofibrilada) foram caracterizados com intuito de verificar sua composição e assim avaliar as interações das NFC's com o cimento (CPV ARI).

3.1.1 Celulose nanofibrilada (DRX)

A celulose nanofibrilada empregada nessa pesquisa pode ser observada na Figura 8, foi desenvolvida no Programa de Pós-graduação em Engenharia Florestal na Universidade Federal do Paraná na data de 2016.

Figura 8: Celulose Nanofibrilada (NFC)



Fonte: Autora (2021).

As NFC's foram produzidas a partir da polpa de *Pinus sp.* e foi submetida a um processo de desintegração mecânica em moinho Bauer durante o tempo de cinco minutos em baixa consistência (2%) com o objetivo de promover a individualização, seguindo então para as etapas de lavagem para retirada do excesso do licor de cozimento e centrifugação.

O ensaio para caracterização das NFC's são difração por raios-X (DRX) realizado no laboratório CMCM – Centro de Multiusuário de Caracterização de Materiais.

3.1.2 Cimento

Na pesquisa foi avaliado um tipo de cimento, cimento Portland de alta resistência inicial (CPV ARI) da marca Itambé, de acordo com a ABNT NBR 5733. A escolha desse cimento é justificada por não apresentar adições pozolânicas em sua composição e assim não influencia no estudo. Na tabela 3 possui informações técnicas do cimento utilizado.

Tabela 3: Características cimento CPV - ARI

Parâmetros	CPV-ARI
Tempo de início de pega (horas)	≥ 1
MgO %	≤ 6,5
SO ₃	≤ 4,5
Perga ao fogo %	≤ 6,5

Fonte: ITAMBÉ (2018).

3.2 Matriz experimental

Para a pesquisa experimental foram utilizados 3 teores de NFC's com um tipo de cimento.

- Cimento CPV ARI – Fator fixo;
- Água – Fator Fixo;
- Teores de NFC: 2,5%, 5,0% e 7,5%.

Na tabela abaixo pode se observar as dosagens de cada amostra realizada no estudo.

Tabela 4: Dosagem das amostras.

Amostra	Cimento (g)	Água (g)	NFC (g)
Referência	500	225	0
2,5%	500	225	12,5
5,0%	500	225	25
7,5%	500	225	37,5

Fonte: Autora (2021).

Com um fator de água e cimento (a/c) = 0,45. Já os teores de NFC empregados nessa pesquisa foram os mais empregados por outros autores.

3.3 Procedimento de mistura

O procedimento de mistura das pastas cimentícias teve como base a ABNT NBR 16541:2016. A padronização no procedimento de mistura é extremamente importante para que as NFC's sejam dispersas de forma homogênea. O tempo de mistura adotado foi de 2 minutos. O procedimento foi seguido conforme os passos abaixo:

- Mistura manual das NFC's com a água;
- Mistura do cimento na argamassadeira com capacidade de 5 litros de eixo vertical e em velocidade lenta por 1 minuto;
- Adição da água e homogeneização por mais 30 segundos;
- Etapa final o equipamento é desligado para que seja feita a raspagem da cuba com o auxílio de uma espátula e por fim mais 30 segundos de mistura na velocidade lenta.

Fotografia 1 - Pasta Cimentícia



Fonte: Autora (2021).

3.4 Flow table

Os compósitos cimentícios com adição de NFC's foram submetidas à avaliação da consistência no estado fresco por meio do ensaio de Flow Table seguindo a NBR 13276:2016.

Neste ensaio foi realizado os compósitos cimentícios seguindo os procedimentos de mistura já comentado no subitem 3.3, em seguida foi levado para mesa para ocorrer o espalhamento dela, a pasta cimentícia é moldada em um tronco de cone metálico.

Após o arrasamento, se retira o molde tronco cônico no sentido vertical e a manivela da mesa é acionada para determinar o índice de consistência, de maneira que a mesa suba e caia trinta vezes em 30 segundos. Após a última queda da mesa, executou-se a medida do diâmetro da argamassa espalhada na mesa em três pontos distintos.

3.5 DRX

Para a realização do ensaio de DRX após os ensaios mecânicos, foi coletado amostra de cada idade e interrompido a hidratação das pastas cimentícias com a utilização do álcool isopropílico. Imergindo a amostra por 24 horas com o álcool isopropílico e depois seco em estufa a 40°C por 24 horas, para evaporação do álcool. Esse método a água que era contida nos poros dos fragmentos é substituído pelo álcool isopropílico e assim a hidratação é interrompida na idade necessária (FILHO, *et al.*, 2021).

Na caracterização química, a difratometria de raios-X foi realizada com intuito de avaliar os compostos formados ou consumidos. Os dados de difração de todas as amostras da tese são coletados em um difratômetro, operando em modo de transmissão, usando a radiação $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), na faixa de 10 a 70 °, com tamanhos de grau de 0,015 ° e um tempo de contagem de 100s a cada 1,05 °.

Todas as séries de amostras estudadas foram recobertas com uma fina película condutora de ouro e submetidas a uma tensão de aceleração de feixe de elétrons. Será utilizado nas análises o microanalisador EDS acoplado, permitindo a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de micrometros.

3.6 Caracterização mecânica

A evolução da resistência em duas fases (7 e 28 dias) de hidratação avaliada por meio do desempenho à compressão e à tração na flexão dos sistemas cimentícios com adição NFC's, teve por objetivo a verificação da variação da resistência mecânica, devido a influência e adição NFC's.

Os ensaios de resistência à compressão e tração na flexão foram realizados de acordo com a norma NBR 13279 (ABNT, 2005).

3.6.1 Resistência à compressão

A realização deste ensaio seguiu a NBR 13279:2005, e tem como objetivo avaliar o comportamento mecânico em relação à resistência à compressão.

Para este ensaio foram desenvolvidos 4 corpos prismáticos para cada traço, com dimensões 5cm x 10cm. Os moldes devem ser feitos com o compósito cimentício recém-preparado, após o preparo com o molde fixo à mesa de adensamento então o compósito cimentício deve ser colocada no molde em quatro camadas iguais de aproximadamente um quarto da altura do molde, com o auxílio de uma espátula. Em cada camada deve ser aplicados 30 golpes uniformes usando um soquete normal, sendo estes golpes homogeneamente distribuídos.

Fotografia 2 - Compósito cimentício em corpos prismáticos.



Fonte: Autora. (2021).

Os corpos de prova permaneceram de 24h a 48h nos moldes para serem desmoldados e permanecem em temperatura de aproximadamente 23°C e umidade relativa do ar entre 60% e 65%, com cura ambiente.

Utilizando uma máquina universal de ensaios EMIC, DL10000, a carga foi aplicada com velocidade de 1mm/min, para ensaio nos dias 7 e 28, conforme Fotografia 3.

Fotografia 3 - Representação esquemática ensaio de compressão



Fonte: Autora (2021)

3.6.2 Resistência à tração na flexão

O ensaio de tração na flexão seguiu as especificações da ABNT NBR 13279 (2005), seguindo os mesmos procedimentos do ensaio a compressão para moldar os corpos de prova. As amostras prismáticas foram ensaiadas na máquina universal descrita no subitem 3.5.1. Os corpos de prova prismáticos irão ser submetidos ao ensaio após o processo de cura em 7 dias e em seguida em 28 dias, com a carga aplicada com velocidade de 1mm/min, conforme Fotografia 4.

Fotografia 4 - Ensaio de tração na flexão.



