

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE ENGENHARIAS, CIÊNCIAS AGRÁRIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS**

ALAN DE OLIVEIRA CASTRO

**COMPÓSITO DE MATRIZ CIMENTÍCIA REFORÇADOS COM FIBRAS DA CAPA
DO PALMITO PUPUNHA**

PONTA GROSSA

2024

ALAN DE OLIVEIRA CASTRO

**COMPÓSITO DE MATRIZ CIMENTÍCIA REFORÇADOS COM FIBRAS DA CAPA
DO PALMITO PUPUNHA**

Dissertação apresentada para obtenção de título de mestre na área de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais do programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Washington Luiz Esteves Magalhães

Coorientador: Prof. Dr. Leandro Vanalli

PONTA GROSSA

2024

Castro, Alan de Oliveira
C355 Compósito de matriz cimentícia reforçados com fibras da capa do palmito pupunha / Alan de Oliveira Castro. Ponta Grossa, 2024.
94 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Washington Luiz Esteves Magalhães.

Coorientador: Prof. Dr. Leandro Vanalli.

1. Fibras vegetais. 2. Palmito pupunha. 3. Cimento Portland. 4. Teos. I. Magalhães, Washington Luiz Esteves. II. Vanalli, Leandro. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 620.11

ALAN DE OLIVEIRA CASTRO

**COMPÓSITO DE MATRIZ CIMENTÍCIA REFORÇADOS COM FIBRAS DA CAPA
DO PALMITO PUPUNHA**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre pela Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área de Engenharia e Ciência de Materiais.

Ponta Grossa, 26 de fevereiro de 2024



Prof. Dr. Washington Luiz Esteves Magalhães

Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Eduardo Pereira

Departamento de Engenharia Civil - Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Carlos Mavial de Carvalho

Departamento de Engenharia Civil - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter-me dado forças, saúde e inteligência para concluir mais essa etapa na minha vida.

A minha família, minha base, sem eles eu não estaria aqui realizando esse sonho.

A Msc. Marina Ximenes, o amor da minha vida, pelo apoio emocional nos momentos mais difíceis, pela paciência, pela ajuda. Serei eternamente grato.

Ao meu orientador Prof. Dr. Washington Luiz Esteves Magalhães, que tornou esse trabalho possível, pela paciência e tempo disponível. Serei eternamente grato.

A Universidade Estadual de Maringá (UEM) e ao Laboratório de Materiais de Construção, onde realizei grande parte dos ensaios e análises. Em especial, aos professores Dr. José Wilson e Dr. José Aparecido Canova, que me ensinaram e nos momentos mais difíceis não me deixaram desanimar. Serei eternamente grato.

Ao Prof. Dr. Eduardo Pereira, que teve paciência, tempo e gentileza de sanar minhas dúvidas em discussões construtivas a respeito do meu trabalho. Sempre esteve disposto a ajudar. Serei eternamente grato.

Ao Departamento de Química (UEM) e sua estrutura. Em especial, aos professores Dr. Eduardo Radovanovic e Dr. Jean Halison pelo apoio.

A Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) e toda a sua infraestrutura, em especial à equipe do Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-labmu).

A Coordenação e professores da pós-graduação em engenharia e ciências dos materiais, em nenhum momento me senti desamparado. Em especial a Selma, que sempre esteve disponível para sanar todas as minhas dúvidas.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro através da bolsa de estudo.

A todos os amigos que contribuíram de alguma forma na minha trajetória. Em especial ao Maycon Douglas, Renan Ernesto, Jéssyka Laura e Aires Santos.

RESUMO

CASTRO, A. O. **Compósito de matriz cimentícia reforçados com fibras da capa do palmito pupunha**. Orientador: Washington Luiz Esteves Magalhaes. Ponta Grossa, 2024. Dissertação (Mestrado em Engenharia E Ciência De Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.

O litoral paranaense possui um grande número de pequenos produtores de palmito pupunha e os seus municípios têm baixo índice de desenvolvimento humano. A autoconstrução com peças de cimento adicionadas de resíduos agrícolas é uma das formas de combate à pobreza e diminuir o impacto ambiental. Avalia-se aqui a viabilidade técnica de compósitos cimentícios com substituição parcial da areia por material lignocelulósico proveniente de palmito pupunha. Foram preparados corpos de prova a partir de compósitos cimentícios com enchimento com fibras da capa de palmito pupunha. As fibras vegetais foram usadas naturais e tratadas com Tetraetil Ortossilicato (TEOS). As fibras foram moídas e caracterizadas quanto à absorção de água, FTIR, TGA, DSC e analisada a sua microestrutura com microscópio eletrônico de varredura (MEV). As fibras tratadas apresentaram uma diminuição da absorção de água. E as análises da microestrutura mostraram que o tratamento com o TEOS gerou a deposição de sílica na superfície da fibra. Os compósitos foram preparados pela substituição da areia nas proporções mássicas de Referência (0%), 1%, 1,5% e 2% por fibras vegetais. As caracterizações foram realizadas na mistura nos estados fresco e endurecido. Foi realizado ensaio da mesa de consistência, absorção de água, índice de vazios, capilaridade, resistência à tração na flexão e compressão. Com a substituição as argamassas tiveram perda de consistência crescente e foi utilizado um aditivo superplastificante para padronizar o espalhamento. A amostra Referência obteve a menor porcentagem de absorção e índice de vazios das demais, enquanto que as amostras com fibras tratadas tiveram índices menores de absorção e de índice de vazios em relação as amostras com fibras sem tratamento. Para os ensaios de resistência, a argamassa de referência foi a de melhor desempenho, seguido pelas argamassas de fibras tratadas e fibras não tratada. Apesar da diminuição das resistências à compressão e resistência à tração, foi observado que os corpos de prova com fibras apresentaram um comportamento menos frágil antes da ruptura. Com a exceção das amostras de fibra sem tratamento com substituição de areia de 1,5% e 2%, todas as demais apresentaram resistência à compressão superior ao mínimo exigido pela norma. As amostras que excederam o requisito mínimo de resistência à tração estavam associadas à substituição de 1%, tanto para as fibras tratadas quanto para as não tratadas, além daquela com fibra tratada com 1,5%. Estes resultados se mostram promissores na utilização das fibras em peças e componentes construtivos rurais que não exigem desempenho estrutural.

Palavras Chave: Fibras Vegetais; Palmito Pupunha; Cimento Portland; TEOS.

ABSTRACT

CASTRO, A. O. **Cement matrix composite reinforced with fibers from the pupunha palm heart**. Advisor: Washington Luiz Esteves Magalhaes. Ponta Grossa, 2024. Dissertation (Master's in Engineering and Materials Science) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.

The Paraná coastline is home to a large number of small producers of pupunha palm heart, and its municipalities have a low Human Development Index. Self-construction using cement pieces mixed with agricultural waste is one of the ways to combat poverty and reduce environmental impact. This study assesses the technical feasibility of cementitious composites with partial replacement of sand by lignocellulosic material from pupunha palm heart. Test specimens were prepared from cementitious composites filled with fibers from the outer layer of pupunha palm heart. The plant fibers were used in their natural state and treated with Tetraethyl Orthosilicate (TEOS). The fibers were ground and characterized for water absorption, FTIR, TGA, DSC, and their microstructure was analyzed using scanning electron microscopy (SEM). The treated fibers showed a decrease in water absorption, and microstructure analysis revealed that TEOS treatment resulted in silica deposition on the fiber's surface. Composites were prepared by replacing sand in mass proportions of Reference (0%), 1%, 1.5%, and 2% with plant fibers. Characterizations were performed in both fresh and hardened states. Consistency table test, water absorption, void content, capillarity, flexural tensile strength, and compression tests were conducted. With increasing substitution, the mortars experienced a loss of consistency, and a superplasticizer additive was used to standardize the spread. The Reference sample obtained the lowest absorption percentage and void index compared to the others, while samples with treated fibers showed lower absorption and void index values compared to samples with untreated fibers. In terms of strength tests, the reference mortar exhibited the best performance, followed by mortars with treated and untreated fibers. Despite the reduction in compressive and tensile strengths, it was observed that the specimens with fibers displayed a less brittle behavior before failure. With the exception of the samples with untreated fiber and sand replacement of 1.5% and 2%, all others exhibited compressive strength exceeding the minimum required by the standard. Samples that surpassed the minimum tensile strength requirement were associated with a 1% fiber replacement, both for treated and untreated fibers, in addition to those treated with 1.5%. These results are promising for the use of fibers in rural construction elements and components that do not require structural performance.

Keywords: Vegetable Fibers; Pupunha Palm Heart; Portland Cement; TEOS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Pupunheira (<i>Bactris gasipaes</i>) e a identificação de suas porções.	16
Figura 2 - Caule da pupunheira cortado.	17
Figura 3 - Porcentagem de produção de palmito no Brasil em toneladas por região (2000-2020).	18
Figura 4 - Esquema de uma única unidade de repetição de cadeia de celulose.	20
Figura 5 - Representação esquemática da estrutura da fibra vegetal.	21
Figura 6 - Estrutura do tetraetil ortosilicato (TEOS).	26
Figura 7 - Fibras cortadas: (a) fibras grandes e irregulares; (b) fibras cortadas e regulares.	29
Figura 8 - Tratamento das fibras com TEOS (98%): (a) separação das fibras; (b) preparo de solução com TEOS.	30
Figura 9 - Curva granulométrica do agregado miúdo.	34
Figura 10 - Aparelhagem para ensaio de índice de consistência (Flow Table): (a) espátula; (b) molde cônico; (c) compactador manual metálico.	36
Figura 11 - Índice de consistência: (a) espalhamento e (b) aferição de diâmetro.	36
Figura 12 - Ensaio mecânico: (a) corpos de prova prismáticos; (b) ensaio de flexão em três pontos.	38
Figura 13 - Etapas do ensaio de absorção: (a) corpos de prova naturais; (b) após 72h em estufa; (c) após 72h submerso; (d) após 5h de fervura.	40
Figura 14 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das fibras de pupunha sem tratamento (a)-(c) e fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%) (d)-(f).	46
Figura 15 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e mapas de Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS) de seus respectivos elementos.	47
Figura 16 - Porcentagens dos elementos e padrões de microanálise por (EDS).	47
Figura 17 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e mapas de Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS) de seus respectivos elementos.	48
Figura 18 - Porcentagens dos elementos e padrões de microanálise por (EDS).	49
Figura 19 - MEV e EDS fibras tratadas com TEOS: (a) MEV; (b) EDS; (c) Ampliação.	49
Figura 20 - Absorção de água das fibras com e sem tratamento.	51
Figura 21 - Espectro de FTIR da amostra de fibra sem tratamento de pupunha e tratada com TEOS.	52
Figura 22 - Termograma das fibras de pupunha não tratadas.	54
Figura 23 - Termograma das fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%).	56
Figura 24 - Curvas DSC das fibras de pupunha com e sem tratamento.	57
Figura 25 - Espalhamento das argamassas dos traços: (a) 1:2; (b) 1:3 e (c) 1:4.	59
Figura 26 - Índice de consistência para os diferentes tipos de traços do estudo.	60
Figura 27 - Espalhamento sem uso do aditivo: (a) Ref.; (b) 1%; (c) 1,5% e (d) 2%.	61
Figura 28 - Argamassa após ensaio de consistência: (a) FS1; (b) FS1,5; (c) FS2; (d) FT1; (e) FT1,5 e (f) FT2.	62
Figura 29 - Resultado de absorção por amostra estudada.	63
Figura 30 - Resultado de índice de vazios por amostra estudada.	65
Figura 31 - Ensaio de capilaridade: (a) amostras; (b) compressão diametral; (c) amostra após compressão; (d) altura máxima da curva d'água.	66
Figura 32 - Altura interna máxima da água dos corpos de prova por ascensão capilar.	67
Figura 33 - Corpos de prova após ensaio de capilaridade: (a) FS1; (b) FS1,5; (c) FS2; (d) FT1; (e) FT1,5 e (f) FT2.	68

Figura 34 - Curva de absorção capilar média por traço.	69
Figura 35 - Resistência à compressão média após 28 dias.	70
Figura 36 - Resistência à tração média após 28 dias.	72
Figura 37 - Amostras das argamassas durante microscopia: (a) Referência; (b) FS1 e (c) FT1.	74
Figura 38 - Microscopia da argamassa referência e ampliações: (a) Poro; (b) Ampliação do poro em 3 mil vezes e (c) Ampliação 18 mil vezes.	76
Figura 39 - Microscopia de poros de argamassas: (a) Referência; (b) FS1 e (c) FT1.	77
Figura 40 - Microscopia de argamassas com fibras tratadas com TEOS: (a) Poro e (b) Ampliação do poro.	78
Figura 41 - Fibras na matriz cimentícia: (a) Fibras de pupunha sem tratamento; (b) Fibras de pupunha tratadas com TEOS.	79
Figura 42 - Microscopia de fibras tratadas com TEOS.	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Caracterização físico-química do cimento CII-Z-32.	31
Tabela 2 - Massa específica da areia.	32
Tabela 3 - Massa unitária da areia.	32
Tabela 4 - Granulometria da areia.	33
Tabela 5 - Esquema de ensaios para amostras no estado endurecido.	37
Tabela 6 - Quantidade de fibras retidas por peneira.	44
Tabela 7 - Traços e seus respectivos índices de consistência.	58
Tabela 8 - Traços experimentais e seus respectivos IC's.	60
Tabela 9 - Traços corrigidos com aditivo superplastificante.	62
Tabela 10 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na absorção por imersão dos corpos de prova.	64
Tabela 11 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas no índice de vazios dos corpos de prova.	65
Tabela 12 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na capilaridade dos corpos de prova.	69
Tabela 13 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na resistência à compressão dos corpos de prova.	72
Tabela 14 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na resistência à tração na flexão dos corpos de prova.	73

LISTA DE SIGLAS

a/c – Fator água/cimento
ABNT – Associação brasileira de normas técnicas
CP II - Z – 32 – Cimento Portland composto com pozolana
CPC – Cimento Portland comum
DSC Calorimetria Exploratória Diferencial (*Differential scanning calorimetry*)
DTG – Primeira derivada da curva de termogravimetria
EDS – Espectroscopia de energia dispersiva (*Energy dispersive spectroscopy*)
EMBRAPA – Empresa brasileira de pesquisa agropecuária
EUA – Estados Unidos da America
FEG – Canhão de emissão de campo (*Field emission guns*)
FS – Fibras sem tratamento
FT – Fibras tratadas com tetraetil ortosilicato
FTIR-ATR – Infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada
IBGE – Instituto brasileiro de geografia e estatística
IC – Índice de consistência
MEV – Microscopia eletrônica de varredura
MMA – Ministério do Meio Ambiente
MPa – Megapascal
NaOH - Hidróxido de sódio
NBR – Norma brasileira
NM – Norma mercosul
SEM – *Scanning electron microscope*
TEOS – Tetraetil ortosilicato
TG – Termogravimetria

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 OBJETIVOS	12
2.1 OBJETIVO GERAL	12
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	12
2.3 JUSTIFICATIVA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA	13
2.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	14
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1 PUPUNHEIRA (BACTRIS GASIPAES KUNTH)	15
3.2 FIBRAS NATURAIS.....	20
3.3 COMPÓSITOS COM FIBRAS NATURAIS	22
3.4 TETRAETIL ORTOSILICATO (TEOS).....	25
4 MATERIAIS E MÉTODOS	28
4.1 FIBRA DE PUPUNHA.....	28
4.2 TRATAMENTO DAS FIBRAS	29
4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA.....	30
4.4 CIMENTO	31
4.5 AGREGADO MIÚDO	31
4.6 COMPÓSITO	34
4.7 ENSAIO NO ESTADO FRESCO	35
4.7.1 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA	35
4.8 ENSAIO NO ESTADO ENDURECIDO	37
4.8.1 ENSAIOS MECÂNICOS.....	37
4.8.2 ABSORÇÃO, ÍNDICE DE VAZIO	39
4.8.3 CAPILARIDADE	40
4.9 INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR-ATR).....	41
4.10 ANÁLISE TÉRMICA TG/DTG/DSC.....	42
4.11 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	42
4.12 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	42
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	44
5.1 ETAPA 1: CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAS	44
5.1.1 FIBRAS DE PUPUNHA	44
5.1.3 ESPECTROSCOPIA POR DISPERSÃO DE ELÉTRONS (EDS).....	46
5.1.4 ABSORÇÃO DE ÁGUA.....	50
5.1.5 INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR-ATR)	51
5.1.6 ANÁLISE TÉRMICA TG/DTG/DSC	53
5.2 ETAPA 2: ENSAIOS NO ESTADO FRESCO E ENDURECIDO	58
5.2.1 COMPÓSITO CIMENTÍCIO	58
5.2.2 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA (IC)	58
5.2.3 ABSORÇÃO, ÍNDICE DE VAZIOS.....	63
5.2.4 CAPILARIDADE	66
5.2.5 ENSAIOS MECÂNICOS.....	70
5.2.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	74
5.3 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	80
6 CONCLUSÕES	82
6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
REFERÊNCIAS	84

1 INTRODUÇÃO

O cimento Portland foi desenvolvido pelo construtor inglês Joseph Aspdin e foi patenteado no ano de 1824, que recebeu este nome por apresentar cor e propriedades de durabilidade e solidez semelhantes às rochas encontradas na ilha britânica de Portland (Castro, 2021). Os principais constituintes do cimento Portland comum (CPC) são o clínquer e a gipsita, que ao serem misturados à água passam por um processo chamado de hidratação, resultando na formação de uma matriz sólida. Devido a sua capacidade de resistir às tensões de compressão desenvolvidas em uma estrutura, o cimento Portland tornou-se um dos materiais mais consumidos na construção civil (Chaves, 2022; Sousa, 2019).

Nas últimas décadas tem surgido estudos tratando da adição de materiais no cimento com a finalidade de aprimorar o desempenho mecânico dos materiais cimentícios. Este é o caso das pastas, argamassas e concretos reforçados com fibras, que estudos recentes têm confirmado o ganho de desempenho relacionado a adição desses materiais em matriz cimentícia (De Azevedo *et al.*, 2021; Rapoport; Shah, 2005; Urrea-Ceferino *et al.*, 2017; Wei; Meyer, 2014). Partindo desse pressuposto, pode-se citar que materiais compósitos são aqueles, cujo unidos por dois ou mais materiais tem o objetivo de corrigir a deficiência dos mesmos, criando um produto novo com as melhores propriedades individuais de cada um (Fontes, 2013).

O Brasil se configura como o país com a maior biodiversidade do mundo, pois são mais de 116.000 espécies animais e mais de 46.000 espécies vegetais conhecidas no país, espalhadas pelos seis biomas terrestres e três grandes ecossistemas marinhos (Ministério do Meio Ambiente, 2022). Nesse contexto, temos destaque sob o ponto de vista econômico para a pupunheira (*Bactris gasipaes kunth*), uma espécie vegetal nativa da região amazônica no qual seus frutos são amplamente utilizados na culinária, pois são ricos em amido, vitamina A e óleo (Flores *et al.*, 2019). Além dos frutos, o palmito é extraído dessa planta e bastante consumido pela população nacional, uma vez que segundo dados da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA (2022) o Brasil é o maior produtor e consumidor de palmito do mundo, além do mais, também é o maior exportador, aproximadamente 95% de todo o palmito consumido no mundo, sendo 90% de origem extrativista. Segundo Magalhães *et al.* (2022), do tronco da planta, o palmito representa apenas 30% de sua

seção transversal comestível, ou seja, a capa protetora representa os outros 70% que se tornarão resíduos sem nenhum valor agregado.

A utilização desse resíduo em compósitos cimentícios deve ser feita com cautela, pois, segundo autores, a utilização de fibras vegetais em ambientes cimentícios são responsáveis por degradar as mesmas (Santos *et al.*, 2021; Urrea-Ceferino *et al.*, 2017). Uma das alternativas que vem sendo estudada é a utilização do tetraetil ortosilicato (TEOS), pois o mesmo é um reagente que ao ser hidrolisado, tem a capacidade de formar siloxano, ou seja, um gel de partículas muito pequenas de sílica sobre superfícies (Pinto; Rodrigues, 2012). Portanto, maneiras de trabalhar com fibras vegetais em meio alcalino tem sido um desafio. Sendo assim, trabalhos tem surgido com a proposta de tornar a fibra mais resistente a degradação quando estiver em contato com a química do cimento utilizando o TEOs como agente de tratamento das fibras (Boix *et al.*, 2019; Tessaro *et al.*, 2021).

Partindo do princípio da sustentabilidade, ou seja, visando o melhor aproveitamento social, econômico e ambiental, além de buscar modelos alternativos de reutilizar esse resíduo da capa do palmito pupunha de forma eficiente, o presente trabalho busca alternativas de inserir esse resíduo agropecuário em matrizes cimentícias, trazendo a possibilidade para os pequenos produtores rurais utilizarem essas fibras em suas construções, que não exijam grandes desempenhos estruturais, bem como também realizar tratamento químico das fibras com tetraetil ortosilicato (TEOS).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral desse trabalho foi investigar o comportamento de compósitos cimentícios reforçados com fibras sem tratamento e tratadas com TEOs (tetraetil ortosilicato) sob perspectiva das propriedades físicas, mecânicas e microestrutural.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

O planejamento experimental do presente estudo, permitirá avaliar a interação da substituição da areia de compósitos cimentícios por diferentes teores fibras da capa

do palmito pupunha, sua influência na matriz cimentícia além de sua resistência mecânica para reaproveitamento sustentável desse passivo ambiental. Desta forma, os objetivos específicos do presente trabalho são:

- Obter compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais secas e tratadas com TEOS;
- Caracterizar o comportamento mecânico dos compósitos cimentícios;
- Verificar a interação de diferentes teores de fibras vegetal na absorção, índice de vazios, capilaridade e microestrutura dos compósitos cimentícios.

2.3 JUSTIFICATIVA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA

Durante as últimas décadas, problemas ambientais, econômicos e sociais têm gerado preocupação em relação ao uso de matéria-prima de forma racional e limpa. A crescente da consciência ambiental com os interesses da comunidade, novas diretrizes de uso do meio-ambiente e consumo de combustíveis fósseis, tem impulsionado estudos de materiais ecologicamente corretos. Partindo dessa ideia, podemos citar as fibras vegetais, que são um material abundante e biodegradáveis. Por definição as fibras são materiais muito finos que apresentam uma grande diferença de proporção entre seu comprimento em comparação com a sua dimensão transversal máxima, destacando-se pela sua flexibilidade, finura e tenacidade (Fibrenamics, 2022).

Além disso, regiões de baixo desenvolvimento humano (IDH) como a região do litoral paranaense, tem ganhado destaque pelo trabalho da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA com os pequenos produtores rurais promovendo a produção o cultivo pupunheira e a produção do palmito. Contudo, o desenvolvimento desta cultura tem contribuído para aumento de resíduo agroflorestal gerado na durante a extração do palmito. Em proporção 70% do caule da pupunheira é composto por bainhas, enquanto 30% é a parte comestível, ou seja, o palmito. A bainha interna é mais clara, enquanto a externa é verde e assim como a porção caulinar, ambas são descartadas no processamento da pupunheira. (Bolanho *et al.*, 2013).

Diante da grande quantidade resíduo agroindustrial gerado pela produção do palmito pupunha e da sua crescente produção, consumo e exportação nos últimos anos, notou-se a viabilidade de realização deste trabalho visando o reaproveitamento

da capa da pupunheira. O trabalho tem por foco a utilização das fibras provenientes da capa do palmito pupunha como aditivo em compósitos de matriz cimentícia. A caracterização sob aspectos mecânicos e morfológicos visa entender o comportamento das fibras vegetais em ambientes altamente alcalinos, como é o caso dos materiais cimentícios. Além de incentivar a produção de pesquisa de novos trabalhos que relacionem compósitos cimentícios e fibras da pupunheira, visto que não existem trabalhos literatura que utilizem estas fibras para este fim.

2.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho está dividido em 5 partes, sendo a primeira uma introdução ao tema, os objetivos, justificativas e contribuição científica.

Na segunda parte, é desenvolvida uma revisão bibliográfica sobre a pupunheira, fibras sem tratamento, compósitos cimentícios reforçados com fibras e teatraelil ortosilicato, produzindo-se um levantamento das produções mais pertinentes ao tema.

Na terceira parte, é apresentado os materiais e métodos utilizados assim como o planejamento experimental e as variáveis de análise.

No quarto capítulo foram apresentados os resultados e as discussões acerca do tema, abordando os parâmetros obtidos por autores relevantes na literatura.

O quinto e último capítulo finalizou-se o trabalho com as principais conclusões obtidas com a execução das metodologias utilizadas e sugestões para trabalhos futuros.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PUPUNHEIRA (BACTRIS GASIPAES KUNTH)

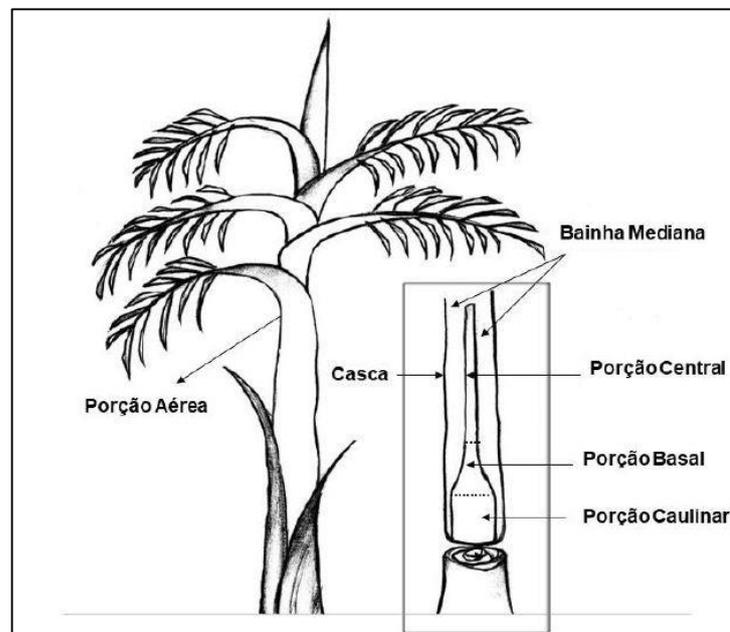
A pupunheira (*Bactris gasipaes* Kunth) é uma espécie de palmeira, encontrada em clima tropical, que apesar de nativa da região amazônica, desenvolve-se bem em regiões de precipitação e umidade semelhantes às encontradas na floresta amazônica (Morsbach *et al.*, 1998). Essa adaptação ao clima do sul do Brasil levou a elaboração de estudos da implementação dessa cultura. Por volta da década de 1980, a pupunha começou a ser introduzida na região sul do Brasil com o objetivo de reduzir a extração desenfreada de outras palmeiras, como açai (*Euterpe oleracea*), juçara (*Euterpe edulis*), bem como também pelo valor econômico agregado a produção do palmito conforme suas características de perfilhamento, palatabilidade, precocidade e rusticidade (Morsbach *et al.*, 1998). Gottardi *et al.* (2021) afirma que o açai, juçara e pupunha foram inseridas no Paraná em 1987 visando elaborar estudos sobre a planta que melhor se adaptava ao meio, sendo a pupunha a que obteve os melhores resultados.

Esta palmeira tem ganhado espaço entre as demais espécies cultivadas de palmitos no Brasil, devido em grande parte, de suas características renováveis. A maior parte desse avanço, se deu pela proibição da extração de palmito juçara em florestas e o aumento da procura por consumidores buscando um produto mais sustentável (Bayão *et al.*, 2017). Além disso, a procura em desenvolver técnicas de cultivos mais eficientes de produção está associada a concorrência no mercado internacional. Segundo Bergo *et al.* (2013) e Bayão *et al.* (2020) países como Costa Rica, Equador são os grandes concorrentes do Brasil, porém os EUA (Havai), França (Ilha da Reunião), Indonésia e Malásia também tem desenvolvido suas produções de palmito. Essa cultura tem sido de grande importância para a economia do Brasil nas últimas décadas. Em 2012 os EUA foi o maior comprador do palmito brasileiro, representando 63% das exportações desse produto (Anafalos *et al.*, 2017).

De acordo com Fermino *et al.* (2014), a crescente demanda mundial e a extração desenfreada das palmeiras no berço da floresta, sem a preocupação do replantio das árvores extraídas, causaram o aumento da procura por espécies mais precoces em produzir. O autor complementa que o tempo de maturação da palmeira varia conforme a espécie, como por exemplo as espécies Palmeira-real-australiana e

a Juçara possuem 4 e 8 anos de cultivo para serem extraídas, respectivamente. Em comparação com essas duas espécies de palmeiras, o palmito pupunha (*Bactris gasipaes* kunth), possui grande vantagem pois, segundo a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA (2019), a pupunha atinge idade de maturação para produção de palmito por volta dos 15 meses após o plantio, possuindo 165 cm de altura e diâmetro do caule de 12 cm, fornecendo palmito a cada 3 ou 4 meses após a última extração. Nas Figura 1 e Figura 2 são apresentados esquemas da pupunheira em idade de colheita, do palmito, bem como suas divisões e proporções.

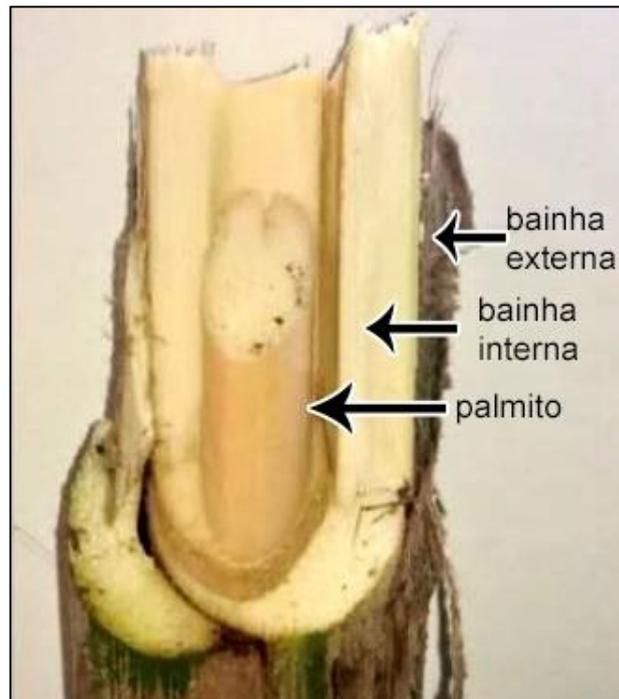
Figura 1 - Pupunheira (*Bactris gasipaes*) e a identificação de suas porções.



