

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
FACULDADE DE ZOOTECNIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CAMILA LÚCIO PEREIRA

**Aproveitamento do resíduo do coco verde  
para produção de compósitos destinados  
à construção rural**

---

Pirassununga

2012

CAMILA LÚCIO PEREIRA

**Aproveitamento do resíduo do coco verde  
para produção de compósitos destinados  
à construção rural**

Tese apresentada à Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para a obtenção do Título de Doutora em Zootecnia.

Área de Concentração: Qualidade e Produtividade Animal.

Orientador: Prof. Dr. Holmer Savastano Junior.

FICHA CATALOGRÁFICA

preparada pela

Biblioteca da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo

Pereira, Camila Lúcio

Aproveitamento do resíduo do coco verde para produção de compósitos destinados à construção rural / Camila Lúcio Pereira – Pirassununga, 2012.

137 f.

Tese (Doutorado) -- Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos – Universidade de São Paulo.

Departamento de Zootecnia.

Área de Concentração: Qualidade e Produtividade Animal.

Orientador: Prof. Dr. Holmer Savastano Júnior.

Unitermos: 1. Compósito cimentício 2. Fibra vegetal  
3. Cinza da casca de arroz 4. Polpa celulósica  
5. Termogravimetria. I. Título.

## DEDICATÓRIA

Ao meu padrasto, Prof. Dr. Arildo Bueno Rocha (*in memoriam*), que sempre foi e será exemplo de honradez, disciplina e desprendimento. Obrigada por ter me ofertado o bem mais precioso que um ser humano pode receber...a educação.

Saudade eterna!

# AGRADECIMENTOS

Ao Ivanhoé, meu marido, pelo amor, carinho, compreensão e incansável apoio em todos os momentos. Obrigada por ser o meu porto seguro! E, mais uma vez repito: - Te amo com a minha vida!

Aos meus familiares, Sr. Arildo, Marilene, Daniela, Elton e Nathália.

Ao Prof. Dr. Holmer Savastano Junior, que sempre me apoiou e acreditou no meu potencial.

Ao Prof. Dr. Jordi Payá Bernabeu, pela atenção e ajuda durante minha visita à um país tão lindo como é a Espanha.

À equipe do ICITECH, em especial à Lourdes e ao Mauro, pela amizade e paciência durante a pesquisa.

Ao Dr. Sérgio Francisco dos Santos, que mostrou ser um bom amigo e um grande co-orientador.

Aos amigos do Laboratório de Construções e Ambiente da FZEA, Zaqueu, Viviane, Débora, Priscila, Alessandra, Bruna, Michelle, Erika, Ronaldo, Diogo e Júlio.

À todos os funcionários e colegas da FZEA que participaram da minha evolução acadêmica desde a graduação.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pela concessão da bolsa de doutorado e pelo apoio financeiro para a realização da pesquisa.

Às minhas filhas de coração, Dalila, Canela e Pipoca, que sempre colocam um sorriso em meu rosto mesmo nos momentos mais difíceis.

E, à Força Divina, que me deu forças para concluir mais esta etapa!

## EPÍGRAFE

*“Tua caminhada ainda não terminou...  
A realidade te acolhe  
dizendo que pela frente  
o horizonte da vida necessita  
de tuas palavras e do teu silêncio.*

*Se amanhã sentires saudades,  
lembra-te da fantasia e  
sonha com tua próxima vitória.  
Vitória que todas as armas do mundo  
jamais conseguirão obter,  
porque é uma vitória que surge da paz  
e não do ressentimento.*

*É certo que irás encontrar situações  
tempestuosas novamente,  
mas haverá de ver sempre  
o lado bom da chuva que cai  
e não a faceta do raio que destrói.*

*Tu és jovem.  
Atender a quem te chama é belo,  
lutar por quem te rejeita  
é quase chegar a perfeição.  
A juventude precisa de sonhos  
e se nutre de lembranças,  
assim como o leito dos rios  
precisa da água que rola  
e o coração necessita de afeto.*

*Não faças do amanhã  
o sinónimo de nunca,  
nem o ontem te seja o mesmo  
que nunca mais.  
Teus passos ficaram.  
Olhes para trás...  
mas vá em frente  
pois há muitos que precisam  
que chegues para poderem seguir-te.”*

**Charles Chaplin**

# SUMÁRIO

RESUMO.....	14
ABSTRACT .....	15
1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA.....	16
2 OBJETIVO GERAL .....	18
2.1 Objetivos específicos .....	19
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	19
3.1 Reciclagem de resíduos agroindustriais .....	19
3.2 Coco verde .....	20
3.2.1 Produção brasileira .....	20
3.2.2 Principais impactos causados pela cadeia do coco verde .....	23
3.3 Fibras vegetais .....	24
3.3.1 Propriedades das fibras vegetais .....	28
3.3.2 Fibra de coco verde .....	30
3.4 Tratamentos para fibras vegetais em compósitos cimentícios.....	31
3.5 Polpa celulósica.....	34
3.6 Cinza da casca de arroz .....	35
3.7 Adições minerais como substituinte parcial ao cimento Portland .....	37
3.7.1 Hidratação do Cimento Portland .....	39
3.7.2 Reação Pozolânica .....	41
3.8 Compósitos cimentícios com reforço de fibras vegetais .....	42
3.8.1 Durabilidade dos compósitos .....	44
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	46
4.1 Desfibramento e corte das fibras de coco verde.....	46
4.2 Análise bromatológica.....	47

4.3	Tratamentos aplicados às fibras de coco verde.....	47
4.3.1	Ultrassom (U).....	47
4.3.2	Ultrassom e silicato de sódio combinado com sulfato de alumínio (USS).....	48
4.3.3	Ultrassom e álcool furfurílico (UAF) .....	50
4.4	Propriedades físicas e mecânicas das fibras do coco verde .....	52
4.4.1	Características físicas das fibras de coco verde .....	52
4.4.2	Ensaio de tração das fibras de coco verde .....	54
4.4.3	Espectrometria na região do infravermelho (FTIR) das fibras de coco verde .....	56
4.5	Preparação e caracterização da polpa celulósica.....	57
4.6	Caracterização da cinza da casca de arroz (CCA) .....	59
4.7	Caracterização dos cimentos utilizados.....	62
4.8	Compósitos reforçados com fibras de coco verde .....	63
4.8.1	Elaboração e caracterização dos compósitos com fibras de coco verde com e sem tratamento (1ª etapa).....	64
4.8.2	Elaboração e caracterização dos compósitos com fibras de coco verde sem tratamento (2ª etapa) .....	71
4.8.2.1	Análise por termogravimetria .....	73
4.9	Porosimetria por intrusão de mercúrio dos compósitos .....	76
4.10	Análise microestrutural das fibras e dos compósitos produzidos.....	77
4.11	Análise estatística dos resultados.....	77
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	79
5.1	Caracterização das fibras .....	79
5.1.1	Análise bromatológica.....	79
5.2	Distribuição de comprimento da fibra de coco verde.....	80
5.2.1	Densidade real por picnometria .....	82



5.2.2	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) das fibras de coco verde .....	83
5.2.3	Absorção de umidade das fibras de coco verde .....	86
5.2.4	Ensaio de tração direta das fibras de coco verde .....	88
5.2.5	MEV das fibras de coco verde .....	89
5.3	Caracterização da polpa celulósica .....	92
5.4	Caracterização da cinza da casca de arroz (CCA) .....	94
5.4.1	Morfologia da CCA.....	94
5.4.2	Granulometria a laser.....	95
5.4.3	Composição química.....	96
5.5	Caracterização dos aglomerantes cimentícios .....	98
5.6	Resultados físicos e mecânicos dos compósitos.....	98
5.6.1	Compósitos da 1ª etapa.....	99
5.6.2	Compósitos produzidos - 2ª etapa .....	104
6	CONCLUSÕES.....	118
6.1	Sugestões para pesquisas futuras.....	119
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	120
8	APÊNDICE.....	131

## Lista de Figuras

<b>Figura 1.</b> Ilustração do coqueiro e corte longitudinal do coco verde com a descrição de suas partes (BENASSI, 2006).....	21
<b>Figura 2.</b> Esquema de classificação das fibras (PERSSON, 2000).....	25
<b>Figura 3.</b> Esquema da estrutura celular da fibra vegetal (PERSSON, 2000).....	26
<b>Figura 4.</b> Processo de picagem das fibras de coco verde em moinho de facas com peneira selecionadora.....	46
<b>Figura 5.</b> Imagem do equipamento e das fibras passando pelo tratamento por ultrassom.....	48
<b>Figura 6.</b> Vista das fibras de coco verde imersas nas soluções de silicato de sódio (béquer esquerdo) e sulfato de alumínio (béquer direito).....	49
<b>Figura 7.</b> Detalhe da solução de álcool furfurílico com ácido paratolueno sulfônico e vista geral do equipamento utilizado na impregnação das fibras. ....	51
<b>Figura 8.</b> Medida da espessura da fibra de coco verde no estéreo-microscópio.....	52
<b>Figura 9.</b> Multiplicnômetro para determinação da densidade real das fibras. ....	53
<b>Figura 10.</b> Esquema da confecção da base de papel e colagem das fibras de coco verde (sem escala).....	55
<b>Figura 11.</b> Texturômetro utilizado e detalhes do ensaio de tração da fibra de coco verde presa ao equipamento antes (seta verde) e após (seta azul) a ruptura. ....	55
<b>Figura 12.</b> Equipamento de espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier.....	57
<b>Figura 13.</b> Sacos de cimento submersos em água para produção da polpa celulósica utilizada na pesquisa. ....	58
<b>Figura 14.</b> Ilustração de <i>curl</i> e <i>kink</i> na fibra (WATHÉN, 2006). ....	59
<b>Figura 15.</b> Vista do moinho de jarro e detalhe das esferas utilizadas durante o processo de moagem da cinza da casca de arroz. ....	60
<b>Figura 16.</b> Equipamento Hydro 2000MU <sup>®</sup> utilizado na determinação granulométrica da cinza de casca de arroz.....	61
<b>Figura 17.</b> Sistema desenvolvido para moldagem de placas pelo processo de drenagem e prensagem. ....	65
<b>Figura 18.</b> Esquema da sequência de moldagem do compósito pelo processo de drenagem e prensagem (Adaptado de Silva et al., 2002). ....	66
<b>Figura 19.</b> Placas reforçadas com fibras de coco verde durante o processo de cura (primeiros dois dias) e corpos-de-prova resultantes.....	66

<b>Figura 20.</b> Visão geral da máquina universal de ensaios mecânicos EMIC® e ensaio de flexão a quatro pontos de um corpo-de-prova.....	68
<b>Figura 21.</b> Esquema de uma curva típica de tensão vs. flecha específica de compósito cimentício e representação dos parâmetros mecânicos (ALMEIDA, 2010). .....	69
<b>Figura 22.</b> Compósitos sem (a) e com (b) a adição de cinza de casca de arroz reforçados com as fibras de coco verde sem tratamento.....	72
<b>Figura 23.</b> Máquina universal de ensaios mecânicos Instron® e ensaio de flexão a quatro pontos. ....	73
<b>Figura 24.</b> Equipamento de termogravimetria.....	74
<b>Figura 25.</b> Distribuição percentual do comprimento das fibras de coco verde. ....	80
<b>Figura 26.</b> Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem e com tratamentos.....	83
<b>Figura 27.</b> Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem tratamento (FST) e tratadas com a solução de silicato de sódio e sulfato de alumínio (FUSS).....	84
<b>Figura 28.</b> Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem tratamento (FST) e tratadas com a solução de álcool furfurílico (FUAF).....	85
<b>Figura 29.</b> Variação de massa das amostras pela absorção de umidade para umidade relativa fixada em 30, 50, 70 e 90%.....	86
<b>Figura 30.</b> Tensão média e desvios-padrão obtidos a partir do ensaio de tração direta das fibras de coco verde (naturais e tratadas). ....	88
<b>Figura 31.</b> Deformação média atingida na ruptura obtida a partir do ensaio de tração direta das fibras de coco verde (naturais e tratadas) e desvios-padrão. ....	89
<b>Figura 32.</b> Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da secção transversal (→) e superfície lateral (contorno circular) das fibras de coco verde com e sem tratamentos, a saber: (A e B) FST; (C e D) FU; (E e F) FUSS e; (G e H) FUAF. ....	90
<b>Figura 33.</b> Distribuição do comprimento (A) e largura (B) das fibras celulósicas do saco de cimento. ....	92
<b>Figura 34.</b> Micrografia da cinza de casca de arroz antes do processo de moagem. ....	94
<b>Figura 35.</b> Estrutura externa (A) e interna (B) da CCA. ....	95
<b>Figura 36.</b> Curva granulométrica da cinza de casca de arroz moída e não moída... ..	95
<b>Figura 37.</b> Difratoograma de Raio-X da CCA. ....	97
<b>Figura 38.</b> Gráficos comparativos das propriedades físicas dos compósitos nas duas condições avaliadas. * Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; 3)	

50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 4) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF..... 100

**Figura 39.** Curvas típicas tensão x flecha específica das diferentes formulações para os compósitos produzidos na 1ª etapa..... 101

**Figura 40.** Gráficos comparativos das propriedades mecânicas MOR e EE dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; 3) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 4) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF..... 103

**Figura 41.** Valores da porosidade das formulações (100% cimento e 50% cimento/50% CCA) reforçadas com fibras FST para as duas idades avaliadas..... 104

**Figura 42.** Gráficos comparativos das propriedades físicas dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde. .... 107

**Figura 43.** Curvas típicas de tensão x flecha específica nas diferentes idades para os compósitos produzidos na 2ª etapa da pesquisa. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde..... 108

**Figura 44.** Gráficos comparativos das propriedades mecânicas, MOR e EE, dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde. .... 110

**Figura 45.** Razão MOR/LOP dos compósitos nas duas idades avaliadas..... 111

**Figura 46.** Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície fraturada dos compósitos nas duas idades avaliadas com indicações de fratura e arrancamento das fibras, a saber: (a) 100% cimento + fibra FST aos 28 dias; (b) 100% cimento + fibra FST após 28 dias em banho térmico; (c) 50% cimento+ 50% CCA + fibra FST aos 28 dias; e, (d) 50% cimento + 50% CCA + fibra FST após 28 dias em banho térmico. .... 112

**Figura 47.** Valores da porosidade das formulações 1 (100% cimento)e 5 (50% cimento/50% CCA) reforçadas com fibras FST para as duas idades avaliadas (28 dias e após o envelhecimento em banho térmico). .... 114

**Figura 48.** Curvas DTG para as diferentes formulações com substituição parcial do cimento Portland pela CCA para as diferentes idades (aos 28 dias de cura úmida e após o envelhecimento em banho térmico)..... 116

## Lista de Tabelas

<b>Tabela 1.</b> Produção brasileira de coco verde entre 2001 e 2007.....	22
<b>Tabela 2.</b> Composição química de algumas fibras vegetais. ....	27
<b>Tabela 3.</b> Características físicas e mecânicas das fibras vegetais, amianto e polipropileno. ....	29
<b>Tabela 4.</b> Composição química habitual da casca de arroz.....	36
<b>Tabela 5.</b> Composição química (% em massa de óxidos) do cimento CPV-ARI. ....	62
<b>Tabela 6.</b> Composição química (% em massa de óxidos) do cimento CEM I 52,5R.	63
<b>Tabela 7.</b> Formulações para produção dos compósitos com fibras de coco verde...	65
<b>Tabela 8.</b> Formulações para preparação dos compósitos com fibras de coco verde sem tratamento. ....	72
<b>Tabela 9.</b> Composição da fibra de coco verde.....	79
<b>Tabela 10.</b> Características geométricas da fibra de coco verde. ....	81
<b>Tabela 11.</b> Densidade real e desvio padrão das fibras de coco verde em estado natural e tratadas. ....	82
<b>Tabela 12.</b> Parâmetros morfológicos da polpa de saco de cimento.....	93
<b>Tabela 13.</b> Diâmetro médio, $d(0,1)$ , $d(0,5)$ e $d(0,9)$ para a CCA moída e não moída. ....	96
<b>Tabela 14.</b> Composição química da cinza da casca de arroz.....	96
<b>Tabela 15.</b> Teor de sílica amorfa e cristalina da CCA.....	97
<b>Tabela 16.</b> Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas. ....	99
<b>Tabela 17.</b> Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas. ....	102
<b>Tabela 18.</b> Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas. ....	105
<b>Tabela 19.</b> Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades mecânicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas. ....	109
<b>Tabela 20.</b> Fixação da cal em função da porcentagem de substituição do cimento pela cinza da casca de arroz e idade das pastas.....	117

## RESUMO

PEREIRA, C. L. **Aproveitamento do resíduo do coco verde para produção de compósitos destinados à construção rural.** 2012. 137 f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2012.