Fonte: Autora (2021)

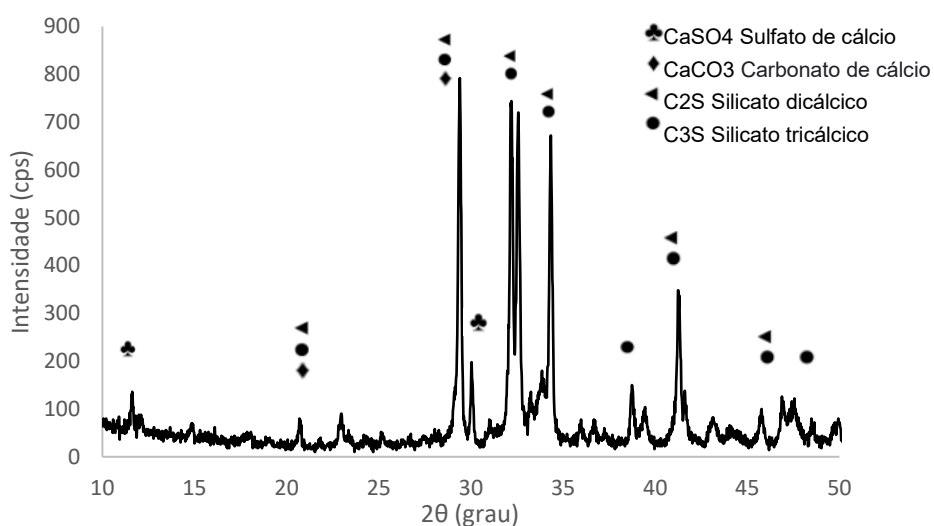
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização dos materiais

4.1.1 Cimento

Para caracterização do cimento CPV ARI foi realizado o DRX representado no gráfico abaixo:

Gráfico 1 - Difratoograma CPV ARI



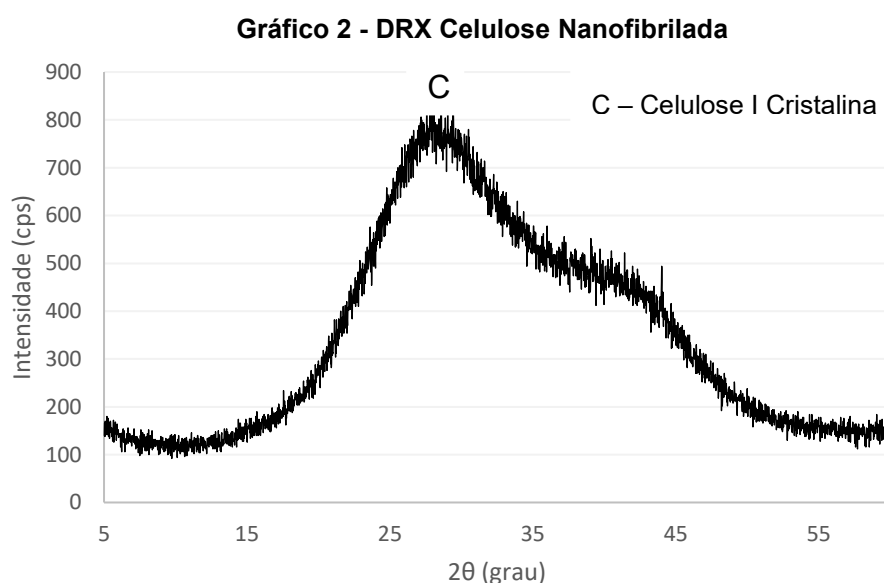
Fonte: Autora (2021).

O difratograma do CPV ARI indica as principais fases do cimento Portland, como a alita (C₃S), belita (C₂S), gipsita (CaSO₄.2H₂O) e calcita (CaCO₃). Tanto a

calcita, quanto a gipsita são minérios constituídos por cálcio. Dessa forma, a gipsita, a qual possui 32,5% de CaO, é misturada com o clínquer para controlar a pega e possui grande influência sobre a resistência final da pasta de cimento (GURGEL, 2020).

4.1.2 Celulose Nanofibrilada (NFC)

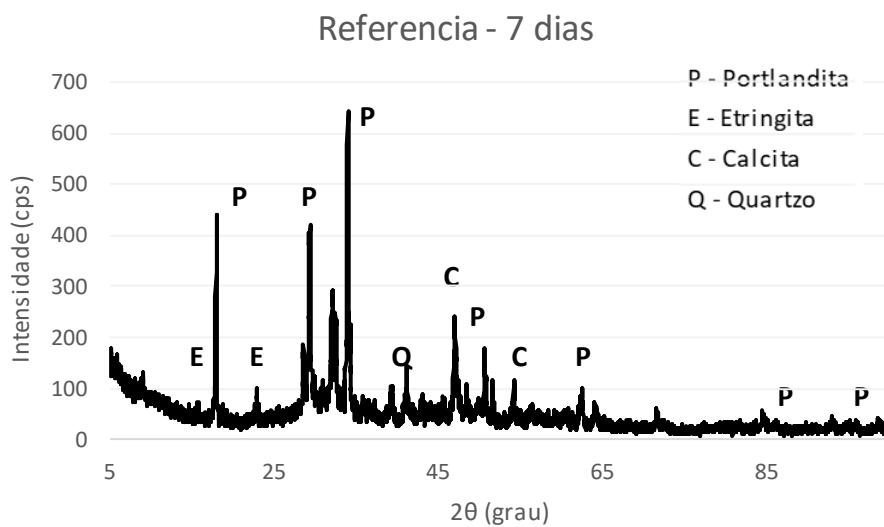
Para a caracterização da celulose nanofibrilada foi realizado DRX mostrado abaixo.



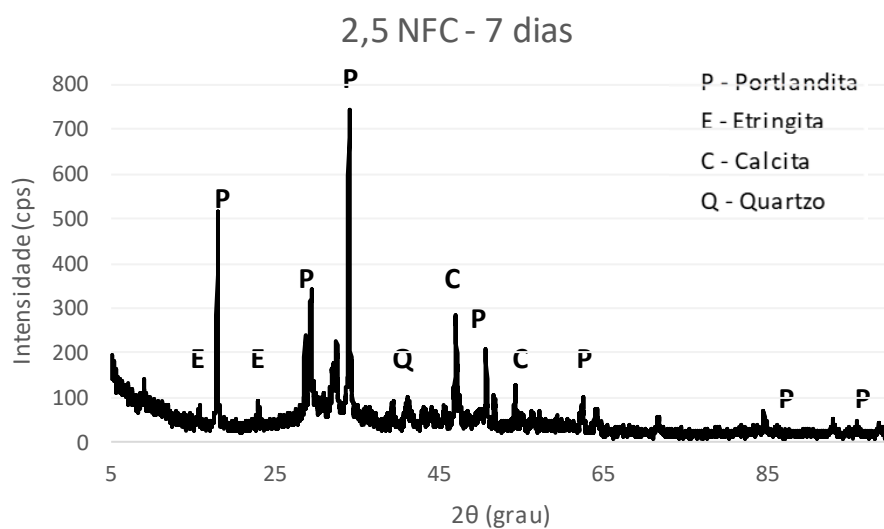
Para análise de DRX da celulose nanofibrilada foi possível identificar que a amostra atingiu o pico em torno de $2\theta = 29,26$, que é atribuível ao componente de celulose I cristalina, segundo o índice de Miller (FRENCH e CINTRÓN, 2013).