Fonte: Adaptado de Bolanho *et al.* (2013).

Modolo *et al.* (2020) afirma que o tempo ideal de corte das primeiras hastes da pupunheira pode chegar até 36 meses, isso irá depender da genética da planta, manejo adequado, irrigação, clima, espaço entre palmeiras, adubo utilizado, tipo e características do solo. Contudo, o crescente trabalho da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA em desenvolver estudos para melhorar a qualidade das plantações de pupunheira, fornecer tecnologia e treinamentos nas regiões Sul e Sudeste tem ampliado a disseminação do cultivo por pequenos produtores rurais nessas regiões.

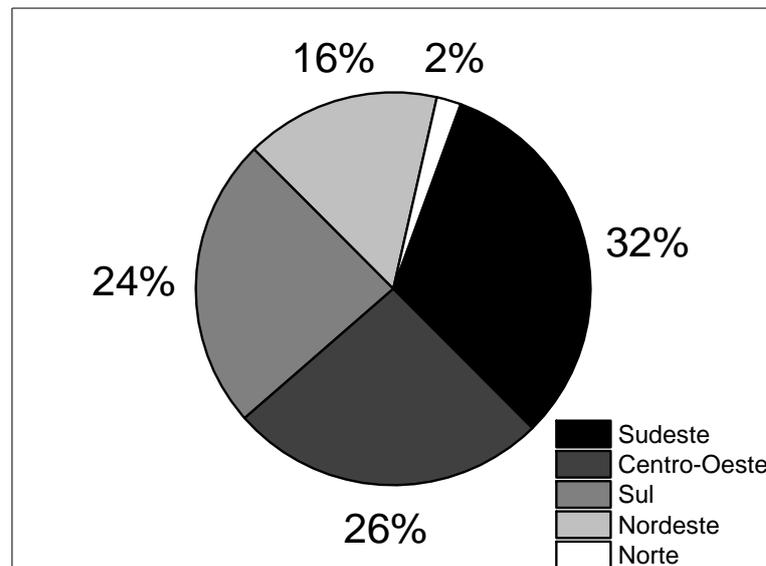
Figura 2 - Caule da pupunheira cortado.



Fonte: Adaptado de MAGALHÃES et al. (2021).

Segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE (2022) a Figura 3 demonstra a representatividade do somatório total, em porcentagem, da produção do palmito de acordo com as regiões do Brasil, entre os anos 2000 a 2020. Em destaque para as regiões Sul e Sudeste que somadas, representam 56% de toda a produção de palmito em território brasileiro.

Figura 3 - Porcentagem de produção de palmito no Brasil em toneladas por região (2000-2020).



Fonte: Adaptado de IBGE (2020).

Apesar de grande e crescente interesse econômico sobre essa palmeira, a produção de palmito gera uma grande quantidade de resíduos, sejam eles durante ou após a colheita. Após a colheita apenas 400 g de palmito é comercializado enquanto que 13 kg, ou seja, desperdício de até 97% de despojos são gerados em proporção sem nenhum proveito sustentável, sejam eles *in situ* (estipes e folhas) ou da indústria de conservas (capa do palmito) (Fermino *et al.*, 2014; Zanini *et al.*, 2021). Os resíduos deixados na plantação servem de adubo verde e ração animal, porém o volume é significativo causando o acúmulo de resíduo que podem causar problemas inerentes ao descarte de lixo comum, como por exemplo vetores de doenças, decomposição, produção de chorume e consequentemente contaminação de solo e lençóis freáticos (Bayão *et al.*, 2019; Gottardi *et al.*, 2021;).

Uma das maneiras de diminuir que todo esse resíduo seja descartado é encontrar maneiras de reutiliza-lo, para isso, esse material descartado pode gerar renda para os pequenos produtores, encontrando alternativas de seu uso, mitigando os danos ambientais causados pela disposição desordenada dos resíduos, reaproveitando e produzindo produtos artesanais, ou seja, através da produção de compósitos, causando a diminuição desse passivo ambiental (De Paula *et al.*, 2021; Magalhaes *et al.*, 2021).

No trabalho de Quinaya, Da Silva e D'Almeida (2016) foram utilizadas resíduo de fibras pupunheira e de coco para produzir painéis aglomerados de baixo custo e fácil produção, analisando suas propriedades mecânicas em comparação aos painéis convencionais de madeira produzidos no mercado. Os materiais utilizados foram resíduos de fibras de pupunheira (Pejibaye) e coco (Coir) picadas em dimensões médias de 10 a 20 mm comprimento. Foi utilizada também resina de poliuretano (PU) produzida a partir de óleo de mamona. Foram elaborados três tratamentos: Pejibaye-PU; Coir-PU; Pejibaye-Coir-PU. Foi utilizada a proporção em massa de 70/30 para fibra-resina, contudo, no painel com híbrido, a proporção utilizada de massa para cada fibra foi 50/50. Nos resultados, os autores identificaram que os painéis produzidos tiveram um desempenho semelhante a painéis aglomerados de resíduo de bagaço de cana. Contudo, o aglomerado híbrido coco-pupunha obteve os melhores resultados mecânico e de densidade. Todos aglomerados produzidos obtiveram resistência a flexão e densidade semelhantes os painéis convencionais, sendo assim uma opção viável de ser produzido e comercializado.

Bacellar e D'Almeida (2010) estudaram as propriedades mecânicas da pupunheira como uma alternativa sustentável de substituição da madeira de mobílias e de fins construtivos proveniente de outras árvores mais nobres como: jatobá, maçaranduba. Também foi comparada as propriedades mecânicas em relação a um compósito de fibra de vidro. Os autores realizaram testes de resistência à flexão, tração, abrasão e cisalhamento em corpos de prova fabricados. Flexão (180 x 25,4 x 10 mm); compressão (seção retangular: 20 x 30 x 50 mm); abrasão (cilindros de 6 mm de altura e diâmetro de 16 mm) e cisalhamento (50 x 20 x 3 mm). Além de análises mecânicas, foram feitas análises térmicas a fim de analisar a o processo de degradação, com amostras pulverizadas de massa média 5,2 mg com picos de calor de 30°C a 650°C fazendo uso das seguintes taxas de aquecimento 10 °C/min, 20 °C/min, 30 °C/min e 40° C/min. Para os resultados, os autores encontraram valores mecânicos semelhantes a madeiras mais comumente utilizadas, além de observarem alto desgaste em relação as madeiras mais duras. As análises térmicas indicaram perda de massa média de 8,12% e degradação térmica com pico na temperatura de 368 °C que é próximo ao encontrado na literatura para degradação térmica da celulose.

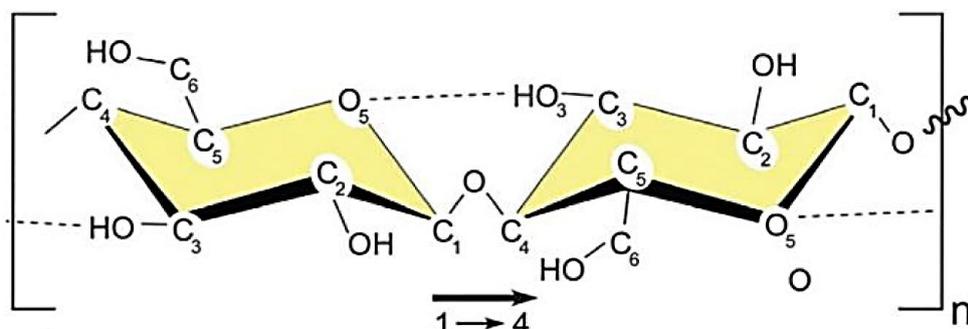
3.2 FIBRAS NATURAIS

Existe uma grande variedade de fibras no mundo, sendo classificadas em naturais e artificiais. As fibras naturais podem ser subdivididas em fibras de origem animal (lã, feltro de pele), mineral (amianto) ou vegetal (cânhamo, kenaf, madeira, sisal, juta, linho), por outro lado as de origem artificial são classificadas em minerais (fibra de vidro, lã mineral, lã de vidro) ou poliméricas (poliéster, polipropileno) (Berardi; Iannace, 2015).

As fibras vêm sendo utilizadas em compósitos na construção civil, em particular as fibras vegetais, principalmente pelas vantagens de serem, renováveis, abundantes e de reposição rápida (Petroudy, 2017; Quinaya *et al.*, 2016). Além disso, Zhang *et al.* (2020) enunciaram em seu trabalho que as fibras inibem a iniciação e propagação de trincas; atenuam a progressão das microfissuras evitando desta forma a ruptura repentina.

Essas fibras são formadas principalmente por celulose, lignina e hemicelulose, porém a maior parcela da fibra é constituída por celulose. A celulose representa de 40 a 45% das plantas (Petroudy, 2017). Estes componentes estão dispostos nas plantas da melhor forma possível, sendo a hemicelulose a substância ligante nas microfibrilas de celulose, que possuem a geometria semelhante a bastões, paralelamente, a lignina é uma substância incrustante responsável por endurecer a parede celular (Petroudy, 2017).

Figura 4 - Esquema de uma única unidade de repetição de cadeia de celulose.



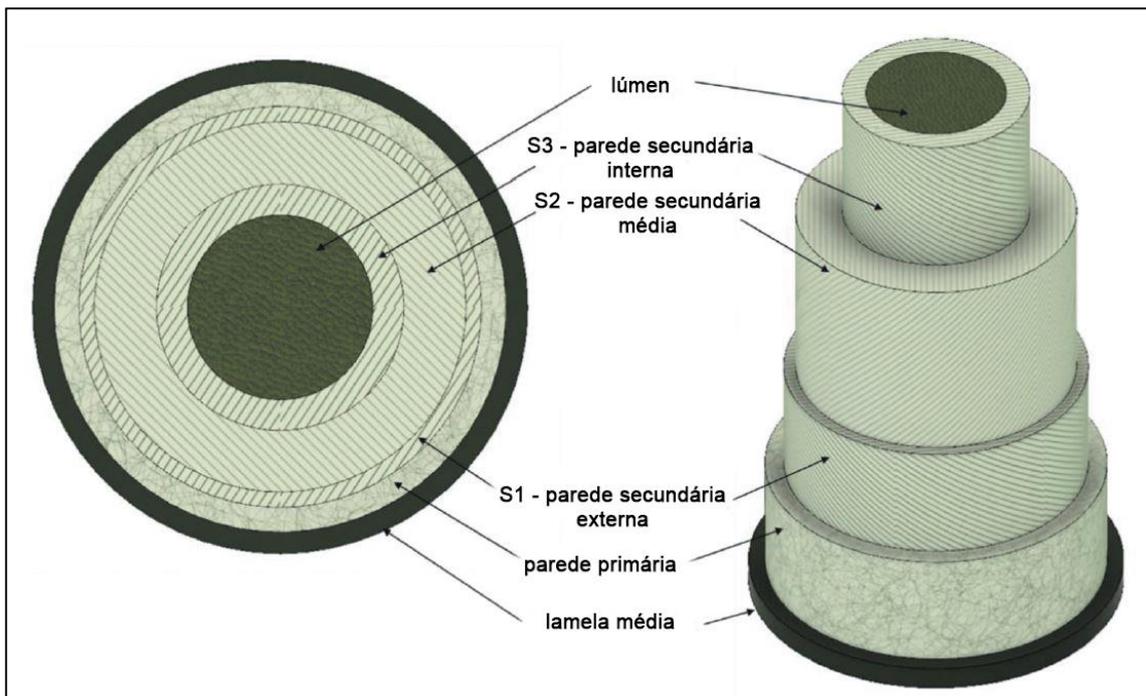
Fonte: Santos *et al.* (2021).

Na Figura 4 é apresentada a unidade básica da celulose, onde são vistas duas moléculas de anidroglicose ($C_6H_{10}O_5$), que estão unidas por um átomo de oxigênio

nos carbonos C1 e C4. Essa ligação dos carbonos C1 e C4 é denominada β -1-4 glicosídica podendo se repetir até 15.000 vezes (Santos *et al.*, 2021). Devido a esta repetição de unidade básica, a celulose pode ser classificada como um polímero natural.

De acordo com Lecompte *et al.* (2015), as fibras vegetais já são um insumo acessível em países em desenvolvimento, no qual na maioria dos casos, essas fibras são provenientes de resíduos agrícolas, ou seja, são consideradas material útil na cadeia produtiva. Existe uma grande quantidade de fontes para extração dessas fibras, pois além das plantas cultivadas para este fim, como juta, sisal entre outras, é possível obter fibras lignocelulósicas a partir de resíduos de culturas com fins alimentícios, farmacêuticos, ornamentas entre outros (Quinaya *et al.*, 2016). Na Figura 5 é apresentado um esquema da seção transversal e da nomenclatura da estrutura das fibras vegetais.

Figura 5 - Representação esquemática da estrutura da fibra vegetal.



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

Nesse esquema, a parte central da fibra vegetal é denominada lúmen, ou seja, essa é a estrutura responsável pelo transporte de nutrientes e água na planta. De acordo com Petroudy (2017), a diferença das células vegetais para as células animais é o revestimento da parede celular das plantas, pois a mesma possui uma alta rigidez

e a dimensão da parede pode variar conforme a necessidade estrutural da planta. As demais estruturas são camadas que protegem o lúmen, bem como estruturas que dão resistência a planta. Essa parede é dividida em camadas denominadas de lamelas média, parede primária e parede secundária onde são encontradas as microfibrilas, sendo a parede secundária subdividida em S1 externa, S2 média e S3 interna (Chokshi *et al.*, 2020).

3.3 COMPÓSITOS COM FIBRAS NATURAIS

Materiais compósitos, são a união de dois ou mais materiais, tendo suas propriedades individuais melhoradas conforme as propriedades físicas e mecânicas obtida após combinação, ou seja, possui desempenho superior em comparação aos seus materiais constituintes analisados isoladamente (Sanal; Verna, 2019).

Atualmente materiais cimentícios são aprimorados mecanicamente utilizando adição de fibras sintéticas devido, principalmente, por não apresentarem reações em contato com o cimento, bem como suas dimensões de produção padronizadas pela indústria. Alguns exemplos são as fibras de aço, vidro e polímeros que visam a melhorar as características de resistência à flexão, tenacidade e mecânicas de uma peça (Lecompte *et al.*, 2015).

Nas últimas décadas, a incorporação de fibras de cunho vegetal em compósitos cimentícios, argamassas e concretos tem sido estudada devido suas propriedades de contribuir para o aumento de desempenho mecânico, por serem ecológicas e abundantes. As fibras a base de celulose, possuem boa resistência a rigidez e alto módulo de elasticidade em comparação com as fibras artificiais, como por exemplo o polipropileno (C_3H_6) e o poliéster ($C_{10}H_8O_4$) (Peters *et al.*, 2010).

Contudo, apesar da evidência de resultados mecânicos promissores, a deterioração dessas fibras em matriz cimentícia é o maior problema de utilização desses materiais. Pois é necessária cautela ao utilizar essas fibras em materiais cimentícios, devido à alta alcalinidade da química do cimento de degradar e reduzir as propriedades mecânicas (Peters *et al.*, 2010; Santos *et al.*, 2021; Urrea-Ceferino *et al.*, 2017).

Durante a hidratação do cimento, são formados os silicatos de cálcio hidratado (C-S-H), hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$), entre outros compostos alcalinos, que são os

responsáveis pelo ataque alcalino as fibras lignocelulósicas causando a deposição desses minerais nas fibras (Wei; Meyer, 2014).

No trabalho de Correia, Santos e Savastano (2015), os autores avaliaram as características físicas e mecânicas em compósitos cimentícios reforçados com microfibras e nano fibras. Foram preparados corpos de prova com proporções de 9% de polpa de eucalipto e 8% de polpa de eucalipto mais 1% de celulose nanofibrilada.

Em seu trabalho, os autores descrevem com detalhes o processo e equipamentos para obtenção das nanofibrilas, que tem como matéria-prima a eucalipto fornecido por empresa parceira. Essas fibras foram dispostas em matriz cimentícia composta por cimento Portland tipo V-ARI e metacaulim 40 HP para substituição parcial do cimento.

Foram produzidas placas finas nas dimensões 200 x 200 x 5 mm. Após sua produção, as placas foram colocadas em sacos por dois dias e em seguida submetidas pelo processo de carbonatação acelerada com dióxido de carbono (CO_2) sob pressão de 20 MPa em banho térmico a uma temperatura de 45°C durante 1 hora, em seguida os corpos de prova foram submetidos a cura em câmara úmida por 5 dias.

Eles constataram que houve menor absorção de água e maior densificação do compósito devido a carbonatação acelerada, pois o carbonato de cálcio (CaCO_3), oriundo da carbonatação, possui maior densidade que o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) produzido na hidratação do cimento. De acordo com os ensaios mecânicos e físicos, os autores concluíram que a carbonatação é eficaz em aprimorar as propriedades dos compósitos.

Urrea-Ceferino *et al.* (2017) estudaram parâmetros ótimos para carbonatação supercrítica em compósitos cimentícios de primeiras idades reforçados com fibras. No estudo, foram utilizados cimento Portland, enchimento de calcário e polpa de celulose branqueada e não branqueada.

Os corpos de prova foram produzidos com dimensões 200 x 200 x 5 mm pelo processo de desidratação a vácuo, em seguida foram submetidos a cura, seguido de carbonatação crítica, com concentrações de CO_2 de 0% a 99,5%. Também foram produzidos corpos de provas nas dimensões 160 x 25 x 5 mm para os ensaios físicos de absorção de água, volume vazios aparente e densidade aparente.

Os autores fizeram diferentes tratamentos, sendo compósitos com polpa de celulose branqueada e não branqueada, com cura de 48hrs e 24hrs, bem como diferentes períodos de carbonatação de 0h, 1h e 2hrs, e de ciclos de envelhecimento

acelerado 0 e 200 ciclos. De acordo com o estudo, os compósitos carbonatados apresentaram maior densidade, menores valores de absorção de água e volume de vazios devido a formação do carbonato de cálcio (CaCO_3). Os corpos de prova com polpa não branqueada tiveram melhor desempenho mecânico que a celulose branqueada.

Por fim concluíram que as polpas branqueada e não branqueada tiveram resultados mecânicos significativos nos compósitos e que a diferença de desempenhos está relacionada com a diferença de cristalinidade das polpas. O tempo de carbonatação de 2hrs e 1h não teve influência significativa nas amostras, pôr fim observaram a diminuição da alcalinidade das amostras causando menor ataque alcalino do cimento às fibras.

Em seu trabalho, Da Silva *et al.* (2017) realizaram um estudo com compósitos cimentícios reforçados com fibras de coco com quatro diferentes combinações e um tratamento controle, sendo duas soluções aderentes e dois agentes de revestimento para estas fibras. As fibras, por sua vez, foram disponibilizadas por uma empresa e possuíam 0,2 mm de dimensões médias de diâmetro. Antes de serem usadas, as fibras foram cortadas com comprimentos de 25 mm e secas por 2 horas em estufa a 100 °C.

Foram utilizados também o cimento Portland padrão tipo V, látex natural extraído de seringueira com concentração 53% (disponibilizado por empresa), e dois agentes de revestimento, como a sílica ativa e o metacaulim. Estes dois materiais pozolânicos possuem químicas diferentes, porém ambos são materiais amorfos e de eficácia comprovada em argamassas e concretos.

Os tratamentos foram organizados na disposição XY, onde X são as soluções aderentes, Y os agentes de revestimento, FN para o compósito para fibras não tratadas e SN para os compósitos sem fibras naturais. As combinações foram: sílica e água; sílica e látex; metacaulim e água; metacaulim e látex; fibras naturais; e sem fibras naturais. Foram elaborados corpos de prova prismáticos que após os 28 dias de cura foram submetidos a cargas de flexão em três pontos.

Os autores descobriram que as amostras: metacaulim e água; sílica e água tiveram desempenho até 11,8% maior que as amostras FN e 36,3% maior que as amostras e SN. Para as amostras com metacaulim e látex; sílica e látex, os resultados foram ainda melhores, obtendo desempenho até 42,2% maior que as FN e 73,4% maior que as SN. Além dos resultados de desempenho, os autores concluíram que o

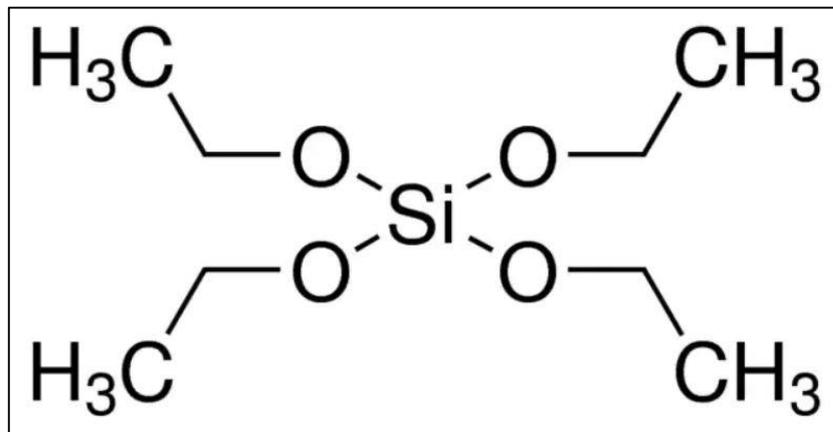
tratamento com sílica e látex obteve a maior taxa de conservação de massa nos testes de degradação das fibras.

3.4 TETRAETIL ORTOSILICATO (TEOS)

Faz parte do senso comum que o silício (Si) pode ser encontrado de forma abundante na natureza. Isto porque a crosta terrestre, na sua grande maioria, é formada por este material combinado com diversos outros materiais (Fogaça, 2022). O silício normalmente é encontrado na forma mais oxidada denominada dióxido de silício ou sílica (SiO_2), onde quatro átomos de oxigênio fazem ligações covalentes com um átomo de silício (Tessaro, 2013). A sílica é encontrada em diferentes formas, sejam elas cristalina, amorfa, e hidratada, ou na forma hidroxilada, também designada como “silanol”. A sílica dependendo da temperatura, pressão, impurezas e combinação com outros átomos, podem ter vários alomorfos: quartzo, quartzito, tridimita, critobalita, opala, argila e a areia.

As misturas do silício com outros elementos formam os chamados grupos silicatos que são aqueles compostos químicos que têm em sua composição base o silício e oxigênio. Alguns exemplos de elementos que formam os silicatos são alumínio, magnésio, cálcio, sódio, potássio ou ferro (Gomes *et al.*, 2018; Schleier *et al.*, 2014). Uma classe de compostos importantes são os alcóxidos de silício que são produzidos industrialmente. Aqui no Brasil temos a fabricação do tetraetil ortosilicato (TEOS), um éster etílico de um ácido ortossilícico utilizado para formar outros compostos baseados em silício, como por exemplo os polímeros (Tessaro *et al.*, 2021). Na Figura 6 temos um esquema da estrutura do TEOS.

Figura 6 - Estrutura do tetraetil ortosilicato (TEOS).



Fonte: Sigma-Aldrich (2022).

O tetraetil ortosilicato é um composto químico que pode formar pequenas partículas de sílica com alta área superficial específica onde há ligações químicas insaturadas (Lima *et al.* 2017), por isso, é utilizado como um agente penetrante. Conforme Barberena-Fernández *et al.* (2015), o TEOS pode ser utilizado para preencher os poros capilares e melhorar a compactação do concreto, uma vez que esse composto pode ser facilmente hidrolisado em géis de $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ após entrar em contato com concreto alcalino. Devido as propriedades mencionadas anteriormente, o TEOS vem sendo utilizado na indústria cimentícia para a preparação de fibras através da técnica sol-gel com a finalidade de aumentar o desempenho desse insumo vegetal dentro de compósitos cimentícios, tornando o material menos reativo com os álcalis do cimento e possibilitando maiores alternativas de uso (ZHANG *et al.*, 2011; TESSARO *et al.*, 2015; BOIX *et al.*, 2020).

Tessaro *et al.* (2015) realizaram um estudo com compósitos cimentícios reforçados com fibras de eucalipto, sendo utilizadas fibras secas, úmidas e fibras tratadas com o tetraetil ortosilicato (TEOS 98%). Dos materiais, foram utilizados o cimento Portland tipo V (alta resistência inicial); fibras de eucalipto obtidas pelo processo de polpação kraft e fibras tratadas em solução elaborada pelos autores com o reagente TEOS 98%. Os autores produziram corpos de provas de dimensões (127 x 12,7 x 4,6 mm) nas seguintes proporções: 0%, 2%, 5% e 10% de adição de fibras em relação a massa do cimento.

Com a impregnação das fibras com TEOS os autores buscavam preencher os poros existentes, tornando este material mais impermeável. Foi observado que o

TEOS tem a capacidade de selar as fibras, permitindo que houvesse grandes alterações na hidratação do cimento. Os autores descobriram que houve uma redução de 32% absorção de água das fibras tratadas com TEOs entre as sem tratamento. O tratamento que obteve maior módulo de elasticidade foi o com adição de 2% e à medida que a porcentagem de fibras aumentava, ocorria a diminuição deste mesmo módulo.

Boix *et al.* (2019) estudaram a influência de tratamentos com solução alcalina, com silanos e com ambos tratamentos em pequenos pedaços de caule de miscanthus, um tipo de planta da família das gramíneas, para a produção de cimento. Para o tratamento alcalino e com silano foram utilizadas as soluções hidróxido de sódio (NaOH) a 5% e TEOs, respectivamente. No tratamento com TEOs, foi realizada emulsões sendo produzidos três tipos: em pH 4, pH 6 e pH 10 durante 2 horas. Os autores constataram que existe uma relação de moléculas de açúcares do caule com a resistência mecânica.

Os autores observaram que o tratamento alcalino é mais eficaz em diminuir a quantidade de moléculas de açúcar superficiais, ou seja, diminuindo a quantidade dessas moléculas a serem absorvida pelo cimento. O tratamento com silano não é menos eficaz nesse ponto. Esses açúcares, segundo os autores, são responsáveis por diminuir o tempo de hidratação do cimento. O tratamento alcalino e com silano tiveram ganho de resistência mecânica, sendo o alcalino de melhor desempenho. Contudo, as amostras com ambos tratamentos obtiveram um desempenho mais de cinco vezes melhor que as amostras sem tratamento.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A utilização de compósitos cimentícios com adição de fibras a partir do reaproveitamento de resíduo agrícola é uma alternativa para o desenvolvimento sustentável de regiões rurais. Os materiais compósitos têm ganhado destaque no meio técnico em função de aprimorar as propriedades dos materiais em função da união de um ou mais componentes. Partindo dessa ideia, o presente estudo visa investigar as propriedades e interações de compósitos cimentícios reforçados com fibras do palmito pupunha como uma alternativa de substituição parcial do agregado miúdo. Visando alcançar os objetivos gerais e específicos do presente estudo serão apresentadas as caracterizações de materiais e os ensaios utilizados, tratamentos e teores de substituição do agregado miúdo.

O procedimento metodológico foi dividido em cinco etapas:

Na primeira etapa foram realizados ensaios de caracterização físicas e químicas para as fibras sem tratamento (FS) e fibras tratadas com tetraetil ortosilicato (FT);

Na segunda etapa, realizou-se a caracterização físicas do agregado miúdo;

Na terceira etapa, foram definidos teores de proporções de cimento, agregado miúdo de 1:3 e fator água/cimento (a/c) de 0,58;

Na quarta etapa foram realizados ensaios de caracterização do índice de consistência em função das porcentagens de substituição de fibras de 0%, 1%, 1,5% e 2%;

Na quinta etapa, realizou-se a moldagem dos corpos de prova para a realização das caracterizações físicas, mecânicas e microestrutural dos compósitos.

4.1 FIBRA DE PUPUNHA

As fibras utilizadas nos compósitos foram obtidas da capa da pupunheira, que por sua vez foi cultivada e cedida por pequenos produtores da região litorânea do Paraná. As fibras possuíam diferentes tamanhos de diâmetro e comprimento, portanto visando utilizar uma quantidade de fibras mais homogêneas as mesmas foram pesadas em balança e em seguida foram separadas através de peneiramento

mecânico com diferentes malhas de peneiras. Essas fibras foram secas a 105 °C até estabilização do peso, e moídas em moinho de facas. Na Figura 7 é possível ver as fibras secas e cortadas.

Figura 7 - Fibras cortadas: (a) fibras grandes e irregulares; (b) fibras cortadas e regulares.



Fonte: Autor (2023).

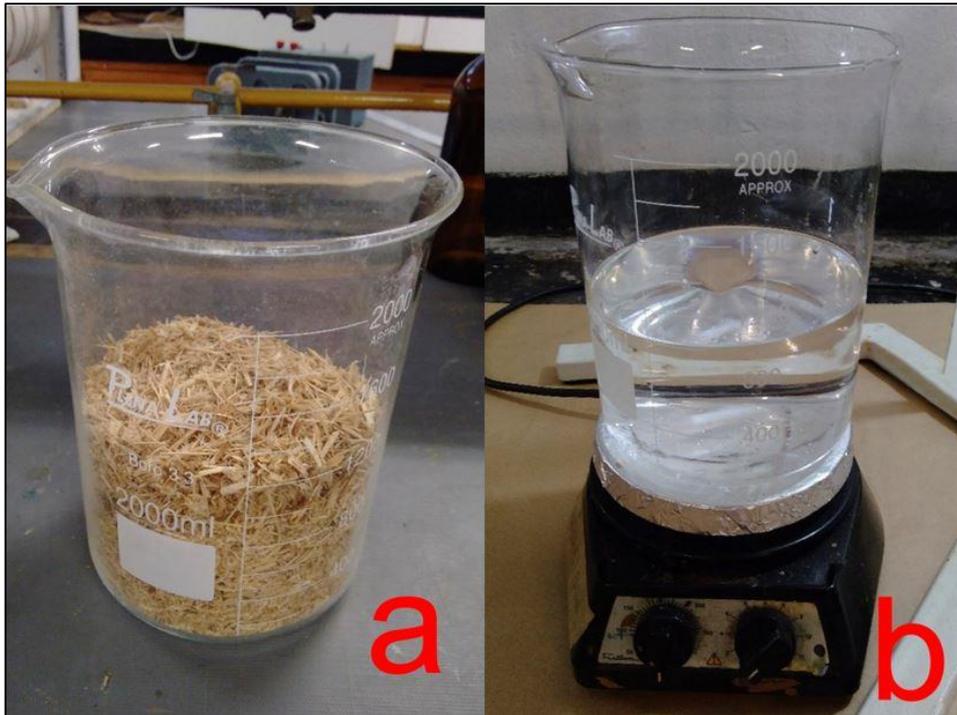
Após secas e cortadas (Figura 7-a), as fibras passaram novamente pelo moinho de facas para diminuir de tamanho (Figura 7-b). Em seguida, foi separada uma amostra de 100g de fibras moídas para peneiramento. As malhas de peneiras e métodos foram os mesmos utilizados para o ensaio de granulometria realizado em agregado miúdo (areia), regido pela norma NBR NM 248 (ABNT, 2003). Após o peneiramento, a quantidade de fibras retidas em cada peneira era pesada em balança.