A presente tese apresenta a utilização da fibra da casca do coco verde como reforço de matriz cimentícia para produção de fibrocimentos. Embora orgânico, o resíduo do coco verde apresenta difícil degradação e diminuí da vida útil de aterros sanitários e lixões. Para viabilizar o uso do resíduo do coco verde (fibra), como reforço de compósitos, optou-se por realizar tratamentos físico-químicos nas fibras e, substituir parcialmente o cimento Portland por material pozolânico de alta reatividade (cinza da casca de arroz (CCA)) para diminuir o ataque alcalino da matriz sobre a fibra vegetal. O experimento foi dividido em duas etapas, a primeira avaliou a fibra de coco verde com e sem tratamentos e os compósitos produzidos com elas. A segunda etapa analisou a influência de diferentes níveis de substituição do cimento Portland pela cinza da casca de arroz (CCA). Para preparação dos compósitos foi utilizada a técnica de dispersão das matérias-primas em solução aquosa, seguida de drenagem e prensagem, como uma simulação simplificada do processo Hatschek de fabricação industrial. Os compósitos foram analisados aos 28 dias (período de cura úmida) e após os processos de envelhecimento, 100 ciclos de imersão-secagem e 28 dias em banho térmico (65°C). Ensaios físicos e mecânicos avaliaram o desempenho, a resistência e a ductilidade dos compósitos. A termogravimetria permitiu observar o consumo da portlandita e a queda da alcalinidade da matriz com 50% de substituição do cimento Portland pela CCA, sem afetar a resistência do material. Os resultados obtidos indicam que a fibra do coco verde tem grande potencial para ser utilizada como reforço de fibrocimentos, desde que seja incorporada a uma matriz de alcalinidade reduzida.

**Palavras-chave:** compósito cimentício; fibra vegetal; cinza da casca de arroz; polpa celulósica; termogravimetria.

## ABSTRACT

PEREIRA, C. L. **Use of green coconut residue for composites production for rural construction.** 2012. 137 f. Thesis (Doctorate) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2012.

This thesis studies the use of green coconut fiber as a reinforcer in the matrix cement for the production of fibre-cement. Besides being an organic material, the green coconut residues are not easily degradable, but can reduce the landfills lifespan. To evaluate the possibility of use of coconut residue fiber, as reinforcer in composites, physical-chemical treatments were carried out on the fibers, and partially replacing Portland cement with pozzolanic materials for high reactivity (rice husk ash (RHA)) was also added to decrease the alkaline attack matrix on the plant fiber. The experiment was divided into two stages: the first assessed the green coconut fiber with and without treatment and the composites produced with them. The second stage examined the influence reinforcer high reactivity to allow the use of coconut fiber as reinforcement in cementitious matrix. In the preparation of the composites, the technique of dispersing the materials in aqueous solution was used, followed by draining and pressing, as a simplified simulation Hatschek process of industrial manufacture. The composites were analyzed after 28 days and after an aging process, with 100 cycles of immersion-drying or heating in water for 28 days at 65°C). Physical and mechanical tests were used to evaluate the performance, traction resistance and ductility of the composites. A thermogravimetry test allowed the observation of the use of portlandita and the alkalinity reduction of the matrix with the addition of RHA, without affecting the resistance of the material. The results obtained indicate that the green coconut fiber has great potential to be used as a fibre-cement reinforcer, as long it is included in a matrix with reduced alkalinity.

**Keywords:** cement based composite; vegetable fiber; rice husk ash; cellulosic pulp; thermogravimetry.



## 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Na última década, o cultivo mundial do coqueiro registrou acréscimo na produção sem alteração substancial da área de plantio. De acordo com a FAO (2011), em 1998, a produção mundial foi ao redor de 49 milhões de toneladas, enquanto que, em 2008, a produção foi aproximadamente de 60,7 milhões de toneladas em uma área colhida ao redor de 11,2 milhões de ha, representando um incremento de produtividade em termos globais.

Segundo Martins & Jesus Jr. (2011), atualmente, o Brasil é o quarto maior produtor mundial, com produção aproximada de 2,8 milhões de toneladas, em uma área colhida de 287 mil ha de coqueiros, sendo responsável por mais de 80% da produção de coco entre os países da América do Sul.

A casca de coco verde (*Cocos nucifera*) é um resíduo agrícola com alto potencial de aproveitamento, mas com poucas ações de reaproveitamento implantadas no Brasil. Segundo Rosa et al. (2001), de 80% a 85% do peso bruto do coco verde é considerado lixo. Embora orgânico, o resíduo do coco é de difícil degradação e demora mais de oito anos para se decompor completamente (CARRIJO et al., 2002).

Os rejeitos do coco verde geram volumes significativos e crescentes de material inaproveitado. Estimativas apontam para 6,7 milhões de toneladas de casca/ano, descartadas em lixões e aterros, transformando-se em sério problema ambiental (ROSA, 1998). Outro problema, causado pelo descarte desse resíduo é a emissão de metano, um dos gases mais importantes do efeito estufa (PASSOS, 2005).

O aproveitamento de recursos produtivos, que são tratados como resíduo, merece maior atenção, pois a sociedade não reconhece o setor agroindustrial como um setor que polui o meio ambiente. Para Soares et al. (2008), o coco é um recurso produtivo potencialmente aproveitável, mas que, no momento, é tratado como resíduo, numa nítida noção de desperdício, o que nos alerta para a necessidade da realização de estudos focando melhorar seu ciclo de produção, uso e descarte.

A fibra do coco maduro já vem sendo utilizada na agricultura e na indústria (ROSA & ABREU, 2002; TEZUKA, 1999). Porém, a fibra da casca do coco verde

ainda não é amplamente aproveitada (RIPARDO, 2000), sendo o setor agrícola o principal consumidor dessa matéria-prima para a produção de substrato e substituição do xaxim.

Atualmente, a fibra de coco verde está sendo introduzida no ramo da construção civil para a produção de compósitos com diferentes matrizes como, por exemplo, a polimérica, cimentícia e o adobe, com o objetivo de reforçar os materiais desenvolvidos. A facilidade de produção, a baixa densidade e a alta disponibilidade são as principais vantagens apresentadas por essa fibra.

As características de resistência e durabilidade da fibra de coco verde indicam excelente potencial para seu emprego na construção civil, através de pranchas pré-moldadas ou na produção de fibrocimentos (SOARES et al., 2008; JOHN et al., 2005; SILVA et al., 2003).

No entanto, a fibra deve passar por tratamentos para seu beneficiamento e/ou ser usada juntamente com cimento especial de baixa alcalinidade. Pois, como em todas as fibras de origem vegetal, a elevada alcalinidade do cimento Portland pode destruí-la, tornando possível o surgimento de fissuras e a conseqüente redução da resistência mecânica do elemento construtivo.

O estudo de alternativas para melhorar o desempenho e a durabilidade das fibras vegetais como reforço de matrizes de cimento se justifica, já que estas têm custo inferior se comparadas, por exemplo, ao da fibra sintética de polivinil álcool (PVA) também utilizado em matriz cimentícia. Outros benefícios das fibras vegetais é que não requerem infraestrutura de grande investimento para o seu beneficiamento, economizam energia e auxiliam na preservação do meio ambiente.

Como conseqüência da proibição do amianto em diversos países, em razão dos problemas de saúde que podem ser adquiridos quando essas fibras são inaladas, pesquisas sobre a viabilidade da utilização de compósitos cimento-vegetal estão em contínuo desenvolvimento (AGOPYAN et al., 2005).

Assim sendo, no Brasil, um país caracterizado pela economia de base agroindustrial e com potencialidades de se tornar um dos maiores produtores de fibras celulósicas, o desenvolvimento de compósitos reforçados com fibras vegetais pode resultar em notável crescimento econômico, além de contribuir para o desenvolvimento sustentável. Porém, aspectos relativos à durabilidade em meio alcalino e aos mecanismos envolvidos no processo de degradação das fibras

vegetais ainda devem ser investigados, a fim de que essa tecnologia possa ser efetivamente implantada na fabricação de elementos construtivos de baixo custo e com durabilidade garantida no longo prazo. Uma opção para viabilizar fibrocimentos não convencionais, que empregam fibras vegetais como reforço, são os aglomerantes alternativos à base de escória de alto-forno ou com adição de cinza de casca de arroz, que podem apresentar alcalinidade menor que a do cimento Portland comum (OLIVEIRA et al., 2000).

Tolêdo Filho et al. (2003) afirmam que, com a utilização de substâncias pozolânicas, pode-se reduzir a alcalinidade da matriz, bem como o conteúdo de hidróxido de cálcio. Outra vantagem da substituição total ou parcial do cimento Portland por adições de material pozolânico, escória ou cinzas, é a redução do consumo do clínquer, principal matéria-prima do cimento Portland. Tal substituição do clínquer contribui para a diminuição do gasto energético nos fornos rotativos das fábricas produtoras de cimento e para a queda no teor de CO<sub>2</sub> gerado no processo, o que vem reforçar a importância da reciclagem de resíduos (JOHN & ZORDAN, 2001).

Outro fator que impulsiona a ampliação dessa linha de pesquisa é a preocupação com o meio ambiente, em que se busca, por meio da utilização de resíduos provenientes da agroindústria, minimizar o gasto energético para a produção de elementos construtivos e evitar danos ao ambiente (PIMENTEL et al., 2006; PASSOS, 2005; SAVASTANO JUNIOR, 2000).

A partir da problemática descrita, justifica-se o desenvolvimento da pesquisa quanto ao aproveitamento da casca do coco verde no desenvolvimento de compósitos destinados à construção rural e urbana.

## **2 OBJETIVO GERAL**

No presente trabalho é avaliada a viabilidade da utilização da fibra de coco verde como matéria-prima para a construção civil. Para tanto, foi realizada a identificação, caracterização e beneficiamento das fibras de coco verde para identificar o seu potencial como reforço de compósitos de matriz inorgânica à base de cimento Portland, para obtenção de materiais não convencionais.

## **2.1 Objetivos específicos**

- 1- Beneficiamento e caracterização das fibras de coco verde;
- 2- Apreciação do desempenho de tratamentos químicos e de ultrassom sobre as fibras;
- 3- Substituição parcial do cimento Portland pela cinza de casca de arroz para produção de fibrocimentos reforçados com fibras de coco verde, de modo a obter matriz menos alcalina e incrementar a durabilidade das fibras vegetais;
- 4- Análise do efeito da inclusão das fibras de coco verde na matriz cimentícia;
- 5- Caracterização completa (física, mecânica e morfológica) de todos os compósitos produzidos após cura úmida de 28 dias, após envelhecimento acelerado por imersão e secagem (100 ciclos) e também envelhecimento em banho térmico com duração de 28 dias.

## **3 REVISÃO DA LITERATURA**

### **3.1 Reciclagem de resíduos agroindustriais**

Os resíduos agroindustriais (RAI) são provenientes de atividades como agricultura, indústrias têxteis, de papel, automobilísticas e de beneficiamento de metais e, devido à sua geração concentrada sua reutilização torna-se mais fácil (JOHN, 2000). Destaca-se que para empregar o um RAI como matéria-prima é importante o conhecimento de suas características químicas, físicas e dos prováveis riscos que essa utilização possa causar ao ambiente (JOHN, 1996).

De acordo com Caldas (2002), inúmeros problemas poderiam ser reduzidos com a reciclagem dos RAI, como: o impacto ambiental e os custos agregados das indústrias. Deve-se ressaltar, entretanto, a importância de não relacionar o uso de

materiais reciclados apenas aos aspectos econômicos, mas também às vantagens técnicas advindas de sua incorporação ao produto final.

O reaproveitamento de resíduos aparece nos dias atuais como questão fundamental na melhoria do ambiente, tanto na redução do desperdício de recursos naturais, quanto na minimização dos impactos ambientais gerados pela disposição final desses resíduos (MARTINS et al., 2000).

Matérias-primas de origem renovável, reciclável ou biodegradável, apontam como uma das alternativas para a produção de manufaturados ecologicamente corretos, já que o descarte de materiais não biodegradáveis tende a aumentar com o crescimento populacional nos centros urbanos (ROCHA & GHELER JÚNIOR, 2000).

John (1999) classifica a reciclagem de resíduos como parte fundamental do desenvolvimento sustentável de qualquer país. A utilização de fibras vegetais em compósitos para a construção civil pode ser de grande interesse para os países em desenvolvimento e seria capaz de contribuir para o crescimento de suas infraestruturas (SWAMY, 1990; SAVASTANO JUNIOR, 2000). Até pouco tempo atrás, essa prática estava restrita apenas a uma alternativa para redução de custos, visão que aparentemente tem se alterado, sobretudo em razão das pesquisas desenvolvidas que buscam melhorar o desempenho dos produtos que possuem incorporação de resíduos no processo produtivo.

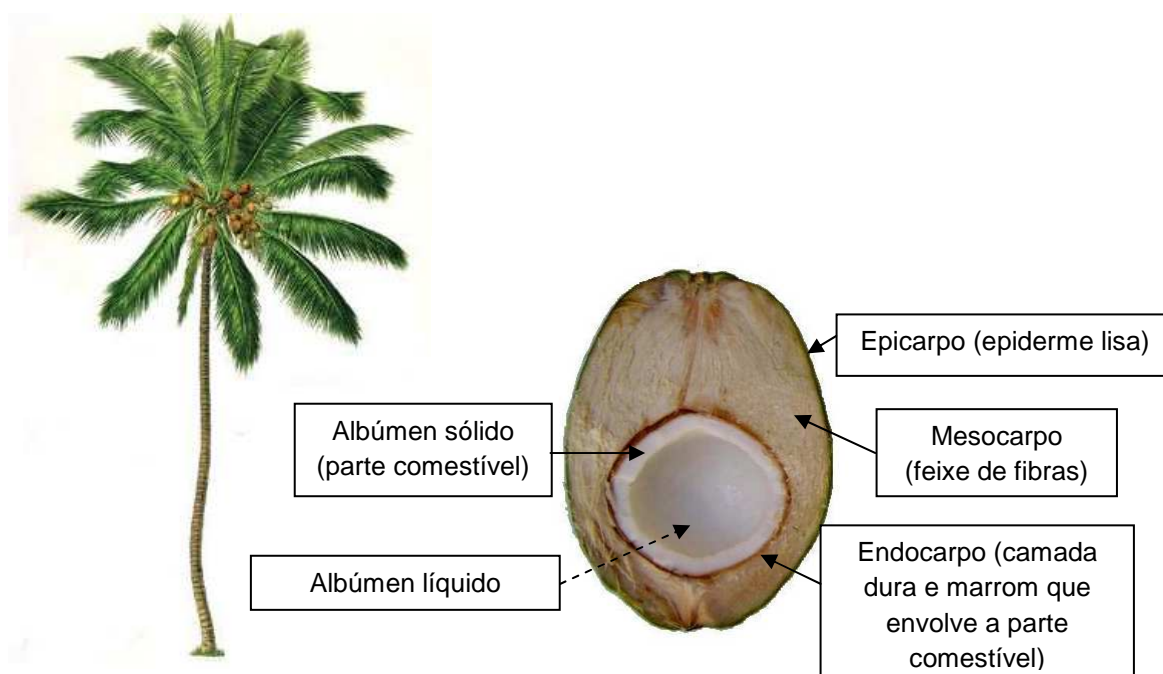
Atualmente, o emprego de fibras vegetais tem ganhado especial atenção em diversos estudos científicos, que objetivam sua aplicação na produção de materiais construtivos alternativos em relação aos de fibrocimento com amianto, principalmente para a confecção de placas e telhas de cobertura destinadas às moradias de baixo custo, entre outros componentes pré-fabricados. Desse modo, a utilização de resíduos agroindustriais permite não só a obtenção de novos produtos de boa qualidade, como também pode influenciar positivamente a redução do gasto de energia e a preservação ambiental (RASHWAN et al., 1992).