4.1.3 Pastas Cimentícias com NFC

O Difratoograma das pastas cimentícias aos 7 dias é apresentado nos gráficos a seguir:

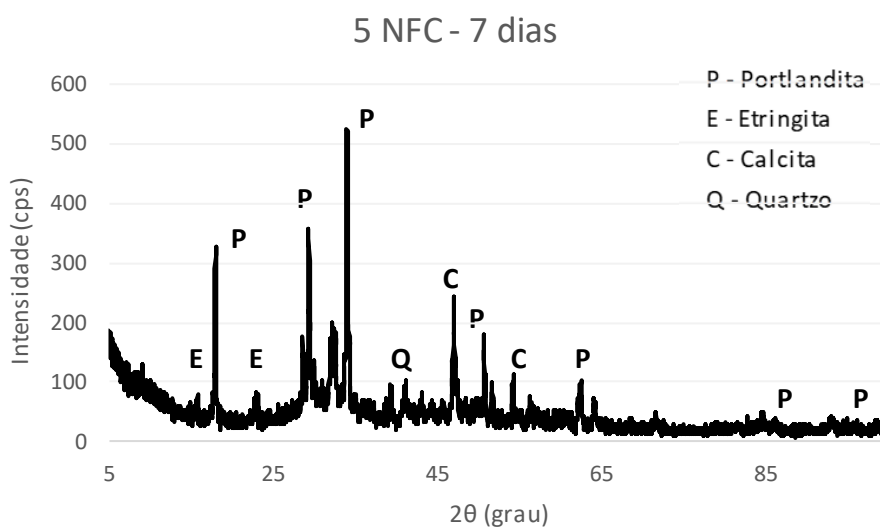
Gráfico 3 - DRX pasta cimentícia referência

Fonte: Autora (2021).

Gráfico 4 - DRX Pasta cimentícia com 2,5% NFC

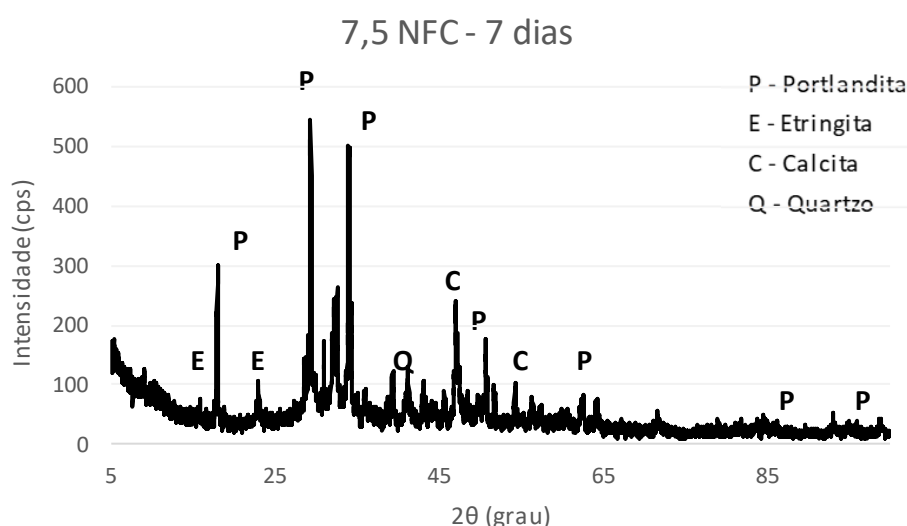
Fonte: Autora (2021).

Gráfico 5 - DRX Pasta cimentícia com 5,0 % NFC



Fonte: Autora (2021).

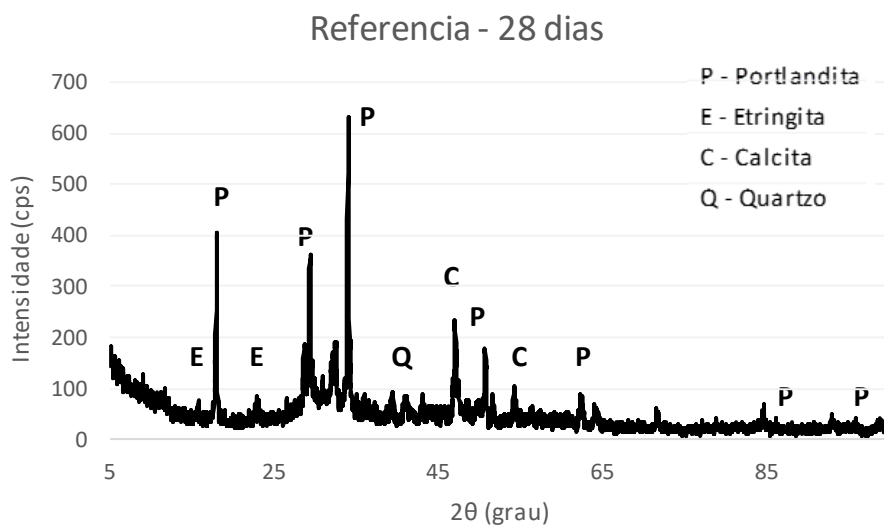
Gráfico 6 - DRX Pasta cimentícia com 7,5 % NFC



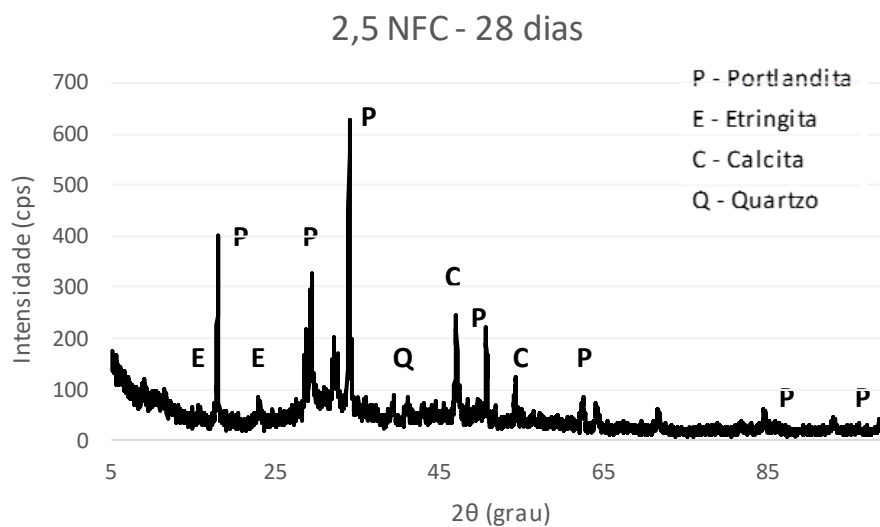
Fonte: Autora (2021).

Pode-se notar que a magnitude dos picos em torno de $2\theta = 18,02$, $2\theta = 29,46$ e $2\theta = 34,10$ de portlandita e $2\theta = 47,02$ de calcita aumentaram aos 7 dias das pastas com NFC's quando comparados a amostra referencial. Os autores Santos *et al.* (2021) justificam o fato das NFC's introduzem um processo de hidratação mais rápido e assim produção de produtos hidratados como a portlandita e calcita.