4.2 TRATAMENTO DAS FIBRAS

Visando uma melhor impregnação das fibras com TEOS (98%), o silano foi hidrolisado em solução aquosa de pH ácido e depois acrescentadas as fibras. Para o tratamento das fibras com TEOS fez-se o uso da metodologia adaptada de Casagrande, Cavalaro e Repette (2018). O método consiste em preparar uma solução de 1:1 de proporção em volume de etanol (C_2H_6O) e água destilada. Foram produzidos 1000 mL de solução. Preparada a solução, fez-se a adição de ácido acético (CH_3COOH) até a solução atingir um pH de $5 \pm 0,2$. Logo após, foi adicionado 1% do

TEOS em proporção ao volume para ser hidrolisado em agitação constante com agitador magnético a 25°C por 60 minutos. Na Figura 8 são apresentadas as fibras e a solução preparada.

Figura 8 - Tratamento das fibras com TEOS (98%): (a) separação das fibras; (b) preparo de solução com TEOS.



Fonte: Autor (2023).

Após os 60 minutos, as fibras foram submersas na solução de TEOS hidrolisado e agitadas manualmente por 10 minutos. Foi utilizada uma proporção de fibras para tratamento de 300 g/L. Logo em seguida o tempo de mistura manual, as fibras foram enxaguadas com água destilada e colocadas para secar em estufa a 130 °C.

4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA

As fibras de pupunha sem tratamento e tratadas com TEOS (98%) foram submetidas ao ensaio de absorção de água utilizando metodologia adaptada de Lopes *et al.* (2011). Uma quantidade de fibras secas era pesada em balança de precisão, em seguida as mesmas eram colocadas em recipiente com água destilada nos tempos de 30 minutos, 2 horas e 24 horas e pesadas. Ao final de cada período de tempo, as

fibras eram secas superficialmente com papel toalha e pesadas. O método de cálculo da porcentagem de absorção é apresentado na equação 1.

$$\text{Absorção de água (\%)} = \left(\frac{m_1 - m_0}{m_0} \right) \times 100 \quad (1)$$

Onde:

m_0 é a massa inicial (seca), em gramas;

m_1 é a massa final (úmida), em gramas.

4.4 CIMENTO

Foi utilizado o cimento da marca Votoran CP II - Z - 32. A justificativa para o uso desse cimento, se dá pelo fato do mesmo ser encontrado e comprado com facilidade, tendo em vista que alguns tipos de cimento são mais difíceis de encontrar no comércio. Como o foco do trabalho é a produção de compósitos a partir da autoconstrução houve a necessidade de uso de cimento local disponível em lojas de materiais de construção, buscando tornar as análises o mais próximo de uma situação real futura. Na Tabela 1 são apresentadas as informações do cimento disponibilizadas pelo fabricante.

Tabela 1 - Caracterização físico-química do cimento CII-Z-32.

Ensaio físico											
Massa espec. (g/cm ³)	Exp. Quente (mm)	Início da pega (min)	Fim de pega (min)	Água de cons. (%)	Blaine (cm ² /g)	Retido na #200	Retido na #325	1 dia (MPa)	3 dias (MPa)	7 dias (MPa)	28 dias (MPa)
2,97	0	320	400	28,2	3550	0,50	9,20	11,90	22,20	27,30	33,70
Ensaio químico											
Perda ao fogo	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO ₃ (%)	CaO Livre (%)	Equiv. Alcalino (%)	Resíduo Insolúvel (%)		
7,40	-	-	-	-	5,60	2,10	-	-	12,20		

Fonte: Votorantim Cimentos (2023).

4.5 AGREGADO MIÚDO

Para produzir o compósito, foi utilizada areia natural média, provenientes de rio da região de Maringá, Paraná. A caracterização da areia foi feita através das normas:

NBR NM 248 (ABNT, 2003), NBR NM 52 (ABNT, 2003) e NBR NM 45 (ABNT, 2008), que por sua vez tratam da determinação de composição granulométrica, massa específica do agregado miúdo e determinação da massa unitária, respectivamente. Para a fabricação da argamassa, foi necessária a utilização de areia que obedecesse aos padrões normativos. Na Tabela 2 são apresentados os resultados do ensaio de determinação da massa específica, pelo método do picnômetro, do agregado miúdo utilizado.

Tabela 2 - Massa específica da areia.

Amostra	Massa seca (g)	Massa picnômetro+água (g)	Massa picnômetro+água+amostra (g)	Massa específica (g/cm³)
1	200	867,00	991,33	2,64
2	200	875,92	999,82	2,63
3	200	898,30	1022,56	2,64
Média				2,64
Desvio Padrão				0,01

Fonte: Autor (2023).

Assim como recomenda a NBR NM 52 (ABNT, 2009), os resultados obtidos após realização do ensaio e suas respectivas repetições, indicam que as amostras não diferem em mais de 0,02 g/cm³ de suas massas específicas, e apresentam valor médio aproximado de 0,01 g/cm³. Estes resultados estão de acordo com as exigências normativas. Já na Tabela 3 estão descritos os resultados para massa unitária do agregado miúdo.

Tabela 3 - Massa unitária da areia.

Massa cilindro (g)	Ensaio Nº	Massa cilindro+amostra (g)	Agregado (g)	Massa unitária (g/cm³)
3160	1	7700	4540	1,534
Volume do cilindro (m³)	2	7680	4520	1,527
2960	3	7680	4520	1,527
Média				1,529
Desvio padrão				0,003

Fonte: Autor (2023).

Conforme recomendação da NBR NM 45 (ABNT, 2006), os resultados apresentados na tabela evidenciam um desvio menor que 1% em relação da média, estando de acordo com os requisitos normativos. Outro parâmetro importante a ser avaliado foi a granulometria da areia que está representada na Tabela 4 e seus respectivos resultados.

Tabela 4 - Granulometria da areia.

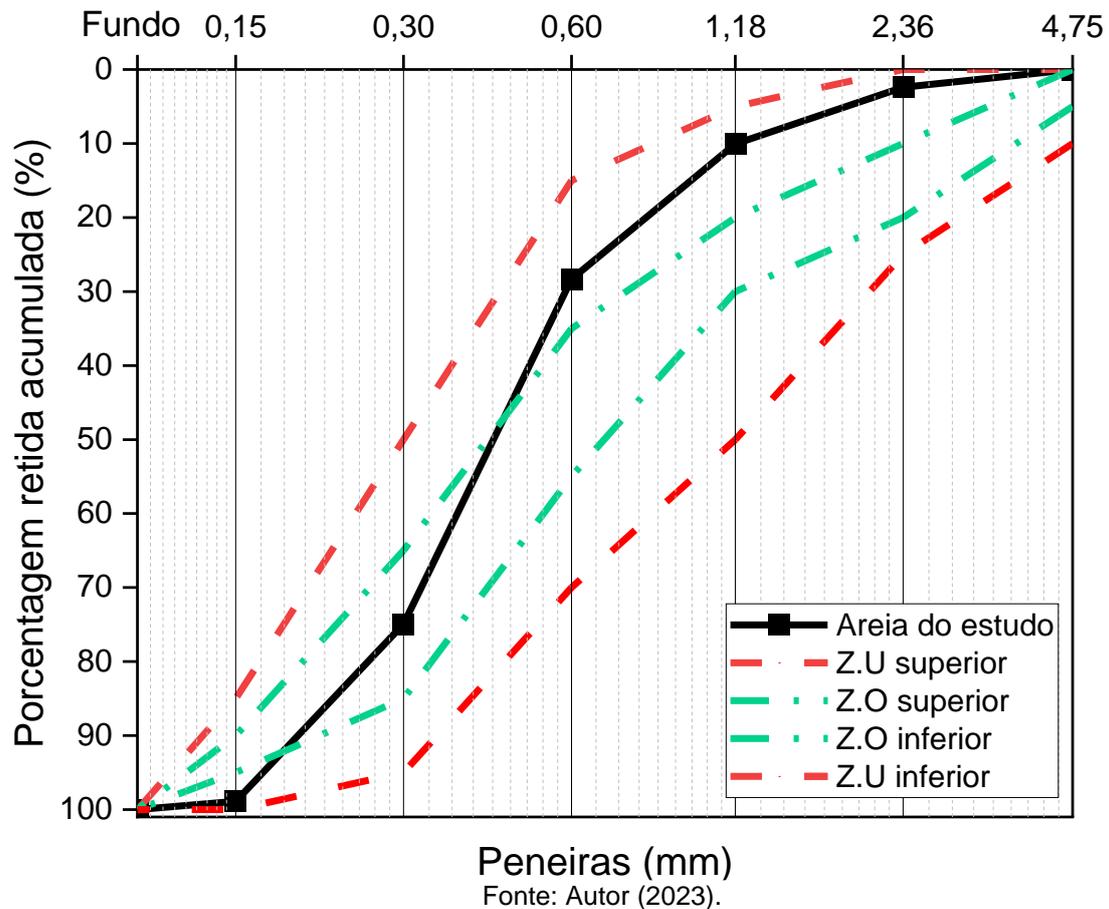
Peneiras (mm)	Massa retida (g)		Massa retida individual (%)		Variação o \pm 4%	Média	Massa retira média acumulada (%)
	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 1	Ensaio 2			
4,75	0	0	0	0	0	0	0
2,36	25,10	23,12	2,51	2,31	0,20	2,41	2,41
1,18	76,65	76,57	7,67	7,66	0,01	7,66	10,07
0,6	181,30	183,77	18,13	18,38	0,25	18,25	28,33
0,3	467	464,97	46,70	46,50	0,21	46,60	74,93
0,15	239,16	240,11	23,92	24,01	0,09	23,96	98,89
Fundo	10,71	11,46	1,07	1,15	0,07	1,11	100
TOTAL	999,92	1000	100	100	0,00	100	-
Módulo de finura							2,15
1,55 < MF < 2,20							Zona utilizável
Dmáx							2,36 mm

Fonte: Autor (2023).

O resultado de granulometria apresentado está de acordo com a NBR NM 248 (ABNT, 2003). A partir da tabela, foi determinado o módulo de finura da amostra que é uma característica de dimensão dos grãos. Com esse resultado pode-se classificar a areia, com utilização da NBR 7211 (ABNT, 2009) como sendo da zona utilizável inferior.

O diâmetro máximo característico, que representa o agregado que possui uma porcentagem retida acumulada igual ou inferior a 5% em massa, que no caso da amostra apresentada foi de 2,36 mm. Com base na Tabela 4 e dados normativos foi possível elaborar um gráfico para mostrar a curva granulométrica da amostra em estudo, ver Figura 9.

Figura 9 - Curva granulométrica do agregado miúdo.



Através da comparação entre curvas de granulometria, a curva da areia do estudo apresentada está dentro da zona utilizável, conforme os limites estabelecidos pela NBR 7211 (ABNT, 2009) que tratam da distribuição granulométrica das zonas ótimas (Z.O) e zonas utilizáveis (Z.U), superiores e inferiores.

4.6 COMPÓSITO

Foram moldados corpos de provas utilizando cimento e areia nas proporções 1:2, 1:3 e 1:4, onde para cada uma parte de cimento eram utilizadas duas, três e quatro partes de areia, respectivamente. Além disso foi utilizada relação água e cimento (a/c) de 0,58 padrão para todos os traços. Em seguida fez-se ensaio da mesa de consistência para definir o traço de melhor trabalhabilidade. Portanto, o traço que obteve melhor trabalhabilidade utilizado foi o de 1:3:0,58 em proporção de massa. Esses valores de massas utilizados no compósito foram determinados através do

ensaio da mesa de consistência (Flow Table) regido pela NBR 13276 (ABNT, 2016). Visando obter a melhor trabalhabilidade da mistura, foi utilizado como parâmetro o índice de consistência igual a $240 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$. Ao todo, foram confeccionados 100 corpos de provas divididos em 42 prismas e 59 cilindros nas dimensões $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}$ e $\text{Ø}50 \times 100 \text{ mm}$, respectivamente.

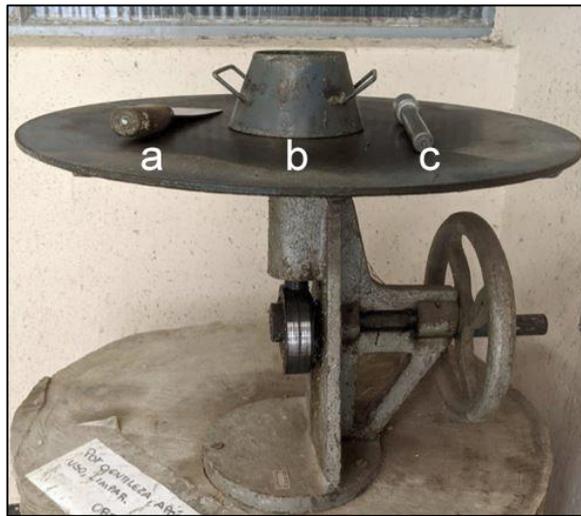
4.7 ENSAIO NO ESTADO FRESCO

4.7.1 Índice de Consistência

Para realizar o ensaio da mesa de consistência, a argamassa é preparada em argamassadeira eletromecânica conforme o procedimento descrito na norma NBR 16541 (ABNT, 2016) que trata do preparo de argamassas e misturas para realização de ensaios.

Com a mistura pronta, o ensaio de índice de consistência prossegue da seguinte forma: o molde é posicionado no centro da mesa, em seguida o material é colocado, com a auxílio da espátula, no molde metálico de geometria semelhante a um tronco de cone em três camadas. A norma pede que sejam colocadas três camadas, uniformemente distribuídas e homogêneas. São aplicados ao total 30 golpes bem distribuídos e homogêneos para compactar a mistura no molde, sendo divididos em 15, 10 e 5, para a primeira, segunda e terceira camada, respectivamente. Na Figura 10 está representada a aparelhagem necessária para realização do ensaio.

Figura 10 - Aparelhagem para ensaio de índice de consistência (Flow Table): (a) espátula; (b) molde cônico; (c) compactador manual metálico.



Fonte: Autor (2023).

Após o preenchimento do molde, caso a mesa tenha material excedente deve-se fazer a limpeza. Logo após a limpeza o molde é retirado com cuidado dando início ao ensaio. Aciona-se a manivela da mesa causando 30 quedas num período de 30 segundos, segundo a NBR 13276 (ABNT, 2016). Ao final do ensaio, o índice de consistência será a média de três medidas de diâmetro do material espalhado na mesa (ver Figura 11).

Figura 11 - Índice de consistência: (a) espalhamento e (b) aferição de diâmetro.



Fonte: Autor (2023).

Após definido o traço de referência, fez-se a substituição da areia pelas fibras tratadas ou sem tratamento, em quantidades mássicas de 1%, 1,5% e 2%. A presença de fibras incorporadas na argamassa resulta na diminuição de sua consistência. Para

contornar esse efeito, optou-se pela incorporação do aditivo superplastificante ADVA 548, desenvolvido pela *GCP Applied Technologies*. Este aditivo, de base química policarboxilato, possui um teor de sólidos situado entre 36% e 40%. A dose recomendada para sua aplicação, em relação à massa do cimento, varia de 0,4% a 1,2%.

4.8 ENSAIO NO ESTADO ENDURECIDO

4.8.1 Ensaios Mecânicos

Com os corpos de prova na idade de 28 dias, foram realizados ensaios no estado endurecido em corpos de prova prismáticos e cilíndricos. Os ensaios realizados foram: resistência à tração na flexão, resistência à compressão, absorção, índice de vazios, capilaridade e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O MEV foi realizado apenas para as amostras de melhor desempenho mecânico, ou seja, compressão e tração. Na Tabela 5 está exemplificada uma relação dos ensaios, normais, corpos de prova, idade e quantidade para as amostras. Quantidade de corpos de prova referente para cada traço utilizado no presente estudo

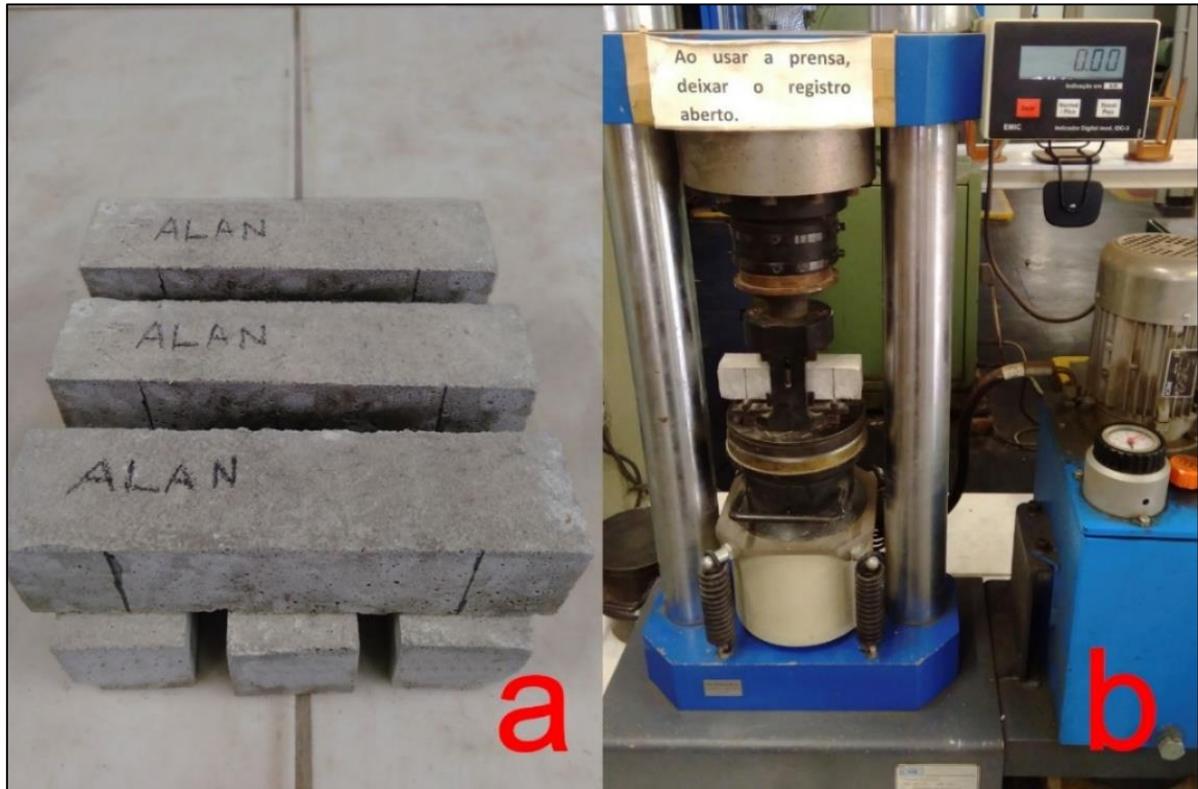
Tabela 5 - Esquema de ensaios para amostras no estado endurecido.

	Resistência à compressão	Resistência à tração na flexão	MEV	Capilaridade	Absorção de água Índice de vazios
Norma	NBR 13279 (2005)	NBR 13279 (2005)	-	NBR 9779 (2012)	NBR 9778 (2005)
Corpo de prova (mm)	prisma 40x40x160	prisma 40x40x160	muito pequena	cilindro Ø50x100	cilindro Ø50x100
Idade (dias)	28	28	28	28	28
Quantidade	6	6	3	4	4

Fonte: Autor (2023).

Para os ensaios de tração e compressão foram produzidos 6 corpos de prova prismáticos, nas dimensões 40x40x160 mm, para serem ensaiados à flexão em três pontos. Após o ensaio de flexão, os corpos de prova foram aproveitados, para realização do ensaio de compressão axial, conforme recomendação da norma NBR 13279 (ABNT, 2005) (ver Figura 12).

Figura 12 - Ensaio mecânico: (a) corpos de prova prismáticos; (b) ensaio de flexão em três pontos.



Fonte: Autor (2023).

Os ensaios seguiram as recomendações da NBR 13279 (ABNT, 2005), para compressão e tração na flexão. Na equação 2 e equação 3, são apresentados os modelos de cálculo da tensão de ruptura dos corpos de prova.

$$\sigma_c = \frac{F}{\pi \times \left(\frac{d}{2}\right)^2} \quad (2)$$

$$\sigma_f = \frac{1,5 \times F \times L}{40^3} \quad (3)$$

Onde:

σ_c e σ_f são tensão de compressão e tração, respectivamente em (MPa);

F é o esforço máximo, em newtons (N);

d é o diâmetro do corpo de prova, em milímetros (mm);

L é a distância entre apoios, em milímetros (mm).

4.8.2 Absorção, Índice de Vazio

Para realizar o ensaio, regido pela norma NBR 9778 (ABNT, 2009), foram utilizados corpos de prova cilíndricos com idade de 28 dias. Inicialmente, ao completar o tempo de 28 dias, os cilindros foram colocados dentro de estufa na temperatura de (105 ± 5) °C por 72h. Após secos, os corpos de prova eram pesados em balança analítica e determinada a massa seca. Em seguida, as amostras eram submersas em água na temperatura (23 ± 2) °C por 72h.

Logo após o tempo submerso, foi realizada a etapa de fervura. A norma recomenda que a ebulição comece após 15 minutos e antes dos 30 minutos. Iniciada a ebulição, os corpos de prova permaneciam por 5h, mantendo o nível da água constante. Em seguida, deixa-se a água esfriar naturalmente.

Com o esfriamento da água, na sequência, as amostras são postas em balança hidrostática, imersas em água, para obter a massa saturada imersa. E na sequência, as amostras são secas com pano úmido e pesadas normalmente em balança analítica para obter a massa saturada. A NBR 9778 (ABNT, 2009) apresenta as equações 4 e 5, para obter os parâmetros de absorção, índice de vazios, respectivamente.

$$A = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (\text{Equação 4})$$

$$I_v = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{m_{\text{sat}} - m_i} \times 100 \quad (\text{Equação 5})$$

Onde:

A é a absorção, expressa em porcentagem (%);

m_s é a massa da amostra seca, após 72h em estufa, em grama (g);

m_{sat} é a massa saturada, após fervura, em grama (g);

I_v é o índice de vazios, em porcentagem (%);

m_i é a massa saturada e imersa em água, após fervura, em grama (g).

Na Figura 13 são apresentados os corpos de prova durante a realização do ensaio de absorção por imersão e índice de vazios.

Figura 13 - Etapas do ensaio de absorção: (a) corpos de prova naturais; (b) após 72h em estufa; (c) após 72h submerso; (d) após 5h de fervura.



Fonte: Autor (2023).

4.8.3 Capilaridade

O ensaio de capilaridade foi executado conforme recomendação da NBR 9779 (ABNT, 2012), utilizando corpos de prova cilíndricos com idade de 28 dias. Inicialmente as amostras foram colocadas em estufas para secar por 72h e depois pesadas para terminar sua massa seca. Após essa etapa os corpos de prova são posicionados em recipiente com água de temperatura constante de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ com imersão parcial. As amostras devem ser posicionadas sobre suportes, de modo a impedir que sua parte inferior toque o fundo do recipiente, deixando a mesma suspensa. Além disso, o nível da água deve estar praticamente constante, de modo que sua altura seja de $(5 \pm 1) \text{ mm}$. Para garantir a altura, são feitas marcações na lateral do corpo de prova, além de acompanhamento para garantir que o nível da água constante.

Iniciada a etapa na água, os corpos de prova devem ser retirados da água com cuidado, secos com pano úmido, pesados em balança analítica e anotados seus respectivos valores. Segundo a NBR 9779 (ABNT, 2012) devem ser adotados os

seguintes tempos de ensaio: 3h, 6h, 24h, 48h e 72h. Após cada pesagem, as amostras devem retornar imediatamente ao recipiente com água.

Ao final da pesagem de 72h, os corpos de prova devem ser ensaiados por compressão diametral conforme recomenda a NBR 7222 (ABNT, 2011), para execução das aferições de medidas da altura que a água subiu, por ascensão capilar, na parte interna do corpo de prova. A altura da ascensão capilar máxima da água deve ser determinada com régua e sua curva deve ser desenhada.

Para o cálculo de absorção de água por capilaridade, para cada tempo de ensaio, a norma recomenda a seguinte equação:

$$C = \frac{A-B}{S} \quad (\text{Equação 6})$$

Onde:

C é a absorção de água por capilaridade, expressas em (g/cm³);

A é a massa da amostra que está com a face imersa em água durante tempo especificado, expressa em (g);

B é a massa da amostra seca em estufa, expressa em (g);

S é a área da seção transversal, expressa em (cm²).

4.9 INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR-ATR)

Para as fibras utilizadas no experimento, ou seja, as fibras de pupunha sem tratamento e fibras tratadas com TEOS (98%), foram realizadas análises pela técnica de Infravermelho por Transformada de Fourier com Reflexão Total Atenuada (FTIR-ATR). A técnica consiste em incidir diversas frequências de ondas luminosas na faixa do infravermelho próximo sobre as amostras. Ao atingir estas amostras o equipamento analisa as ondas refletidas, sendo possível medir a absorbância para cada frequência. Esta técnica permite identificar a presença de grupos funcionais, e a partir desses grupos identificar características de compostos e substâncias químicas presentes.

O equipamento utilizado para realização do ensaio foi um espectrômetro IRPrestige-21 com refletância difusa da marca Shimadzu, modelo DRS-8000. A faixa do espectro de absorbância foi de 4000 a 400 cm⁻¹, com resolução 4 cm⁻¹ e 64 varreduras. Os ensaios ocorreram no Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-Labmu).

4.10 ANÁLISE TÉRMICA TG/DTG/DSC

Foram utilizadas amostras de fibra de pupunha sem tratamento e tratadas com TEOS (98%) para as caracterizações termogravimétricas (TG). Essa técnica consiste no aquecimento com taxa constante de temperatura de uma amostra, sob atmosfera controlada, onde é medida a variação de massa amostral em função da temperatura e/ou tempo.

O equipamento utilizado foi o de modelo SDT 2960 da marca TA Instruments, na qual a amostra em pó de 10 (mg) que foi aquecida em uma taxa de 10°C/min até uma temperatura final de 650°C, em uma atmosfera artificial (argônio). Os ensaios ocorreram no Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-Labmu).

4.11 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Foram realizadas análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS). Para compreender a microestrutura das amostras de fibras e argamassas de melhor desempenho mecânico, assim como as suas composições elementares. As imagens obtidas pelo microscópio eletrônico são geradas a partir da incidência de um feixe de elétrons que é posicionado na direção da amostra. Para que ocorra a análise, as amostras foram recobertas com ouro. Foi realizada análise das dimensões das fibras na argamassa através das imagens geradas pelo MEV, utilizando o software ImageJ.

Os ensaios ocorreram no Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-Labmu), com a utilização do microscópio FEG SEM, Tescan, Mira3, com detectores SE, BSE, para os ensaios de (MEV). Simultaneamente a realização da microscopia eletrônica, fez-se uso da microsonda analítica de raios-X Oxford X-Maxn 50 para o (EDS).

4.12 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As médias das unidades experimentais com substituição de fibras sem tratamento e tratadas com TEOS foram comparadas com a média do tratamento

referência pelo teste Dunnett a 5% de significância também pelo programa SAS. Para comparação das médias das unidades experimentais foi utilizado o Teste de Tukey com 5% de probabilidade de erro.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

No presente capítulo serão apresentados os resultados alcançados do trabalho subdivididos em duas etapas. A primeira etapa abordará os ensaios e resultados obtidos da caracterização das fibras sem tratamento (FS) e fibra tratadas com TEOS (FT). Na segunda etapa, serão abordados os resultados de ensaios na argamassa no estado fresco e estado endurecido.

5.1 ETAPA 1: CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAS

5.1.1 Fibras de pupunha

As fibras utilizadas para as argamassas de substituição da areia foram peneiradas e suas quantidades foram tabeladas. Na Tabela 6 mostra as quantidades por peneira de fibras após passarem no moinho de facas.

Tabela 6 - Quantidade de fibras retidas por peneira.

# Peneiras	Abertura (mm)	Massa retida (g)	Massa acumulada (g)	Retida (%)	Acumulada (%)
4	4,76	1,05	1,05	1%	1%
8	2,38	19,83	20,88	20%	21%
16	1,19	41,59	62,47	42%	62%
30	0,59	19,86	82,33	20%	82%
50	0,297	10,42	92,75	10%	93%
100	0,149	5,5	98,25	6%	98%
FUNDO	-	1,75	100	2%	100%

Fonte: Autor (2023).