## **3.2 Coco verde**

### **3.2.1 Produção brasileira**

O cultivo do coqueiro, *Cocos nucifera* L., pode ser considerado uma das mais importantes atividades agrícolas no mundo, gerando divisas, emprego e renda, além de importante fonte nutricional na alimentação. A partir dessa planta, são obtidos mais de cem subprodutos (CUENCA, 1998).

O coqueiro (*Cocos nucifera*) é uma planta de origem asiática, que chegou ao Brasil por volta do ano de 1553, pelo Estado da Bahia, a bordo das embarcações portuguesas. Por ser uma planta tropical, encontrou condições propícias para o seu desenvolvimento no Brasil, e se espalhou pelas regiões Norte e Nordeste, e, mais recentemente, na Sudeste. O fruto é a parte do coqueiro com maior valor comercial e sua constituição está descrita na Figura 1.



**Figura 1.** Ilustração do coqueiro e corte longitudinal do coco verde com a descrição de suas partes (BENASSI, 2006).

A produção mundial de coco, em 2005, foi da ordem de 55 milhões de toneladas, colhidas em uma área de 10,8 milhões de ha, com destaque para os países asiáticos, sendo o Brasil o quarto maior produtor mundial (FAO, 2006).

Tradicionalmente, a região de cultivo de coqueiros no Brasil estende-se ao longo da costa brasileira entre os estados do Rio de Janeiro e Pará, com destaque para os estados nordestinos, onde se concentra a maior área cultivada e a maior

produção brasileira de frutos. Contudo, segundo o IBGE (2006), o cultivo de coco, no estado de São Paulo, passou de 403 ha em 1994, para 2542 ha em 2005, principalmente, com a introdução da espécie anã verde.

De acordo com Benassi (2006), o consumo de coco verde apresenta crescimento médio próximo de 20% ao ano. Na Tabela 1, está descrito o balanço produtivo de coco verde no Brasil entre 2001 e 2007 (AGRIANUAL, 2008).

**Tabela 1.** Produção brasileira de coco verde entre 2001 e 2007.

Produção Brasileira de coco verde (1000 frutos)							
Regiões	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007*
Norte	211.095	248.436	257.076	265.785	272.572	256.378	249.628
Nordeste	960.569	1.398.951	1.432.992	1.467.822	1.432.211	1.295.982	1.332.584
Sudeste	225.332	251.885	251.811	300.512	324.396	305.767	303.279
Sul	61	172	445	691	1.326	-----	-----
Centro-oeste	23.490	28.792	43.337	43.416	48.786	-----	-----
<b>Brasil</b>	1.420.547	1.928.236	1.985.661	2.078.226	2.079.291	1.858.127	1.885.491

\*Estimativa da produção de coco verde para o ano de 2007. (Fonte: adaptado de AGRIANUAL, 2008).

Os cinco principais estados brasileiros, em ordem decrescente de produção são: Bahia, Pará, Ceará, Pernambuco e Espírito Santo, que representaram, em 2005, 76,8% da produção nacional de coco (BENASSI, 2006).

O consumo estimado de coco no mercado brasileiro corresponde a 65% de coco seco e 35% de coco verde (CUENCA et al., 2002). Mas, o consumo da água de coco verde, no Brasil, tem crescido vertiginosamente. De acordo com a Associação Brasileira das Indústrias de Alimentação (ABIA), o consumo da água de coco representa 140 milhões de L/ano. Embora significativo esse volume ainda é considerado pequeno pela Associação Brasileira dos Produtores de Coco (ASBRACOCO), que pretende atingir 500 milhões de L/ano (CARRIJO et al., 2002).

### 3.2.2 Principais impactos causados pela cadeia do coco verde

Esta seção aborda os principais impactos causados pela disposição do resíduo do coco verde, tais como: a grande demanda de área nos aterros para a deposição desse resíduo; a proliferação de vetores, em razão do acúmulo de água nas cascas e oferta de alimento no lixo para animais; a emissão de gás metano e, também, o impacto visual negativo da decomposição do resíduo.

No Brasil, 71,51% dos resíduos sólidos são dispostos em lixões, ou seja, em áreas afastadas dos centros urbanos sem os devidos cuidados de preservação ambiental e engenharia sanitária, enquanto apenas 17,32% dos resíduos são dispostos em aterros sanitários (IBGE, 2000). Contudo, a crescente urbanização, somada às questões ambientais e econômicas, limita as áreas disponíveis para a disposição final dos resíduos sólidos, sendo comum que grandes cidades exportem seus resíduos para áreas de municípios vizinhos.

Os rejeitos de coco verde geram volumes significativos e crescentes de material a ser descartado. Estimativas apontam para 6,7 milhões de toneladas de casca/ano descartadas em lixões e aterros, transformando-se em sério problema ambiental (ROSA, 1998). Como este tipo de resíduo leva em torno de oito anos para se degradar, e, associado à sua forma e constituição que dificultam sua compactação, tem-se, como consequência, a maior ocupação de áreas nos aterros no momento do descarte.

Segundo Silveira (2008), um exemplo que ilustra bem tal problemática é a cidade de Salvador, em que a quantidade média diária de cascas de coco verde, na alta estação, corresponde a um volume de 56 m<sup>3</sup>, o que equivale à ocupação média de 2,4 m<sup>2</sup>/dia no aterro sanitário da cidade (SILVEIRA, 2008).

Os resíduos sólidos depositados de maneira inadequada, além de degradarem a paisagem e produzirem mau cheiro, colocam em risco o meio ambiente e a saúde pública, e contribuem para a transmissão de doenças por meio de vetores como: moscas, mosquitos, baratas e roedores, que encontram, nos resíduos, uma fonte de alimento, abrigo e condições adequadas de proliferação.

Os resíduos do coco verde, uma vez dispostos em lixões, vazadouros, encostas e até mesmo em aterros sanitários, passam por um processo de decomposição causado pela ação de microrganismos, que fazem a biodigestão da



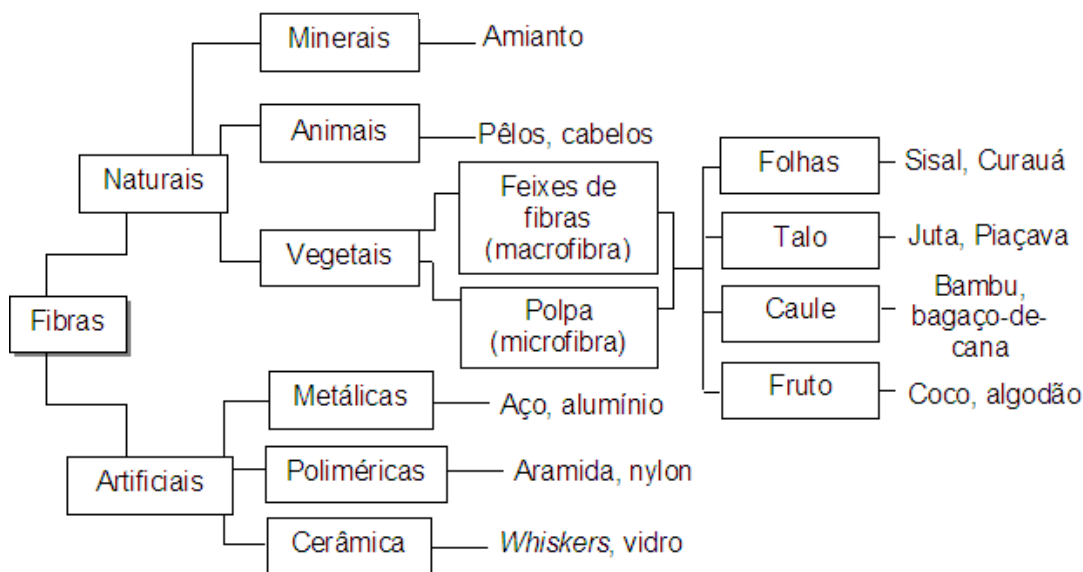
matéria orgânica. Assim, outro problema causado pelo descarte desse resíduo é a emissão de metano, um dos gases mais importantes do efeito estufa (PASSOS, 2005).

Outro impacto originado pelo descarte inadequado de resíduos sólidos, no qual está incluída a casca do coco verde, é a poluição visual. De acordo com Santos (2004), poluição visual são os efeitos danosos resultantes dos impactos visuais causados por determinadas ações e atividades, a ponto de prejudicar a saúde, a segurança e o bem estar da população; criar condições adversas às atividades sociais e econômicas; afetar desfavoravelmente a biota; e afetar as condições estéticas e sanitárias do meio ambiente. Dessa forma, a disposição inadequada das cascas de coco verde oriundas da venda da água de coco “in natura”, principalmente por ambulantes, tem contribuído para o agravamento da poluição visual, à medida que estes resíduos ficam jogados pelas cidades e na areia das praias (regiões litorâneas).

### **3.3 Fibras vegetais**

As fibras classificadas como naturais podem ser subdivididas em vegetais, animais ou minerais. As fibras minerais são formadas por cadeias cristalinas com grande comprimento, como as do asbesto (amianto). As fibras de origem animal têm cadeias proteicas, enquanto os vegetais apresentam natureza celulósica.

Com base em sua morfologia, as fibras vegetais podem ser classificadas em quatro classes (TOLEDO FILHO, 1997). A Figura 2 mostra, esquematicamente, as principais fibras de cada classe.



**Figura 2.** Esquema de classificação das fibras (PERSSON, 2000).

As fibras de folhas têm sua origem nas plantas monocotiledôneas, e ocorrem em feixes com extremidades sobrepostas, de tal forma que produzem filamentos contínuos através do comprimento da folha (TOLEDO FILHO, 1997), conferindo-lhe resistência e dando suporte aos vasos de condução de água do vegetal.

Para as fibras de talo ou tronco, originárias de plantas dicotiledôneas, as fibras ocorrem no floema, que fica na entrecasca do talo. Os feixes de fibras são unidos entre si e mantidos no lugar pelo tecido celular do floema e pelas substâncias gomosas e graxas.

As fibras de caule (madeira) são curtas, grossas e rígidas. As fibras de fruto formam uma camada protetora para os frutos e sementes das plantas. As fibras de coco e algodão estão inclusas nesse último grupo (TOLEDO FILHO, 1997).

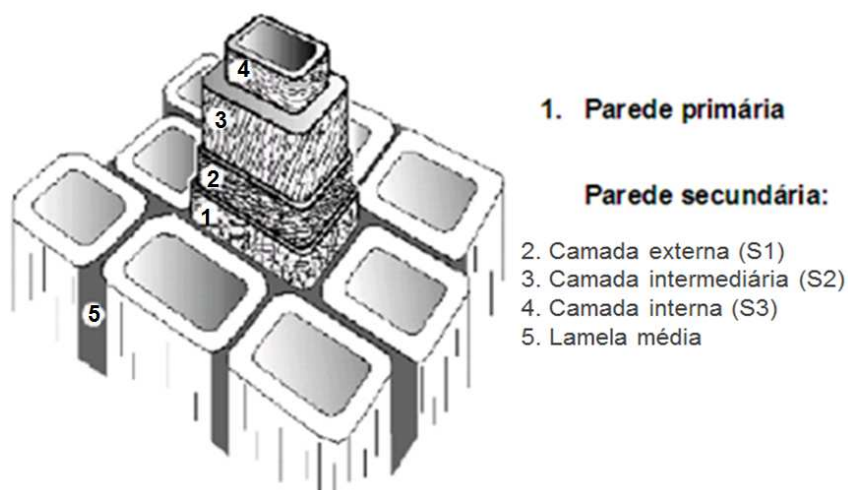
Com relação às fibras vegetais, destacam-se as de sisal, bambu, coco maduro e bananeira. Pois, além da abundância e da disponibilidade, uma das principais vantagens da utilização dessas fibras é a redução do consumo de energia envolvido em sua produção, se comparado ao necessário para a produção das fibras sintéticas.

O que se chama corriqueiramente de fibra é, na verdade, um conjunto de filamentos individuais, formados por fibrilas e unidas por espécies químicas orgânicas não cristalinas (p. ex.: lignina e hemicelulose). As fibrilas são compostas

por moléculas de celulose e estão orientadas em ângulos distintos, formando as diversas camadas, que compõem a macrofibra (SILVA & JOHN, 2003).

Assim, e de forma simplificada, a denominação “macrofibra” é dada ao conjunto de filamentos ou células individuais, compostos preferencialmente por moléculas de celulose e unidos por hemicelulose e lignina.

A estrutura celular da fibra vegetal é ilustrada na Figura 3, que mostra que as fibras naturais são constituídas por células individuais que, por sua vez, compõem-se de camadas de diferentes espessuras formadas por microfibrilas.



**Figura 3.** Esquema da estrutura celular da fibra vegetal (PERSSON, 2000).

As células das fibras têm, em média, de 10  $\mu\text{m}$  a 25  $\mu\text{m}$  de diâmetro e de 0,3 a 6 mm de comprimento (MOTTA, 2005). Elas são compostas por quatro camadas de microfibrilas, como mostrado na Figura 2:

- Parede primária (1), que é mais externa e de estrutura reticulada;
- Parede secundária, que se divide em três camadas:
  - Camada externa S1 (2), de estrutura também reticulada;
  - Camada intermediária S2 (3), onde as microfibrilas estão orientadas segundo um ângulo com relação ao eixo longitudinal da célula (espiral), e;
  - Camada interna S3 (4), também com as microfibrilas em forma de espiral.

- Lamela média (5), aglomerante das células que compõem a fibra.

A camada S2 é a de maior espessura e, também, a de maior teor de celulose. No interior da célula, há uma cavidade central, com dimensão de 5 µm a 15 µm, denominada lúmen (SAVASTANO, 2000; PERSSON, 2000).

Segundo Motta (2005), a composição da madeira e das plantas fibrosas é de 98 a 99% de matéria orgânica e o restante é material inorgânico (cinzas). A matéria orgânica consiste basicamente de três polímeros: celulose, hemicelulose e lignina. Celulose e hemicelulose compõem a porção de carboidratos ou holocelulose (70-90%), sendo que de 10-30% é composta pelo complexo polímero lignina.

A lignina está presente entre as fibras individuais (lamela) e dentro de suas paredes, servindo como agente ligante e dando rigidez à estrutura. Sua estrutura ramificada e interligada faz com que seja quase impossível extraí-la sem degradar a madeira (STROMDAHL, 2000). No entanto, as substâncias que a constituem são facilmente destruídas no meio alcalino, ocorrendo a sua lixiviação. A Tabela 2 mostra a composição química de algumas fibras vegetais abundantes ou com potencial de produção no Brasil (AGOPYAN, 1991).