O Difratoograma das pastas cimentícias aos 28 dias é apresentado no gráfico a seguir:

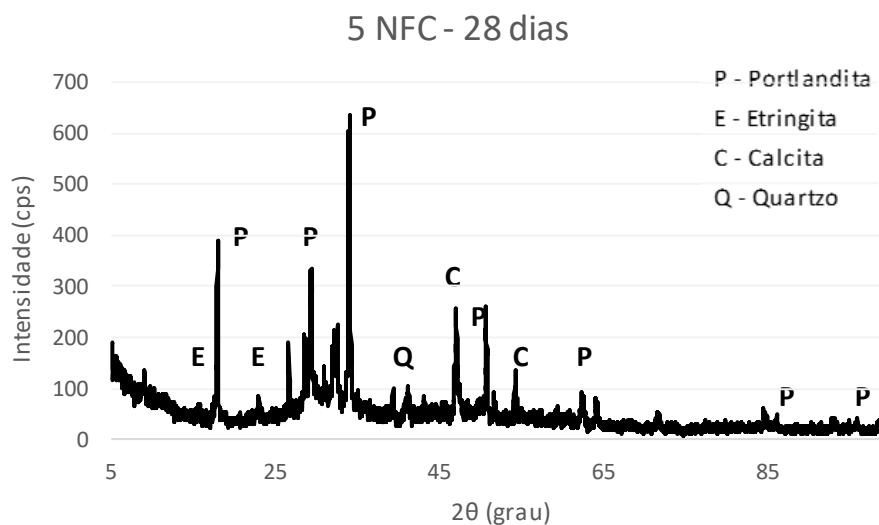
Gráfico 7 - Difratoograma da pasta cimentícia referência

Fonte: Autora (2021).

Gráfico 8 - Difratoograma da pasta cimentícia com 2,5% NFC

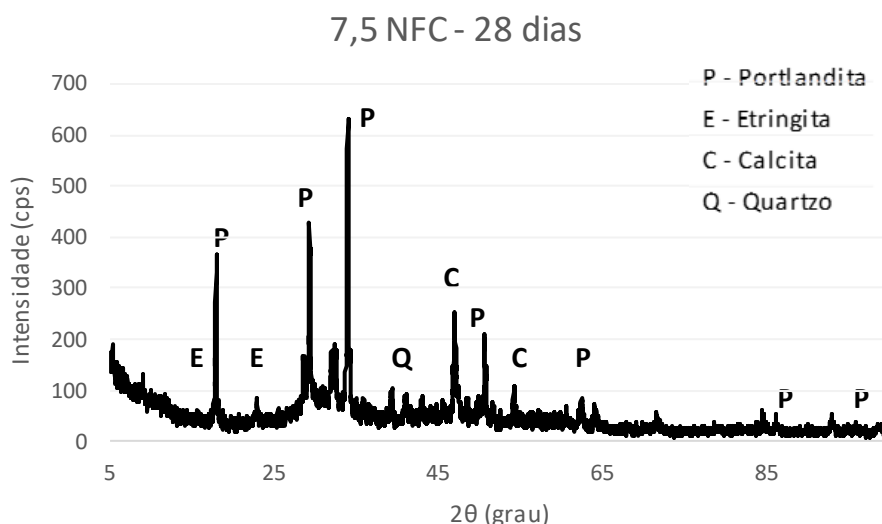
Fonte: Autora (2021).

Gráfico 9 - Difratoograma da pasta cimentícia com 5,0% NFC



Fonte: Autora (2021).

Gráfico 10 - Difratoograma da pasta cimentícia com 7,5% NFC



Fonte: Autora (2021).

Pode observar que quando comparados as amostras de DRX de referência com as outras com NFC, ocorre diminuição dos picos de portlandita e calcita, nos ângulos de $2\theta = 18,02$, $2\theta = 29,46$, $2\theta = 34,10$ e $2\theta = 47,02$.

Segundo Martins *et al.* (2021) isso ocorre devido a ao consumo acelerado de portlandita ocasionando assim o refinamento dos poros.

Para justificar a queda no pico de etringitas o autor Kamasamudram *et al.* (2021) comenta que a NFC se liga quimicamente ao Ca^{2+} através de ligações eletrostáticas ocasionando uma redução no agrupamento de portlandita na matriz

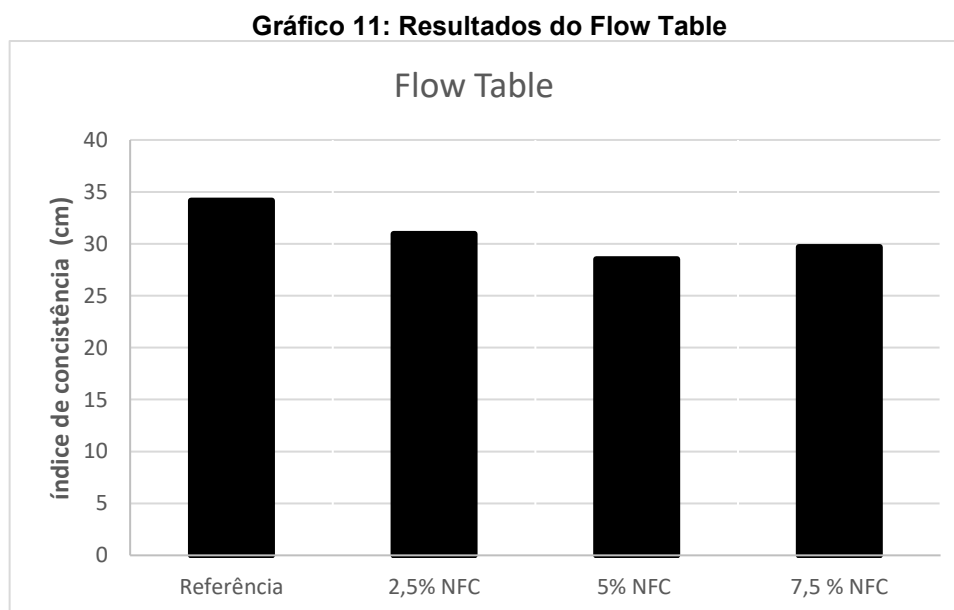
hidratada. Essa redução tem como consequência reduzir a quantidade de formação de gesso e, posteriormente, na produção de etringita.

Como ocorreu uma queda de portlandita reduzindo os poros e queda de etringita isso pode implicar que quando utilizado em concreto/argamassas pode ocorrer a diminuição da zona de transição (TEIXEIRA, 2020).

Em uma zona de transição no concreto, água se acumula entre agregado miúdo, gráudo e zona periférica onde é pobre em C-S-H gel, composto químico responsável pela boa resistência mecânica do concreto, que tem como consequência o fato de que é nesta região onde se inicia a falha do concreto. (TEIXEIRA,2020).

4.2 Flow table

No ensaio de Flow Table foi possível obter os resultados conforme os gráficos 11.



Fonte: Autora (2021).

Pode-se observar no gráfico 1 que a adição de NFC's afeta o espalhamento das pastas cimentícias, comparando com a amostra referencial e a amostra menor espalhamento ocorreu diminuição de 16% ocasionando a diminuição da sua trabalhabilidade e consistência.