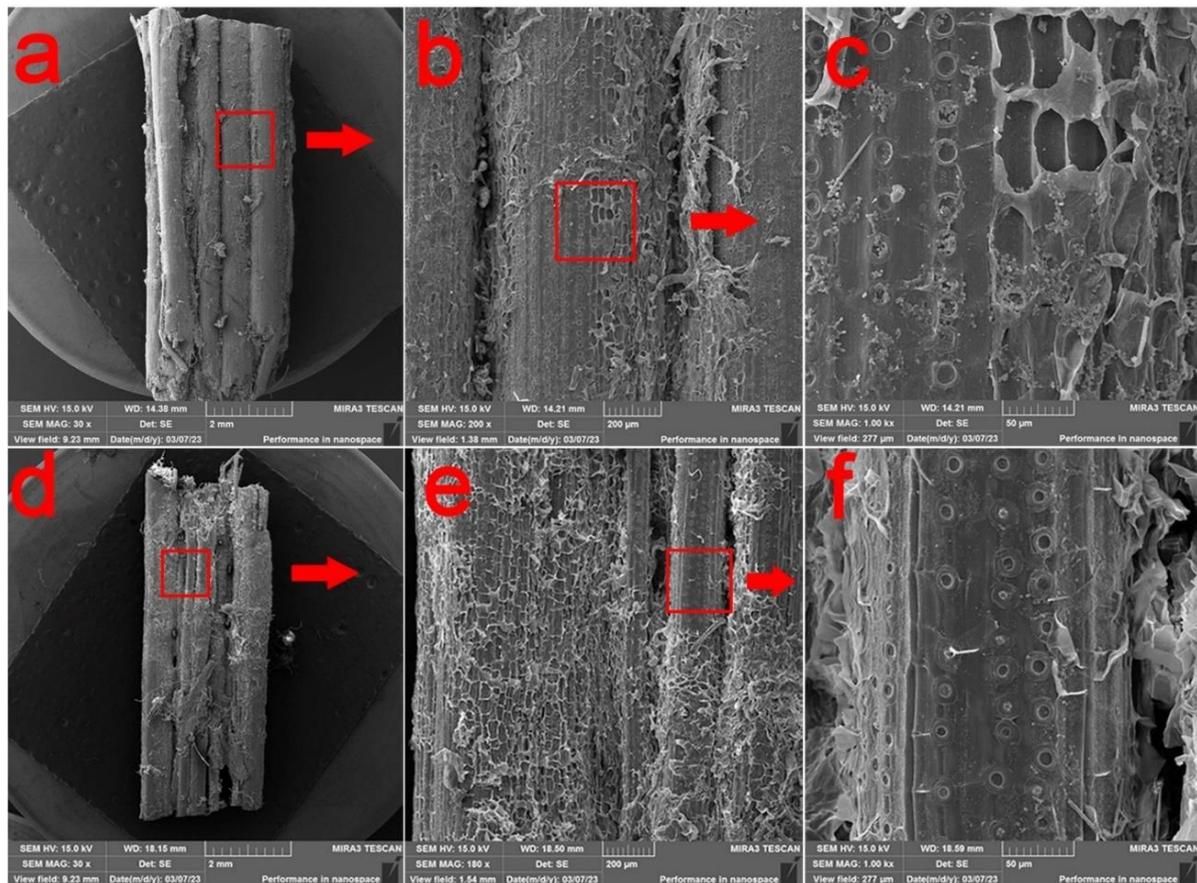
A fim de ter um melhor aproveitamento das quantidades retidas nas peneiras, bem como fazer uso de uma distribuição uniforme das quantidades e tamanhos de fibras, foram utilizadas nos compósitos todas as fibras das peneiras, exceto a peneira #4 por se tratar de um material irregular. Na peneira em questão, houve um acúmulo de raspas de fibras que ao se aglomerarem formavam uma espécie de espuma, ou material próximo ao algodão. Além disso, houve o acúmulo de pedaços grandes e regulares retidos na peneira #4. O material das raspas de fibra era descartado e o pedaços irregulares eram passados novamente no moinho de facas para obter

dimensões menores. Já as peneiras #50, #100 e do fundo, as dimensões se assemelhavam mais a um pó muito fino.

5.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura das Fibras (MEV)

Foram geradas imagens em escala aumentada de regiões da fibra para observar sua microestrutura e sua morfologia. Na Figura 14 é possível observar características das fibras de pupunha. Na Figura 14-a e Figura 14-d estão representadas as macrofibrilas de pupunha em forma de feixes, subdividida em vários feixes menores de microfibrilas. Observa-se também, aumentando a imagem, detalhes em um desses feixes nas Figura 14-b e Figura 14-c. A partir da Figura 14-b pequenos pontos circulares, dispostos linearmente e com diâmetro e formas variáveis, que na Figura 14-c tornam-se mais evidente. Esta estrutura é identificada na literatura como canais de pontoações areoladas que possuem a característica de facilitar o transporte líquidos pela parede celular da planta (Howard; Manwiller, 1969; Keine,1997; Martins; Mattoso; Pessoa, 2009). Além das pontoações, são observados fragmentos de escamas que sobrepõem as mesmas. No estudo de Elseify *et al.* (2020) esse tipo de estrutura de escamas também foi observado.

Figura 14 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das fibras de pupunha sem tratamento (a)-(c) e fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%) (d)-(f).



Fonte: Autor (2023).

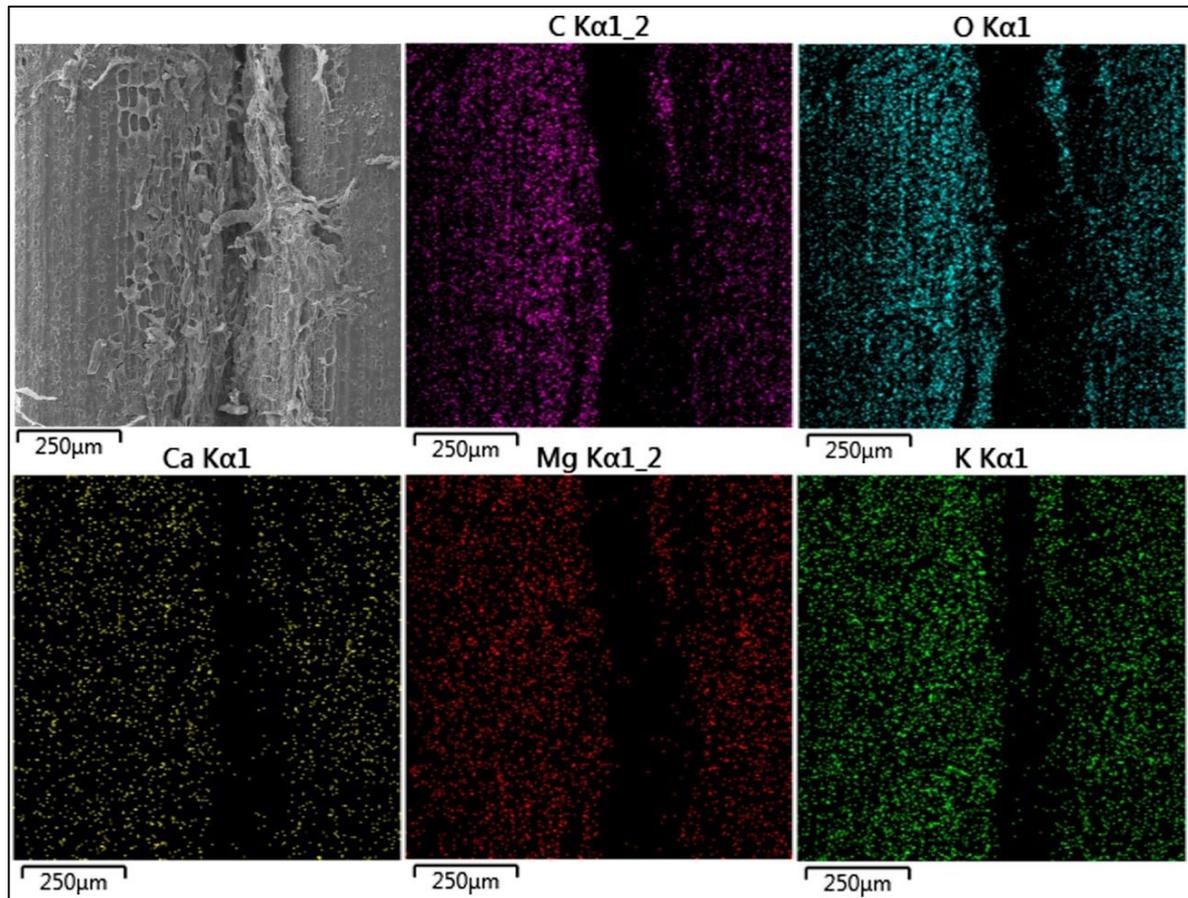
Para as fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%), há uma modificação na morfologia da superfície da fibra, quando comparada com a fibra de pupunha sem tratamento. Nas Figura 14-c e Figura 14-f, observa-se que houve a remoção de substâncias da superfície em geral e das pontoações areoladas. Isto está relacionado com o tratamento das fibras em pH ácido. Esta remoção de substâncias está de acordo com os resultados encontrados por Alsaeed, Yousif e Ku (2013). O tratamento químico remove parte da hemicelulose e lignina, conforme Zafar, Maiti e Ghosh (2016) também observaram em estudo semelhante.

5.1.3 Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS).

Foram realizadas análises da composição química das fibras de pupunha com e sem tratamento. As amostras de fibras de pupunha sem tratamento apresentaram uma composição química de: carbono (C), oxigênio (O), magnésio (Mg), cálcio (Ca),

potássio (K). Na Figura 15 é possível observar a amostra da fibra e os mapas de cada elemento presente.

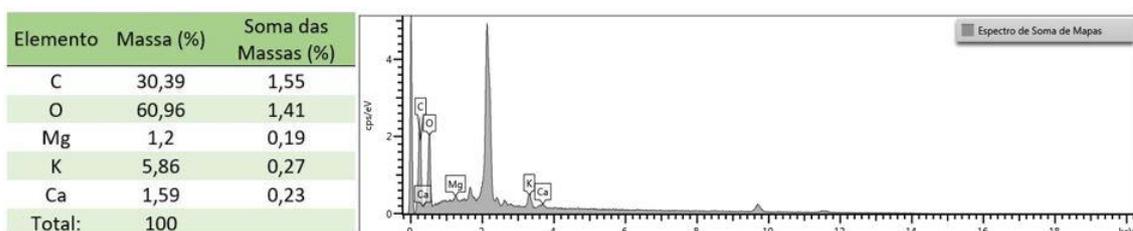
Figura 15 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e mapas de Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS) de seus respectivos elementos.



Fonte: Autor (2023).

Na Figura 16 é possível observar as porcentagens de massa da presença de cada um dos elementos. Onde, carbono e oxigênio possuem as maiores porcentagens devido a celulose ser formada, basicamente, por esses dois elementos, além do hidrogênio.

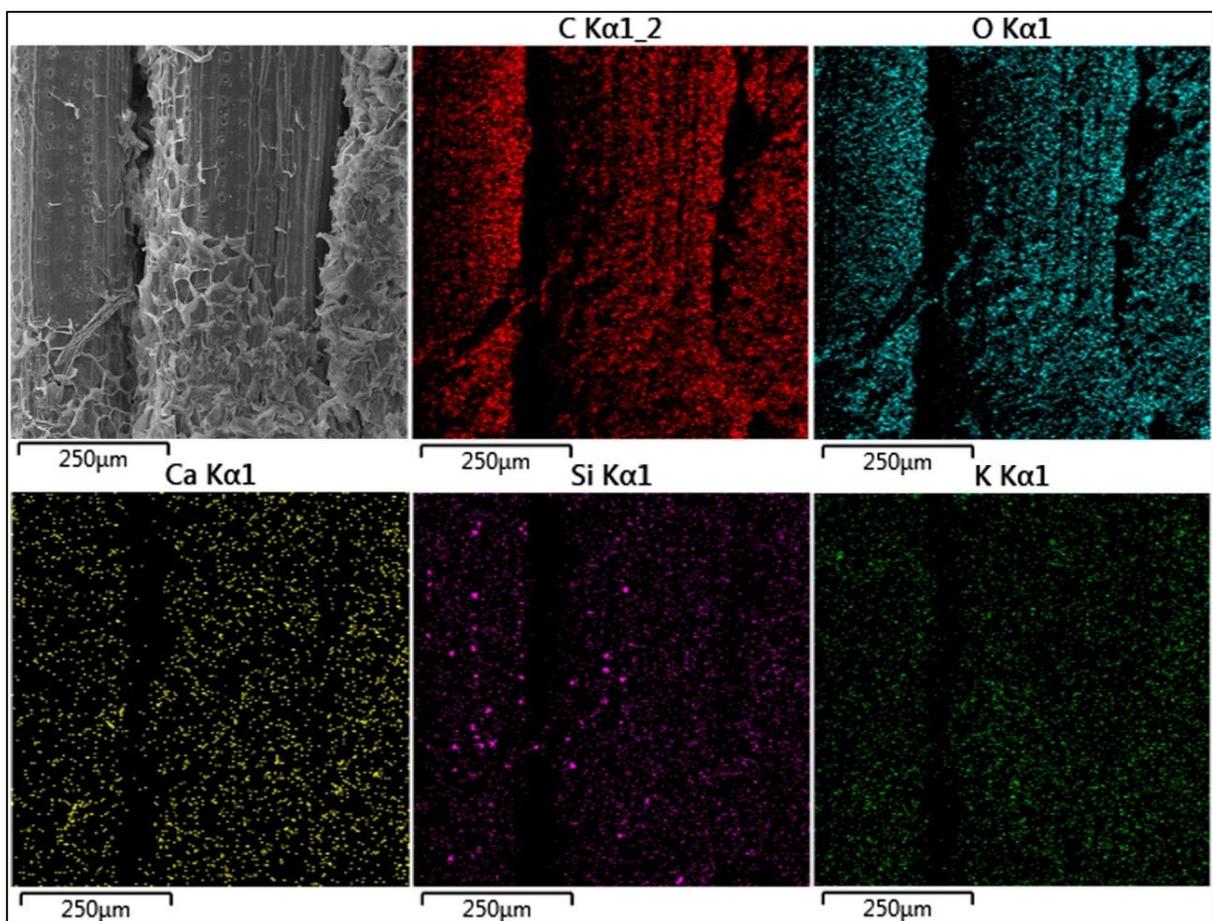
Figura 16 - Porcentagens dos elementos e padrões de microanálise por (EDS).



Fonte: Autor (2023).

As fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%) foram analisadas e nos seus espectros foi observada a presença dos elementos químicos mencionados anteriormente na fibra sem tratamento, porém, em adicional foi observada a presença do silício (Si). Na Figura 17 é possível observar a amostra utilizada e seus respectivos mapas de elementos.

Figura 17 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e mapas de Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS) de seus respectivos elementos.

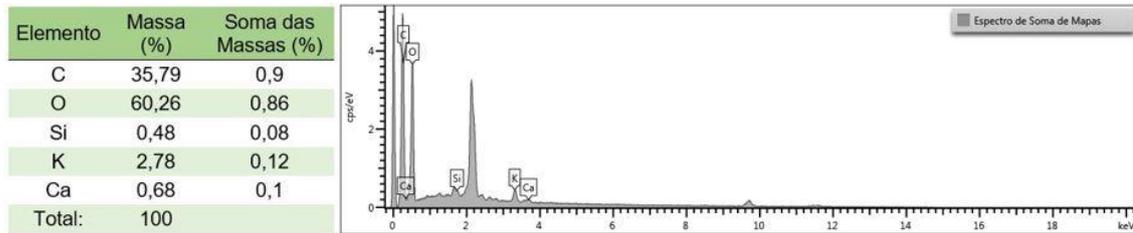


Fonte: Autor (2023).

A presença do silício está intrinsecamente relacionada ao tratamento, tendo em vista que o TEOS, através do processo sol-gel forma um composto orgânico com silício que se unem as paredes da fibra de pupunha. Este processo de revestimento da fibra não é uniforme, como pode ser observado na figura pela presença de pontos maiores e menores dispersos na imagem. Na Figura 18 é observada a presença do elemento químico silício comprovando a eficácia do tratamento. Além disso, também

é possível notar que houve uma redução do teor de potássio (K) e cálcio (Ca) em cerca de 50% e 57%, respectivamente, em relação às fibras não tratadas.

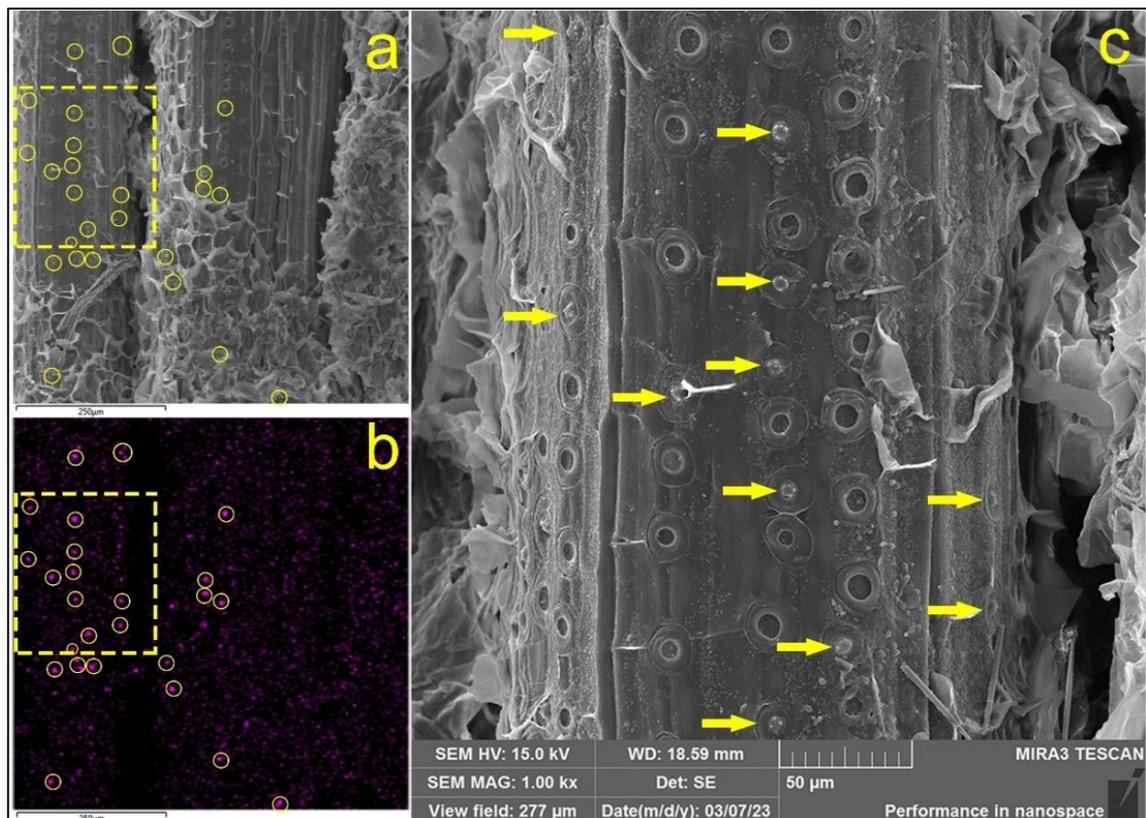
Figura 18 - Porcentagens dos elementos e padrões de microanálise por (EDS).



Fonte: Autor (2023).

A Figura 19 mostra os pontos de maior intensidade para o elemento silício sinalizados com base nas análises de EDS e ampliações de MEV. Na Figura 19-a temos o MEV da região analisada, posteriormente na Figura 19-b temos o mapa de EDS e ambas as imagens com os pontos devidamente sinalizados. Posteriormente, se fez um MEV de ampliação em uma dessas regiões. A Figura 19-c representa a região destacada que foi ampliada.

Figura 19 - MEV e EDS fibras tratadas com TEOS: (a) MEV; (b) EDS; (c) Ampliação.



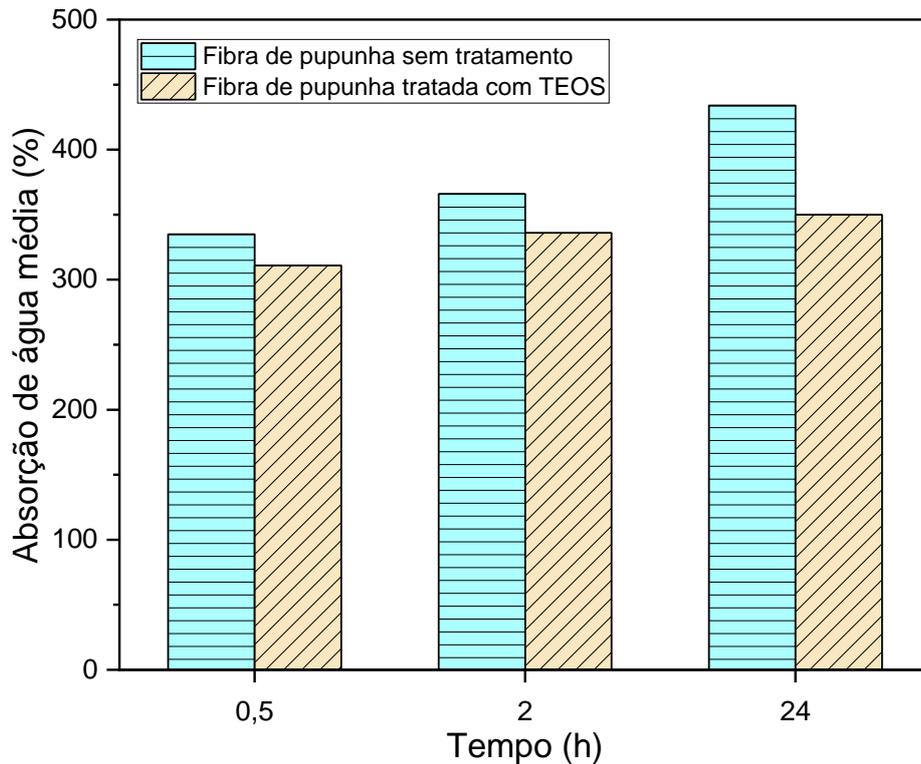
Fonte: Autor (2023).

Na figura, é possível observar que o composto hidrolizado de TEOS são os pontos esbranquiçados, que estão na sua maioria, depositados nas pontoações areoladas da fibra. Indicando que essas regiões estão mais propensas ao acúmulo do composto orgânico formado. Também é possível observar pequenos grãos dispersos próximos às regiões de pontoações areoladas, indicando serem compostos orgânicos de silício. Estes pequenos grãos são semelhantes aos encontrados no trabalho de Zhou, Cheng e Jiang (2014), confirmando que foram formados a partir da hidrólise do silano e adsorvidos pela superfície da fibra.

5.1.4 Absorção de água

Na Figura 20 são apresentados os resultados de absorção de água. Os resultados para fibras de pupunha sem tratamento e tratadas com TEOS foram 335/311%, 366/336% e 434/350%, respectivamente. Os resultados apresentados na Figura 20 indicam uma resistência da fibra com TEOS de absorver água. Para as fibras de pupunha tratadas com TEOS em comparação às sem tratamento, que foram submersas nos tempos 0,5, 2 e 24h foi observado uma redução de 7,16, 8,20 e 19,35%, respectivamente.

Figura 20 - Absorção de água das fibras com e sem tratamento.



Fonte: Autor (2023).

Este resultado é semelhante ao encontrado por BISANDA e ANSELL (1991) e ENG *et al.* (2014) que observaram redução de absorção de água por fibras tratadas com silano. Este resultado comprova que as fibras absorvem menos água ao serem tratadas com TEOS.

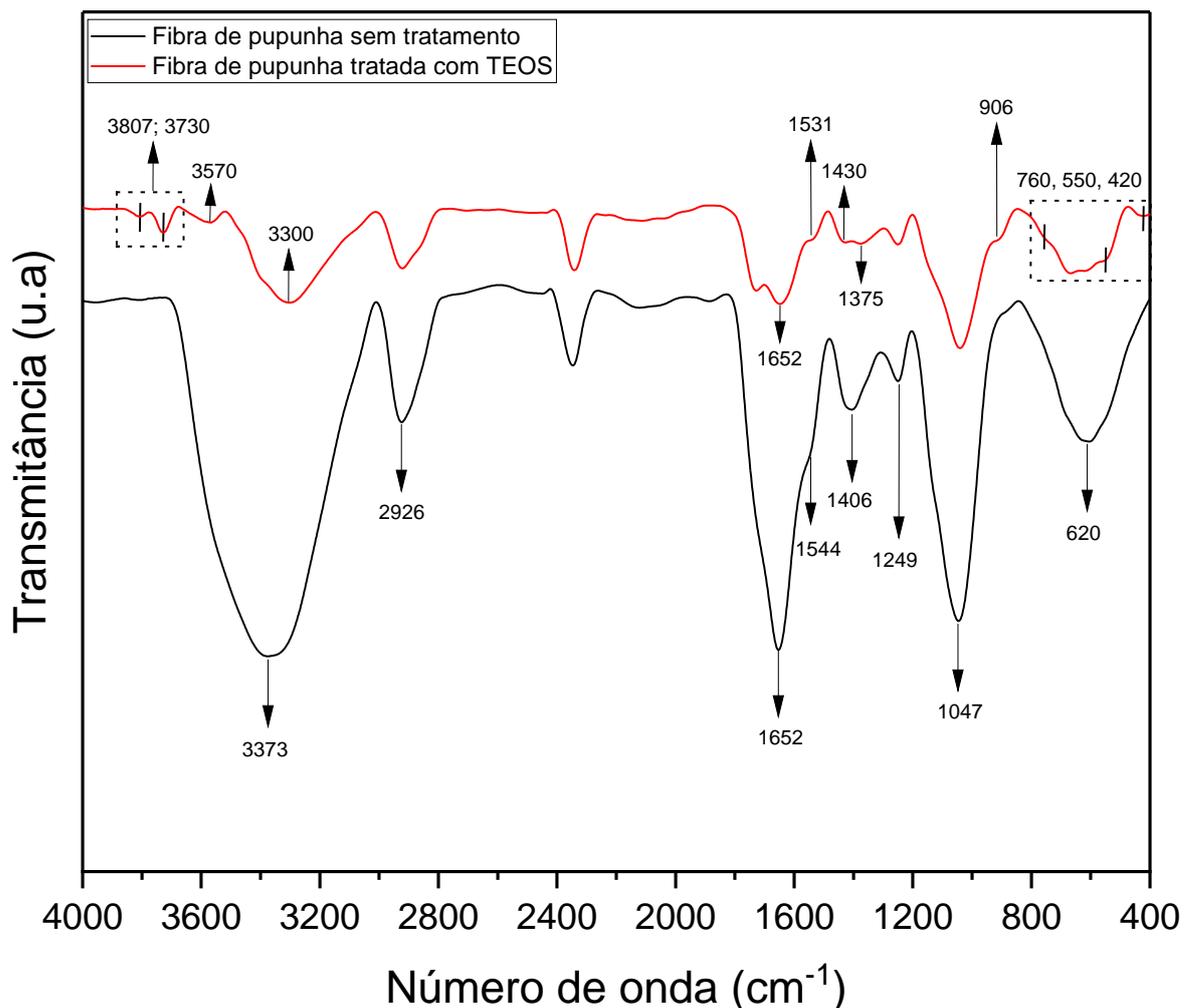
5.1.5 Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR-ATR)

A Figura 21 estão representados os espectros de infravermelho das fibras. O espectro obtido das fibras de pupunha sem tratamento mostra a presença de vibrações de estiramento do grupo funcional (-OH) entre 3000 e 3600 cm^{-1} (Bertoluzza *et al.*, 1982; Shih; Huang; Chen, 2010; Wu; Liao; Cai, 2017). O pico relacionado à hidroxila foi observado em 3373 cm^{-1} . O tratamento com TEOS causou um deslocamento da banda relativa às absorções de hidroxilas de 3373 cm^{-1} para 3300 cm^{-1} , além da diminuição de sua intensidade sugerindo reação química do TEOS com grupos OH da superfície das fibras. Mais ainda, houve o surgimento de outras bandas sendo a centrada em 3570 cm^{-1} a mais proeminente tendo média intensidade.

Além disso há o surgimento de picos menores em 3807 e 3730 cm^{-1} que são relacionados a grupo de silanos na superfície da fibra (SiOH) (Almeida; Pantano,1990; Murray; Greytak, 1979; Silverstein; Webster; Kiemle, 1994). O pico de 2926 cm^{-1} , que ocorre em ambas as fibras, é característico do estiramento simétrico e assimétrico de (CH) e (CH₂) (Lima *et al.*, 2017; Missoum *et al.*, 2012; Silverstein; Bassler, 1962).

A fibra sem tratamento apresenta um pico 1652 cm^{-1} , nesta banda são identificadas moléculas de água adsorvida (Almeida, Pantano,1990; Ciolacu, D.; Ciolacu, S.; Popa, 2011; Lima *et al.*, 2017). Além da água, essa banda está associada a presença do grupo funcional carbonila (O=C) (Jia *et al.*, 2007). A banda de 1652 cm^{-1} diminui quando são comparados os espectros das fibras tratadas com TEOS e não tratada.

Figura 21 - Espectro de FTIR da amostra de fibra sem tratamento de pupunha e tratada com TEOS.



Fonte: Autor (2023).

Para as fibras vegetais de modo geral, a banda em 1544 cm^{-1} , está relacionada com a lignina presente na fibra, caracterizada pela presença da estrutura (C=C) (Shih; Huang, 2011; Tran; Bénézet; Bergeret, 2014; Valadez-Gonzalez *et al.*, 1999). A deformação axial 1406 cm^{-1} está associada a grupos funcionais (OCH) e (HCH) (FAN, DAI, HUANG, 2012).

O espectro também mostra bandas menores, para a fibra tratada, que estão relacionados com o tratamento com o TEOS. A região do espectro da fibra tratada $1430\text{-}906\text{ cm}^{-1}$ mostra um alargamento e surgimentos de picos que estão associados aos estiramentos de bandas (SiOR), (SiOSi), (SiOH) (Conzatti *et al.*, 2014; JIA *et al.*, 2007; Naviroj *et al.*, 1984). Este resultado evidencia a eficácia do tratamento com TEOS para as fibras. As bandas 1247 e 1047 cm^{-1} , tanto para fibra tratada como não tratada, indicam a presença de grupos (O-C-O), (C-O) e (C-C) (Ashori *et al.*, 2014; Ciolacu, D.; Ciolacu, S.; Popa, 2011; Fan; Dai; Huang, 2012; Silva *et al.*, 2018).

Alguns autores associam a presença de silício (Si) no pico 1047 cm^{-1} para fibras após tratamento com silanos (Lima *et al.*, 2017; Lu, Feng, Zhan, 2014; Mansur *et al.*, 2000). Porém, devido a sua forte intensidade para a fibra não tratada, não é possível observar os grupos funcionais com Si nesta mesma banda para a fibra tratada. Todavia, ocorre uma diminuição do pico observado na fibra tratada, em relação a fibra não tratada, que está relacionada a redução de ligações (O-C-O), (C-O) indicando que foram criadas novas reações com o TEOS.