**Tabela 2.** Composição química de algumas fibras vegetais.

Fibras	Porcentagem (%)				
	Celulose	Hemicelulose	Lignina	Extrativos	Cinzas
<b>Coco</b>	<b>35,0 - 47,0</b>	<b>15,0 - 28,0</b>	<b>16,2 - 45,0</b>	<b>3,4 - 4,0</b>	<b>2,7 - 10,2</b>
Sisal	43,0 - 78,0	10,0 - 13,9	8,0 - 11,0	1,6 - 2,0	0,6 - 1,0
Malva	34,4 - 76,0	----	8,3 - 10,0	----	----
Bagaço de cana de açúcar	31,0 - 43,0	27,5 - 31,8	17,8 - 23,0	2,9 - 5,1	1,8 - 5,4
Bambu	26,0 - 44,0	18,2 - 23,4	19,0 - 31,0	3,7 - 8,0	1,5 - 5,0
Juta	57,6 - 71,5	12,0 - 20,4	8,1 - 26,8	0,5 - 1,6	0,3 - 5,0
Bananeira	46,7 - 61,5	14,9 - 27,2	9,7 - 14,0	----	4,8 - 10,0

Adaptado a partir de: Motta (2005); Khalil et al. (2001); Bledzki e Gassan (1999); Hill et al. (1998); Han e Rowell (1997); Agopyan (1991) e Gram (1983).

### 3.3.1 Propriedades das fibras vegetais

Em razão da sua maior cristalinidade e do seu alto grau de polimerização, a celulose costuma apresentar maior estabilidade aos efeitos da degradação, seja ela mecânica, química ou térmica, se comparadas aos componentes não celulósicos formadores das fibras.

As fibras vegetais apresentam uma série de vantagens sobre as fibras sintéticas, justificando, assim, seu uso como reforço em matrizes tanto cimentícias como poliméricas. Algumas vantagens e desvantagens das fibras vegetais em relação às sintéticas podem ser observadas:

#### Vantagens:

- Conservação de energia;
- Abundância;
- Baixo custo;
- Não é prejudicial à saúde;
- Possibilidade de incremento na economia agrícola;
- Prevenção à erosão;
- Baixa densidade, e;
- Biodegradabilidade.

#### Desvantagens:

- Baixa durabilidade se usada como reforço em matriz cimentícia;
- Variabilidade de propriedades;
- Necessidade de tratamentos químicos, mecânicos ou térmicos para serem utilizadas como reforço de compósitos cimentícios, e;
- Fraca adesão em seu estado natural a inúmeras matrizes.

De acordo com Caetano et al. (2004), a adição de fibras acarreta a melhoria da ductilidade e da tenacidade do concreto, através de um processo de controle da propagação das fissuras, com o consequente aumento da resistência à tração e à flexão.

Agopyan (1991), em abrangente trabalho a respeito do emprego de fibras vegetais como reforço de matrizes frágeis, relacionou 19 fibras potencialmente úteis para a construção civil, a partir de propriedades mecânicas (resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura), características físicas, relação entre comprimento e diâmetro, possibilidade de cultivo no Brasil, custo e durabilidade no ambiente natural.

A Tabela 3 apresenta uma compilação de características de fibras vegetais utilizadas como reforço de matrizes à base de cimento, em comparação com fibras de amianto crisotila e polipropileno. Por ser um produto natural, as características das fibras vegetais apresentam grande variabilidade, com coeficientes de variação frequentemente maiores que 40% (SAVASTANO JUNIOR, 2000).

**Tabela 3.** Características físicas e mecânicas das fibras vegetais, amianto e polipropileno.

<b>Propriedades</b> <b>Fibras</b>	<b>Massa espec. real (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Absorção máxima (%)</b>	<b>Alongamento na ruptura (%)</b>	<b>Resistência à tração (MPa)</b>	<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>
<b>Coco maduro</b> ( <i>Cocos nucifera</i> )	1177	93,8	23,9-51,4	95-118	2,0
Sisal ( <i>Agave sisalana</i> )	1370	110	4,9-5,4	347-378	15,2
Malva ( <i>Urena lobata</i> )	1409	182,2	5,2	160	17,4
Bambu ( <i>Bambusa vulgaris</i> )	1158	145	3,2	73 - 505	5,1-24,6
Juta ( <i>Corchorus capsularis</i> )	nd	214	3,7-6,5	230	nd
Piaçava ( <i>Attalea funifera</i> )	1054	34,4-108	6,0	143	5,6
Banana ( <i>Musa cavendishii</i> )	1031	407	2,7	384	20-51
Amianto crisotila	2200-2600	---	2,0	560-750	164
Polipropileno comum	913	---	22,3-26	250	2,0

Obs.: nd = informação não disponível. Adaptado de Savastano Junior (2000) e Motta (2005).

Contudo, embora as fibras celulósicas apresentem boa resistência à tração (Tabela 3), o baixo módulo de elasticidade dessas fibras condiciona sua eficiência como reforço a deformações elevadas do compósito cimentício. A durabilidade das fibras pode ser comprometida pelo caráter alcalino das matrizes cimentícias, que, ao longo do tempo, afetam sua integridade. Assim, para minimizar esses efeitos, fibras vegetais podem passar por tratamentos superficiais, que as protegerão da ação da água rica em produtos da hidratação do cimento e de outros agentes agressivos, de forma a colaborar na aderência fibra-matriz.

### **3.3.2 Fibra de coco verde**

A fibra extraída da casca do coco verde apresenta inúmeras possibilidades de uso, pois é um material ecológico, facilmente reciclável e pertence à família das fibras duras, o que lhe confere elevados índices de rigidez e dureza, em razão do alto teor de lignina, entre 41 e 45% (SENHORAS, 2003).

As boas características de resistência e durabilidade dessa fibra permitem que ela seja utilizada na composição de diferentes tipos de produtos como, por exemplo, os produtos destinados para isolamento termo acústico. As principais características da fibra de coco, que lhe garantem vantagens para sua utilização industrial, é que são: inodoras, resistentes à umidade, não são atacadas por roedores, não apodrecem, não produzem fungos e sua condutividade térmica varia entre 0,04 e 0,05 W/mK (SENHORAS, 2003).

A fibra do coco maduro é amplamente utilizada na agricultura para produção de substrato agrícola (CARRIJO et al., 2002), e na indústria para a confecção de cordas e estofamento de automóveis (TOLEDO FILHO et al., 2003; THWE & LIAO, 2003). No entanto, a fibra da casca do coco verde ainda não possui utilização certa no Brasil, e é quase que totalmente descartada, já que apresenta difícil desfibramento, se comparada à fibra do coco maduro.

O aproveitamento das cascas de coco vem sendo feito em alguns estados brasileiros, a exemplo do Pará, do Ceará e do Rio de Janeiro, em que empresas automobilísticas e de beneficiamento do coco, instituições de pesquisa (por exemplo, a Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias – EMBRAPA),

universidades federais e estaduais, dentre outras, estão investindo em pesquisas para encontrar ou aperfeiçoar diferentes tecnologias, que permitam a utilização do resíduo do coco verde.

### **3.4 Tratamentos para fibras vegetais em compósitos cimentícios**

Os compósitos são, segundo Mougél et al. (1994), a associação de partículas provenientes de uma biomassa vegetal qualquer com uma argamassa (ou pasta) de cimento Portland. Tais compósitos apresentam algumas vantagens, como:

- Disponibilidade de matéria-prima;
- Maior capacidade de isolamento termo acústico;
- Resistência ao fogo (fibras tratadas);
- Resistência ao ataque de agentes biológicos (fibras tratadas);
- Ruptura dúctil, e;
- Maior trabalhabilidade.

Contudo, o emprego de fibras de origem vegetal para a produção de compósitos apresenta alguns inconvenientes, se comparados com materiais construtivos convencionais (SARMIENTO, 1996), como:

- Incompatibilidade química entre certas espécies vegetais e o cimento;
- Instabilidade dimensional;
- Vida útil limitada em meio alcalino, e;
- Aumento do tempo de pega.

Assim, o desenvolvimento de tecnologia para a produção de compósitos reforçados com fibras vegetais, está intrinsecamente ligado aos diferentes tratamentos que podem ser aplicados às fibras, tornando-as mais resistentes, principalmente ao meio alcalino proporcionado pela matriz cimentícia. Desse modo, para minimizar o efeito negativo dessa incompatibilidade, é possível utilizar alguns tratamentos. Sarmiento (1996) destaca os seguintes tratamentos: lavagem das partículas em água (quente ou fria) ou em soluções aquosas (hidróxido de sódio e cal, por exemplo) ou imersão em soluções salinas (aluminatos e silicatos). Ressalta-



se que o tipo de fibra empregado influencia a eficiência dos tratamentos, com a obtenção de resultados finais variáveis.

A literatura especializada relata que a alta alcalinidade da matriz cimentícia afeta a fibra vegetal e a durabilidade do compósito, pois rompe as cadeias da lignina e desintegra a celulose. Para Savastano Junior et al. (1994), é na zona de transição fibra-matriz onde podem ocorrer eventuais descontinuidades dentro de uma fase ou entre fases, em que tais poros ou fissuras interferem tanto no comportamento mecânico quanto na durabilidade do material.

Segundo Beraldo (1994), o tratamento da interface entre a biomassa vegetal e o cimento visa um duplo objetivo: aprisionar as substâncias nocivas ao cimento (responsáveis pelo aumento do tempo de pega) e limitar as trocas de umidade entre as partículas e a matriz (responsáveis pela instabilidade dimensional).

De acordo com Motta (2005), reações de degradação por ácidos, bases e radiação ultravioleta, e propriedades como instabilidade dimensional, inflamabilidade e biodegradabilidade, podem ser prevenidas ou, pelo menos, reduzidas com a alteração dos constituintes das paredes das células da fibra empregada. Assim, baseando-se nesta premissa, as propriedades de qualquer material são resultantes de sua composição química e das formas de processamento empregados (ROWELL, 1997).

As propriedades das fibras podem ser melhoradas através de tratamentos superficiais e modificações dos compostos que as constituem. Transformações superficiais podem alterar propriedades como aderência e absorção de umidade e, modificações dos constituintes podem alterar as propriedades de equilíbrio, tais como a instabilidade dimensional com a variação de umidade.

Oliveira (1989) conseguiu melhor durabilidade da argamassa de cimento reforçada com fibras de malva, após as fibras serem previamente lavadas com detergente comum. Guimarães (1990) submeteu fibras de sisal à impregnação com acetato de polivinila e obteve melhora sensível no desempenho do compósito resultante, após envelhecimento acelerado.

Outro tratamento para as fibras é denominado de mercerização, muito utilizado por melhorar as características adesivas das fibras, pela remoção de impurezas da superfície, o que aumenta a área superficial efetiva disponível para o contato com a matriz (BISANDA, 1993).

A impregnação com substâncias inorgânicas, como sais, é uma técnica usada para limitar a liberação de agentes inibidores da pega do cimento e melhorar a estabilidade dimensional das fibras.

Foruno et al. (1991) descreveram o método de “mineralização” da biomassa vegetal, utilizando silicato de sódio (*water glass*) em combinação com o sulfato de alumínio e o cloreto de cálcio. Os autores relatam que as substâncias inorgânicas, ao serem absorvidas, são depositadas no interior do lúmen das fibras e vasos, o que aumenta sua estabilidade dimensional, durabilidade e resistência aos fungos e ao fogo.

A impregnação com o álcool furfúrico, que reage com os grupos hidroxila dos polímeros das células, tem sido estudada com o objetivo de diminuir a instabilidade dimensional e a absorção de água do material (MAGALHÃES et al., 2001). O tratamento também auxilia a maior resistência a ácidos e bases (GOLDSTEIN & DREHER, 1960) e menor suscetibilidade ao ataque de microrganismos (SOUZA et al., 2004).

Outro tipo de tratamento que pode ser aplicado para as fibras vegetais é o ultrassom. O princípio deste tratamento é que ondas sonoras de alta intensidade causam movimentos de expansão e compressão em superfícies sólidas (BARBOSA JÚNIOR, 2007). Conforme o ultrassom se propaga através de um líquido, ciclos de expansão exercem pressão negativa sobre as moléculas do líquido, afastando-as entre si. Se o ultrassom é suficientemente intenso, os ciclos de expansão podem criar bolhas de ar (cavidades) no líquido, que absorvem energia e, posteriormente, implodem durante os ciclos de compressão. Em determinadas condições, essas bolhas sofrem violentos colapsos, levando à geração de pontos de alta pressão e alta temperatura (SUSLICK, 2005).

Assim, o tratamento por ultrassom não se origina da interação direta entre espécies moleculares (interação química), mas da cavitação acústica: com formação, crescimento e colapso implosivo de bolhas no líquido. As colisões entre o líquido e a superfície do sólido (fibras) são capazes de provocar mudanças consideráveis na superfície, na morfologia e na composição, e até aumentar a reatividade superficial do sólido (HAGENSON, 1998).

### 3.5 Polpa celulósica

As polpas celulósicas são bastante difundidas e seu uso em todo mundo se concentra, principalmente, na produção de papel. O uso em fibrocimentos tem-se ampliado nos últimos anos e estudos direcionados a este emprego têm sido desenvolvidos, pois o comportamento da fibra no interior da matriz cimentícia é diferente do seu uso como papel (HIGGINS, 1996). Países como a Austrália, já produzem polpas com fins específicos de uso em compósitos, e os processos de polpação vêm sendo aperfeiçoados para a obtenção de polpas adequadas a este fim (COUTTS, 1992). A utilização de polpas celulósicas no reforço de materiais à base de matrizes cimentícias tem adquirido importância cada vez maior em todo mundo, sobretudo nos países desenvolvidos (SAVASTANO JUNIOR, 2000).

As fibras de celulose normalmente se apresentam na forma de polpas ou folhas utilizadas para diversos fins, destacando-se a produção de variados tipos de papel (COUTTS, 1986). No Brasil, sua produção pode ser encontrada em praticamente todas as regiões, em que a celulose pode ser produzida a partir de diversos tipos de espécies vegetais, sejam elas plantas fibrosas ou madeiras, dependendo da disponibilidade encontrada na região.

Para a produção de polpa celulósica de eucalipto, as fibras residuais de eucalipto são provenientes das sobras do processo de polpação empregado para a produção de polpas químicas, utilizadas principalmente na confecção de papel (SAVASTANO JUNIOR, 2000).

Van Vlack (1970) afirma que produtos naturais como a celulose, por possuírem moléculas grandes são mais resistentes às tensões mecânicas e térmicas que compostos formados por moléculas pequenas. Dessa forma, a durabilidade e a resistência à tração de fibras individuais de celulose são notadamente superiores às apresentadas por suas respectivas macrofibras (COUTTS, 1986). Optou-se pelo uso conjunto de fibras de coco verde e polpa celulósica de saco de cimento tendo em vista um possível efeito sinérgico entre fibras de diferentes comprimentos, pois, o comprimento heterogêneo das fibras pode contribuir no processo de retenção das partículas de cimento Portland e/ou adição mineral (cinzas, calcário, etc.). A polpa também atua como reforço, visto que as matrizes possuem faixas de poros de

diversos tamanhos e as fibras funcionam como pontes entre os poros, transferindo as cargas a outros pontos das matrizes.

A importância da utilização de polpas celulósicas na produção de fibrocimentos pode ser avaliada quando se observa o processo produtivo de fibrocimentos. Atualmente, o processo Hatschek é o mais empregado no mundo, em que quase 85% dos produtos de fibrocimento vendidos no mundo são produzidos por este processo (IKAI, 2010).

O processo original para a produção de fibrocimento foi desenvolvido por Ludwig Hatschek no final do século XIX baseado no processo de produção de papel. Desde então, tal processo tem sido submetido a constantes aperfeiçoamentos em busca de um desempenho melhor, sem afetar seu princípio básico: a filtragem de uma suspensão bem diluída de cimento em um cilindro rotativo (TONOLI, 2009).