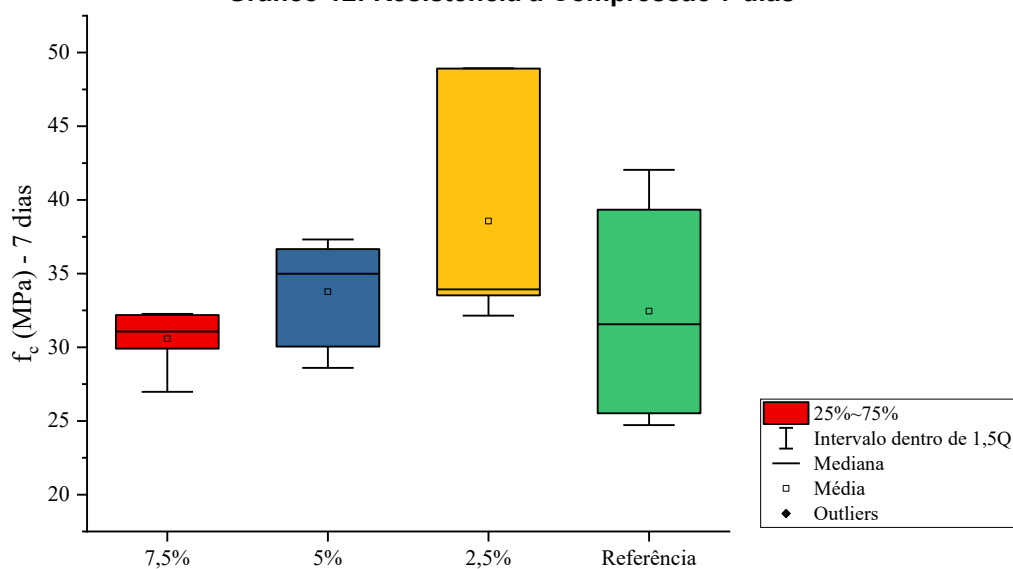
A redução destes fatores deve estar associada ao fato de a NFC gerarem maior coesão na mistura, ocasionando a diminuição do espalhamento na mesa do flow table. Segundo a pesquisa de Kolour (2018), a trabalhabilidade e

consistência que diminuiu nas pastas cimentícias com a NFC, ocorre devido ao fato delas reterem água no estado inicial da mistura por serem hidrofílicas.

4.3 Resistência à compressão

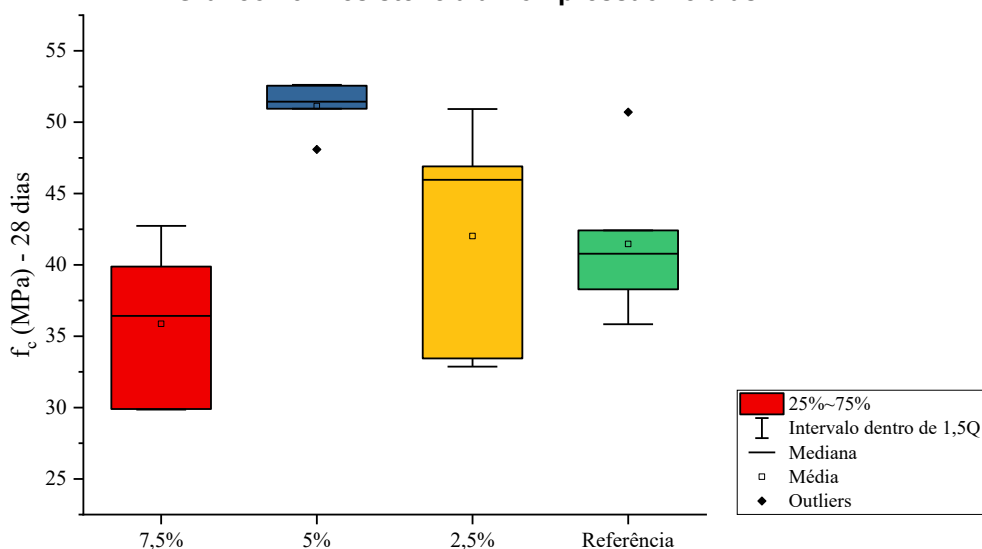
O ensaio de resistência a compressão foi realizado em duas diferentes idades de 7 e 28 dias nas pastas cimentícias para cada uma das taxas de NFC 2,5%, 5% e 7,5 além dos corpos de prova referencial. Os resultados podem ser observados no gráfico 12.

Gráfico 12: Resistência à Compressão 7 dias



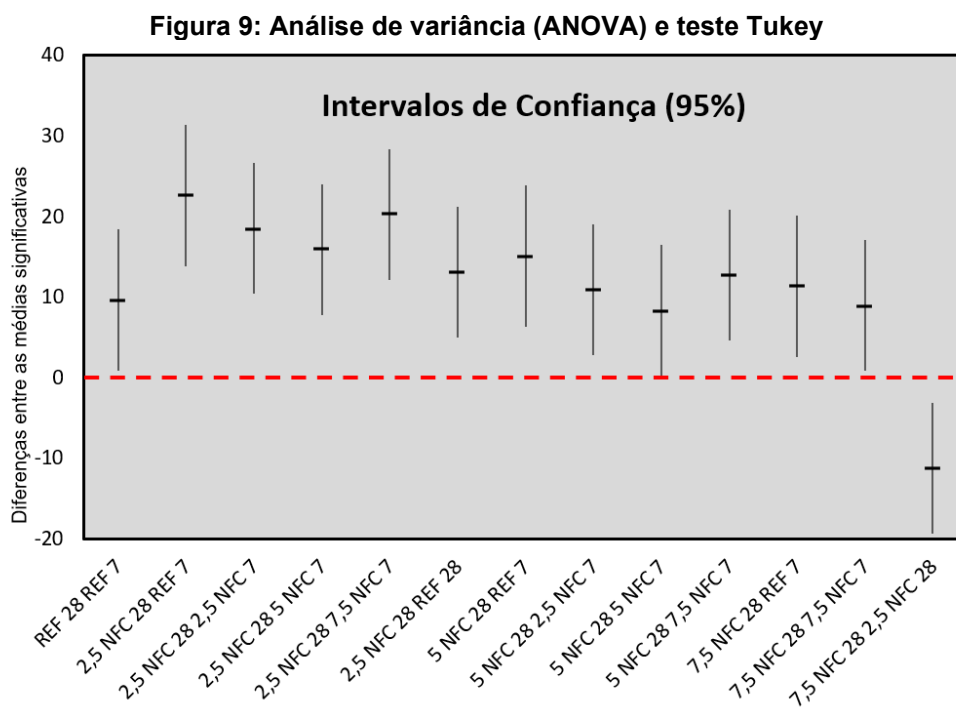
Fonte: Autora (2021).

Gráfico 13: Resistência à Compressão 28 dias



Fonte: Autora (2021).

Pela análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey conforme Figura 9, todas as amostras não apresentaram diferença significativa aos 7 dias. Na idade de 28 dias, houve um aumento significativo da amostra 2,5% NFC em relação as amostras de referência e 7,5% NFC. Todas as amostras apresentaram um ganho significativo de resistência, aos 28 dias.



Fonte: Autora (2021).

Aos 7 dias de idade a pasta cimentícia com NFC de 2,5% mostrou um ganho de resistência a compressão de 14% comparada a pasta cimentícia sem NFC, porém esse aumento não foi significativo. Aos 28 dias de idade a pastas cimentícia teve comportamento semelhante a idade anterior. Mostrando um ganho significativo de 33,5% em relação a referência. Sargenius *et al.* 2011, também atingiu resultados semelhantes com 62 MPa aos 28 dias na amostra de menor teor de NFC 0,2%.

Já a pasta cimentícia com 5% de NFC em sua composição, aos 7 dias obteve resistência inicial maior que as demais amostra. Porém aos 28 dias, ela tem um ganho de 14% em relação a referência, apesar de não ser estatisticamente relevante.

A amostra com maior teor de NFC 7,5% também apresentou melhora em sua resistência a compressão em relação a amostra referência, um ganho de 4,4% em 7 dias e 8% em 28 dias.