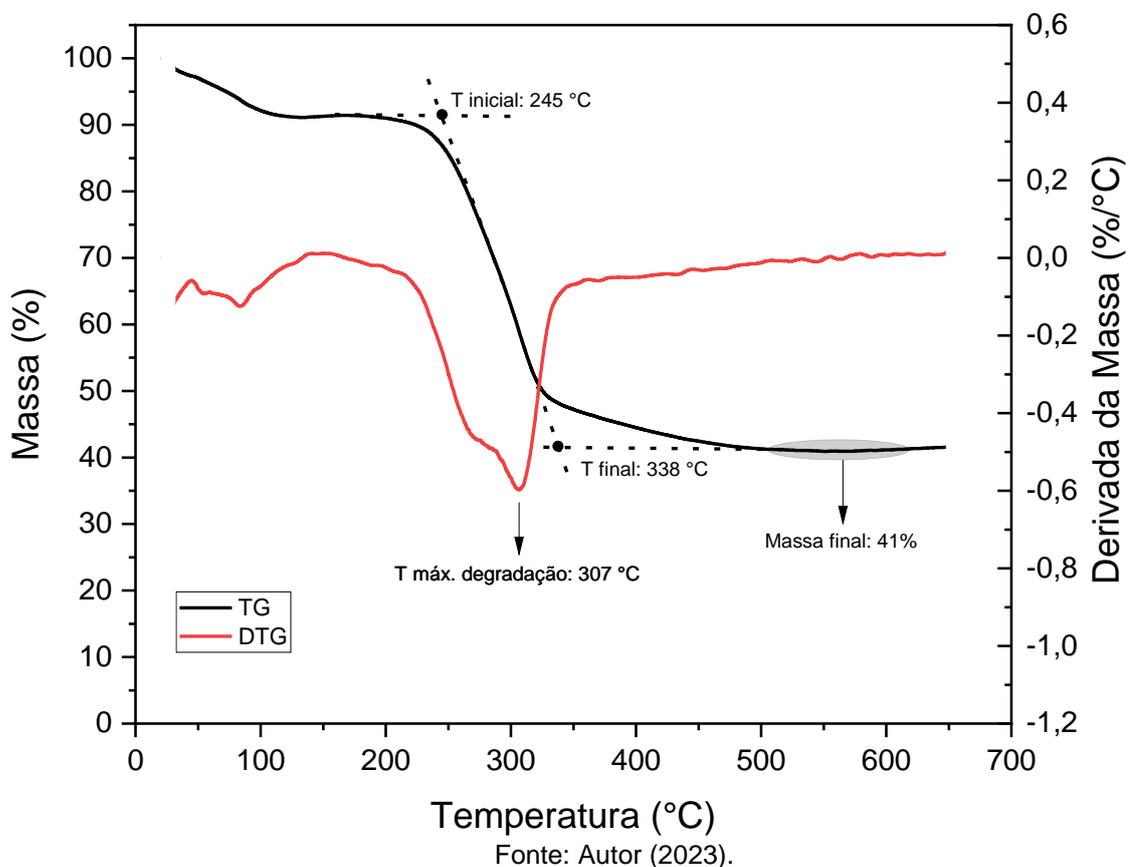
Na fibra sem tratamento, a deformação axial na banda 620 cm^{-1} representa um pico característico da celulose, associados ao composto (C-OH) (Ashori *et al.*, 2014; Fan; Dai; Huang, 2012). Contudo, para a fibras com tratamento, esse pico sofre uma diminuição e um alargamento com surgimento discreto de outros pequenos picos, sugerindo a formação de novas ligações na região. Isso se deve a presença do silício que pode ser encontrado entre a região de $760\text{-}420\text{ cm}^{-1}$, formando compostos (Si-C), (Si-O-Si), (Si-O-C) e (Si-O) (DECOTTIGNIES, PHALIPPOU, ZARZYCKI, 1978; MANSUR, ORÉFICE, MANSUR, 2004; LIU *et al.*, 2011; TRAN, BÉNÉZET, BERGERET, 2014).

5.1.6 Análise Térmica TG/DTG/DSC

O termograma referente a fibra de pupunha não tratada está representado na Figura 22. Nele, estão apresentadas a curva termogravimétrica (TG) e a sua primeira

derivada (DTG). Inicialmente, analisando a curva (TG) são identificados no termograma quatro processos de perda de massa. O primeiro, inicia com o aquecimento da amostra e termina por volta 83 °C, representando cerca de 6% de perda de massa. Este evento fica evidente quando observado o surgimento do pico no gráfico DTG (Bufalino *et al.*, 2018; Sait *et al.*, 2012). Na curva DTG é possível observar um pico na temperatura 83 °C, este pico está de acordo com o encontrado por Rachini *et al.* (2009) para fibras sem tratamento químico.

Figura 22 - Termograma das fibras de pupunha não tratadas.



O segundo começa aos 83 °C e termina aos 145 °C. O terceiro evento térmico começa aos 145 °C e termina aos 245 °C representando, ao total desses dois eventos, uma redução de 7% de massa. Estes três eventos estão relacionados com a evaporação da água e compostos voláteis da amostra (Chand *et al.*, 1987; Shadangi; Mohanty, 2014; Zavarize, 2021). No gráfico DTG do presente estudo, o pico endotérmico da evaporação da água é observado na temperatura 84 °C. Frontera *et al.* (2019) identificaram o pico endotérmico da evaporação de água no gráfico DTG na

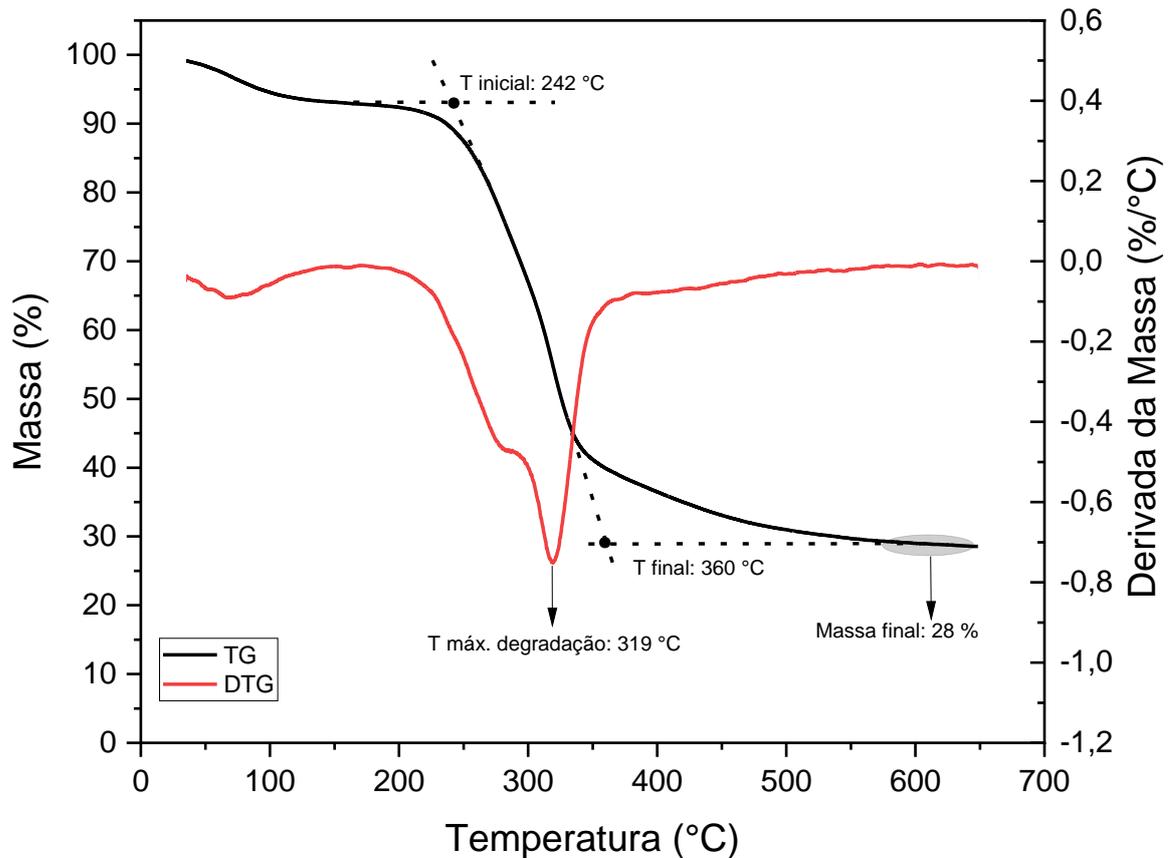
temperatura de 87 °C para fibras não tratadas, ou seja, próximo ao encontrado do presente estudo.

O último evento térmico, inicia-se na temperatura de 245 °C e termina na temperatura 338 °C que representa 39% de redução da massa. Por fim, a degradação da fibra continua 338-540 °C, reduzindo a massa em 7%. Ao analisar o gráfico DTG, é possível observar a formação de um pico por volta da temperatura 265 °C e um outro maior em 307 °C. Estes picos estão relacionados à degradação da hemicelulose, lignina e celulose (Bufalino *et al.*, 2018; Manara *et al.*, 2014; Martins, Mattoso, Pessoa, 2009).

A Figura 23 apresenta o termograma referente à fibra de pupunha tratada com TEOS. Nele, assim como apresentado anteriormente, estão representadas a curva termogravimétrica (TG) e a sua primeira derivada (DTG). São identificados quatro eventos térmicos, assim como anteriormente. O primeiro, ocorrendo no início do aquecimento até 68 °C com perda de 3%, mostrando uma redução de temperatura e perda de massa em relação ao primeiro evento térmico das fibras de pupunha sem tratamento. Em seguida, o segundo e terceiro evento de 68-139 °C e 139-242 °C, respectivamente, representando uma perda de massa total de 8%. Somados, os três intervalos representam uma perda de massa igual a 11%.

No gráfico DTG, é possível identificar o pico endotérmico característico da perda de água. Contudo, este pico, localizado em 68 °C, apresenta uma temperatura menor em relação a fibra sem tratamento. Este valor está de acordo com o estudo de Frontera *et al.* (2019), que encontraram pico próximo a temperatura de 70 °C.

Figura 23 - Termograma das fibras de pupunha tratadas com TEOS (98%).



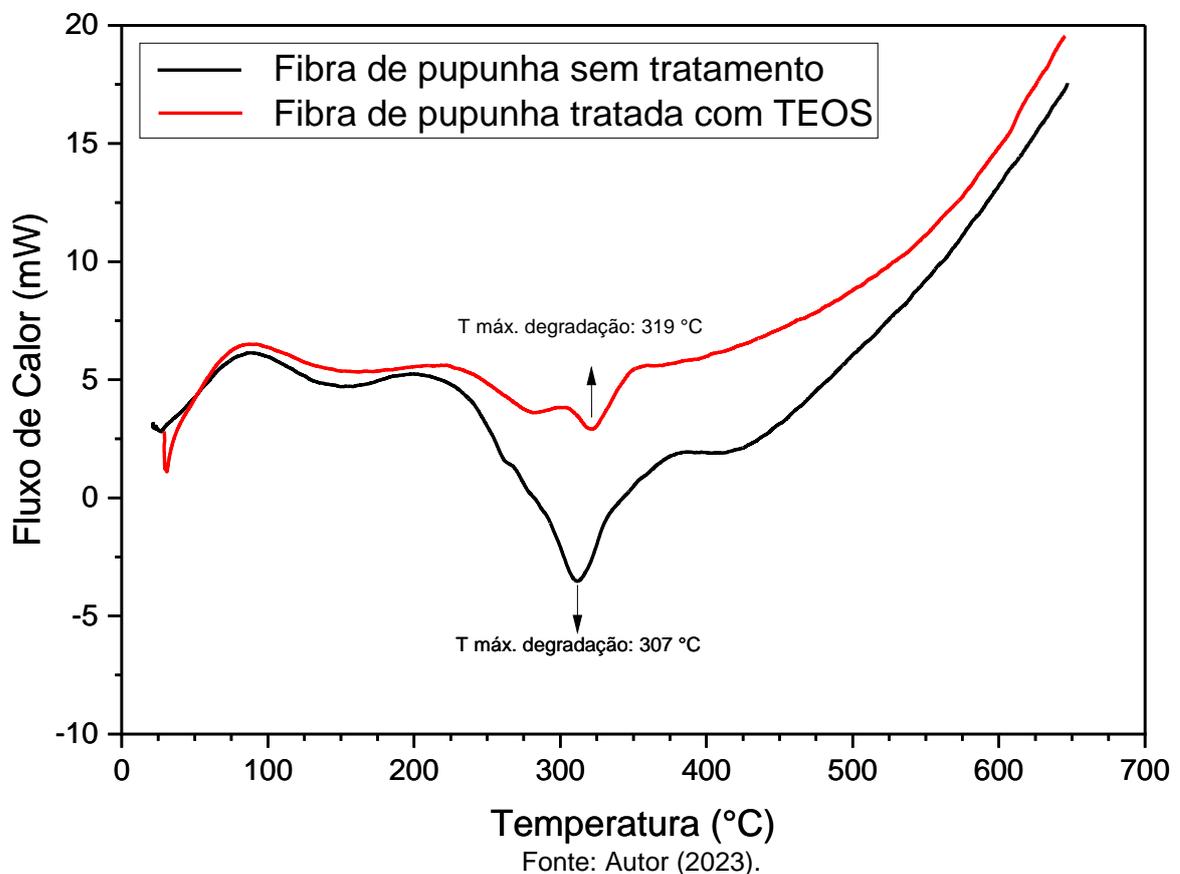
O quarto evento térmico, e o maior em perda de massa, tem início na temperatura de 242 °C e seu fim na temperatura 360 °C que representa 49% de redução da massa. Estes picos estão relacionados à degradação da hemicelulose e celulose, contudo, houve um pequeno aumento em relação a fibra sem tratamento. Rachini *et al.* (2009) encontrou resultados semelhantes, onde, suas fibras sem tratamento apresentaram temperatura final de degradação menor que as fibras tratadas com silano, comprovando o aumento da estabilidade térmica das fibras tratadas. Por fim, a degradação da fibra continua até a faixa dos 610 °C, reduzindo mais 12% de massa. É possível, observando o gráfico (DTG), a formação de dois picos em 276 °C e 319 °C, demonstrando que as temperaturas de degradação térmica sofrem um deslocamento para maiores temperaturas, mostrando um efeito do tratamento com TEOS que aumenta a proteção térmica.

Por outro lado, o fato de a massa final ser menor (41% versus 28%), revela que possivelmente com o aumento de temperatura menos carvão é formado devido a uma

reação química entre o TEOS e as fibras vegetais resultando em compostos mais voláteis.

Na Figura 24 são apresentados os gráficos de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) das fibras de pupunha sem tratamento e das fibras tratadas com o reagente TEOS (98%). Pode-se observar na figura que ambos os gráficos começam muito próximos e à medida que temperatura aumenta as linhas começam a evidenciar suas diferenças.

Figura 24 - Curvas DSC das fibras de pupunha com e sem tratamento.



Quando comparado este gráfico com os gráficos anteriores de TG, observa-se que a região entre 200 °C e 450 °C corresponde à degradação térmica das fibras. A energia envolvida nessa degradação corresponde à área entre a curva do DSC e a sua linha base. Essa energia de degradação é maior para a fibra não tratada comparada é fibra tratada com TEOS. Corroborando com a massa final atingida por ambas as amostras. O TEOS facilitou a formação de produtos voláteis exigindo menor energia da degradação térmica. Outro ponto a ser observado, quando comparado o gráfico DSC com DTG, é possível observar os pontos de máxima degradação que

estão em evidência nas temperaturas 307 °C e 319 °C para as fibras não tratadas e tratadas, respectivamente. Estes pontos são picos endotérmicos do gráfico, facilmente observados por serem os de maior destaque na figura em tamanho e área (Ali; Alabdulkarem, 2017; Kabir, 2012).

5.2 ETAPA 2: ENSAIOS NO ESTADO FRESCO E ENDURECIDO

5.2.1 Compósito Cimentício

Nesta etapa foram realizadas repetições para definir o traço referência com base no Índice de Consistência (IC). Feito isso, foram realizadas as substituições da quantidade de fibras conforme estabelecido na metodologia. Após definidos os traços e suas respectivas quantidades em massa, foram moldados os corpos de prova cilíndricos (Ø50x100mm) para os ensaios de capilaridade, absorção, índice de vazios e MEV, bem como, foram produzidos os corpos de prova prismáticos (40x40x160mm) para os ensaios mecânicos de resistência à compressão e resistência à tração.

5.2.2 Índice de Consistência (IC)

Inicialmente foram propostos três diferentes traços, nas proporções 1:2, 1:3 e 1:4 de cimento e areia respectivamente. A fim de definir o melhor para ser usado como traço referência do estudo. Na Tabela 7 estão descritas as quantidades de cada material para elaboração do traço. Em seguida, os mesmos foram ensaiados e determinados seus índices de consistência (IC) através do teste da mesa de consistência, conforme NBR 13276 (ABNT, 2016). Foi mantida a quantidade constante de cimento e água, apenas variando a quantidade de agregado miúdo do traço.

Tabela 7 - Traços e seus respectivos índices de consistência.

Traço	Cimento (g)	Areia (g)	Água (ml)	Fator a/c*	Aditivo (g)	IC** (mm)
1:2	400	800	232	0,58	0	330
1:3	400	1.200	232	0,58	0	240
1:4	400	1.600	232	0,58	0	-

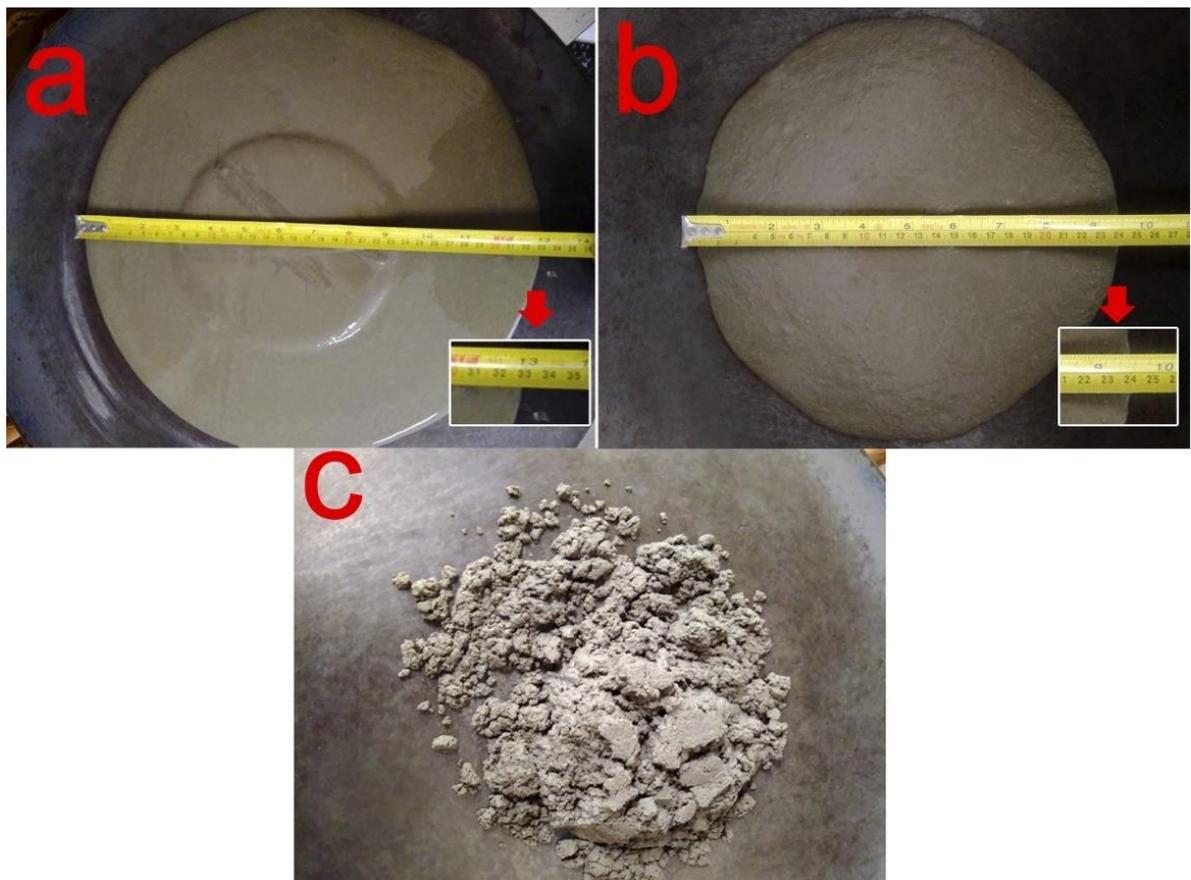
*água/cimento

**Índice de Consistência

Fonte: Autor (2023).

No primeiro traço representado na Figura 25 é possível observar que ocorreu um espalhamento de 330mm e obteve um aspecto bastante fluido ou pastoso em comparação às demais e visível exsudação. No segundo, Figura 25, observa-se que a argamassa possui um aspecto plástico, com maior consistência de massa e com um espalhamento de 240mm. No terceiro traço, Figura 25 a argamassa não apresentou espalhamento, ou seja, durante a realização do ensaio a mesma apresentou aspecto seco. Com base nos ensaios de consistência, optou-se para o uso do traço 1:3 devido sua consistência plástica e mais adequada para uso em argamassas.

Figura 25 - Espalhamento das argamassas dos traços: (a) 1:2; (b) 1:3 e (c) 1:4.



Fonte: Autor (2023).

A partir dos valores obtidos, optou-se pela utilização do traço 1:3 para utilizar como referência para comparar, posteriormente com os demais traços contendo fibras. O mesmo traço em proporção de cimento e areia foi utilizado na argamassa

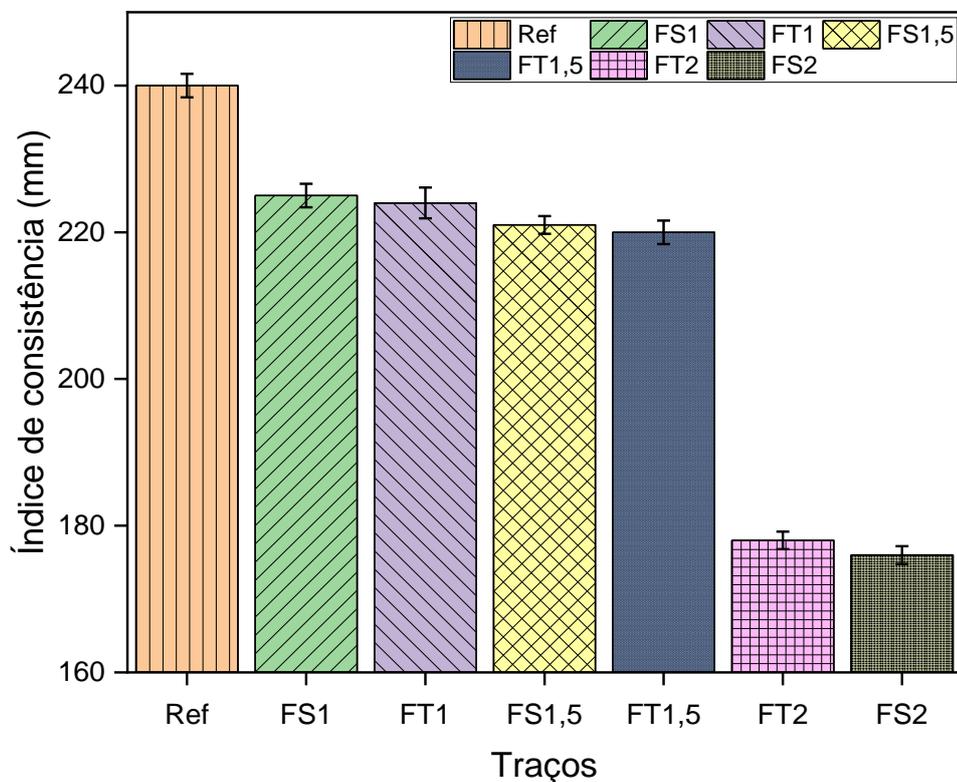
com substituição por fibras vegetais produzida por Marvila *et al.* (2019). Partindo do traço 1:3 como referência, foram elaborados os traços com a substituição do agregado miúdo pelas fibras nas proporções: 1%, 1,5% e 2% para fibras sem tratamento (FS) e fibras tratadas com TEOS (FT). Em seguida, os traços foram ensaiados e determinados seus IC's. Na Tabela 8 é possível observar as proporções e IC's de cada traço e na Figura 26 é apresentado um gráfico com os respectivos IC's.

Tabela 8 - Traços experimentais e seus respectivos IC's.

Traço	Cimento (g)	Areia (g)	Água (ml)	Fator a/c	Substituição da areia (%)	Fibra (g)	Aditivo (g)	IC Médio (mm)
Ref.	400	1.200	232	0,58	0,0	0	0	240
FS1	400	1.188	232	0,58	1,0	12	0	225
FS1,5	400	1.182	232	0,58	1,5	18	0	221
FS2	400	1.176	232	0,58	2,0	24	0	176
FT1	400	1.188	232	0,58	1,0	12	0	224
FT1,5	400	1.182	232	0,58	1,5	18	0	220
FT2	400	1.176	232	0,58	2,0	24	0	178

Fonte: Autor (2023).

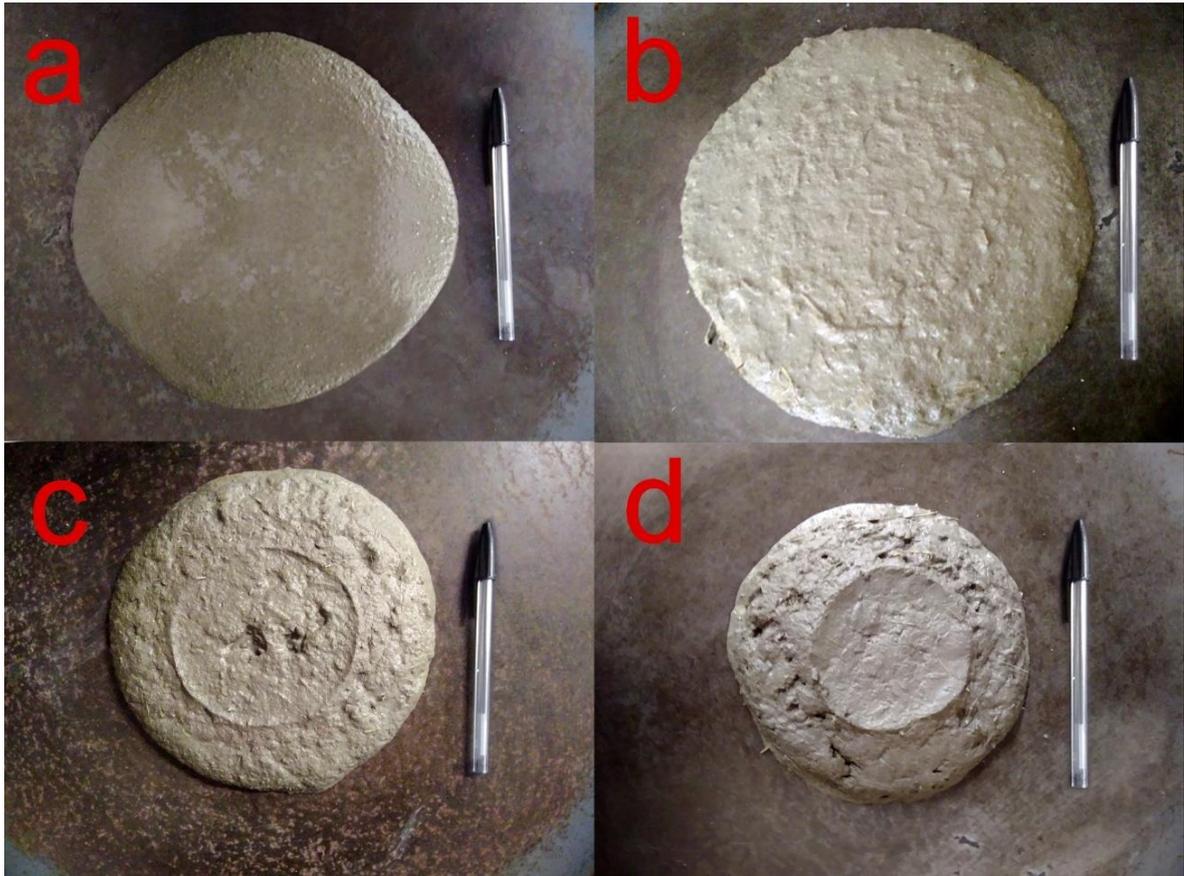
Figura 26 - Índice de consistência para os diferentes tipos de traços do estudo.



Fonte: Autor (2023).

Devido a utilização das fibras, houve uma redução progressiva do IC em relação ao traço referência, causando uma perda de trabalhabilidade da mistura. Este fenômeno também foi observado por (Li *et al.* 2018; De Azevedo *et al.* 2021; Marvila *et al.* 2019).

Figura 27 - Espalhamento sem uso do aditivo: (a) Ref.; (b) 1%; (c) 1,5% e (d) 2%.



Fonte: Autor (2023).

A redução da consistência está relacionada com as características das fibras absorverem água e o aglomerado de fibras entrelaçadas, causando perda de fluidez que também foi observado por Silva *et al.* (2014). Por isso, para padronizar o IC para todos os traços e melhorar a trabalhabilidade das amostras fez-se uso do aditivo superplastificante para aumentar o espalhamento da argamassa e obter um IC de 240 mm \pm 5 mm. Com isso, através de repetições, foi estabelecido as quantidades de aditivo que supririam o déficit do IC. Na Tabela 9 são apresentados a quantidade de aditivo utilizado, bem como o novo IC obtido.

Tabela 9 - Traços corrigidos com aditivo superplastificante.

Traço	Cimento (g)	Areia (g)	Água (ml)	a/c	Substituição da areia (%)	Fibra (g)	Aditivo (g)	IC Médio (mm)
FS1	400	1.188	232	0,58	1,0	12	0,045	242
FS1,5	400	1.182	232	0,58	1,5	18	0,10	240
FS2	400	1.176	232	0,58	2,0	24	0,45	245
FT1	400	1.188	232	0,58	1,0	12	0,045	243
FT1,5	400	1.182	232	0,58	1,5	18	0,10	243
FT2	400	1.176	232	0,58	2,0	24	0,45	245

Fonte: Autor (2023).

A quantidade de aditivo utilizada para cada traço foi subtraída em equivalência de volume da quantidade de água utilizada para cada traço. O fabricante do aditivo recomenda uma dosagem máxima de até 1,2% de aditivo em relação a massa do cimento, portanto, foi obedecida essa recomendação. É possível observar que não há diferença na quantidade de aditivo entre os traços de mesmas quantidades de substituição, de fibra sem tratamento em relação a fibra tratadas. Na Figura 28 são apresentadas as argamassas após correção com aditivo superplastificante.

Figura 28 - Argamassa após ensaio de consistência: (a) FS1; (b) FS1,5; (c) FS2; (d) FT1; (e) FT1,5 e (f) FT2.