Este processo consiste na produção de placas de fibrocimento pela superposição de lâminas finas feitas de uma suspensão de cimento, fibras, aditivos minerais e água. As lâminas finas de fibrocimento obtidas pela retenção dos sólidos durante a filtragem são transferidas e acumuladas em uma prensa cilíndrica, até adquirir a espessura desejada. As fibras celulósicas têm papel essencial neste processo, pois formam a rede de fibras que retêm os sólidos da suspensão durante a filtragem.

Assim, neste experimento a utilização de polpa celulósica é de fundamental importância durante o processo produtivo dos compósitos, já contribui no processo de filtração da mistura, bem como no reforço, visto que a matriz cimentícia possui faixas de poros de diversos tamanhos e as fibras funcionam como pontes entre os poros, transferindo as cargas a outros pontos da matriz.

### **3.6 Cinza da casca de arroz**

A casca de arroz gerada do processo de beneficiamento do arroz é um resíduo que, devido ao seu alto poder calorífico (aproximadamente 16720 kJ/kg) e custo praticamente nulo, vem substituindo, cada vez mais, a lenha empregada na geração de calor e de vapor, necessários para os processos de secagem e parboilização dos grãos (CINCOTTO et al., 1990).

Segundo Hwang & Chandra (1997), a composição química da casca de arroz é similar à das fibras orgânicas (Tabela 4), mas varia conforme a espécie cultivada, o tipo de solo, os fatores climáticos e os fertilizantes usados.

**Tabela 4.** Composição química habitual da casca de arroz.

<b>Celulose - C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>Lignina - C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Sílica - SiO<sub>2</sub></b>
<b>(%)</b>	<b>(%)</b>	<b>(%)</b>
50,0	30,0	20,0

(Adaptado de Hwang & Chandra, 1997)

A casca de arroz é considerada um resíduo de classe II, ou seja, inerte e não perigoso à saúde humana e ao meio ambiente (BERNARDES JÚNIOR, 1983), representando o maior volume entre os subprodutos da indústria arroseira, sendo um produto abrasivo e de baixíssimo valor nutritivo. Devido à baixa densidade (de 80 a 160 kg/m<sup>3</sup>), seu simples armazenamento e eliminação constituem um problema grave, e seu transporte é caro (LUDWIG, 2004).

SAVASTANO JUNIOR (2000) relata que, com o objetivo de reduzir a geração de resíduos agroindustriais e para reaproveitá-los, seja no próprio processo produtivo ou como matéria-prima na elaboração de outros materiais, é cada vez maior o investimento em pesquisas para a transformação destes em subprodutos de interesse comercial.

Em termos de valores produzidos, para cada tonelada de arroz, 23% correspondem à casca e 4% correspondem às cinzas. Durante o processo de incineração controlada da casca de arroz, são perdidas lignina e celulose, de forma a se obter cinza à base de sílica micro porosa (ISMAIL & WALIUDDIN, 1996; KUMAR, 1993; MEHTA, 1994; PACEWSK et al., 2002).

A partir da queima da casca de arroz em fornalhas a céu aberto ou em fornos especiais com temperatura controlada ou sem controle, é produzida a cinza da casca de arroz (PRUDÊNCIO JÚNIOR et al., 2003).

A cinza da casca de arroz (CCA) contém carbono e, por essa razão, tende a ser preta. Entretanto, pode ser também cinza, púrpura ou branca, dependendo das

impurezas presentes e das condições de queima. Análises químicas de várias amostras de CCA, provenientes de várias regiões do mundo, mostram que o conteúdo de sílica varia de 90 a 95%, e que os álcalis,  $K_2O$  e  $Na_2O$ , ocorrem como principais impurezas. O conteúdo de  $K_2O$  pode variar entre 1 e 5%, dependendo do tipo e quantidade de fertilizante utilizado na plantação. Pequenas quantidades (menos que 1%) de outras impurezas, tais como  $CaO$ ,  $MgO$  e  $P_2O_5$ , também são encontradas (HOUSTON, 1972).

Segundo Prudêncio Júnior et al. (2003), atualmente, as empresas beneficiadoras de arroz são as principais consumidoras da casca como combustível para a secagem e parboilização do cereal. O problema é o descarte inadequado da cinza (CCA), que geralmente é depositada em terrenos baldios ou lançada em cursos d'água, ocasionando poluição e contaminação de mananciais pela liberação de gás metano.

Segundo Payá et al. (2001), a sílica da casca de arroz (SCA) não cristalina é obtida da queima em temperaturas inferiores a  $500^{\circ}C$ , e consiste em uma estrutura desordenada de silício (Si) e oxigênio (O) resultante da decomposição e da sinterização sem derretimento da sílica amorfa hidratada. Ocasionalmente podem ocorrer como impurezas fases cristalinas como quartzo, cristobalita e tridimita. O mesmo autor relata que, se a SCA é produzida pela queima da casca em temperatura e atmosfera controladas, obtém-se uma sílica de altíssima reatividade.

Um dos parâmetros para avaliar a reatividade da SCA é verificar a relação sílica cristalina/sílica amorfa. Quanto maior a relação, menor a atividade pozolânica da sílica da casca de arroz (ODA, 2003).

A sílica obtida através da casca calcinada em temperatura controlada apresenta como características uma maior área superficial, maior porcentagem de sílica amorfa e baixo nível de impurezas; o que garante uma reatividade superior à apresentada pela CCA calcinada sem um controle de temperatura.

### **3.7 Adições minerais como substituinte parcial ao cimento Portland**

As adições minerais são muito interessantes em concretos e argamassas, não somente pela melhoria na resistência e pela durabilidade que proporcionam, mas

também pela questão ecológica. A maioria delas são subprodutos industriais sem valor econômico que acabam se transformando em agentes poluentes de aquíferos e do solo. Elas se tornam viáveis na composição de compósitos à base de cimento, nos quais possuem a propriedade de reagir com o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), e formar um outro produto, o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), que é o maior responsável pela resistência das pastas de cimento. Essa capacidade é característica das pozolanas e é chamada de efeito pozolânico. A constatação dessa reação é de extrema importância, pois confirma dados de atividade pozolânica da cinza da casca de arroz residual.

Uma adição mineral possível, e que é avaliada no presente estudo, vem da indústria de beneficiamento de arroz, de onde se obtêm as cinzas da casca de arroz (CCA).

De acordo com Di Campos (2005), as adições de misturas, como a CCA, para obtenção de concretos frescos, têm a capacidade de reduzir a segregação e a exsudação, o que resulta em melhor trabalhabilidade, bem como contribui para um aumento na resistência mecânica do concreto em baixas idades. Para Mehta (1992), tais características permitem o uso de misturas de cinzas volantes e outras pozolanas com a CCA, de modo que a última atue como acelerador de resistência.

Mehta & Polivka (1976), citados por Di Campos (2005), fazem o relato do emprego de CCA como adição pozolânica altamente ativa para reduzir a expansão devida à reação álcali-agregado. Os autores ainda propõem a substituição de cimento Portland por CCA em construções de concreto, com baixo consumo de cimento e proporções de cinza de casca de arroz elevadas (> 30%).

O uso da cinza da casca de arroz também permite viabilizar a produção de fibrocimentos não convencionais reforçados com fibras vegetais, uma vez que atua na redução da alcalinidade da matriz e na preservação das fibras vegetais, se comparada a uma matriz composta exclusivamente por cimento Portland (Oliveira et al., 2000).

Zhang & Malhotra (1996), ao compararem concretos com adições de CCA e sílica ativa, demonstraram que a adição da CCA aumenta a velocidade de hidratação, atribuída à maior atividade pozolânica da CCA, e que os concretos produzidos com a CCA apresentaram valores de resistência superiores ao concreto de referência, mas inferiores ao concreto com sílica ativa.

Pouey & Dal Molin (2002), ao compararem três tipos de CCA com diferentes graus de cristalinidade, demonstraram que o concreto com sílica, produzida em temperatura e tempo controlados, apresentou maior resistência à compressão, enquanto que o concreto com sílica pouco cristalina apresentou desempenho inferior (4,5%) e o concreto com sílica totalmente cristalina teve o pior desempenho. Contudo, Mehta (1992) observou que a adição de CCA promove uma demanda elevada de água para manter a mesma consistência por causa da elevada finura da CCA.

### **3.7.1 Hidratação do Cimento Portland**

A hidratação do cimento Portland compreende a reação dos seus compostos com a água, a partir de uma reação exotérmica, que transforma a mistura fluida de cimento e água em um sólido.

Segundo Tiboni (2007), os compostos do cimento Portland possuem hidratações diferentes, seja pela velocidade com que ocorrem ou pelas quantidades e produtos resultantes. A hidratação do cimento Portland acontece de dois modos: o mecanismo por dissolução-precipitação (dominante nos estágios iniciais) e o mecanismo topoquímico ou hidratação no estado sólido (dominante nos estágios posteriores).

O mecanismo de dissolução-precipitação consiste na dissolução dos compostos anidros em seus constituintes iônicos, na formação de hidratos na solução e, por causa da sua baixa solubilidade, em uma eventual precipitação dos hidratos provenientes da solução supersaturada. De maneira geral, sua duração corresponde a 30% da hidratação total, e ocorre entre 3 e 24 h. Os produtos deste tipo de hidratação são chamados produtos de hidratação interna (*inner*).

O mecanismo denominado topoquímico ou hidratação no estado sólido do cimento acontece quando as reações ocorrem diretamente na superfície dos componentes do cimento anidro sem entrarem em solução, fenômeno conhecido como deslocamento da interface. Esta etapa independe da temperatura de cura e os produtos deste tipo de hidratação são chamados produtos de hidratação externa (*outer*).



Scrivener (1989) separa a hidratação do cimento em três fases principais:

- (I) Entre 0 e 3 h – fase que envolve grande liberação de calor. Este período inicial é marcado por um rápido crescimento da quantidade de C-S-H e CH.
- (II) Entre 3 e 24 h – período em que cerca de 30% da hidratação ocorre, o que é refletido pelo pico máximo na taxa de evolução da temperatura. Depois deste pico, todas as partículas de cimento menores que 5  $\mu\text{m}$  estão completamente hidratadas.
- (III) Após 24 h – período em que a taxa de evolução da temperatura diminui, contudo, a hidratação pode prosseguir indefinidamente.

De forma mais detalhada, nos primeiros 10 min de hidratação, uma grande quantidade de calor é liberada. Este fenômeno coincide com a formação de bastões pequenos e grossos de etringita (trisulfoaluminato cálcico hidratado ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ )) na superfície e na solução. A seguir, a taxa de evolução de calor diminui rapidamente, iniciando o período de indução, durante o qual a concentração de íons  $\text{Ca}^{+2}$  na fase líquida alcança a supersaturação com relação ao  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Inicia-se então a nucleação e o crescimento dos produtos CH e C-S-H. Assim, forma-se um envoltório amorfo, coloidal e rico em Al, Si e íons  $\text{Ca}^{+2}$  e  $\text{SO}_4^{-2}$  sobre a superfície dos grãos anidros (TAYLOR, 1997; SCRIVENER, 1989).

O próximo estágio, após a etapa de aceleração das reações de hidratação, é caracterizado pelo baixo desenvolvimento de calor e pela diminuição da velocidade global da reação, e pode ser relacionado com a etapa em que há o preenchimento dos espaços entre as camadas envoltórias e o núcleo. A partir desse momento, a reação é cada vez mais lenta e continua por mecanismo topoquímico, ou seja, ela é controlada pela difusão dos íons e pela deposição de produtos hidratados nos poros.

Aproximadamente após 7 dias, os grãos de cimento, com dimensões entre 5  $\mu\text{m}$  e 15  $\mu\text{m}$ , reagem completamente, e os grãos anidros do clínquer tornam-se cada vez menores e muitos deles desaparecem do sistema (TIBONI, 2007).

Scrivener (1989) relaciona o tamanho dos grãos de cimento com o tipo de C-S-H formado. Para a autora, grãos menores que 5  $\mu\text{m}$  se hidratam completamente até o pico máximo da evolução de calor e dá origem a C-S-H externo nos vazios

preenchidos originalmente com água. Partículas entre 5 e 15 µm reagem após, aproximadamente, 7 dias e produzem C-S-H externo e interno. Contudo, somente o núcleo de partículas maiores que 15 µm formarão C-S-H do tipo interno a partir de um mecanismo lento de solidificação após a hidratação. Aïtcin & Neville (2003) descrevem que alguns grãos de cimento Portland podem permanecer não hidratados, formando grãos anidros. Estas partículas não são prejudiciais e podem ser consideradas como um agregado muito fino com excelente aderência aos produtos de hidratação.

### 3.7.2 Reação Pozolânica

As pozolanas beneficiam o concreto de duas maneiras: quimicamente, pelo seu efeito pozolânico, e fisicamente, pelo efeito *filler*. A reação pozolânica, como mencionado anteriormente, é a reação da adição mineral com o hidróxido de cálcio formado pela hidratação do cimento, o que forma C-S-H. Esta reação é mais lenta que a reação de hidratação do C<sub>3</sub>S do cimento Portland, o que resulta em uma taxa de liberação de calor e desenvolvimento de resistência mecânica mais lenta. Além disso, o C-S-H formado pela reação pozolânica apresenta melhores características mecânicas.

Reação rápida do C<sub>3</sub>S do cimento Portland:  $C_3S + \text{ÁGUA} \longrightarrow C-S-H + CH$

Reação lenta da pozolana:  $\text{POZOLANA} + CH \longrightarrow C-S-H$

Mehta (1983), referenciado por Tiboni (2007), afirma que “reação pozolânica” não é somente aquela entre hidróxido de cálcio e sílica, mas inclui todas as reações cimentícias no sistema CaO – SiO<sub>2</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SO<sub>3</sub> – H<sub>2</sub>O. Contudo, a maior diferença entre a “reação pozolânica” e as “reações cimentícias” resultantes da hidratação do cimento Portland são as taxas de reação, que costumam ser mais lentas na primeira, e não referentes aos produtos de hidratação. Entretanto, a reação pozolânica, assim como outras reações químicas, pode ser acelerada pela temperatura e por aceleradores químicos.

A função química da sílica ativa no processo de hidratação é governada pela disponibilidade do hidróxido de cálcio, em que, após certo tempo, a sílica deixa de reagir quimicamente de maneira significativa como aglomerante e passa a atuar como um *filler* inerte. Esta contribuição física acontece porque os finos preenchem os vazios entre as partículas maiores (efeito de empacotamento), o que reduz o tamanho dos vazios pela segmentação dos poros maiores na pasta e pode incrementar a durabilidade do concreto. Além disso, a presença de *fillers* aumenta a quantidade de locais de nucleação para a precipitação dos produtos de hidratação da pasta de cimento e formam cristais menores de hidróxido de cálcio (SENSALE, 2000). Segundo Goldman & Bentur (1993), o efeito *filler* combinado com o efeito pozolânico contribuem na eliminação da exsudação.

A incorporação de finos em concretos, geralmente melhora a coesão das partículas e, conseqüentemente, diminui consideravelmente a segregação e a exsudação do concreto fresco. No entanto, a presença de finos no concreto dificulta a subida da água até a superfície, o que traz o risco de fissuração, principalmente quando a taxa de evaporação é elevada. Para se evitar tal problema, deve-se proteger a superfície do concreto fresco da perda de água mediante a utilização de um método eficaz de cura (SENSALE, 2000).

### **3.8 Compósitos cimentícios com reforço de fibras vegetais**

As pastas e as argamassas cimentícias apresentam comportamento frágil, ou seja, fraturam-se sem deformação plástica sob esforços de tração e cargas dinâmicas. A fim de melhorar o desempenho mecânico das argamassas são adicionadas fibras, que podem ser orgânicas ou inorgânicas. Constituem-se assim os materiais compósitos, que são caracterizados como uma combinação de pelo menos dois materiais, que, após a mistura, ainda podem ser perfeitamente identificados, sendo as propriedades do compósito superiores a de seus constituintes, tomados em separado (CAETANO et al., 2004).