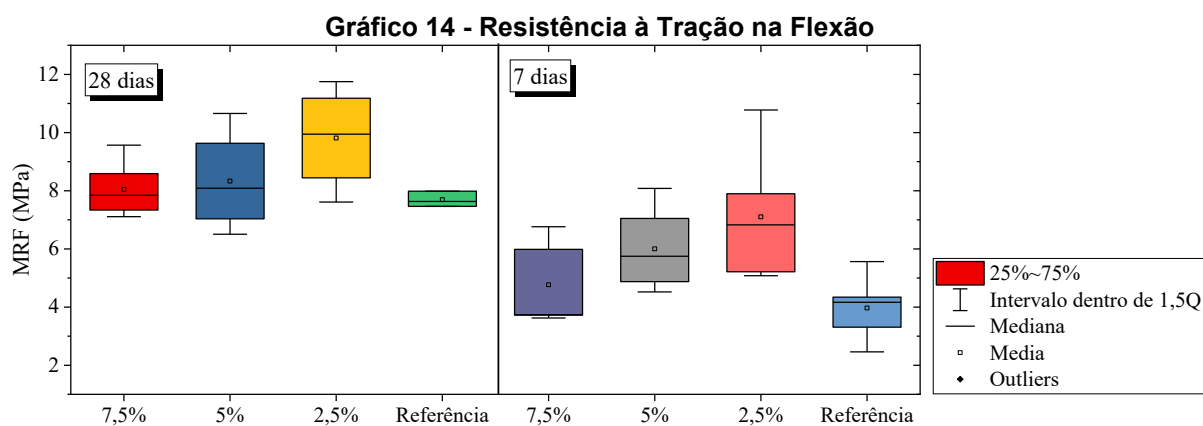
Deve-se verificar que segundo a literatura já menciona, conforme o aumento da NFC na pasta cimentícia deve ocasionar aglomeração, quando não ocorre

dispersão uniforme, conforme o que houve com a amostra de 7,5% de NFC, aos 28 dias, que possui uma resistência inferior em relação a de 2,5%.

Logo o aumento da resistência se justifica de acordo com o estudo de Onuaguluchi *et al.* 2014, o qual afirma que o aumento compressão se dá pelo fato de as NFC melhorarem o grau de hidratação da mistura com a pasta cimentícia. Devido a hidrofacilidade das NFC quanto a adesão as pastas cimentícias assim promovendo uma adesão maior a pasta cimentícia fazendo com que ocorra um canal de transporte da água para partículas que geralmente não iriam conseguir ser hidratadas.

4.4 Resistência à tração na flexão

O ensaio de resistência a tração na flexão realizado em duas idades 7 e 28 dias nas pastas cimentícias, cada uma com taxas de NFC em sua composição variando de 2,5%, 5,0% e 7,5% além dos corpos de provas referenciais. Os resultados podem ser vistos no gráfico 14.



Fonte: Autora (2021).

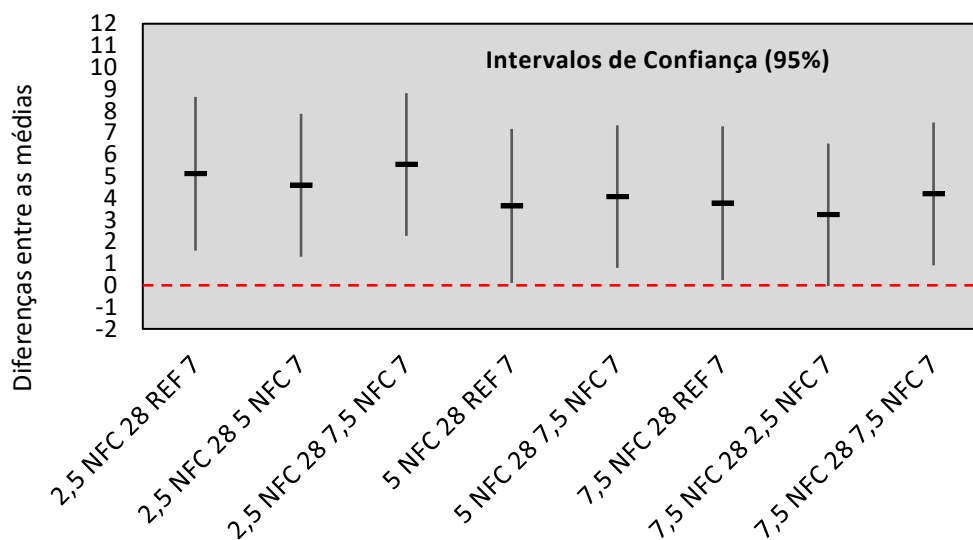
Pela análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey conforme Figura 10, as amostras com e sem adição de celulose nanofibrilada não apresentaram diferença significativa aos 7 e 28 dias. A amostra de 7,5% de NFC apresentou um aumento significativo aos 28 dias.

As amostras com 5% em idade de 7 dias apresentaram um aumento de 11,3% de resistência em relação a referencial. E na análise dos 28 dias ela obtém uma

melhoria em sua resistência em 21,1% comparando com a amostra referencial. Porém esses aumentos nas duas idades não foram significativos.

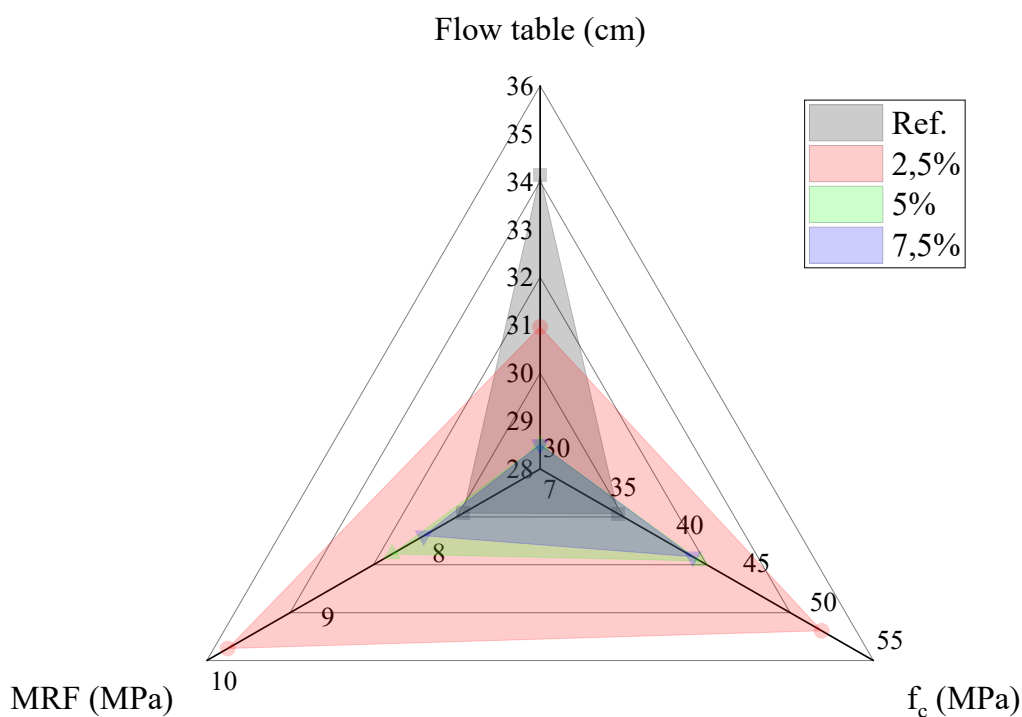
Na figura 12 são mostradas as diferenças entre as médias significativas, no qual pela análise de variância (ANOVA) e teste Tukey.