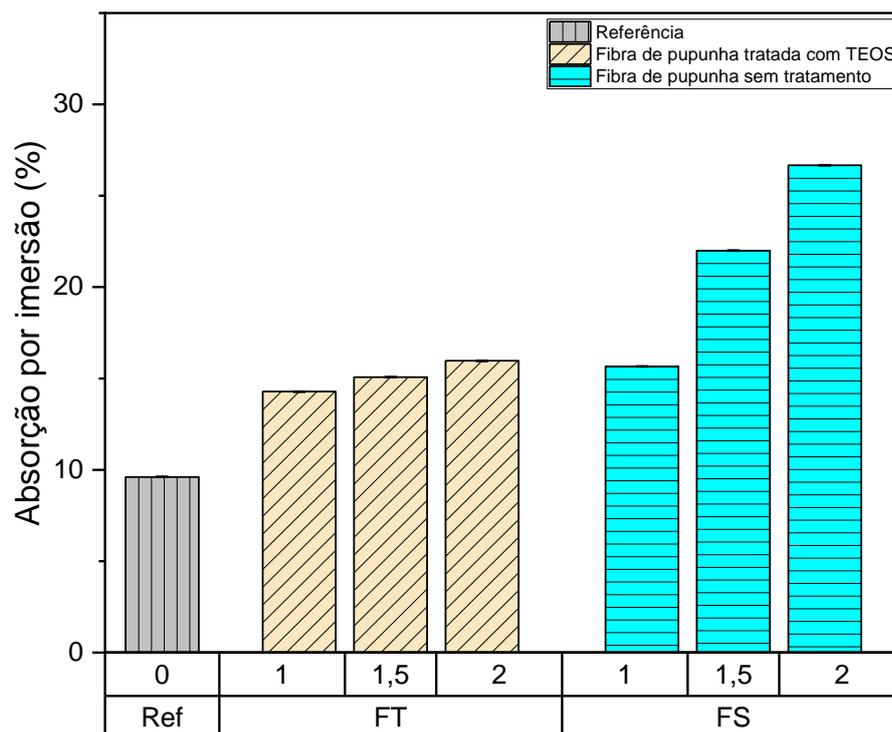
Fonte: Autor (2023).

Nota-se que visualmente não há diferença de espalhamento entre as argamassas, tanto para as com fibras sem tratamento quanto para as com fibras tratadas. É possível notar que as argamassas da Figura 28-c e Figura 28-f, FS2 e FT2, respectivamente, possuem um aspecto visual mais áspero que as demais que está relacionado com a grande quantidade de fibras aglomeradas entre si.

5.2.3 Absorção, Índice de Vazios

A partir dos resultados de absorção foi possível elaborar um gráfico para representar os resultados obtidos das amostras em estudo. Na Figura 29 estão representados os valores obtidos, onde a amostra de referência com 0% de fibras obteve o menor valor de absorção. Na Tabela 10 é possível observar os resultados da análise estatística. O teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade realizado para a absorção de água por imersão indicam que, estatisticamente, todos os traços são diferentes entre si, exceto os traços FS1 e FT2. Além disso, todos os traços são significativamente diferentes do tratamento referência, conforme teste de Dunnett.

Figura 29 - Resultado de absorção por amostra estudada.



Fonte: Autor (2023).

Tabela 10 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na absorção por imersão dos corpos de prova.

Referência	Absorção		
	E	E	E
Fibras (%)	1,0	1,5	2,0
0% TEOS	C	B	A
1% TEOS	D	CD	C

Fonte: Autor (2023).

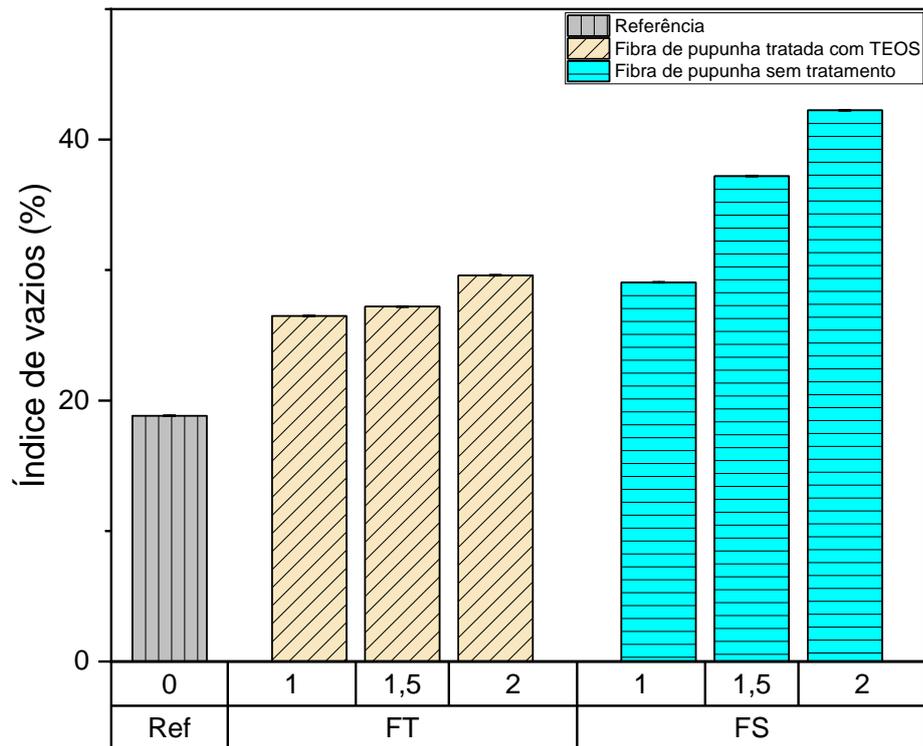
A absorção média do traço referência foi de 9,61%, enquanto os demais traços de fibra tratada com TEOS e fibra sem tratamento com substituição de 1%, 1,5% e 2% obtiveram absorção de 14/16%, 15/22%, 16/27%, respectivamente. O aumento da absorção do FT1 em relação ao traço referência foi de 48%.

As amostras com fibras sem tratamento tiveram as maiores variações entre as diferentes proporções utilizadas, sendo a amostra com FS2 a de maior absorção. Já para as amostras com fibras de pupunha tratadas com TEOS, obtiveram a menor variação entre suas proporções. Este resultado está relacionado com o aumento de vazios devido a substituição da areia que tem a função de preencher espaços menores dentro da argamassa, assim como pelo caráter hidrofílico das fibras de palmito pupunha de absorver água. Os valores de absorção crescem conforme crescem as porcentagens de substituição do agregado pelas fibras vegetais, fenômeno semelhante observado por Sathiparan *et al.* (2017).

Com as fibras tratadas este fenômeno é menos intenso, ainda que haja um aumento de absorção, em comparação ao traço referência. Esta redução ocorre devido ao tratamento das fibras com o TEOS formar um filme superficial de sílica nas fibras causando o tamponamento dos poros da mesma, reduzindo seu caráter hidrofílico (Anju *et al.* 2016).

Na Figura 30 observa-se os resultados de índice de vazios obtidos, sendo a amostra de referência a de menor porcentagem em relação aos demais. Ao realizar o teste de Tukey, ver Tabela 11, é possível observar que todos os traços possuem valores estatisticamente diferentes, com exceção dos traços FS1 e FT2. Foi constatado pelo teste de Dunnett que todos os tratamentos são diferentes do traço referência.

Figura 30 - Resultado de índice de vazios por amostra estudada.



Fonte: Autor (2023).

Tabela 11 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas no índice de vazios dos corpos de prova.

Índice de Vazios			
Referência	E	E	E
Fibras (%)	1	1,5	2
0% TEOS	C	B	A
1% TEOS	D	CD	C

Fonte: Autor (2023).

O traço referência obteve um índice de vazios médio de 19%, enquanto que os demais traços de fibra tratada com TEOS e fibra sem tratamento com substituição de 1%, 1,5% e 2% obtiveram absorção de 26/29%, 27/37%, 30/42%, respectivamente. O aumento do índice de vazios do FT1 em relação ao traço referência foi de 40%.

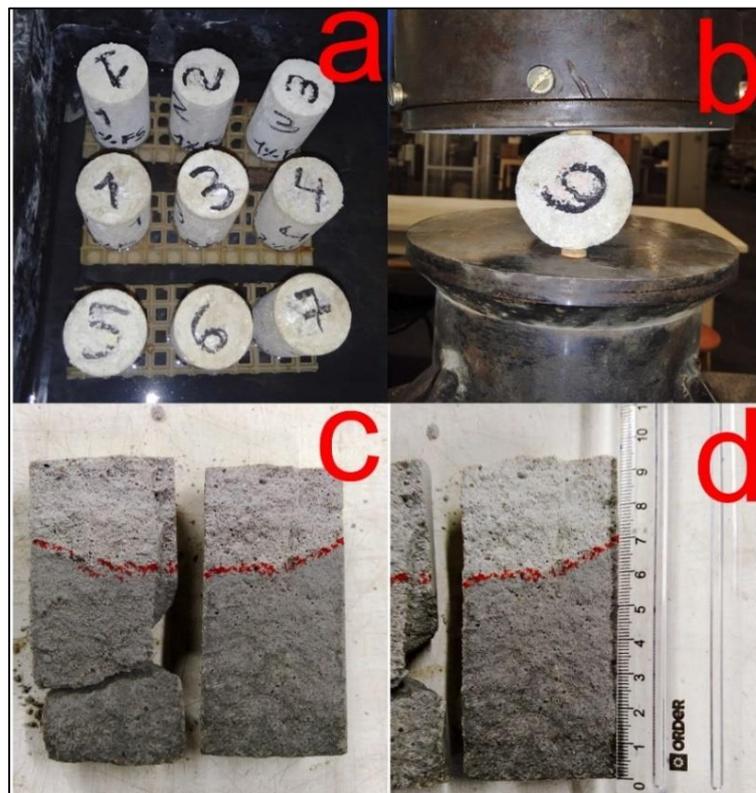
Estes resultados estão de acordo com os resultados referentes ao teste de absorção. Ou seja, a amostra referência foi a que obteve menor índice entre traços do estudo, as amostras com tratamento obtiveram uma menor variação de porcentagem entre si, enquanto as amostras sem tratamento obtiveram maior variação de porcentagem entre as mesmas.

Os corpos de provas com fibras tratadas tiveram índice de vazios menores em relação as fibras sem tratamento, com exceção dos tratamentos FS1 e FT2 que são iguais. Este resultado corrobora com a afirmativa da diminuição do tamanho de poros da argamassa. Além disso, dentro da matriz cimentícia, o filme de sílica contribui para aumentar a produção de silicatos próximos as fibras (Barberena-Fernández *et al.* 2015).

5.2.4 Capilaridade

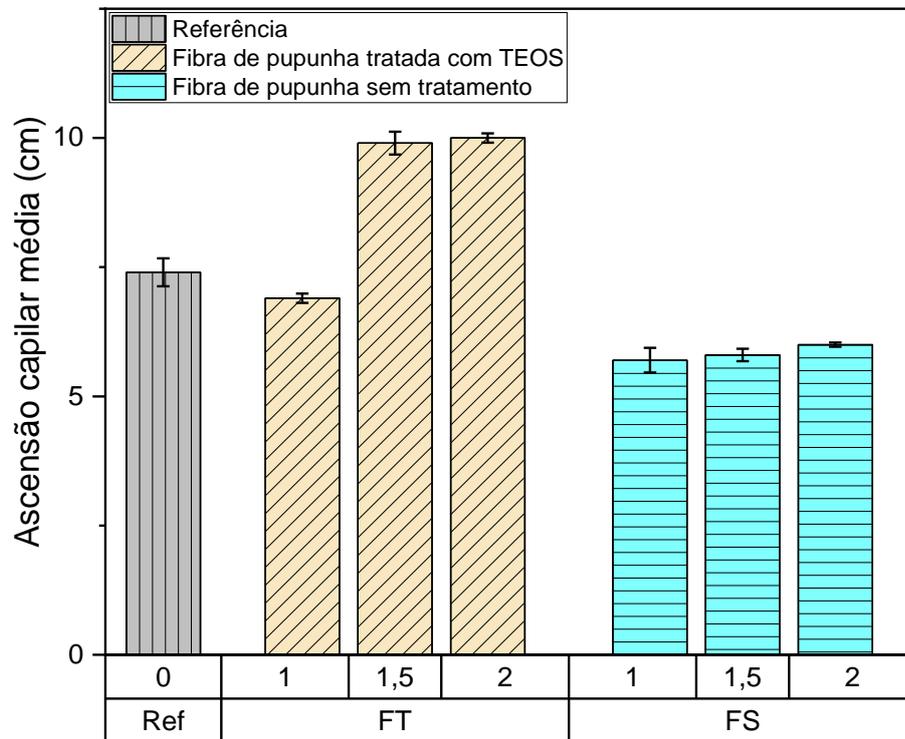
Na Figura 31 são apresentados os corpos de prova durante a realização do ensaio de capilaridade. Observa-se que a altura máxima da lâmina de água chegou a 7 cm. Na média, o traço referência obteve 7,4 cm de altura, enquanto os demais traços de fibra tratada com TEOS e fibra sem tratamento com substituição de 1%, 1,5% e 2% obtiveram absorção de 6,9/5,7 cm, 9,9/5,8 cm, 10/6 cm, respectivamente (Figura 32).

Figura 31 - Ensaio de capilaridade: (a) amostras; (b) compressão diametral; (c) amostra após compressão; (d) altura máxima da curva d'água.



Fonte: Autor (2023).

Figura 32 - Altura interna máxima da água dos corpos de prova por ascensão capilar.

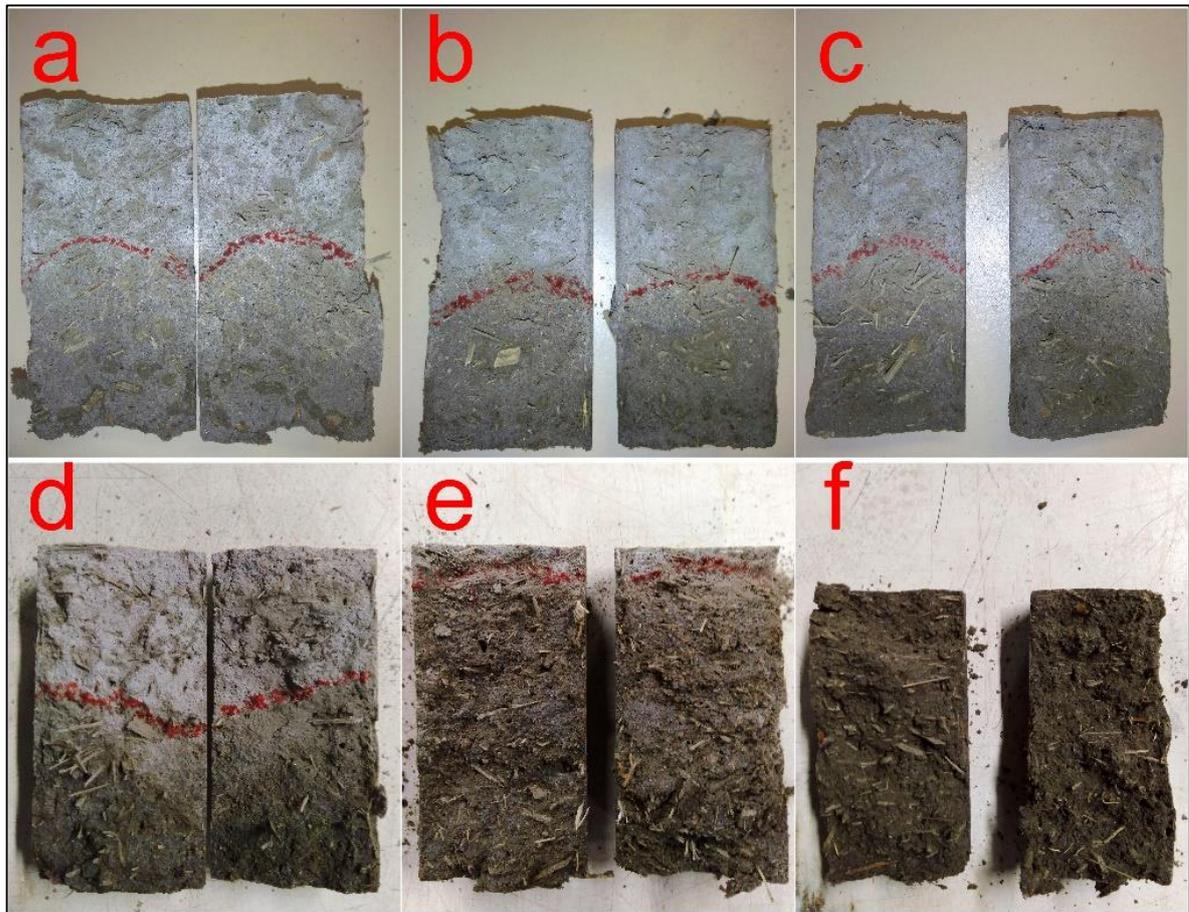


Fonte: Autor (2023).

É possível destacar que todos os traços da fibra sem tratamento, bem como o traço com 1% de fibra tratada, apresentam pontos escuros de umidade nos locais onde há fibras acima da curva d'água desenhada (Figura 33). Isso ocorre devido as fibras de palmito pupunha funcionarem como uma espécie de esponja, retendo água e liberando periodicamente durante a hidratação da argamassa.

Outro ponto observado foi que a altura de ascensão capilar interna da água dos corpos de prova com substituição de 1,5% e 2% chegando ao topo, isto ocorreu devido a interação do filme de silano formado pelo tratamento das fibras com TEOS em diminuir o tamanho dos poros através da precipitação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Durante a hidratação da matriz, o filme de silano reage com o hidróxido de cálcio precipitando C-S-H e densificando a zona de transição, diminuindo a porosidade (Barberena-Fernández *et al.*, 2015; Casagrande; Cavalaro; Repette, 2018)

Figura 33 - Corpos de prova após ensaio de capilaridade: (a) FS1; (b) FS1,5; (c) FS2; (d) FT1; (e) FT1,5 e (f) FT2.

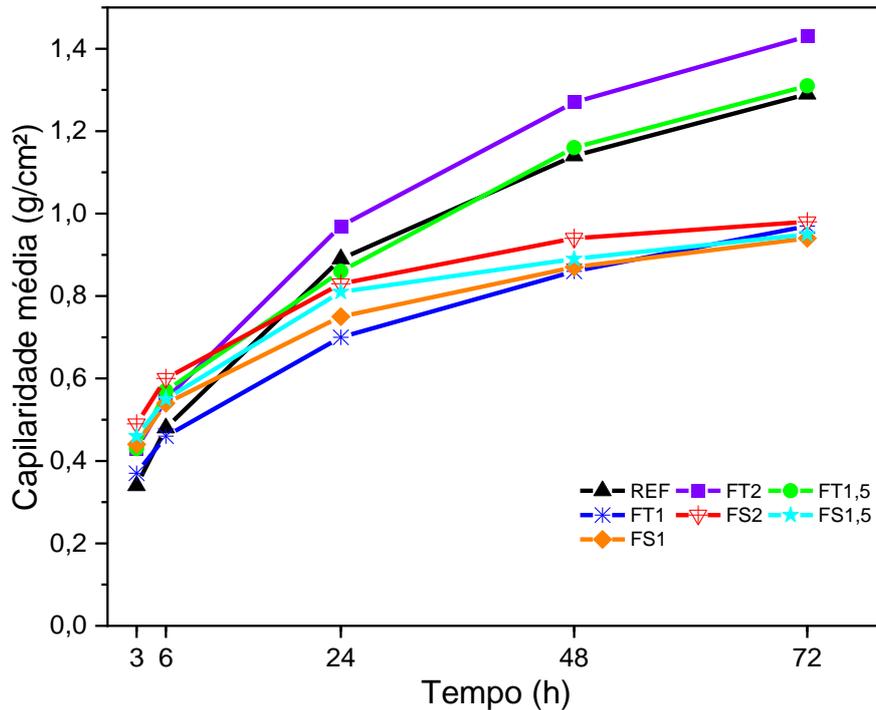


Fonte: Autor (2023).

Quando um poro está em contato com um líquido, ocorre uma diferença de pressão inversamente proporcional ao seu raio, forçando o líquido a entrar no capilar (Martys; Ferraris, 1997; Zhao *et al.*, 2020). Esse fenômeno é influenciado pelo tamanho dos poros, desempenhando um papel crucial na capilaridade do sistema. Com a redução do tamanho do poro, a pressão aumenta, fazendo que a ascensão capilar se torne maior. Entretanto, este fenômeno não foi observado no traço com 1% de fibras tratadas, que pode ser explicado pela menor quantidade de fibras com tratamento em relação aos traços FT1,5 e FT2.

Para a curva de absorção de água por capilaridade, ao fazer observação em relação ao tempo de 72h a amostra FT2 obteve a maior absorção capilar em relação as demais amostra. Em contrapartida, o menor resultado de absorção capilar pertence a amostra FS1 para o mesmo tempo. A curva de absorção capilar pode ser observada na Figura 34.

Figura 34 - Curva de absorção capilar média por traço.



Fonte: Autor (2023).

Para a análise estatística pelo teste de Tukey para capilaridade, foi levado em consideração apenas o valor final referente a tempo de 72h para todas as amostras. Ver Tabela 12.

Tabela 12 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na capilaridade dos corpos de prova.

	Capilaridade		
Referência	B	B	B
Fibras (%)	1,0	1,5	2
0% TEOS	C	C	C
1% TEOS	C	B	A

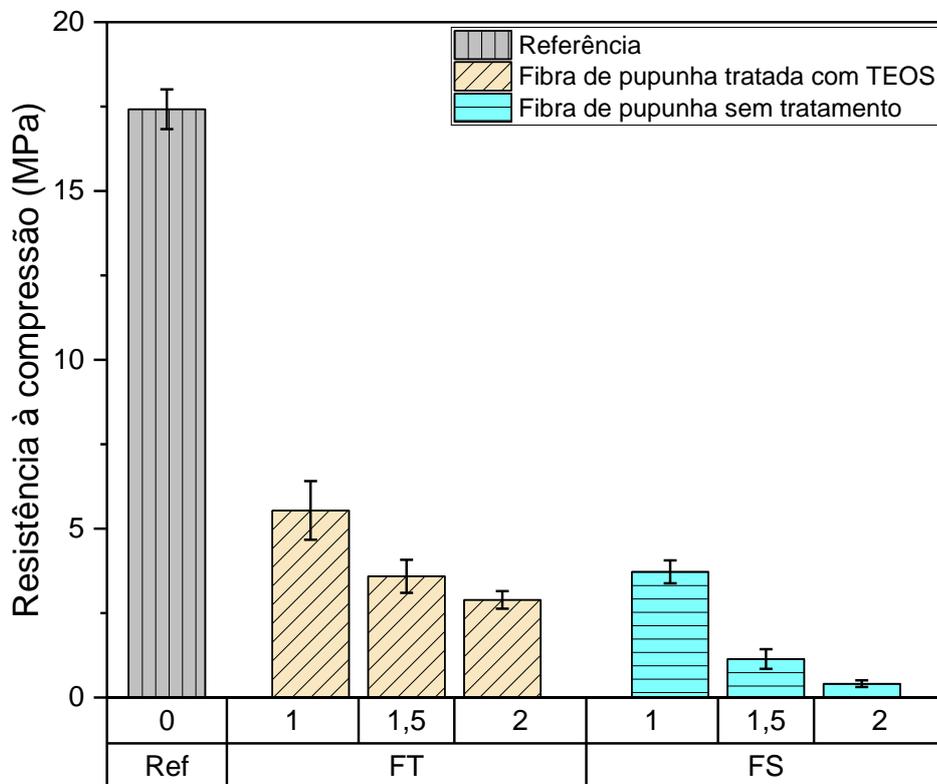
Fonte: Autor (2023).

Analisando a tabela, observa-se que o traço FT2 é estatisticamente diferente de todos os outros, confirmando o resultado observado nas curvas de absorção capilar. Após a realização do teste de Dunnett, os traços referência e FT1,5 apresentaram valores superiores aos demais, com exceção do FT2. Por fim, os demais traços: FS1, FS1,5 FS2, FT1 são estatisticamente iguais.

5.2.5 Ensaio Mecânicos

Para os valores de resistência à compressão médios (Figura 35) é possível observar que o traço referência, sem substituição de fibras, foi o de melhor desempenho com resistência à compressão média de 17,42 MPa, enquanto os demais traços de fibra tratada com TEOS e fibra sem tratamento com substituição de 1%, 1,5% e 2% obtiveram resistência média de 5,54/3,72 MPa, 3,59/1,14 MPa, 2,89/0,41 MPa, respectivamente.

Figura 35 - Resistência à compressão média após 28 dias.



Fonte: Autor (2023).

Ao comparar o traço referência com os traços FT1 e FS1 observou uma redução de resistência de 68% e 78%, respectivamente. Indicando que houve uma grande perda de resistência das amostras com substituição em relação a amostra referência. Apesar da redução na resistência, o uso de fibras naturais possui benefícios únicos, como a reciclagem, baixa densidade e menor custo relativo (Rajeshkumar *et al.*, 2021). Além disso, ao comparar com os valores de resistência os

traços FT1, FT1,5, FT2 e FS1 possuem valores superiores ao limite mínimo de 1,5 MPa exigidos pela NBR 13281 (ABNT, 2005).

Nota-se também que a redução de resistência à compressão é progressiva conforme o aumento de porcentagem de substituição, tanto para as fibras tratadas como para as sem tratamento. Esta redução da resistência ocorre de acordo com Savastano Júnior e Agopyan (1999) devido à alta capacidade de absorção das fibras criando grandes concentrações de água em sua direção, o que eleva a relação água/cimento local, causando uma alta porosidade na zona de transição. No estudo de Silva *et al.* (2014) também foi observado estas concentrações de fluxo de água devido a presença de fibras na matriz cimentícia. Isto explica o fato das fibras tratada com TEOS apresentarem um desempenho melhor em relação as fibras sem tratamento, devido ao filme do silano na sua superfície, diminuindo este fluxo de absorção de água na direção da fibra, conseqüentemente menor fator água/cimento local.

A diminuição de resistência também pode ser atribuída a criação de vazios dentro da matriz cimentícia devido a absorção de água pelas fibras. A absorção causa um aumento do seu volume, com o passar do tempo, a água é liberada e o seu volume diminui causando a formação de vazios próximo aos locais da fibra (Ardanuy *et al.*, 2011; CAPELIN *et al.*, 2020; Savastano; Warden; Coutts, 2005). O tratamento de pior desempenho foi o FS2. Outro ponto relevante é o aumento de cerca de 32% da resistência à compressão dos corpos de prova FT1 em relação ao FS1. No geral, as argamassas com tratamento obtiveram um desempenho mecânico melhor que as sem tratamento, porém muito abaixo dos resultados do traço referência. Este resultado é semelhante ao encontrado por Sawsen *et al.* (2015) que observaram resistência à compressão melhor ao comparar fibras tratadas em relação as não tratadas. A diferença de resistência à compressão entre os traços FT e FS pode ser explicado pelo caráter pozolânico das fibras com tratamento (Anju *et al.*, 2016).

Na Tabela 13 é possível observar os resultados da análise estatística da resistência à compressão. Conforme análise estatística pelo teste de Tukey, os traços referência, FT1 tiveram resultados diferentes entre si e entre os demais. Outro ponto é que os traços FS1, FT1,5 e FT2 são estatisticamente iguais, assim como traços FS1,5 e FS2 também são. A aplicação do teste de Dunnett comprovou a diferenças do traço referência em relação aos demais.

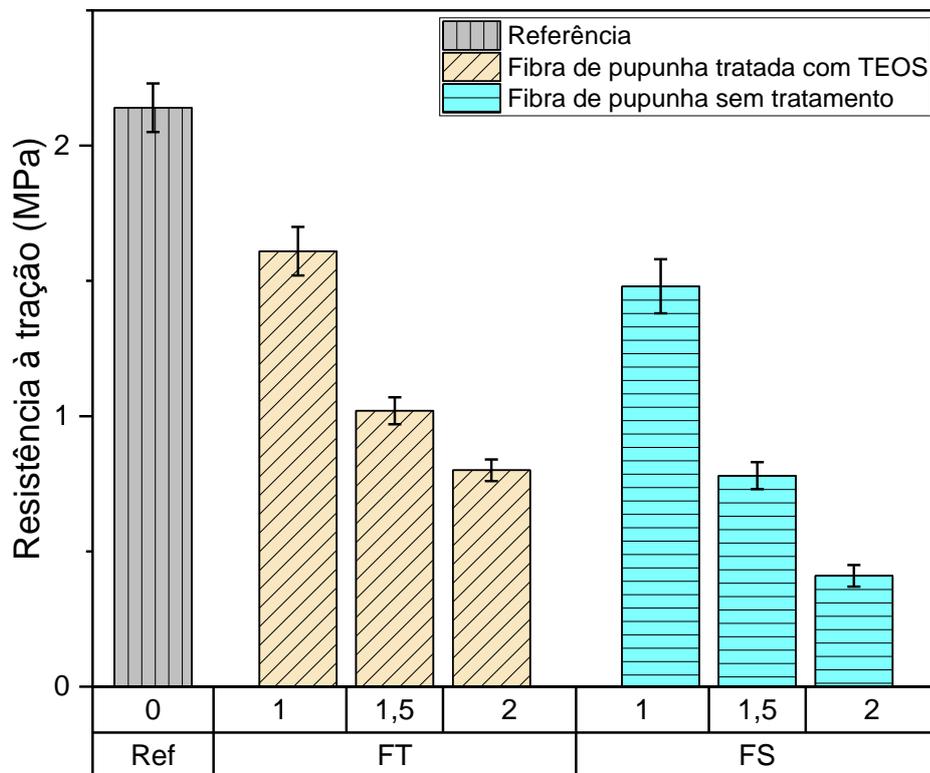
Tabela 13 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na resistência à compressão dos corpos de prova.

Resistência à compressão			
Referência	A	A	A
Fibras (%)	1	1,5	2
0% TEOS	C	D	D
1% TEOS	B	C	C

Fonte: Autor (2023).

Para os resultados de resistência à tração médios ver Figura 36. Onde observa-se que o valor do traço referência possui melhor desempenho entre os demais. A argamassa referência apresentou uma resistência média de 2,14 MPa, enquanto as com fibra tratadas e sem tratamento com substituição de 1%, 1,5% e 2% obtiveram 1,61/1,48 MPa, 1,02/0,78 MPa, 0,80/0,41 MPa, respectivamente. Na Tabela 14 é possível observar os resultados da análise estatística da resistência à tração.