As fibras atuam como elementos de reforço, com a finalidade de impor obstáculos à propagação de fissuras, além de funcionar como ponte de transferência dos esforços, garantindo, assim, a capacidade de resistência após a abertura da

fissura. Em compósitos reforçados com fibras, a fratura é retardada. A ruptura torna-se um processo progressivo, pois as pontes de transferência formadas pelas fibras absorvem parte das solicitações e originam uma fissuração mais distribuída. Com o aumento do número de fibras, a abertura das fissuras torna-se menor, reduzindo a área total de fissuração.

As fibras vegetais apresentam baixo módulo de elasticidade e alta resistência à tração e, se adequadamente adicionadas à matriz cimentícia, proporcionam maior resistência ao impacto, maior absorção de energia, possibilidade de trabalho no estágio pós-fissuração e aumento na capacidade de isolamento termo acústico (AGOPYAN & SAVASTANO JUNIOR, 1997; SAVASTANO JUNIOR, 2000).

A investigação de novos fibrocimentos tem se intensificado nos últimos anos. A tendência ao banimento dos componentes de cimento amianto, potencialmente danosos à saúde humana (GIANNASI & THEBÁUD-MONY, 1997), aliada à necessidade de substituição por um novo material, conduz à busca de matérias-primas compatíveis com o parque industrial, e que aliem aspectos técnicos e econômicos (KAWABATA, 2008).

Em todo o mundo, os fibrocimentos alternativos já fazem parte de programas de transferência tecnológica, especialmente no que se refere aos sistemas de cobertura de baixo custo, como reportado por Kawabata (2003), Roma Junior (2004) e Caldas et al. (2000).

Atualmente, estima-se que a produção mundial de compósitos cimentícios com reforço de fibras celulósicas, combinadas ou não a fibras plásticas, ultrapassa 3 milhões de toneladas ao ano. Tal produção está localizada, em grande parte, nos EUA, na Europa, na Oceania e na Ásia (HEINRICKS et al., 2000).

Diante desse quadro mundial, torna-se necessário o aprimoramento de formulações à base de cimento com reforço de fibras celulósicas ou plásticas para as condições brasileiras, e tecnicamente compatíveis com o mercado consumidor. As iniciativas de produção de fibrocimentos alternativos também encontram interesse econômico e ambiental nas situações direcionadas à construção rural, além da questão do aproveitamento dos resíduos agroindustriais.

### 3.8.1 Durabilidade dos compósitos

A durabilidade é um dos aspectos mais importantes no desenvolvimento de um novo material. Assim, a durabilidade dos compósitos reforçados com fibras sensíveis a álcalis é, talvez, o maior desafio a ser superado pelos pesquisadores dessa área, fato que explica os inúmeros trabalhos que têm sido desenvolvidos sobre o tema nas últimas décadas (AKERS & STUDINKA, 1989; MacVICAR et al., 1999; SAVASTANO JUNIOR, 2000; TONOLI, 2006).

A definição de durabilidade é expressa como a capacidade que um produto possui de manter suas condições de serviço, para o qual foi projetado e construído, durante determinado período de tempo. Desse modo, a durabilidade do produto pode ser avaliada pelo seu tempo de vida em anos ou pela sua resistência a agentes que afetem seu desempenho.

Silva (2003) avaliou a durabilidade de compósitos produzidos com cimento de escória de alto forno reforçados com fibras de celulose por meio de ensaios de envelhecimento natural e acelerado, mas ressaltou que estudos ainda devem ser realizados para um melhor entendimento do comportamento físico e mecânico desses compósitos.

Dias (2005) estudou os efeitos do envelhecimento na microestrutura e no comportamento mecânico de fibrocimentos com fibras celulósicas e de PVA e concluiu que os efeitos da degradação dos fibrocimentos dependem da composição dos materiais, do método de envelhecimento e do ambiente em que o fibrocimento encontra-se exposto.

Apesar de diversos trabalhos encontrados na literatura, aspectos relativos à durabilidade dos compósitos cimentícios com fibras de origem vegetal ainda devem ser investigados para que estes materiais tenham sua vida útil garantida pelo maior tempo possível nas condições reais de aplicação (TONOLI et al., 2007).

Segundo Caetano et al. (2004), a incorporação de fibras em matrizes frágeis produz um aumento da capacidade de carga após a fissuração, e colabora para que o compósito seja capaz de absorver uma maior quantidade de energia, que é dissipada sob forma de deformação, arrancamento e ruptura das fibras.

De acordo com Mano (2005), a aderência entre a matriz e o componente de reforço exerce forte influência sobre as características do compósito. Isso se explica

pelo fato de ser a interface fibra-matriz a principal responsável pelo trabalho conjunto, permitindo uma adequada transferência dos esforços entre o reforço e a matriz. Além dessas características, o teor, o volume relativo, o comprimento e a orientação das fibras também influenciam o desempenho dos materiais compósitos.

A decomposição da fibra ocorre quando seus constituintes, principalmente a lignina e a hemicelulose presentes na lamela intercelular, são decompostos pela ação do elevado pH da água do poro da pasta de cimento (CALDAS, 2002). A decomposição desses constituintes conduz à redução na capacidade de reforço da fibra e à diminuição da aderência com a matriz, além de tornar a fibra um material inerte dentro do compósito. Portanto, com a perda de aderência na interface com a matriz, a fibra deixa de funcionar como reforço, passando a ser um material de enchimento, com o agravante de ser higroscópico (AGOPYAN, 1991).

A incompatibilidade química é o principal agente atuante nos compósitos reforçados com fibras vegetais, já que a degradação das fibras no meio alcalino é produzida pela hidratação do cimento, que libera íons alcalinos. Outro fator que pode auxiliar a decomposição das fibras é a elevação da temperatura ambiente, que acelera a velocidade de degradação (CALDAS, 2002).

A água também pode ser um importante fator de degradação (JOHN, 1997). SAVASTANO JUNIOR (2000) atenta para as variações dimensionais produzidas pelas modificações nos teores de umidade do compósito, em razão dos ciclos de molhagem e secagem aos quais é submetido durante o uso.

Em menor proporção, dada a alcalinidade apresentada pelo material, a ação de fungos também pode ser descrita como agente de degradação, já que pode destruir progressivamente a capacidade de reforço das fibras.

Para Beraldo & Vieira (2003), o conhecimento da constituição química de determinada matéria-prima é importante para a avaliação adequada do seu comportamento por ocasião da mistura com aglomerantes minerais, como o cimento. Swamy (1990), citado por Mesa Valenciano (2004), relata que a carência de informações relacionadas à incompatibilidade química fibra-matriz e às propriedades do compósito como tal, têm contribuído para a pouca adição de fibras vegetais como reforço de elementos construtivos.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### Fibras de coco verde

#### 4.1 Desfibramento e corte das fibras de coco verde

A necessidade de desfibramento do coco verde é um dos principais motivos do seu uso reduzido. Contudo, para o presente trabalho, foi firmada uma parceria com a empresa Coco Verde, situada na cidade do Rio de Janeiro, RJ, que contribuiu com as fibras extraídas do fruto (desfibradas). A empresa fornece os cocos para os pontos de venda localizados em toda a cidade e, após o consumo, coleta as cascas e as encaminham para a reciclagem, produzindo vasos, placas e material de decoração.

O método de desfibramento empregado pela empresa segue a sequência de passar as cascas de coco verde pela máquina desintegradora/trituradora, para posterior classificação do material: fibras e pó residual.

As fibras obtidas da empresa “Coco Verde” apresentavam comprimento médio de 14,8 cm. Assim, para serem empregadas como reforço de matrizes cimentícias, as fibras passaram por um processo de corte em moinho de facas da marca *JFS*® modelo JF5 (Figura 4).



**Figura 4.** Processo de picagem das fibras de coco verde em moinho de facas com peneira selecionadora.

## **4.2 Análise bromatológica**

Foram coletadas amostras em quantidade suficiente para análise e caracterização das fibras de coco verde.

As análises de caracterização das amostras foram realizadas no Laboratório de Bromatologia da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo. A análise bromatológica é utilizada para descrever a composição química e nutritiva de alimentos e vegetais, fornecendo valores mais exatos para sua caracterização, em que este tipo de análise tem especial importância para alimentos, plantas ou forrageiras que tenham grande variação de amostragem.

Para a caracterização bromatológica, as fibras de coco verde foram moídas em moinho de bolas para transformá-las em pó, após o que foram seguidos os procedimentos descritos por Silva & Queiroz (2002). A metodologia e os materiais utilizados estão descritos no Apêndice I.

## **4.3 Tratamentos aplicados às fibras de coco verde**

Foram avaliadas as propriedades físicas e mecânicas das fibras antes e após os tratamentos. Os tratamentos aplicados às fibras vegetais têm como objetivos principais: reduzir a hidrofobicidade, aumentar a estabilidade dimensional e melhorar as propriedades mecânicas.

### **4.3.1 Ultrassom (U)**

As fibras de coco verde foram tratadas por ultrassom, a fim de avaliar a influência deste tratamento na estrutura física da fibra e, conseqüentemente, nos compósitos reforçados por elas. A escolha deste tratamento fundamentou-se, principalmente, na ausência de reagentes químicos, o que permite menor agressão tanto para a fibra bem como para o ambiente.



Para o tratamento das fibras de coco verde, foi empregada a metodologia descrita por Barbosa Júnior (2007), com a utilização de equipamento de ultrassom, da marca *Sonics* modelo *Vibre-Cell*, com frequência de 20 Hz e potência de 12 W. As fibras foram imersas em água provinda do abastecimento (torneira), na proporção de 5% em massa, e submetidas ao tratamento durante 45 min, sendo movimentadas a cada 15 min (Figura 5). Após o tratamento, as fibras foram secas por 24 h em estufa a  $60 \pm 5^\circ\text{C}$ , para serem utilizadas como reforço dos compósitos.



**Figura 5.** Imagem do equipamento e das fibras passando pelo tratamento por ultrassom.

#### **4.3.2 Ultrassom e silicato de sódio combinado com sulfato de alumínio (USS)**

Parte das fibras, previamente tratadas no equipamento de ultrassom, passou por tratamento químico à base de silicato de sódio em combinação com sulfato de alumínio com a finalidade de: a) “mineralizar” as fibras, protegendo-as contra a agressão futura do meio alcalino proporcionado pelo cimento; b) imobilizar a matéria orgânica constituinte e diminuir sua capacidade de absorção de água para evitar possíveis variações dimensionais; c) reduzir a interferência das fibras nas reações

de pega e endurecimento do cimento; d) proporcionar melhor durabilidade e resistência ao ataque de microrganismos ao compósito produzido.

As substâncias inorgânicas, formadas como consequência desse tratamento, são absorvidas e depositadas no interior do lúmen, vasos e outros componentes das fibras, permanecendo cristalizadas depois de secas (SARMIENTO & FREIRE, 1997).

A base desse tratamento se encontra no processo de difusão-penetração “*diffusion penetrating process*”, proposto por Foruno et al. (1991), e desenvolvido inicialmente para o tratamento de partículas de madeira. O processo adotado no presente estudo adaptou as descrições propostas por Sarmiento & Freire (1997), que fizeram modificações no processo original para atenderem as características das fibras de bagaço de cana-de-açúcar.

Para o tratamento foi preparada uma solução de silicato de sódio a 5%, na qual as fibras ficaram imersas durante 12 h. Em seguida, as fibras foram retiradas dessa solução, enxugadas superficialmente e deixadas ao ar para secar durante outras 12 h. As fibras já impregnadas com silicato de sódio foram imersas em solução saturada de sulfato de alumínio (30%) durante mais 12 h (Figura 6).



**Figura 6.** Vista das fibras de coco verde imersas nas soluções de silicato de sódio (béquer esquerdo) e sulfato de alumínio (béquer direito).

Após, as fibras foram levadas a estufa para secagem à temperatura de 60°C por mais 12 h. Resfriadas durante 2 h, as fibras foram acondicionadas em recipiente

hermeticamente fechado, por pelo menos 24 h, antes de serem incorporadas à matriz.

As alterações propostas por Sarmiento (1996), e que foram adaptadas para este trabalho, foram adotadas em razão de resultados obtidos em ensaios preliminares realizados pelos autores citados. As modificações introduzidas na metodologia original (FORUNO et al., 1991) consistiram na redução do tempo de imersão de 24 h para 1 h e, posteriormente, para 5 min. Contudo, no presente trabalho, o tempo de permanência das fibras nas soluções foi fixado em 12 h para potencializar a impregnação das fibras, uma vez que a diminuição de tempo de 24 h para 5 min é muito drástica.

#### **4.3.3 Ultrassom e álcool furfurílico (UAF)**

Como terceiro tratamento foi selecionado o álcool furfurílico para impregnação, pois este reage com os grupos hidroxila dos constituintes das fibras. Para este tratamento, foram seguidos os procedimentos descritos por Motta (2005), que encontrou aumento de 63% no módulo de elasticidade da fibra de coco tratada com AF em relação à fibra sem tratamento.

Uma vantagem deste reagente com relação a outros, que são na sua maioria derivados de petróleo, é o fato de ser derivado de resíduos agrícolas (SOUZA et al., 2004).

Parte das fibras que passaram pelo tratamento com ultrassom foram impregnadas com álcool furfurílico utilizando pressão negativa seguida de pressão positiva. As amostras impregnadas foram curadas durante 48 h em estufa à temperatura de  $60 \pm 5^\circ\text{C}$ .

Para esse tratamento, foram utilizados os seguintes produtos químicos:

- Álcool furfurílico (AF) com 99% de pureza da Merck;
- Ácido paratolueno sulfônico (PTS) da Merck, utilizado como catalisador da polimerização do AF.

A solução de impregnação foi composta por álcool furfurílico (AF) mais 0,05% em massa de ácido paratolueno sulfônico. Como procedimento desse tratamento, as fibras foram secas em estufa a 60°C até constância de massa. Para a impregnação, foram realizados ciclos de vácuo e pressão, em equipamento desenvolvido por Motta (2005) para a impregnação das fibras (Figura 7).



**Figura 7.** Detalhe da solução de álcool furfurílico com ácido paratolueno sulfônico e vista geral do equipamento utilizado na impregnação das fibras.

As fibras foram submetidas à pressão negativa de aproximadamente 70 kPa, durante 30 min, para retirada do ar interno dos poros. Após permanecer em pressão negativa, foi adicionada solução de impregnação para total imersão das fibras. Em seguida, houve pressurização do vaso com 0,8 MPa por um período de 30 min, utilizando-se, para tal, o gás inerte N<sub>2</sub>. O valor da pressão positiva (0,8 MPa) aplicada foi fixado com base em trabalhos anteriores de impregnação da madeira (*Pinus*) com os mesmos reagentes (MAGALHÃES & SILVA, 2003; MAGALHÃES et al., 2002 e MAGALHÃES et al., 2001). Depois de aliviada a pressão, as fibras impregnadas foram levadas à estufa, à temperatura de 60°C por 48 h, para a cura dos reagentes no interior das fibras.

## 4.4 Propriedades físicas e mecânicas das fibras do coco verde

### 4.4.1 Características físicas das fibras de coco verde

Com base nas metodologias encontradas em literatura específica, foram determinadas algumas características de interesse para o estudo das fibras, que estão inter-relacionadas com o comportamento do compósito produzido. Assim, foram realizadas, no Laboratório de Construções Rurais e Ambiente da FZEA-USP, as seguintes propriedades físicas das fibras de coco verde:

- Determinação do tamanho das fibras (comprimento e diâmetro);
- Cálculo da razão de aspecto (comprimento/diâmetro);
- Determinação da densidade real da fibra (naturais e tratadas), e;
- Absorção de água (naturais e tratadas).