Figura 10: Diferenças entre as médias significativas



Fonte: Autora (2021).

Gráfico 15: Análise das variáveis estudadas



Fonte: Autora (2021).

Com o gráfico de radar acima pode se analisar que a maior área contemplando as três variáveis mecânicas estudadas, sendo elas resistência a tração na flexão, resistência a compressão e flow table, foi com o teor de 2,5% NFC, o qualificando como o melhor traço.

5 CONCLUSÃO

Nesse trabalho, as propriedades frescas e endurecidas de pastas cimentícias com adição de celulose nanofibrilada foram investigadas. Com base nos resultados experimentais apresentados, as seguintes conclusões são tiradas:

- Ocorreu diminuição na trabalhabilidade com todos os teores de NFC's adicionados nas pastas cimentícias, principalmente a de 5,0% NFC apresentando redução de 16% com relação a pasta referencial;
- A adição de 2,5% de NFC's aumentou significativamente a resistência à compressão aos 28 dias, quando comparada com a amostra de referência e 7,5% NFC's;
- Para os ensaios de DRX, as amostras com NFC's apresentaram um aumento de portlandita e calcita em relação a amostra de referência, aos 7 dias. Porém, aos 28 dias houve um consumo de portlandita e calcita das amostras com NFC's, que ocasionou em uma redução dos picos em comparação as amostras de referência;
- Se utilizada em concreto e argamassas a NFC pode ocasionar a diminuição das zonas de transição;
- As amostras submetidas ao ensaio de tração na flexão não apresentaram diferença estatística tanto aos 7 como aos 28 dias. Houve uma tendência de estabilização deste parâmetro entre 7 e 28 dias. As NFC's não aumentaram significativamente a resistência à tração na flexão.
- O traço mais adequado baseado nos ensaios é com a NFC de 2,5%.

REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, R. **Celulose é geralmente empregada na produção de papel, na indústria madeireira, como grande potencial emulsificador, e agente dispersante.** Programa de Pós- Graduação em Desenvolvimento em Processos Ambientais, Universidade Católica de Pernambuco, (Mestrado), Recife, 2019.

ARDANUY, M., CLARAMUNT, J., ARÉVALO, R., PARÉS, F., ARACRI, E., AND VIDAL, T. Nanofibrillated cellulose (NFC) as a potential reinforcement for high performance cement mortar composites, **BioResources**, v.7, n. 3, Ardanuy, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 5733** – Cimento Portland de alta resistência inicial, 1991.

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, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16541** – Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e a compressão, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16541** – Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura e determinação do índice de consistência, 2016.

BATISTA, T. **A indústria de papel e celulose no Brasil:** produtividade, competitividade, meio ambiente e mercado consumidor. Monografia (Graduação) – Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2018.

BARROS, S. **Síntese e caracterização de nanocelulose a partir da folha de abacaxi.** **Dissertação (Mestrado)**, programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2020.

BOSCHETTI, W. **Produção e caraterização de nanocristais e microristais de celulose e sua aplicação em adesivos de ureia-formaldeído.** Tese (Doutorado), Programa de Pós-Graduação em Ciência Florestal, à Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2017.

CALDEIRA, M. **Produção de nanocompósito utilizando diferentes fontes de celulose como reforço**. Dissertação (mestrado), Faculdade de Ciências Agrônômicas da UNESP, Bocatú – SP, 2013.

CARDOSO, F. **Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico**. Tese (Doutorado), Departamento de Engenharia de Construção Civil da EPUSP, São Paulo, 2009.

CLARAMOUNT, J., VENTURA, H., FILHO, R., ARDANUY, M. **Effect of Nanocelluloses on the microstructure and mechanical performance of CAC cementitious matrices**, *Cement and Concrete Research*, v. 119, p. 64-76, 2019.

COUTINHO, L. **Obtenção e caracterização de nanocristais de celulose a partir da coroa do abacaxi**. Dissertação (Graduação), Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2018.

CORREIA, V. **Produção de celulose nanofibrilada a partir da polpa organossolve de bambu para nanoreforço de compósitos cimentícios**. Tese (Doutorado), Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2015.

CORREIA, L.; OGASAWARA, T. Estudos comparativos de alguns cimentos ionométricos convencionais, **Revista Matéria**, v. 11, n. 3, p. 297 – 305, 2006.

CORREIA, V., SANTOS, S., TEIXEIRA, R., JUNIOR, H. Nanofibrillated cellulose and cellulosic pulp for reinforcement of the extruded cement-based materials, **Construção e materiais de construção**, Volume 160, páginas 376-384, jan. 2018.

DAMASIO, R. **Caracterização e aplicações de celuloses nanofibrilada (cnf) e nanocristalina (cnc)**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-Graduação em Ciência Florestal, Universidade Federal Viçosa, Minas Gerais, 2015.

FARIA, D.; CANOLA, P.; LOPES, T.; SCATOLINO, M.; PROTÁSIO, T.; FONSECA, C.; MENDES, L.; JÚNIOR, J. **Adição de nanofibras de celulose em Painéis cimento-madeira**, **Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia da Madeira-Florianópolis**, 2017.

FRENCH, A.; CINTRÓN, M. S. Cellulose polymorphy, crystallite size, and the segal crystallinity index. **Cellulose**, v. 20, p. 583-588, 2013.

FILHO, J., RODRIGUES, C., RIBEIRO, L., MEDEIROS, M. Evaluation of sample drying methods to determine the apparent porosity and estimation of degree of hydration of portland cement pastes. **Journal of Building Pathology and Rehabilitation** 6, n. 01, 2021.

FILHO, J.; SINHORELLI, K.; MEDEIROS, G.; AZEREDO, A.; AZEREDO, G. Estudo da reologia de pastas cimentícias contendo resíduo de tijolo cerâmico moído e metacaulim, **Revista Matéria** V.25 n.01, 2020.

FILHO, R. SILVA, F., KOENDERS, E., FAIRBAIRN, E. **Strain hardening cementitious composites**. 2 International RILEM Conference on Strain Hardening Cementitious Composites, Rio de Janeiro, Brasil 2011.

FU, T., MOON, R., ZAVATTIERI P, YOUNGBLOOD, J. **Cellulose nanomaterials as additives for cementitious materials**. Cellulose-Reinforced Nanofibre Composites Production, Properties and Applications, Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Pages 455-482, 2017.

GONÇALVES, J., BAKKARI, M., BOLUK. Y., BINDIGANAVILE, V. Cellulose nanofibres (CNF) for sulphate resistance in cement-based systems, **Cement & concrete composites** v.99, p.100 – 111, 2019.

GUO, A.; SUN, Z.; SATHITSUKSANO, N.; FENG, H. A Review on the Application of Nanocellulose in Cementitious Materials. **Nanomaterials**, 10, 2476, 2020.

GURGEL, G. **Efeito da incorporação da nanossílica em pastas de cimento com alto teor de fíler calcário**. Dissertação (mestrado). Departamento de engenharia civil e ambiental da faculdade de tecnologia da universidade de Brasília, Brasília, 2020.

HOYOS, C.; ZULUAGA, R.; GANAN, P.; PIQUE, M.; VAZQUEZ, A. Cellulose nanofibrils extracted from fique fibers as bio-based cement additive, **Journal of Cleaner Production**, v. 235, p. 1540-1548, 2019.

ITAMBÉ, Companhia de Cimento Itambé. **Relatório de Ensaios de Cimento**. Cimento Itambé. 2018.