Figura 36 - Resistência à tração média após 28 dias.



Fonte: Autor (2023).

Tabela 14 - Teste de Tukey para a influência das diferentes argamassas na resistência à tração na flexão dos corpos de prova.

Resistência à tração na flexão			
Referência	A	A	A
Fibras (%)	1	1,5	2
0% TEOS	B	D	E
1% TEOS	B	C	D

Fonte: Autor (2023).

Aplicando a análise estatística do teste de Tukey observou que os traços FS1 e FT1 são iguais, assim como os FS1,5 e FT2. Os demais traços são todos diferentes. Conforme a aplicação do teste de Dunnett pode-se identificar que o traço referência é diferente de todos os demais.

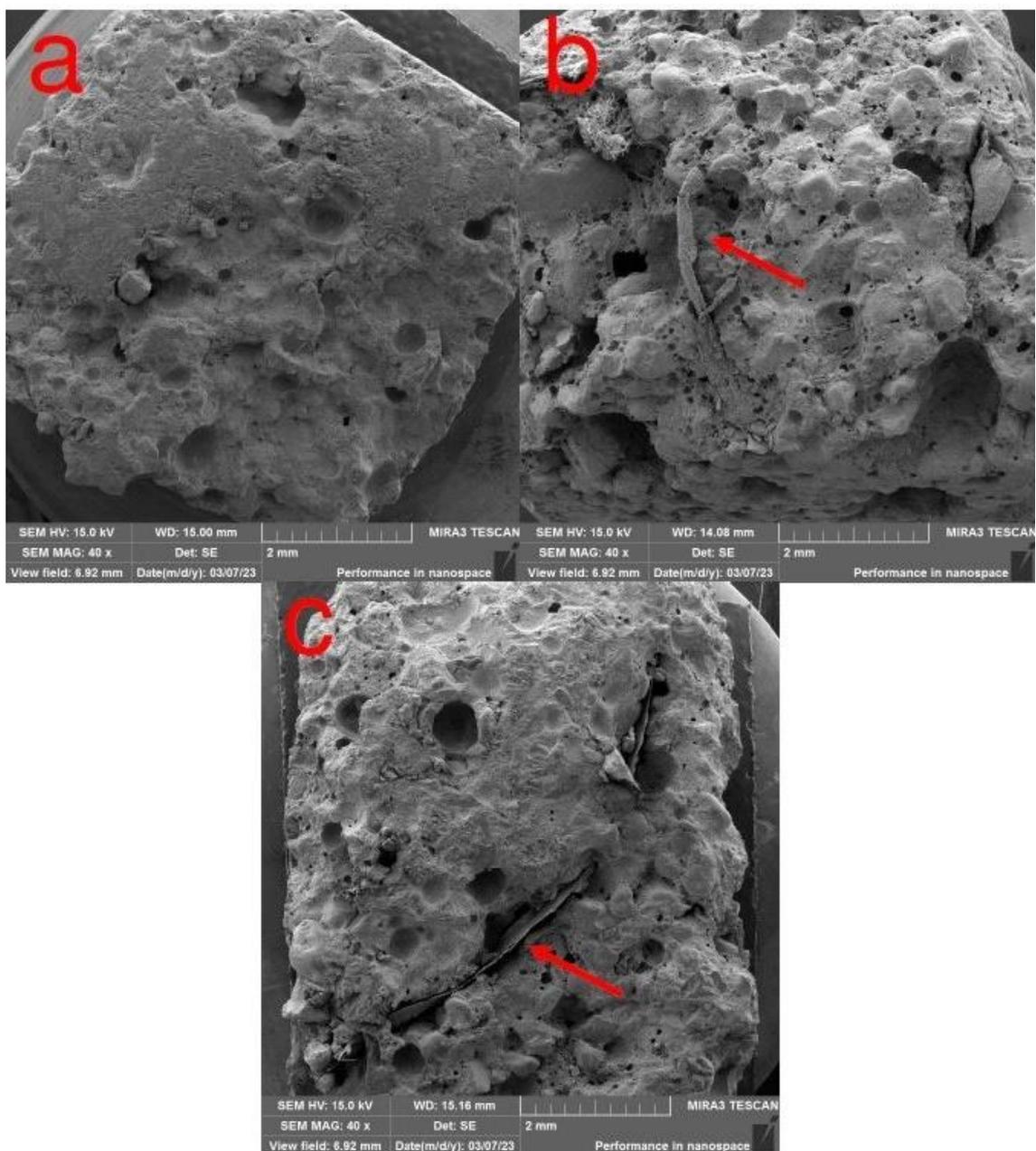
Ao comparar a referência com os traços FT1 e FS1, observou que houve uma redução de 25% e 31% na resistência à tração, respectivamente. Apesar da redução na resistência à tração, os traços FT1, FT1,5 e FS1 possuem valores superiores ao limite mínimo de 1 MPa exigidos pela NBR 13281 (ABNT, 2005). Esta redução é menor se comparada a redução ocorrida na resistência à compressão, isto porque as fibras têm a característica de ponte de tensões dentro da matriz cimentícia. Mitigando o rompimento frágil dos corpos de prova ensaiados distribuindo parte das tensões (Fonseca *et al.*, 2019). Os traços de melhor desempenho foram as amostras referência, FT1 e FS1.

Outro ponto a ser observado é que mesmo com as fibras, as amostras com substituição não obtiveram resistência à tração superior a amostra referência, que pode estar relacionado com a quantidade, dimensões e aderência das fibras a matriz. De acordo com Savastano Júnior e Agopyan (1999) a variedade dimensional e absorção de água das fibras influenciam diretamente na sua aderência na matriz cimentícia. Segundo Oliveira *et al.* (2022) as propriedades mecânicas são afetadas por: aplicação, volume, forma, distribuição, tratamento, características da matriz, mas existem vantagens como: sustentabilidade, baixo custo e baixa densidade. Apesar das diminuições de resistência à compressão e tração na flexão, o benefício de trabalhar com a substituição do agregado miúdo por fibra de palmito pupunha é promover a sustentabilidade. De acordo com Pachla *et al.* (2019) a utilização de fibras naturais em matriz cimentícia possuem o benefício da destinação sustentável desse resíduo.

5.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram realizadas microscopia eletrônica de varredura dos corpos de prova de melhor desempenho mecânico para observar a microestrutura das argamassas referência (a), 1% fibra sem tratamento (b) e 1% fibra tratada com TEOS (c), conforme Figura 37.

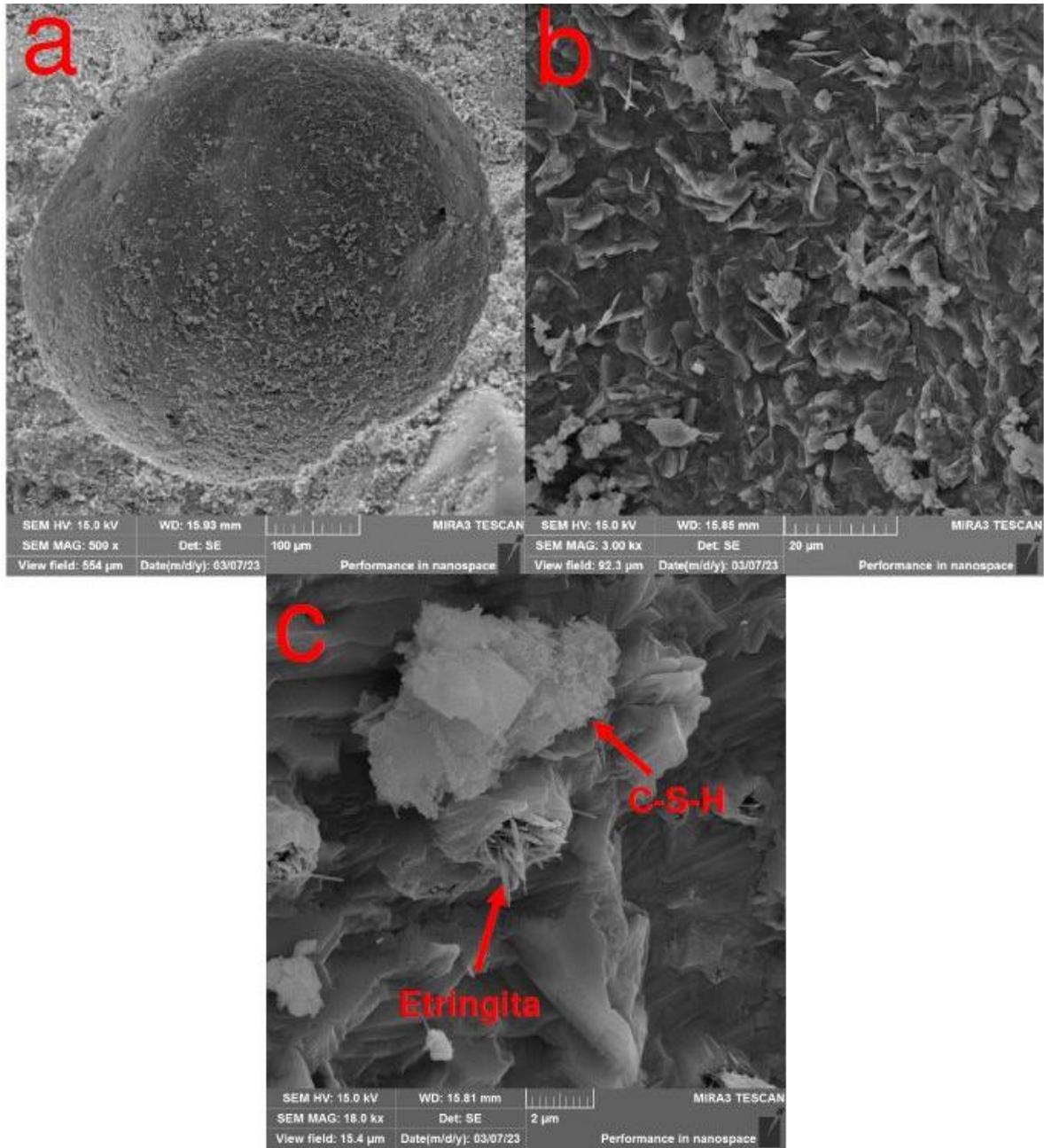
Figura 37 - Amostras das argamassas durante microscopia: (a) Referência; (b) FS1 e (c) FT1.



Fonte: Autor (2023).

Conforme o aspecto visual, a argamassa referência possui poucos poros e pouquíssimos vazios. Por outro lado, a argamassa FS1 tem uma quantidade superior de poros e de vazios, superando até mesmo a FT1. Isto corrobora com os resultados de absorção e índice de vazios. Além disso, na Figura 37-b é possível observar uma fibra com a morfologia degradada. Outra característica observada que pode ser vista na Figura 37-c é uma das fibras aparentar estar solta dentro da amostra, evidenciando a falta de aderência dentro da matriz. Isto pode estar relacionada com a perda de volume da fibra durante a liberação da água (Capelin *et al.*, 2020; Savastano; Warden; Coutts, 2005;). Na Figura 38 está representado microscopia eletrônica de varredura da argamassa referência aos 28 dias.

Figura 38 - Microscopia da argamassa referência e ampliações: (a) Poro; (b) Ampliação do poro em 3 mil vezes e (c) Ampliação 18 mil vezes.

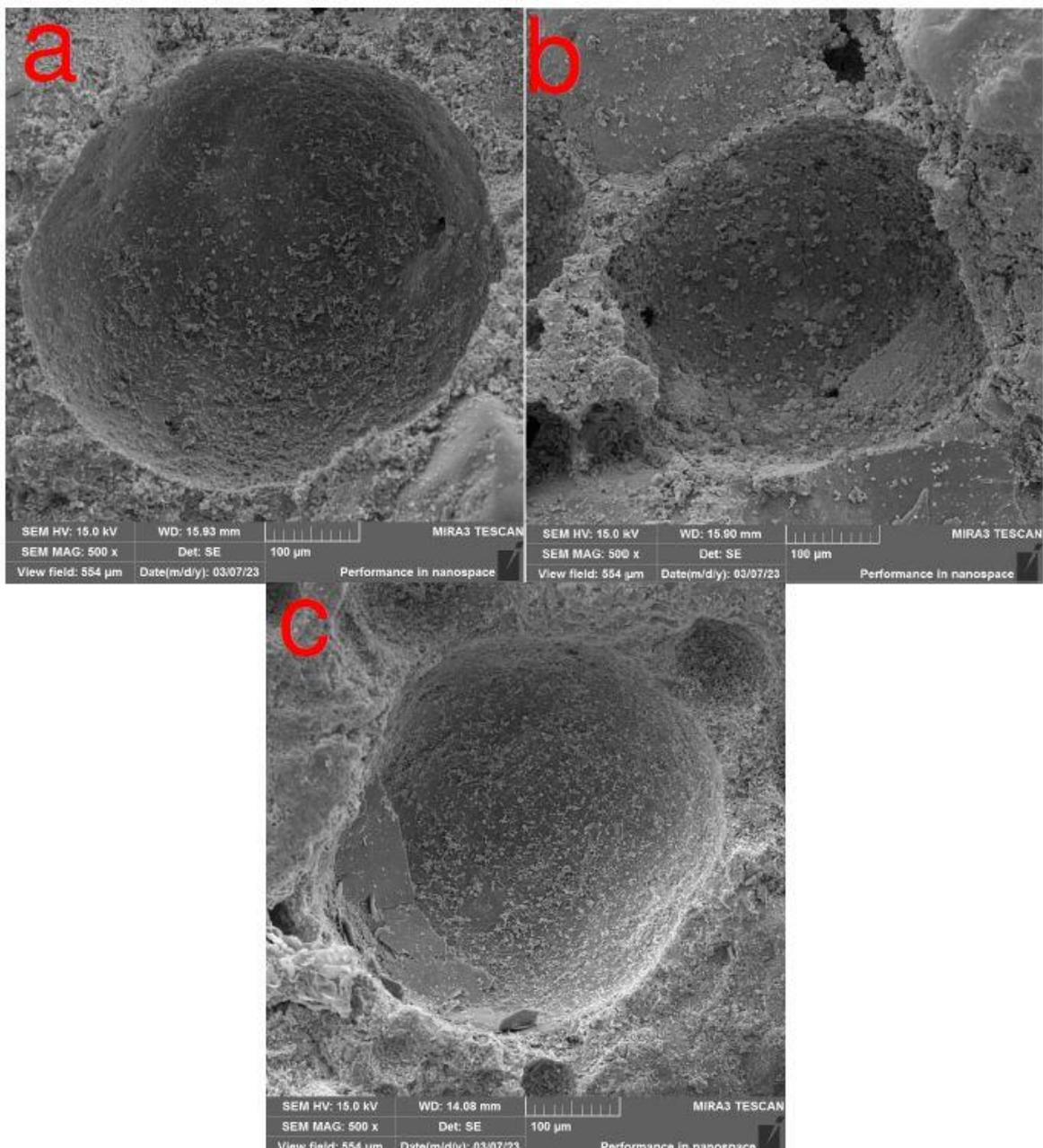


Fonte: Autor (2023).

Na Figura 38-a é possível observar um poro com formações no seu interior. Dentro desse poro, após feitas ampliações, são observadas a formação de estruturas característica de materiais cimentícios que surgem durante a hidratação do cimento. Na Figura 38-b tem a formação de cristais de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), também pode ser chamada de portlandita, com formato indefinível. De acordo com Mehta e Monteiro (2014) a geometria da portlandita pode variar entre indefinível e pilhas de

placas. Na Figura 38-c, é possível observar estruturas no formato de agulhas, característicos da formação de trissulfato hidratado ($C_6A\check{S}_3H_{32}$) também chamado de etringita, assim como a formação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) que possuem formato de estruturas fibrilares que é o grande responsável pela resistência e durabilidade dos materiais cimentícios (Mehta; Monteiro, 2014). Outra característica observada é o fato da etringita estar dentro de uma estrutura lamelar. Na Figura 39 é possível observar poros das argamassas referência, FS1 e FT1.

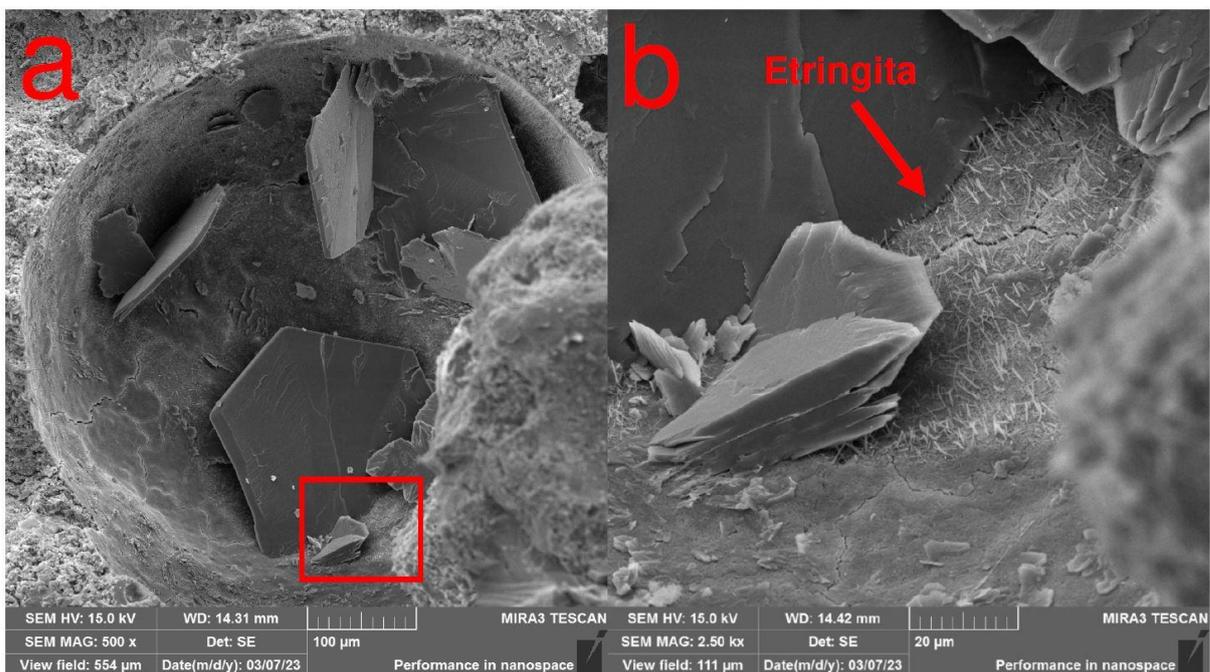
Figura 39 - Microscopia de poros de argamassas: (a) Referência; (b) FS1 e (c) FT1.



Fonte: Autor (2023).

É possível identificar algumas diferenças entre os poros apresentados. Na Figura 39-b a argamassa FS1 possui um poro mais irregular e com formação de silicatos maiores e mais aglomerados em relação as demais. Na Figura 39-c, a argamassa FT1 possui um poro mais denso em formação de produtos da hidratação do cimento. Na Figura 40 está o MEV da microestrutura da argamassa FT1.

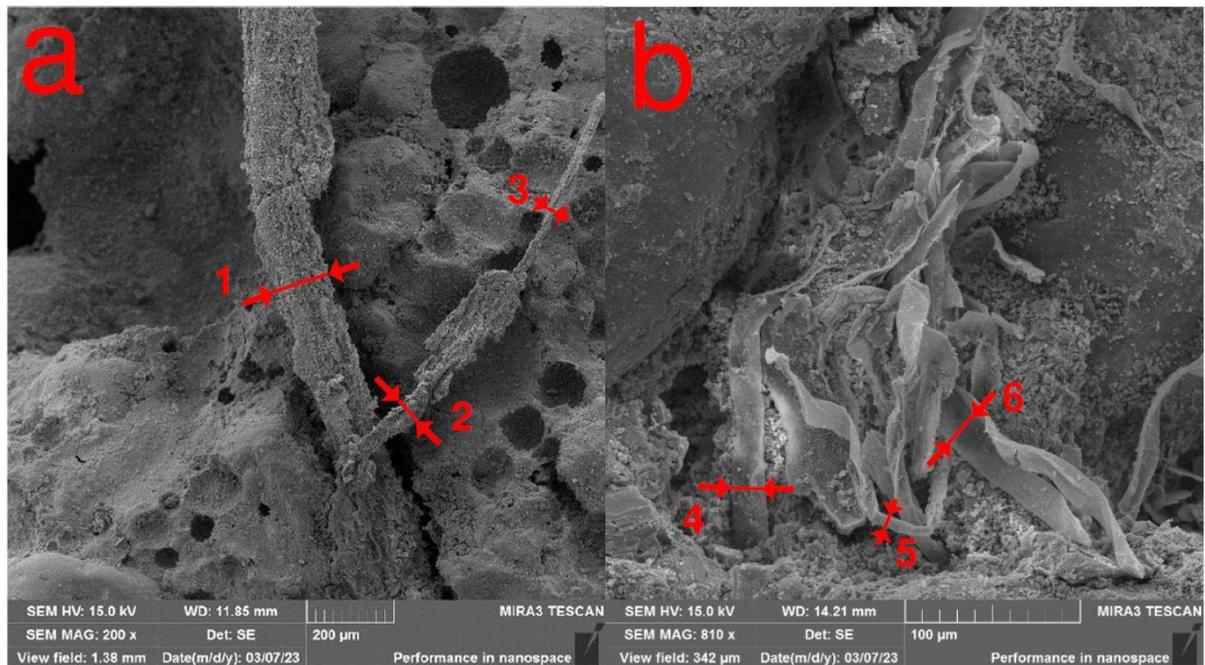
Figura 40 - Microscopia de argamassas com fibras tratadas com TEOS: (a) Poro e (b) Ampliação do poro.



Fonte: Autor (2023).

Na Figura 40-a é possível observar a formação de grandes cristais de hidróxido de cálcio com geometria de placa bem definidas, além disso, após realizar uma ampliação dentro desse poro (Figura 40-b), é possível observar que sua área interna está revestida, em grande parte, por etringita uniformemente distribuída diferente do que ocorre na argamassa referência. Segundo Mehta (1983) a etringita pode ser tipo I ou II, com comprimento entre 10-100 µm formadas em locais de baixa concentração de hidroxila (OH) ou possuir entre 1-2 µm, formadas em locais com grandes concentrações de hidroxila (OH), respectivamente. Na Figura 41 são apresentadas as fibras de palmito pupunha incorporadas na matriz cimentícia.

Figura 41 - Fibras na matriz cimentícia: (a) Fibras de pupunha sem tratamento; (b) Fibras de pupunha tratadas com TEOS.

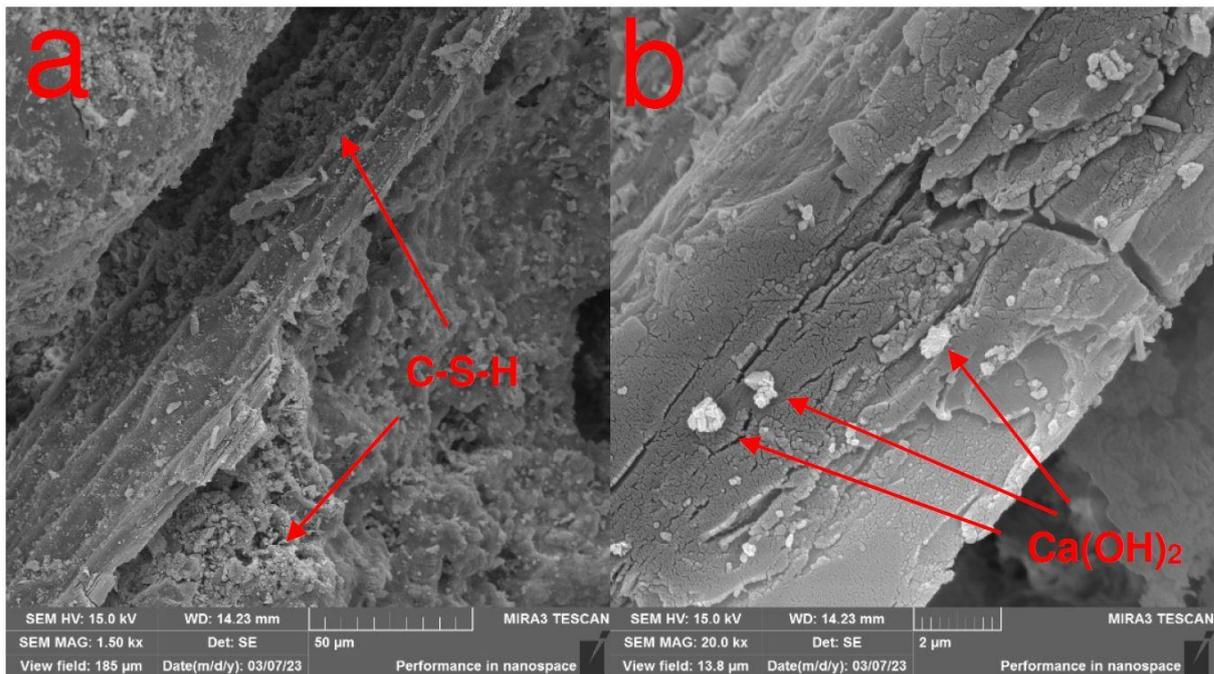


Fonte: Autor (2023).

A Figura 41-a é possível notar que ocorreu a mineralização da fibra causada principalmente pelo hidróxido de cálcio hidratado ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), grande responsável pela alcalinidade da pasta cimentícia e pela degradação de fibras vegetais. Na Figura 41-b não foi possível observar esse processo de mineralização. O filme formado na superfície da fibra funciona como uma barreira contra a mineralização da fibra pela penetração de produtos de hidratação do cimento (Tonoli *et al.*, 2009). A partir das figuras, é possível afirmar que o tratamento com TEOS foi eficaz em proteger as fibras contra a alcalinidade e degradação provocada pelos produtos da hidratação do cimento.

As dimensões das fibras foram mensuradas e identificadas nos pontos 1, 2, 3, 4, 5 e 6 para as fibras e seus diâmetros foram 129, 55, 17, 18, 6,5 e 21 μm , respectivamente. Indicando a variabilidade de dimensões dentro da matriz.

Figura 42 - Microscopia de fibras tratadas com TEOS.



Fonte: Autor (2023).

Na Figura 42-a é possível observar a microestrutura da fibra com tratamento incorporada à matriz cimentícia, com a formação de C-S-H compacto próximo e sob a fibra. Após fazer uma ampliação na fibra, é possível identificar na Figura 42-b topografia irregular e a formação de produtos da hidratação do cimento estão depositados sobre a fibra, como o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em destaque. Este comportamento é amplamente comentado na literatura, e resultados similares foram observados por (Coppola *et al.*, 2015; Oh *et al.*, 2021).

5.3 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste estudo, foi evidenciada a influência do tratamento químico nas fibras da capa do palmito pupunha, assim como os impactos de sua incorporação em compósitos cimentícios. Isso ocorreu mediante a substituição parcial da areia por fibras do palmito pupunha, tanto sem tratamento químico quanto tratadas com tetraetil ortossilicato (TEOS).

O tratamento químico com TEOS reduziu as porcentagens de cálcio (Ca) e potássio (K) presente na fibra, gerou acúmulo de compostos orgânicos de silício na

sua superfície, reduziu de absorção de água, aumentou a estabilidade térmica e favoreceu a produção de produtos voláteis.

O aumento dos teores de substituição causa a redução progressiva da consistência da mistura, aumento na absorção de água por imersão e aumento no índice de vazios. Os compósitos de fibras tratadas demonstraram uma redução na absorção e no índice de vazios quando comparados aos compostos de fibras não tratadas. No entanto, mesmo diante do aumento na absorção por imersão, a análise da absorção por capilaridade revelou que os compósitos de fibras não tratadas apresentaram uma altura interna de água inferior aos demais tratamentos. Em relação a absorção por capilaridade, com exceção das amostras referência, 1,5FT e 2FT, as demais amostras tiveram resultado inferior.

A incorporação de fibras de pupunha, tanto tratadas quanto não tratadas, resultou em diminuição das resistências à compressão e tração em comparação com a amostra de referência (0%). Entretanto, essa redução na resistência à compressão permaneceu acima do limite mínimo estabelecido pela NBR 13281 (ABNT, 2005), com a exceção das amostras 1,5FS e 2FS. Adicionalmente, a resistência à tração foi mantida igual ou superior aos requisitos da mesma norma, com exceção das amostras 1,5FS, 2FS e 2FT.

As fibras não tratadas apresentaram maior degradação em comparação com as tratadas. Adicionalmente, a incorporação das fibras tratadas na matriz cimentícia promoveu a precipitação de C-S-H, resultando na densificação da zona de transição e, conseqüentemente, um aumento na resistência mecânica quando comparadas às fibras não tratadas.

6 CONCLUSÕES

A utilização de fibras de palmito pupunha como um material para reforço de materiais compósitos cimentícios devem ser utilizadas com cautela, pois houve uma grande perda de resistência à compressão ao comparar as amostras com fibras tratadas e sem tratamento com a amostra referência. Foi possível realizar uma análise com detalhes da microestrutura do palmito pupunha, identificando e estudando partes fundamentais. As fibras possuem caráter hidrofílico, porém ao realizar o tratamento de superfície foi possível observar uma diminuição nessa característica. Além disso, o tratamento foi capaz de modificar a morfologia das fibras removendo substâncias e criando pontos de acúmulo de compostos orgânicos de silício.

Em relação as propriedades térmicas as fibras tratadas com alcóxido de silício tiveram uma melhora, pois houve um aumento da proteção térmica em relação às fibras sem tratamento. Outro ponto é o fato de as fibras com tratamentos formarem menos carvão, deixando evidente que uma maior quantidade de produtos vaporizáveis foi formada.

Foi observado que a substituição do agregado miúdo pelas fibras causou uma diminuição da consistência, causada principalmente pelo entrelaçamento de fibras. Não foi possível observar diferença de índice de consistência entre as fibras tratada e as sem tratamento.

Na ascensão capilar houve uma diminuição para as amostras de fibra sem tratamento, entretanto, as fibras com tratamento tiveram um aumento na ascensão capilar com exceção do traço FT1. Quando adicionadas na matriz cimentícia, as fibras tratadas com TEOS, foram capazes de interagir com os produtos da hidratação do cimento, como silicato de cálcio (C-S-H).