Para a determinação dos tamanhos das fibras, foram selecionadas aleatoriamente 100 fibras não tratadas, previamente picadas, com as quais foram realizadas as medições do comprimento e do diâmetro com o estéreo-microscópio da marca Zeiss, modelo Stemi 2000-C, com graduação em 0,1 mm (Figura 8).



**Figura 8.** Medida da espessura da fibra de coco verde no estéreo-microscópio.

A razão de aspecto (RA) foi calculada a partir das medidas do comprimento e do diâmetro das fibras (item 4.4.1). Segue a fórmula utilizada para o cálculo.

$$RA = \text{Comprimento/Diâmetro} \quad (1)$$

A determinação da absorção de umidade em câmara climática foi adotada por ser considerada mais precisa do que a absorção determinada pela imersão das fibras em água, já que determinar a massa saturada pelo método tradicional, com a secagem da superfície das fibras, poderia ser uma fonte de variação difícil de ser quantificada.

Para o estudo da absorção de água das fibras (tratadas ou não), estas foram previamente secas em estufa a  $65 \pm 5^\circ\text{C}$  e acondicionadas em câmara climática, marca *Thermotron*, modelo SM-3.5S, com temperatura de  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , e umidade relativa de 30 a 90% com intervalos de 20%. Cada umidade relativa (30, 50, 70 e 90%) foi mantida por 36 h, em que medidas foram tomadas a cada 12 h até a constância de massa para cada valor de umidade avaliado. Assim, a massa de equilíbrio das fibras em cada condição de umidade foi determinada e, com os dados, foi elaborado o gráfico que descreve a absorção de umidade das fibras.

A determinação da densidade real das fibras de coco (naturais e tratadas) foi realizada com um multiplicnômetro da marca *Quantachrom*, modelo MVP-6DC, do Laboratório de Construções e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos – USP (Figura 9).



**Figura 9.** Multiplicnômetro para determinação da densidade real das fibras.

O princípio da picnometria é medir a densidade real e o volume de objetos sólidos a partir do princípio de Arquimedes (deslocamento dos fluídos) e pela lei de Boyle. O equipamento usado determina a densidade real a partir do deslocamento do gás hélio, que penetra nos poros mais finos, o que confere alta precisão na medida.

Como procedimento, a amostra (fibras), seca previamente em estufa de 105°C, foi colocada no “porta-amostras” do equipamento e fechado. Depois foi aberta a chave do gás, até o manômetro marcar 117, 2 kPa, ponto em que a chave foi fechada conforme procedimento descrito no manual do equipamento.

O gás hélio preencheu o volume da câmara de referência do equipamento (V referência) registrando certa pressão (P1), depois foi acionado o preenchimento da célula (V célula) em que estava a amostra, o que gerou nova pressão (P2). Para o cálculo da densidade real média das fibras, foram realizadas cinco leituras para cada tratamento. As fórmulas utilizadas para a determinação da densidade real das fibras estão descritas nas Equações 2 e 3.

Determinação do volume real:

$$V_{\text{real}} = (V_{\text{célula}} - V_{\text{referência}}) \times ((P1/P2) - 1) \quad (2)$$

Determinação da densidade real:

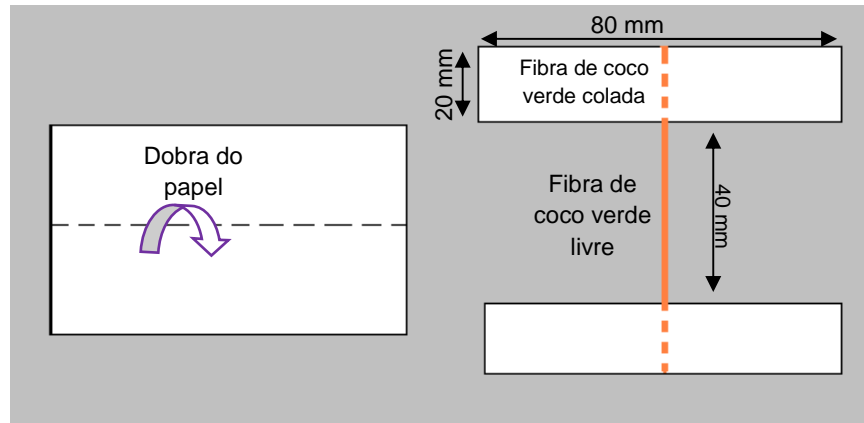
$$D_{\text{real}} = \text{massa} / V_{\text{real}} \quad (3)$$

#### **4.4.2 Ensaio de tração das fibras de coco verde**

Para o ensaio de tração, as fibras (naturais e tratadas) foram cortadas e coladas em duas bases de papel (75 g/m<sup>2</sup>) com fita adesiva dupla face, uma em cada ponta da fibra, deixando 4,0 cm de fibra livre (meio da fibra).

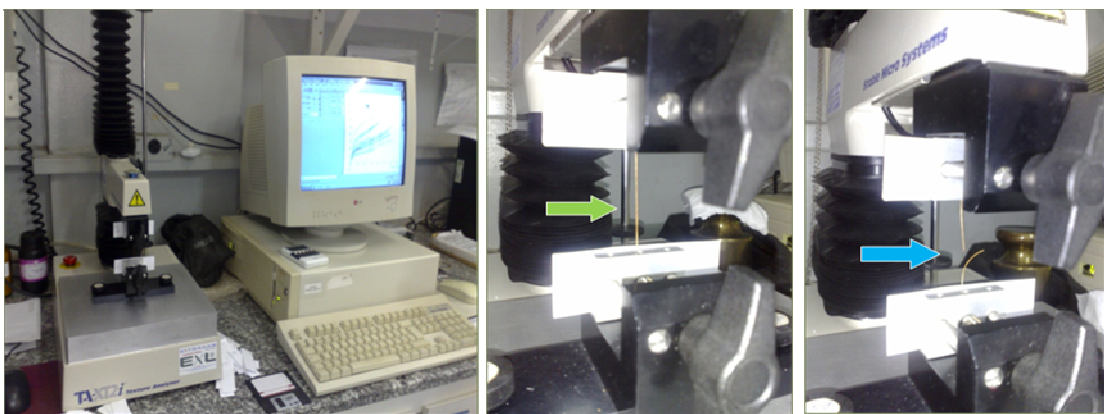
Para a base, o papel foi previamente cortado e dobrado ao meio, de modo a formar uma faixa com 80 mm de comprimento e 20 mm de largura, conforme

ilustrado na Figura 10. Para garantir bons resultados, foram realizadas 25 medições de fibras diferentes por tratamento.



**Figura 10.** Esquema da confecção da base de papel e colagem das fibras de coco verde (sem escala).

Uma vez posicionada a base de papel com a fibra nas garras da máquina de ensaio (texturômetro da marca *Texture Analyser*, modelo TA-XT2i), foi iniciado o ensaio de tração da fibra, conforme pode ser visto na Figura 11.



**Figura 11.** Texturômetro utilizado e detalhes do ensaio de tração da fibra de coco verde presa ao equipamento antes (seta verde) e após (seta azul) a ruptura.



A velocidade adotada nos ensaios foi de 2,0 mm/min., com base nas recomendações da ASTM D3822-96.

A tensão imposta na fibra pela tração foi calculada pela expressão  $\sigma = F/A$ , onde  $F$  é a força aplicada e  $A$  é a área da seção transversal inicial da fibra. Optou-se por determinar a área média transversal de cada corpo-de-prova (fibra) a ser ensaiado, pois a utilização de uma área média geral aumentaria a variabilidade dos resultados, já que as fibras naturais apresentam considerável variação de dimensões.

Para a determinação da área da seção transversal das fibras foi utilizado um estéreo-microscópio, da marca *Zeiss* (modelo Stemi 2000-C), com graduação em 0,1 mm.

Foram realizadas seis medições ao longo dos 4,0 cm de cada fibra (intervalo entre as bases de papel) para a determinação do diâmetro médio assumindo que as fibras são cilíndricas. Utilizando o diâmetro médio foi calculada a área da seção transversal de cada fibra, com a fórmula que segue:

$$A = \pi \times (D/2)^2 \quad (4)$$

Em que:

$A$  = área

$\pi = 3,14...$  (constante)

$D$  = diâmetro

#### **4.4.3 Espectrometria na região do infravermelho (FTIR) das fibras de coco verde**

Parte das fibras de coco (naturais e tratadas) foi analisada por espectroscopia na região do infravermelho médio com transformada de Fourier. Foi empregado espectrofotômetro Spectrum-One da marca *Perkin-Elmer*. Esse aparelho possui o acessório UATR (atenuador de reflectância total universal), que permite efetuar a análise, simplesmente, colocando o material sobre o “porta amostra” de cristal, sem a necessidade de preparo especial (Figura 12).



**Figura 12.** Equipamento de espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier.

Os espectros de absorção foram coletados no mínimo três vezes, com 20 varreduras em cada repetição, na faixa espectral entre 4000 e 650  $\text{cm}^{-1}$  com resolução de 2  $\text{cm}^{-1}$  (BERGO et al., 2007).

Ressalta-se que foram avaliadas as fibras naturais e tratadas, bem como as soluções empregadas nos tratamentos.

## **Polpa celulósica**

### **4.5 Preparação e caracterização da polpa celulósica**

Com o objetivo de utilizar uma polpa celulósica produzida a partir de outro resíduo, foi desenvolvida uma metodologia para a obtenção de polpa celulósica a partir dos sacos de cimento, que foi utilizada em todas as etapas da pesquisa.

Primeiramente, os sacos de cimento foram picados em pequenos pedaços e submersos em água (torneira) por três dias, como demonstrado na Figura 13, e, a seguir, foi retirado o excesso de água do papel.

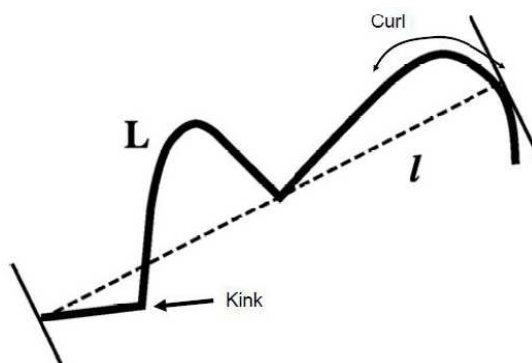


**Figura 13.** Sacos de cimento submersos em água para produção da polpa celulósica utilizada na pesquisa.

Para preparação da polpa, foi utilizado um liquidificador, no qual foram adicionados 1 L de água de torneira e 12 g do papel que estava de “molho”. A seguir, os materiais passavam pelo processo de liquidificação por 1 min, em velocidade máxima, até ser obtida uma suspensão líquida muito concentrada de coloração marrom, que teve o excesso de água retirado por filtragem em um filtro de tecido de malha. A polpa obtida foi conservada sob refrigeração em sacos plásticos hermeticamente fechados para posterior uso.

As características morfológicas de comprimento, diâmetro, deformação nas fibras (*curl* e *kink*) e teor de finos menores que 0,2 mm, das fibras da polpa de saco de cimento foram analisadas no equipamento Pulptec™ MFA-500 Morphology Fibre and Shive Analyser – MorFiTrac.

Segundo Wathén (2006), *curls* e *kinks* são considerados defeitos e deformações que ocorrem nas fibras durante o processo de polpação e afetam a resistência e a energia de ruptura da fibra. O termo *curl* é descrito como uma curvatura da fibra e *kink*, como uma súbita mudança na direção do eixo da fibra. A Figura 14 ilustra o *curl* e o *kink* em uma fibra celulósica.



**Figura 14.** Ilustração de *curl* e *kink* na fibra (WATHÉN, 2006).

Tonoli et al. (2009) descrevem o princípio de funcionamento do equipamento como um feixe de luz não-polarizada e uma câmera CCD (*charge-coupled device*), que captura imagens da suspensão água/fibras e as grava para posterior análise pelo *software*, que opera as medidas e efetua as correções estatísticas necessárias. As fibras diluídas em água com temperatura em torno de 25°C passam por uma célula de medida colocada entre dois vidros de safira.

A área para o fluxo da suspensão de fibras deste equipamento, de 1,5 mm x 30,0 mm, é muito diferente dos sistemas capilares usuais (0,5 mm de diâmetro) dos outros equipamentos normalmente utilizados. Esta célula mais larga permite uma análise mais precisa de elementos maiores, e evita o grande dispêndio de tempo na preparação das amostras de fibras. O feixe de luz não polarizada atravessa os vidros e projeta as imagens das fibras na lente da câmera CCD localizada na face posterior dos vidros. As imagens repletas de fibras e elementos finos (microfibras e pedaços de fibras) são analisadas pelo *software*, que faz uma discriminação entre fibras e finos por meio do critério de tamanho (comprimento e largura).

## **Cinza da casca de arroz**

### **4.6 Caracterização da cinza da casca de arroz (CCA)**

A cinza de casca de arroz utilizada em todo estudo tem como origem o arroz da variedade Bahia redondo de espécie japônica, e foi cedida pela empresa

Agrocítrica S. L. da cidade de Valência (Espanha), que emprega uma nave e um forno para a combustão das cascas de arroz. A empresa não tem controle rigoroso de temperatura, tempo ou atmosfera durante o processo de incineração, porém, é sabido que se alcança temperatura próxima de 600°C.

As cinzas de casca de arroz (50 g/batelada) passaram por processo de moagem por 20 min em moinho de jarro de porcelana de 1,0 L de volume com 90 cargas esféricas cerâmicas (alumina) de 20 mm de diâmetro (Figura 15). As cinzas produzidas em cada batelada eram armazenadas em tambor plástico hermeticamente fechado, de acordo com a metodologia descrita por Belloc (2007). A moagem foi realizada pelo fato da reatividade da cinza da casca de arroz ser geralmente favorecida com o aumento da sua área superficial (BUI et al., 2005).



**Figura 15.** Vista do moinho de jarro e detalhe das esferas utilizadas durante o processo de moagem da cinza da casca de arroz.

Uma característica importante a ser avaliada é a finura do material em relação à sua pozolanicidade, dessa forma se fez necessária a análise do tamanho das partículas pelo método de espalhamento de luz laser de baixo ângulo. Para determinar a granulometria da cinza da casca de arroz (CCA) antes e após o processo de moagem, foi utilizado o equipamento Hydro 2000MU<sup>®</sup> (Figura 16), em que as amostras de CCA estavam diluídas em água deionizada.



**Figura 16.** Equipamento Hydro 2000MU<sup>®</sup> utilizado na determinação granulométrica da cinza de casca de arroz.

A difração de raio-X (DRX) foi utilizada para a determinação da mineralogia da pozolana em estudo. O difractômetro de raio-X, modelo Philips PW1710, foi empregado com radiação  $K_{\alpha}$  de Cu e monocromador secundário (filtro de níquel) que elimina a radiação  $K_{\beta}$  de Cu. A voltagem e a intensidade do tubo gerador de Raio-X foram ajustadas em 40 KV e 20 mA, respectivamente. A amostra foi ensaiada em suporte de alumínio e os registros foram efetuados em um intervalo  $2\theta$  entre  $5^{\circ}$  e  $60^{\circ}$ , com um intervalo de ângulo de  $2\theta$  de  $0,02^{\circ}$  e um tempo de acumulação de 2 segundos.

O ensaio de determinação do teor de sílica amorfa consiste na determinação do teor de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) amorfo ou reativo das pozolanas. Este ensaio foi realizado segundo a metodologia descrita por Payá et al. (2001) para determinar a quantidade de sílica amorfa contida nas pozolanas a partir da diferença entre a sílica total e a sílica que permanece insolúvel após ataque com ácido clorídrico ( $3\text{M}^1$ ) e solução em ebulição de hidróxido de potássio  $4\text{M}^1$  por 3 min. Segundo o autor, tempo superior a 3 minutos de tratamento com hidróxido de potássio em ebulição, dissolve não somente a sílica amorfa como também a sílica cristalina.