JIAO, L., SU, M., CHEN, L., WAHNG, Y., ZHU, H., DAI, H. Natural cellulose nanofibrers as sustainable enhancers in constrution cement, **PLoS ONE**, v.11(12): e0168422, 2016.

HENRIKSSON, M; HENKISSON G.; BERGLUND L.; LINDSTROM T. An environmentally friendly method for enzyme-assisted preparation of microfibrillated cellulose (MFC) nanofibers, **European Polymer Journal**, v. 43, p. 3434-3441, 2007.

KABIR, M., WANG, H., CARDONA, F., LAU, T. (2012). Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, **Composites Part B: Engineering**, V. 43, P. 2883-2892 , 2012.

KAMASAMUDRAM, K., ASHRAF , W., LANDIS, E., KHAN, R. Effects of ligno– and delignified– cellulose nanofibrils on the performance of cement-based materials, **Journal of Materials Research and Technology**, Volume 13, P. 321-335 , jul. 2021.

KOLOUR, H. An Investigation on the Effects of Cellulose Nanofibrils on the Performance of Cement Based Composites, *Advances in Civil Engineering Materials* 7, 463-478, jul. 2018.

LAVOINE, Nathalie; DESLOGES, Isabele; DUFRESNE, Alain; BRAS, Julien. Microfibrillated cellulose – Its barrier properties and applications in cellulosic materials: A review. **Carbohydrate Polymers**, V. 90, P. 735-764, 2012.

LAVORATTI, Alessandra. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos poliéster/nanocelulose**. Dissertação (mestrado), Programa de Pós Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2015.

LENGOWSKI, C., JUNIOR, E. Nanocelulose: aplicações na indústria de base florestal. **Atena Editora**, C. 18 p. 155-184 (2019).

LENGOWSKI, C., MUNIZ, G., NISGOSKI, S., MAGALHÃES, W. Avaliação de métodos de obtenção de celulose com diferentes graus de cristalinidade, **Scientia Forestalis**, v.41, n.98, p.185-194, 2013. 2013.

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

MACHADO, F. G. D.; LEMES, J. V. B.; PEDROTI, L. G.; LIMA, G. E. S.; FERNANDES, W. E. H. ; GUSMAO, A. C. ; MENDES, B. C. . **Avaliação das Propriedades Mecânicas do Concreto de Pós Reativos com Adição de Celulose Nanofibrilada**. In: 60° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Águas de Lindóia-SP. 60° Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2016.

MARINHO, J. **Produção e caracterização de nanocristais de celulose para reforço em nanobiocompósitos**, Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

MARTINS, M., LANGARO, E., MACIOSKI, G., MEDEIROS, M. External ammonium sulfate attack in concrete: Analysis of the current methodology, **Construction and Building Materials** Volume 277, 29, 122252, mar. 2021.

MEJDOUB, R., HAMMI, H., SUNOL, J. Nanofibrillated cellulose as nanoreinforcement in Portland cement: Thermal, mechanical and microstructural properties, **Journal of Composite Materials**, v.51(17), p.2491-2503, 2016.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: Ibracon, 2014.

MOON, A. Martini, J. Nairn, J. Simonsen, J. Youngblood. Cellulose: revisão de nanomateriais, Struct. Propriedades Nanocompos, **Journaul: Chemical Society Reviews**, v.40, p. 3941-3994, 2011.

NECHYPORCHUK,O., BELGACEM, M., BRAS J. Production of cellulose nanofibrils: A review of recent advances. **Industrial Crops and Products**, Volume 93, Pages 2-25, 2016.v.

ONUAGULUCHI, Obinna; PANESAR, Daman; SAIN, Mohini. Properties of nanofibre reinforced cement composites, **Construction and Building Materials**, Volume 63, Pages 119-124, 2014.

OWEN .Astley; ELISABETH, Chanliaud; ATHENE Donald; MICHAEL Gidley. **Structure of Acetobacter cellulose composites in the hydrated state**. **International Journal of Biological Macromolecules**. Volume 29, Issue 3, 22 October, Pages 193-202, 2011.

PEREIRA, A. **Caracterização estrutural e térmica de cristais de L-Arginina**. Dissertação (Mestrado), Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Maranhão, Imperatriz , 2016.

PESCAROLO, A. **Desempenho de argamassas com fibras de celulose**. Dissertação (mestrado) Programa de Pós-graduação em Engenharia de Construção Civil, Setor de Tecnologia, da Universidade Federal do Paraná. 2019.

PINTO, L. **Produção de nanocelulose a partir de bagaço de cana-de-açúcar e sua aplicação em filmes**, Dissertação (mestrado), Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Química, Campinas, 2019.

POTULSKI, D , LOPES, M. , MUNIZ, G. , CARNEIRO, M., ANDRADE, A. **Influência da adição da celulose nanofibrilada nas propriedades ópticas e físicas do papel**, Universidade Federal Do Paraná **BIOFIX Scientific Journal** v. 3 n. 1 p. 122-129 , Curitiba ,2018.

PETERS, S.; ROSHING, T.; LANDIS, E.; COMMINS, T. Nanocellulose and Microcellulose Fibersfor Concrete, **Transportation Research Record**. v. 2142(1) p.25-28, 2010.

RAMAKRISHNA, T., SUNDARARAJAN T. Impact strength of a few natural fibre reinforced cement mortar slabs: a comparative study, **Cement and Concrete Composites**, V. 27, P. 547-553, 2005.

RODRIGUES, P., RIBEIRO, T., JUNIOR, A. Caracterização Mecânica de Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de Politereftalato de Etileno Espiraladas, **E&S Engineering and Science**. V. 6(1), p.29-37, 2017.

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**, Volume 288, 123122, 2021.

SARGENIUS, J. **Effect of microfibrillar cellulose on concrete equivalent mortar fresh and hardened properties**. KTH, ABE, Department of Civil and Architectural Engineering, *In*: 15 course credits in the program Construction Engineering and Design, 2011.

SILVA, J. **Nanocompósitos verdes para aplicação em eletrônica flexível**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) 2019.

SVAGAN A. J., SAMIR M. A. S. A., BERGLUNG L. A. **Biomimetic foams of high mechanical performance based on nanostructured cell walls reinforced by native cellulose nanofibrils**. *Advanced Materials*. (2008).

SOUZA, S. **Obtenção de nanofibras de curauá e aplicação como reforço em compósitos baseados em pva**. Dissertação (mestrado), Faculdade de Ciências Agrônomicas da UNESP, Bocatú, São Paulo, 2010.

SOLOMONS, G, FRYHLE, C. **Química orgânica**. 8ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005. 487 p.

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* 6, 31654, ago. 2016.

TEIXEIRA, E. **Estudo da zona de transição de concretos preparados com metacaulim através de análise nanomecânica**. Tese (Doutorado). Universidade Federal da Paraíba, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais do Centro de Tecnologia. João Pessoa, 2020.

TIBOLLA, H. **Produção de nanofibras de celulose por hidrólise enzimática**. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, SP, 2014.

TORVINEM, K., SIEVANIEN, J., HJELT, T., & HELLEN, E. Smooth and flexible filler-nanocellulose composite structure for printed electronics applications. *Cellulose*, v.19, p.821–829 ,2012.

VIANA, L. **Desenvolvimento de filmes celulósicos nanoestruturados a partis da polpa Kraft de Pinus sp**, Programa de Pós-graduação em Engenharia Florestal, Universidade Federal do Paraná, (Doutorado), Curitiba, 2013.