A adição de fibras causou aumento na absorção de água e índice de vazão. Houve diminuição nas resistências à compressão e tração. Contudo, esta diminuição foi mais acentuada na resistência à compressão. Apesar disso, as fibras favoreceram a diminuição do comportamento frágil dos corpos de provas na ruptura. Os compósitos, em alguns traços, mostraram-se promissores por apresentarem valores mínimos exigidos para sua utilização em argamassas construtivas.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo como base os resultados do presente trabalho, sugere-se como trabalhos futuros:

- Estudar a utilização de porcentagens menores de substituição de fibras de palmito pupunha pelo agregado;
- Desenvolver estudos utilizando as fibras de palmito pupunha tratadas com TEOS como substituição parcial do cimento;
- Estudar o tratamento químico de diferentes porcentagens de TEOS para a proteção das fibras de palmito pupunha;
- Estudar a substituição parcial das fibras de palmito pupunha em diferentes proporções de traços de argamassas e sua aplicação em ambientes construtivos reais;
- Elaborar estudos com comprimento e diâmetro padronizados das fibras de palmito pupunha visando uma melhor aderência por elas dentro da matriz cimentícia;
- Investigar o envelhecimento e degradação das fibras de palmito pupunha em diferentes idades dentro da matriz cimentícia.

REFERÊNCIAS

- ALI, M. E.; ALABDULKAREM, A. On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers. **Construction and Building Materials**, v. 138, p. 276-284, mai. 2017.
- ALMEIDA, R. M.; PANTANO, C. G. Structural investigation of silica gel films by infrared spectroscopy. **Journal of Applied Physics**, v. 68, n. 8, p. 4225-4232, out. 1990.
- ALSAEED, T.; YOUSIF, B. F.; KU, H. The potential of using date palm fibres as reinforcement for polymeric composites. **Materials & Design**, v. 43, p. 177-184, jan. 2013.
- AMA - Ministério do Meio Ambiente. **Biodiversidade**. Disponível em: <https://www.gov.br/mma/pt-br/assuntos/biodiversidade#:~:text=O%20Brasil%20ocupa%20quase%20metade,e%20tr%C3%AAs%20grandes%20ecossistemas%20marinhos.>>. Acesso em: 11 de out. 2022.
- ANEFALOS, L. C.; TUCCI, M. L. S.; MODOLO, V. A.; DE OLIVEIRA, A. F.; SPIERING, S. H. Análise dos impactos econômicos dos investimentos nas pesquisas tecnológicas relativas ao cultivo da pupunheira para palmito no Estado de São Paulo, 1995 a 2012. **Informações Econômicas**, São Paulo, v. 47, n. 4, p. 19-30, out-dez. 2017.
- ANJU, T. R.; RAMAMURTHY, K.; DHAMODHARAN, R. Surface modified microcrystalline cellulose from cotton as a potential mineral admixture in cement mortar composite. **Cement and Concrete Composites**, v. 74, p. 147-153, nov. 2016.
- ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; GARCÍA-HORTAL, J. A.; BARRA, M. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. **Cellulose**, v. 18, p. 281-289, jan. 2011.
- ASHORI, A.; BABAEE, M.; JONOBI, M.; HAMZEH, Y. Solvent-free acetylation of cellulose nanofibers for improving compatibility and dispersion. **Carbohydrate Polymers**, v. 102, p. 369-375, fev. 2014.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **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. **NBR 13279**: argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos: Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 13281**: argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - requisitos. Rio de Janeiro, 2005.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **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. **NBR 7251**: agregado em estado solto: determinação da massa unitária. Rio de Janeiro, 1982.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 9778**: argamassa e concreto endurecidos – determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2009.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 9779**: argamassa e concreto endurecidos – determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 2012.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR NM 45**: agregados: determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2008.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR NM 52**: agregados: determinação da absorção e da massa específica de agregado miúdo: método de ensaio. Rio de Janeiro, 2009.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7222**: concreto e argamassa: determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2011.

BACELLAR, R. S.; D'ALMEIDA, J. R. M. Microstructural characterization and evaluation of thermal, mechanical and wear properties of pupunha (*Bactris gasipaes*) pseudostem. **Polymers from Renewable Resources**, v. 1, n. 3, p. 123-142, ago. 2010.

BARBERENA-FERNÁNDEZ, A. M.; CARMONA-QUIROGA, P. M.; BLANCO-VARELA, M. T. Interaction of TEOS with cementitious materials: Chemical and physical effects. **Cement and Concrete Composites**, v. 55, p. 145-152, jan. 2015.

BAYÃO, G. F. V.; CUNHA, C. S.; QUEIROZ, A. C. D.; PIMENTEL, R. M., CARDOSO, L. L.; SILVA, T. E.; CARDOSO, A. J. S.; SOUSA, K. R. S.; MARCONDES, M. I. Heart-of-palm byproduct for lactating cows. **Journal of Applied Animal Research**, v. 48, n. 1, p. 1-6, jan. 2020.

BAYÃO, G. F. V.; MARCONDES, M. I.; QUEIROZ, A. C. D.; PIMENTEL, R. M.; CARDOSO, L. L.; CARDOSO, A. J. D. S.; BATALHA, C. D. A. Chemical composition and fermentative parameters of heart of palm waste produced from Alexander Palm ensiled with chemical additives. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 46, n. 6, p. 489–493, 1 jun. 2017.

BAYÃO, G. F. V.; QUEIROZ, A. C.; PIMENTEL, R. M.; FREITAS, S. G.; SOUSA, K. R., CARDOSO, L. L.; SILVA, T. E. Silage from heart-of-palm waste produced from Alexander palm tree. **Revista Colombiana de Ciencias Pecuarias**, v. 32, n. 1, p. 64-70, abr. 2019.

BERARDI, U.; IANNACE, G. Acoustic characterization of natural fibers for sound absorption applications. **Building and Environment**, v. 94, p. 840-852, dez. 2015.

BERGO, C. L.; NEGREIROS, J. R. D. S.; MIQUELONI, D. P.; LUNZ, A. M. P. Estimativas de repetibilidade de caracteres de produção em pupunheiras para palmito da raça putumayo. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 35, p. 829-836, set. 2013.

BERTOLUZZA, A.; FAGNANO, C.; MORELLI, M. A.; GOTTARDI, V.; GUGLIELMI, M. Raman and infrared spectra on silica gel evolving toward glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 48, n. 1, p. 117-128, mar. 1982.

BISANDA, E. T. N.; ANSELL, Martin P. The effect of silane treatment on the mechanical and physical properties of sisal-epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v. 41, n. 2, p. 165-178, mai. 1991.

BOIX, E.; GINEAU, E.; NARCISO, J. O.; HÖFTE, H.; MOUILLE, G.; NAVARD, P. Influence of chemical treatments of miscanthus stem fragments on polysaccharide release in the presence of cement and on the mechanical properties of bio-based concrete materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 105, p. 103429, jan. 2020.

BOLANHO, B. C.; DANESI, E. DG; BELEIA, A. P. Peach palm (*Bactris gasipaes* Kunth) characterization and the potential of by-products flour processing. **Food Science and Technology Research**, v. 19, n. 6, p. 1061-1069, jun. 2013.

BUFALINO, L.; GUIMARÃES, A. A.; DE SOUZA, R. L. F.; DE MELO, I. C. N. A.; DE OLIVEIRA, D. N. P. S.; TRUGILHO, P. F. Local variability of yield and physical properties of açaí waste and improvement of its energetic attributes by separation of lignocellulosic fibers and seeds. **Journal of Renewable and Sustainable Energy**, v. 10, n. 5, set. 2018.

CAI, Y.; HOU, P.; DUAN, C.; ZHANG, R.; ZHOU, Z.; CHENG, X.; SHAH, S. The use of tetraethyl orthosilicate silane (TEOS) for surface-treatment of hardened cement-based materials: A comparison study with normal treatment agents. **Construction and Building Materials**, v. 117, p. 144-151, ago. 2016.

CAPELIN, L. J.; MORAES, K. K.; ZAMPIERI, J. P.; VANDERLEI, R. D. Avaliação dos efeitos da fibra de coco e da microcelulose cristalina nas propriedades de argamassas cimentícias. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, abr. 2020.

CASAGRANDE, C. A.; CAVALARO, S. H. P.; REPETTE, W. L. Ultra-high performance fibre-reinforced cementitious composite with steel microfibres functionalized with silane. **Construction and Building Materials**, v. 178, p. 495-506, jul. 2018.

CASTRO, V. G. D. **Compósitos madeira-cimento: um produto sustentável para o Futuro**. Mossoró: EdUFERSA, 2021.

CHAND, N.; SOOD, S.; SINGH, D. K.; ROHATGI, P. K. Structural and thermal studies on sisal fibre. **Journal of thermal analysis**, v. 32, p. 595-599, mar. 1987.

CHAVES, J. F. N. **Previsão da resistência à compressão do cimento portland comum com utilização de técnica de machine learning**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Brasília, Brasília, 2022.

CHOKSHI, S.; PARMAR, V.; GOHIL, P.; CHAUDHARY, V. Chemical composition and mechanical properties of natural fibers. **Journal of Natural Fibers**, p. 1-12, dez. 2020.

CIOLACU, D.; CIOLACU, F.; POPA, V. I. Amorphous cellulose—structure and characterization. **Cellulose chemistry and technology**, v. 45, n. 1, p. 13, jul. 2011.

CONZATTI, L.; GIUNCO, F.; STAGNARO, P.; PATRUCCO, A.; TONIN, C.; MARANO, C.; RINK, M.; MARSANO, E. Wool fibers functionalized with a silane-based coupling agent for reinforced polypropylene composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 61, p. 51-59, jun. 2014.

COPPOLA, B.; DI MAIO, L.; SCARFATO, P.; INCARNATO, L. Use of polypropylene fibers coated with nano-silica particles into a cementitious mortar. **AIP Conference Proceedings**, p. 1-9, dez. 2015.

CORREIA, V. C.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO, H. J. Effect of the accelerated carbonation in fibercement composites reinforced with eucalyptus pulp and nanofibrillated cellulose. **Composites**. v. 9, n. 1, p. 7-10, 2015.

DA SILVA, E. J.; MARQUES, M. L.; VELASCO, F. G., JUNIOR; C. F., LUZARDO, F. M.; TASHIMA, M. M. A new treatment for coconut fibers to improve the properties of cement-based composites—combined effect of natural latex/pozzolanic materials. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 12, p. 44-51, jul. 2017.

DA SILVA, E. L.; VIEIRA, H. C.; DOS SANTOS, J. X.; SAUL, C. K.; NISGOSKI, S.; DE MUÑIZ, G. I. B. Nanofibrillated cellulose, the small promising fiber: characteristics and potentialities. **Floresta**. v. 49, n. 3, p. 411 - 420, jul-set. 2019.

DE AZEVEDO, A. R.; MARVILA, M. T.; TAYEH, B. A.; CECCHIN, D.; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N. Technological performance of açaí natural fibre reinforced cement-based mortars. **Journal of Building Engineering**, v. 33, p. 101675, jan. 2021.

DE PAULA, C. R. P.; DE SÁ, F. P.; ARANTES, M.; AZEVEDO, E.; MAGALHAES, W. Preparation of biodegradable composite with palm heart agroindustry waste biomass. **Brazilian conference on composite material**, p. 5, 2021.

DECOTTIGNIES, M.; PHALIPPOU, J.; ZARZYCKI, J. Synthesis of glasses by hot-pressing of gels. **Journal of Materials Science**, v. 13, p. 2605-2618, dez. 1978.

ELSEIFY, L. A.; MIDANI, M.; HASSANIN, A. H.; HAMOUDA, T.; KHIARI, R. Long textile fibres from the midrib of date palm: Physiochemical, morphological, and mechanical properties. **Industrial crops and products**, v. 151, p. 112466, set. 2020.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Sobre a Pupunha. Colombo, dez. 2019. Disponível em: <https://www.embrapa.br/florestas/transferencia-de-tecnologia/pupunha/tema>. Acesso em: 09 fev. 2022.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Pupunha para palmito impulsiona desenvolvimento econômico, social e ambiental no litoral paranaense. Colombo, 8 de set. 2021. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/64761581/pupunha-para-palmito-impulsiona-desenvolvimento-economico-social-e-ambiental-no-litoral-paranaense>. Acesso em: 09 de fev. 2022.

ENG, C. C.; IBRAHIM, N. A.; ZAINUDDIN, N.; ARIFFIN, H.; YUNUS, W. M. Z. W. Impact strength and flexural properties enhancement of methacrylate silane treated oil palm mesocarp fiber reinforced biodegradable hybrid composites. **The Scientific World Journal**, p. 1-8, ago. 2014.

FAN, M.; DAI, D.; HUANG, B. Fourier transform infrared spectroscopy for natural fibres. **Fourier transform-materials analysis**, v. 3, p. 45-68, mai. 2012.

FERMINO, M.H.; GONÇALVES, R.S.; SILVEIRA, J.R.P.; BATTISTIN, A.; TREVISAN, M.; BUSNELLO, A. C. Fibra de palmeira como substrato para hortaliças. **Horticultura Brasileira**, v. 32, p. 404-408, dez. 2014.

FIBRENAMICS. As Fibras: O que são e que tipos existem. Disponível em: <https://www.fibrenamics.com/intelligence/reports/as-fibras-o-que-sao-e-que-tipos-existem>. Acesso em: 15 de fev. 2022.

FLORES, W. B. C.; SILVA, W. D. P.; SANTOS, J. G.; ALFAIA, S. S. **A Cultura da Pupunha: Cultivo e Beneficiamento**. 1. ed. Manaus: INPA, 2019.

FOGAÇA, J. R. V. Sílica e Silicose. Brasil Escola. Disponível em: <https://brasilecola.uol.com.br/quimica/silica-silicose.htm>. Acesso em: 23 de jun. 2022.

FONSECA, C. S.; SILVA, M. F.; MENDES, R. F.; HEIN, P. R. G.; ZANGIACOMO, A. L.; SAVASTANO JR, H.; TONOLI, G. H. D. Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 211, p. 517-527, jun. 2019.

FRONTERA, P.; KUMITA, M.; MALARA, A.; NISHIZAWA, J.; BONACCORSI, L. Manufacturing and assessment of electrospun PVP/TEOS microfibrils for adsorptive heat transformers. **Coatings**, v. 9, n. 7, p. 443, jul. 2019.

GOMES, L.; DE SOUZA, M. C.; FURTADO, A. C. R. A sílica e suas particularidades. **Revista virtual de química**, v. 10, n. 4, set. 2018.

GOTTARDI, F. M.; BELINI, U.; ZANONI, P. R. S.; MAGALHAES, W. L. E. Fibras residuais de pupunha: estudo de aplicações ao design sustentável. **Simpósio de design sustentável**, v. 8, p. 61-71, ago. 2021.

HOWARD, E. T.; MANWILLER, F. G. Anatomical characteristics of southern pine stemwood. **Wood science**, v. 2, n. 2, p. 77-86, nov. 1969.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE. Produção agrícola municipal. Rio de Janeiro: IBGE, 2022. Disponível em: <https://sidra.ibge.gov.br/tabela/1613>. Acesso em: 01 de mar. 2022.

JIA, X.; LI, Y.; CHENG, Q.; ZHANG, S.; ZHANG, B. Preparation and properties of poly (vinyl alcohol)/silica nanocomposites derived from copolymerization of vinyl silica nanoparticles and vinyl acetate. **European Polymer Journal**, v. 43, n. 4, p. 1123-1131, abr. 2007.

KABIR, M. M. **Effects of chemical treatments on hemp fibre reinforced polyester composites**. Tese de Doutorado. University of Southern Queensland, Queensland, 2012.

KEINE, S. **Avaliação do processo de secagem de madeira em estufa com banho de vapor**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1997.

LECOMPTE, T.; PERROT, A.; SUBRIANTO, A.; LE DUGOU, A.; AUSIAS, G. A novel pull-out device used to study the influence of pressure during processing of cement-based material reinforced with coir. **Construction and Building Materials**, 78, 224-233, mar. 2015.

LI, L. G.; CHU, S. H.; ZENG, K. L.; ZHU, J.; KWAN, A. K. H. Roles of water film thickness and fibre factor in workability of polypropylene fibre reinforced mortar. **Cement and Concrete Composites**, v. 93, p. 196-204, out. 2018.

LIMA, K. O.; BIDUSKI, B.; DA SILVA, W. M. F.; FERREIRA, S. M.; MONTENEGRO, L. M. P.; DIAS, A. R. G.; BIANCHINI, D. Incorporation of tetraethylorthosilicate (TEOS) in biodegradable films based on bean starch (*Phaseolus vulgaris*). **European Polymer Journal**, v. 89, p. 162-173, abr. 2017.

LIU, C.; WANG, S.; SHI, J.; WANG, C. Fabrication of superhydrophobic wood surfaces via a solution-immersion process. **Applied Surface Science**, v. 258, n. 2, p. 761-765, nov. 2011.

LOPES, F. F.; ARAÚJO, G. T.; LUNA, S.; DO NASCIMENTO, J. W.; SILVA, V. R. D. Modificação das propriedades das fibras de curauá por acetilação. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 15, n. 3, p. 316-321, mar. 2011.

LU, Y.; FENG, M.; ZHAN, H. Preparation of SiO₂-wood composites by an ultrasonic-assisted sol-gel technique. **Cellulose**, v. 21, p. 4393-4403, set. 2014.

MAGALHÃES, W.; CASTRO, A. O.; VANALLI, L. Compósitos cimentícios reforçados com fibras da capa do palmito pupunha. **Comunicado técnico nº 478 – EMBRAPA FLORESTA**, 2022.

MAGALHÃES, W.; DE SÁ, F. P.; BELNIAKI, A.; de LIMA, E. A. Composto orgânico produzido com resíduos da agroindústria do palmito pupunha. **Comunicado técnico nº 473 – EMBRAPA FLORESTA**, 2021.

MANARA, P.; ZABANIOTOU, A.; VANDERGHEM, C.; RICHEL, A. Lignin extraction from Mediterranean agro-wastes: Impact of pretreatment conditions on lignin chemical structure and thermal degradation behavior. **Catalysis Today**, v. 223, p. 25-34, mar. 2014.

MANSUR, H. S.; ORÉFICE, R. L.; MANSUR, A. A. Characterization of poly (vinyl alcohol)/poly (ethylene glycol) hydrogels and PVA-derived hybrids by small-angle X-ray scattering and FTIR spectroscopy. **Polymer**, v. 45, n. 21, p. 7193-7202, set. 2004.

MANSUR, H. S.; VASCONCELOS, W. L.; LENZA, R. S.; ORÉFICE, R. L.; REIS, E. F.; LOBATO, Z. P. Sol-gel silica based networks with controlled chemical properties. **Journal of non-crystalline solids**, v. 273, n. 1-3, p. 109-115, ago. 2000.

MARTINS, M. A.; MATTOSO, L. H. C.; PESSOA, J. D. C. Comportamento térmico e caracterização morfológica das fibras de mesocarpo e caroço do açaí (*Euterpe oleracea* Mart.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 31, p. 1150-1157, dez. 2009.

MARTYS, N. S.; FERRARIS, C. F. Capillary transport in mortars and concrete. **Cement and concrete research**, v. 27, n. 5, p. 747-760, mai.1997.

MARVILA, M. T.; AZEVEDO, A. R. G.; ALEXANDRE, J.; ZANELATO, E. B.; MONTEIRO, S. N.; CECCHIN, D.; AMARAL, L. F. Mortars with Pineapple Fibers for Use in Structural Reinforcement. **Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2019**. p. 721-728, fev. 2019.

MAY-PAT, A.; VALADEZ-GONZÁLEZ, A.; HERRERA-FRANCO, P. J. Effect of fiber surface treatments on the essential work of fracture of HDPE-continuous henequen fiber-reinforced composites. **Polymer Testing**, v. 32, n. 6, p. 1114-1122, set. 2013.

MEHTA, P. K. Mechanism of sulfate attack on portland cement concrete -Another look. **Cement and Concrete Research**, v. 13, n. 3, p. 401-406, mai. 1983.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais**, 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

MISSOUM, K.; BELGACEM, M. N.; BARNES, J. P.; BROCHIER-SALON, M. C.; BRAS, J. Nanofibrillated cellulose surface grafting in ionic liquid. **Soft Matter**. v. 8, p. 8338-8349, jul. 2012.

MODOLO, V. A.; FERREIRA, L. D. N.; SPIERING, S. H.; ERISMANN, N. M. Spear leaf in determining the harvest timing of peach palm heart. **Horticultura Brasileira**, v. 38, p. 356-362, out-dez. 2020.

MORSBACH, N.; RODRIGUES, A. S.; CHAIMSOHN, F. P.; TREITNY, M. R. Pupunha para palmito: Cultivo no Paraná. **Instituto Agrônomo do Paraná**, p. 56, jul. 1998.

MURRAY, C. A.; GREYTAK, T. J. Intrinsic surface phonons in amorphous silica. **Physical Review B**, v. 20, n. 8, p. 3368, out. 1979.

NAVIROJ, S.; CULLER, S. R.; KOENIG, J. L.; ISHIDA, H. Structure and adsorption characteristics of silane coupling agents on silica and E-glass fiber; dependence on pH. **Journal of colloid and interface science**, v. 97, n. 2, p. 308-317, fev. 1984.

OH, T.; YOU, I.; BANTHIA, N.; YOO, D. Y. Deposition of nanosilica particles on fiber surface for improving interfacial bond and tensile performances of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete. **Composites Part B: Engineering**, v. 221, p. 109030, set. 2021.

OLIVEIRA, I. R. C.; DE VASCONCELOS, R. P.; DE ALMEIDA MELO FILHO, J.; TORALLES, B. M. Comportamento a tração direta de biocompósitos cimentícios reforçados com fibras da região amazônica. **MIX Sustentável**, v. 8, n. 5, p. 29-39, jan. 2022.

PACHLA, E.; SILVA, D.; JUCÁ, P.; CHONG, W.; MARANGON, E. Desempenho térmico-acústico-mecânico de um compósito de matriz cimentícia leve reforçado com casca de arroz. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 24, p. e12354, jun. 2019.

PETERS, S. J.; RUSHING, T. S.; LANDIS, E. N.; CUMMINS, T. K. Nanocellulose and microcellulose fibers for concrete. **Transportation Research Record**, v. 2142, n. 1, p. 25-28, jan. 2010.

PETROUDY, S. D. Physical and mechanical properties of natural fibers. Advanced high strength natural fibre composites in construction. **Woodhead Publishing**, p. 59-83, out. 2017.

QUINAYA, D. C. P.; DA SILVA, E. S.; D'ALMEIDA, J. R. M. On the use of residues from the sustainable extraction of heart of palm in agglomerated panels. **Journal of natural fibers**, 13(2), 172-177, mar. 2016.

RACHINI, A.; LE TROEDEC, M.; PEYRATOUT, C.; SMITH, A. Comparison of the thermal degradation of natural, alkali-treated and silane-treated hemp fibers under air and an inert atmosphere. **Journal of applied polymer science**, v. 112, n. 1, p. 226-234, dez. 2009.

RAJESHKUMAR, G.; SESHADRI, S. A.; DEVNANI, G. L.; SANJAY, M. R.; SIENGCHIN, S.; MARAN, J. P.; ANUF, A. R. Environment friendly, renewable and sustainable poly lactic acid (PLA) based natural fiber reinforced composites—A comprehensive review. **Journal of Cleaner Production**, v. 310, p. 127483, ago. 2021.

SAIT, H. H.; HUSSAIN, A.; SALEMA, A. A.; ANI, F. N. Pyrolysis and combustion kinetics of date palm biomass using thermogravimetric analysis. **Bioresource Technology**, v. 118, p. 382-389, ago. 2012.

SANAL, I.; VERMA, D. Construction materials reinforced with natural products. **Handbook of ecomaterials**, v. 3, p. 2119-2142, 2019.

SANTOS, R. F.; RIBEIRO, J. C. L.; DE CARVALHO, J. M. F.; MAGALHÃES, W. L. E.; PEDROTI, L. G.; NALON, G. H.; DE LIMA, G. E. S. Nanofibrillated cellulose and its

applications in cement-based composites: A review. **Construction and Building Materials**, v. 288, p. 123122, jun. 2021.

SATHIPARAN, N; RUPASINGHE, M. N.; PAVITHRA, B. H. Performance of coconut coir reinforced hydraulic cement mortar for surface plastering application. **Construction and Building Materials**, v. 142, p. 23-30, jul. 2017.

SAVASTANO JR, H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites. **Cement and concrete composites**, v. 21, n. 1, p. 49-57, mar. 1999.

SAVASTANO JR., H.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. Microstructure and mechanical properties of waste fibre–cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 5, p. 583-592, mai. 2005.

SAWSEN, C.; FOUZIA, K.; MOHAMED, B.; MOUSSA, G. Effect of flax fibers treatments on the rheological and the mechanical behavior of a cement composite. **Construction and Building Materials**, v. 79, p. 229-235, mar. 2015.

SCHLEIER, R.; GALITESI, C. R. L.; FERREIRA, E. C. M. Silício e cálcio – uma abordagem antroposófica. **Arte Médica Ampliada**, 34, p. 102-113, jul./ago./set. 2014.

SHADANGI, K. P.; MOHANTY, K. Kinetic study and thermal analysis of the pyrolysis of non-edible oilseed powders by thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis. **Renewable Energy**, v. 63, p. 337-344, mar. 2014.

SHIH, Y. F.; HUANG, C. C. Polylactic acid (PLA)/banana fiber (BF) biodegradable green composites. **Journal of polymer Research**, v. 18, p. 2335-2340, jun 2011.

SHIH, Y. F.; HUANG, C. C.; CHEN, P. W. Biodegradable green composites reinforced by the fiber recycling from disposable chopsticks. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 6, p. 1516-1521, mar. 2010.

SIGMA-ALDRICH CORPORATION. Ficha de informação. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/product/aldrich/131903>. Acesso em: 10 jun. 2022.

SILVA, E. J. D.; SILVA, P. D. D.; MARQUES, M. L., FORNARI JUNIOR, C.; GARCIA, F. C.; LUZARDO, F. H. Resistência à compressão de argamassas em função da adição de fibra de coco. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, p. 1268-1273, dez. 2014.

SILVERSTEIN, R. M.; BASSLER, G. C. Spectrometric identification of organic compounds. **Journal of Chemical Education**, v. 39, n. 11, p. 546, 1962.

SILVERSTEIN, Robert Milton; WEBSTER, Francis X.; KIEMLE, David J. Identificação espectrométrica de compostos orgânicos. **Grupo Gen – LTC**, v. 7, p. 508, 2010.

SOUSA, M. I. C. **Microestrutura de pastas de cimento ternárias com metacaulim e nanossílica**. Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasília, 2019.

TESSARO, A. B. **Reforço de compósitos cimentícios aditivados com fibras de eucalipto e de pinus, puras e com teos**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2013.

TESSARO, A. B.; DELUCIS, R. D. A.; AMICO, S. C.; GATTO, D. A.; GONÇALVES, M. R. F. Cement composites reinforced with teos-treated wood fibres. **Cellulose chemistry and technology**, v. 55, n. 1-2, p. 141-147, jul. 2021.

TESSARO, A. B.; GONÇALVES, M. R. F.; GATTO, D. A.; POLLNOW, E. N.; CARREÑO, N. L. V.; DELUCIS, R. D. Á. Compósitos cimentícios reforçados com fibras de eucalipto puras e tratadas com tetraetilortossilicato (TEOS 98%). **Ambiente Construído**, v. 15, p. 47-55, set. 2015.

TONOLI, G. H. D.; RODRIGUES FILHO, U. P.; SAVASTANO JR, H.; BRAS, J.; BELGACEM, M. N.; LAHR, F. R. Cellulose modified fibres in cement based composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 40, n. 12, p. 2046-2053, dez. 2009.

TRAN, T. P. T.; BÉNÉZET, J. C.; BERGERET, A. Rice and Einkorn wheat husks reinforced poly (lactic acid) (PLA) biocomposites: Effects of alkaline and silane surface treatments of husks. **Industrial Crops and Products**, v. 58, p. 111-124, jul. 2014.

URREA-CEFERINO, G. E.; REMPE, N.; DOS SANTOS, V.; JUNIOR, H. S. Definition of optimal parameters for supercritical carbonation treatment of vegetable fiber-cement composites at a very early age. **Construction and Building Materials**, 152, 424-433, out. 2017.

VALADEZ-GONZALEZ, A.; CERVANTES-UC, J. M.; OLAYO, R. J. I. P.; HERRERA-FRANCO, P. J. Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 30, n. 3, p. 309-320, abri. 1999.

VARMA, D. S.; VARMA, Manika; VARMA, I. K. Thermal behaviour of coir fibres. **Thermochimica Acta**, v. 108, p. 199-210, nov. 1986.

WEI, J.; MEYER, C. Degradation rate of natural fiber in cement composites exposed to various accelerated aging environment conditions. **Corrosion science**, v. 88, p. 118-132, nov. 2014.

WU, C. S.; LIAO, H. T.; CAI, Y. X. Characterisation, biodegradability and application of palm fibre-reinforced polyhydroxyalkanoate composites. **Polymer Degradation and Stability**, v. 140, p. 55-63, jun. 2017.

ZAFAR, M. T.; MAITI, S. N.; GHOSH, A. K. Effect of surface treatment of jute fibers on the interfacial adhesion in poly (lactic acid)/jute fiber biocomposites. **Fibers and Polymers**, v. 17, p. 266-274, mar. 2016.

ZANINI, N. C.; BARBOSA, R. F. S.; DE SOUZA, A. G.; ROSA, D. S.; MULINARI, D. R. Revaluation of Australian palm residues in polypropylene composites: Statistical

influence of fiber treatment. **Journal of Composite Materials**, v. 55, n. 6, p. 813-826, set. 2021.

ZAVARIZE, D. G. Insights on preparation and characteristics of KOH-doped carbons derived from an abundant agroindustrial waste in Brazil: Amazon açai berry seeds. **Bioresource Technology Reports**, v. 13, p. 100611, fev. 2021.

ZHANG, P.; YANG, Y.; WANG, J.; JIAO, M.; LING, Y. Fracture models and effect of fibers on fracture properties of cementitious composites - A review. **Materials**, v. 13, n. 23, p. 5495, dez. 2020.

ZHAO, H.; DING, J.; HUANG, Y.; XU, G.; LI, W.; ZHANG, S.; WANG, P. Investigation on sorptivity and capillarity coefficient of mortar and their relationship based on microstructure. **Construction and Building Materials**, v. 265, p. 120-130, dez. 2020.

ZHOU, F.; CHENG, G.; JIANG, B. Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers. **Applied Surface Science**, v. 292, p. 806-812, fev. 2014.