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para verificar a morfologia e a estrutura da cinza da casca de arroz. As imagens de microscopia foram obtidas a partir de elétrons secundários gerados pelo equipamento, modelo JEOL JSM6300, e foi utilizado uma voltagem de 20 kV para a obtenção das imagens.

---

<sup>1</sup> M – indicação da molaridade do reagente químico.

Para melhorar a condutividade elétrica as amostras foram previamente recobertas por um banho de ouro para obtenção de imagens mais nítidas. Este recobrimento foi realizado utilizando-se o equipamento BALTEC SCD 005. O tempo de exposição da amostra ao ouro foi de 90 segundos, com uma intensidade de 40 mA, a uma distância de 5 mm e com pressão de  $2,4 \times 10^{-2}$  mbar.

## Aglomerantes

### 4.7 Caracterização dos cimentos utilizados

A pesquisa foi dividida em duas etapas, onde em cada uma das etapas utilizou um tipo de cimento. Na primeira etapa foi utilizado o cimento Portland CP V-ARI (cimento Portland de alta resistência inicial), que não apresenta qualquer tipo de adição mineral em sua composição (escória de alto forno ou materiais pozolânicos, por exemplo).

O CP V - ARI tem a peculiaridade de atingir altas resistências já nos primeiros dias de cura. O desenvolvimento da alta resistência inicial é conseguido pela sua moagem mais fina, de modo que, ao reagir com a água, adquire elevadas resistências com maior velocidade. Adotou-se o cimento CP V-ARI para que os tratamentos utilizados com as fibras de coco verde fossem testados em condição desfavorável de alcalinidade. A composição química do cimento CPV-ARI está descrita na Tabela 5 (TONOLI, 2009).

**Tabela 5.** Composição química (% em massa de óxidos) do cimento CPV-ARI.

Materiais	% em massa							
	CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>
CPV-ARI <sup>1</sup>	63,5	3,1	19,4	4,1	2,3	0,2	1,1	3,0

<sup>1</sup> Perda ao fogo (PF) a 1000°C = 3,3% em massa (Adaptado de Tonoli, 2009).

Na segunda etapa foi utilizado para a elaboração dos compósitos cimentos o cimento Portland CEM I 52,5R produzido pela empresa CEMEX-España. Trata-se de um cimento com mais de 95% de clínquer, ou seja, um cimento puro e que apresenta como resistência aos 28 dias o valor de 52,5 MPa. Na Tabela 6 abaixo se apresenta a composição química deste cimento. A escolha desse tipo de cimento foi realizada para evitar ao máximo a interferência de outras adições na análise da atividade pozolânica da CCA.

**Tabela 6.** Composição química (% em massa de óxidos) do cimento CEM I 52,5R.

Materiais	% em massa							
	CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>
CEM I 52,5R	65,6	1,2	20,8	4,6	4,8	0,07	1,0	1,7

Com o objetivo de avaliar a reatividade dos aglomerantes usados na pesquisa, foi realizado o ensaio de determinação da sua área superficial (BET). A metodologia empregada para a obtenção da área superficial de materiais sólidos foi feita a partir da adsorção física de gás inerte (nitrogênio) no equipamento Micromeritics ASAP 2020 V3. 2H. O ensaio foi realizado junto ao Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

## **Elaboração dos compósitos**

### **4.8 Compósitos reforçados com fibras de coco verde**

Para a produção e a caracterização dos compósitos, foram moldadas placas planas, em que o processo de produção consistiu na mistura das matérias-primas, seguida de drenagem a vácuo do excesso de água, prensagem e cura úmida. Contudo, foram realizadas duas etapas de produção de compósitos com metodologias similares, em que a primeira foi desenvolvida no Laboratório de



Construções e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo. A segunda foi realizada junto ao *Instituto de Ciencia y Tecnologia del Hormigón (ICITECH)* da *Universidad Politécnica de Valencia*, Espanha, sob a orientação do Prof. Dr. Jordi Payá Bernabeu.

#### **4.8.1 Elaboração e caracterização dos compósitos com fibras de coco verde com e sem tratamento (1ª etapa)**

Com base na compilação dos resultados obtidos a partir dos ensaios de absorção de umidade e tração direta das fibras de coco de verde, foram selecionadas para a etapa de produção de compósitos as fibras sem tratamento (FST) e tratadas por ultrassom com impregnação por álcool furfurílico (FUAF).

A primeira etapa de produção e caracterização dos compósitos se deu a partir da moldagem de placas planas com dimensões de 200 x 200 mm e 5 mm de espessura. O processo de produção consistiu na mistura das matérias-primas em agitador mecânico durante 5 min com velocidade de 1000 RPM, seguida de drenagem (pressão negativa – 600 mmHg) do excesso de água, prensagem (3,2 MPa). Tal procedimento adotou os processos laboratoriais aperfeiçoados em estudos anteriores (SAVASTANO JUNIOR et al., 2000) e foi concebido a partir do modelo *Hatschek*, utilizado pela indústria de fibrocimento para produção de placas planas e onduladas.

O teor total de fibra de coco verde como também de polpa celulósica foi de 5% da massa total de aglomerante, com base nos melhores resultados encontrados por Savastano Junior et al. (2002) em estudo com outras fibras vegetais utilizadas para reforço de compósitos cimentícios. Na Tabela 7, estão descritas as porcentagens de matérias-primas no estado sólido usadas nas formulações testadas na primeira etapa do estudo.

**Tabela 7.** Formulações para produção dos compósitos com fibras de coco verde.

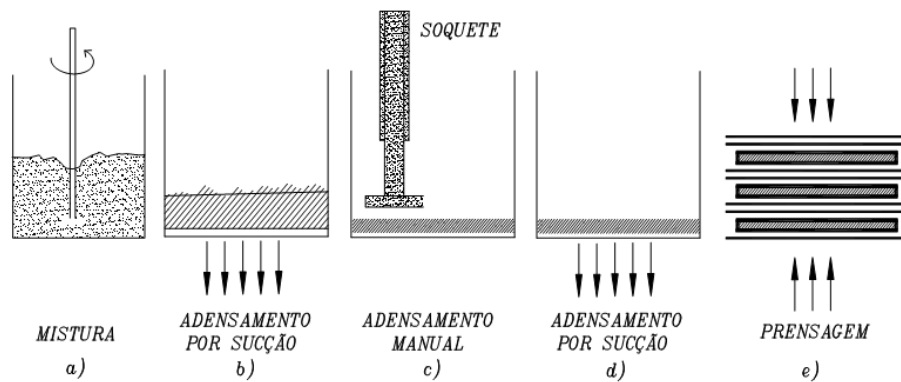
Matérias-primas sólidas	Massa (%)	
	Form. 1	Form. 2
Cimento CPV – ARI	100	50
Cinza da casca de arroz	-	50
<b>% total de aglomerantes</b>	100	100
Polpa celulósica	5	5
Fibra de coco verde (FST ou FUAF)	5	5

\* Porcentagens de polpa celulósica e fibra de coco verde se referem à massa total de aglomerante.

As Figuras 17 e 18 mostram os equipamentos e o esquema do processo de moldagem das placas planas cimentícias reforçadas com a fibra de coco verde. Os equipamentos permitem moldar e compactar a placa e retirar o excesso de água.



**Figura 17.** Sistema desenvolvido para moldagem de placas pelo processo de drenagem e prensagem.



**Figura 18.** Esquema da seqüência de moldagem do compósito pelo processo de drenagem e prensagem (Adaptado de Silva et al., 2002).

Os compósitos produzidos permaneceram em processo de cura úmida durante 28 dias, onde as placas permaneceram dois dias em embalagem plástica fechada à temperatura ambiente e depois ficaram submersas em água por mais 26 dias, até completarem o período de cura de 28 dias (Figura 19).



**Figura 19.** Placas reforçadas com fibras de coco verde durante o processo de cura (primeiros dois dias) e corpos-de-prova resultantes.

Para a caracterização mecânica, os corpos-de-prova, produzidos com os dois tipos de fibras sem e com tratamento (FST e FUAF), foram divididos em dois grupos de acordo com idade desejada para a realização dos ensaios físicos e mecânicos, a

saber: **1ª idade** – 28 dias (período de cura úmida); e **2ª idade** – 100 ciclos de envelhecimento acelerado de imersão e secagem após o período de cura úmida.

Os corpos-de-prova selecionados para a 2ª idade (séries de pelo menos oito repetições) foram submetidos ao envelhecimento acelerado por imersão e secagem (baseando-se na norma ISO 8336, 2009). Esse ensaio consiste em submeter o compósito, em estufa banho automática, marca Marconi, modelo MA 035. Os compósitos são imersos em água por 170 min e ao aquecimento até 70 °C por igual período. Entre cada período de imersão e secagem existe um intervalo de 10 min. O período completo de imersão e secagem representa um ciclo. O ensaio de envelhecimento acelerado por imersão e secagem promove, principalmente, mudança de interface fibra e matriz. No caso das fibras vegetais, esse tipo de envelhecimento acelerado conduz à redução na capacidade de reforço da fibra devido ao enrijecimento da estrutura e à diminuição da aderência com a matriz. Além disso, esse procedimento visou simular parte das condições naturais envolvendo repetidas exposições à chuva e aos raios solares, estimulando o ataque da água alcalina dos poros nas fibras celulósicas.

O ensaio mecânico de tração na flexão com quatro apoios foi realizado na máquina universal de ensaios mecânicos *EMIC*<sup>®</sup> modelo DL – 30000 (Figura 20) com velocidade de carga de 1,5 mm/min, e equipada para determinação do módulo de ruptura, limite de proporcionalidade, módulo de elasticidade e energia específica, conforme as recomendações da *Rilem Technical Committee 49 TRF (Testing methods for fibre reinforced cement-based composites)* de 1984. Foi utilizado para a aquisição dos dados o programa *M-Tesc* v.1.13, que contou com deflectômetro de precisão de até 30 mm na determinação da deformação. As dimensões do corpo-de-prova foram 200 x 40 x 5 mm. A finalização dos ensaios ocorreu ao se constatar redução de 70% da força máxima de ruptura.



**Figura 20.** Visão geral da máquina universal de ensaios mecânicos EMIC® e ensaio de flexão a quatro pontos de um corpo-de-prova.

Com base no ensaio mecânico, foram calculadas as propriedades mecânicas dos compósitos. O limite de proporcionalidade (LOP) foi determinado a partir da carga máxima aplicada antes da curva força x deslocamento desviar-se da linearidade, conforme a Equação 5:

$$\text{LOP} = \frac{P_1 \cdot L_v}{b \cdot h^2} \quad (5)$$

Em que:

LOP: limite de proporcionalidade (MPa);

$P_1$ : força máxima aplicada no regime elástico (N);

$L_v$ : espaçamento entre os cutelos inferiores (mm);

b: largura do corpo-de-prova (mm);

h: espessura do corpo-de-prova (mm).

O módulo de ruptura (MOR – calculado para o ponto de força máxima) e o módulo de elasticidade (MOE) foram determinados conforme as Equações 6 e 7:

$$\text{MOR} = \frac{P \cdot L_v}{b \cdot h^2} \quad (6)$$

$$\text{MOE} = \frac{276 \cdot L_v^3 \cdot (P/\delta)}{1296 \cdot b \cdot h^3} \quad (7)$$

Em que:

MOR: módulo de ruptura (MPa);

MOE: módulo de elasticidade (MPa);

P: força máxima (N);

$L_v$ : distância entre os cutelos de apoio inferiores (mm);

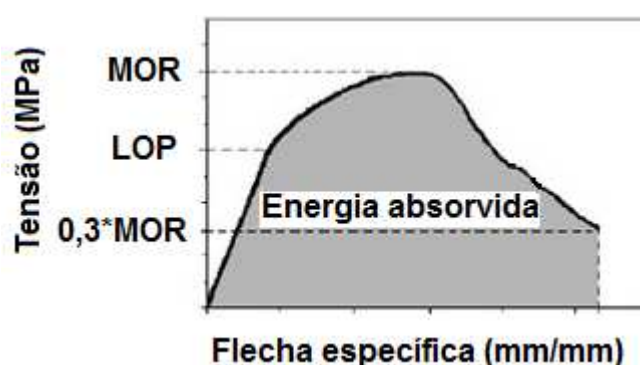
b: largura do corpo-de-prova (mm);

h: espessura do corpo-de-prova (mm);

$P/\delta$ : coeficiente angular da região linear da curva força x deformação ensaiadas à flexão.

A energia específica é definida pela energia absorvida durante o ensaio dividida pela seção transversal do corpo-de-prova, e foi determinada segundo a equação 8:

$$\text{Energia específica} = \frac{\text{Energia absorvida}}{b \cdot h} \quad (8)$$



**Figura 21.** Esquema de uma curva típica de tensão vs. flecha específica de compósito cimentício e representação dos parâmetros mecânicos (ALMEIDA, 2010).

Em que:

Energia absorvida kJ;

Energia específica (kJ/m<sup>2</sup>);  
b: largura do corpo-de-prova (mm);  
h: espessura do corpo-de-prova (mm).

As propriedades físicas (massa específica, absorção de água, permeabilidade e porosidade) foram determinadas de acordo com metodologia da norma ASTM C 948-81 (*Dry and wet bulk density, water absorption, and apparent porosity of thin sections of glass-fiber reinforced concrete*).

A Equação 9 foi utilizada para o cálculo da absorção de água dos compósitos.

$$\text{Absorção} = (M_{ss} - M_s / M_s) \cdot 100 \quad (9)$$

Em que:

Absorção (%);  
M<sub>ss</sub>: massa do compósito saturado e com superfície seca (g);  
M<sub>s</sub>: massa do compósito seco em estufa ventilada (g).

A porosidade aparente foi determinada segundo a Equação 10.

$$\text{Porosidade} = (M_{ss} - M_s / M_{ss} - M_{im}) \cdot 100 \quad (10)$$

Em que:

Porosidade (%);  
M<sub>ss</sub>: massa do compósito saturado e com superfície seca (g);  
M<sub>s</sub>: massa do compósito seco em estufa ventilada (g);  
M<sub>im</sub>: massa do compósito imerso (g).

Para a determinação da densidade aparente, utilizou-se a Equação 11.

$$\text{Densidade} = (M_s / M_{ss} - M_{im}) \cdot \rho \quad (11)$$

Em que:

Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>);  
M<sub>ss</sub>: massa do compósito saturado e com superfície seca (g);  
M<sub>s</sub>: massa do compósito seco em estufa ventilada (g);  
M<sub>im</sub>: massa do compósito imerso (g);  
ρ: densidade da água (g/cm<sup>3</sup>).

#### **4.8.2 Elaboração e caracterização dos compósitos com fibras de coco verde sem tratamento (2ª etapa)**

Assim como na primeira etapa da pesquisa, foram produzidas placas planas com dimensões de 200 x 200 mm e 5 mm. Contudo, ressalta-se que, nesta segunda etapa, com base nos resultados obtidos na etapa anterior, foi utilizada apenas a fibra de coco verde sem tratamento. Outra alteração realizada na segunda etapa da pesquisa foi testar diferentes porcentagens de substituição do cimento Portland pela mesma cinza da casca de arroz (CCA) utilizada na primeira etapa.

O processo de produção dos compósitos, com base no modelo *Hatschek* para produção de compósitos em escala industrial, consistiu na mistura das matérias-primas em argamassadeira por 5 min, seguida de drenagem a vácuo do excesso de água, prensagem (6,4 MPa) e cura úmida das placas por 28 dias. O equipamento de drenagem a vácuo utilizado nesta etapa foi especialmente confeccionado pelo ICITECH, UPV para o desenvolvimento desta pesquisa, e seguiu as mesmas características do equipamento utilizado no Laboratório de Construções e Ambiente da FZEA USP.

Na Tabela 8, estão descritas as matérias-primas empregadas nas formulações avaliadas.

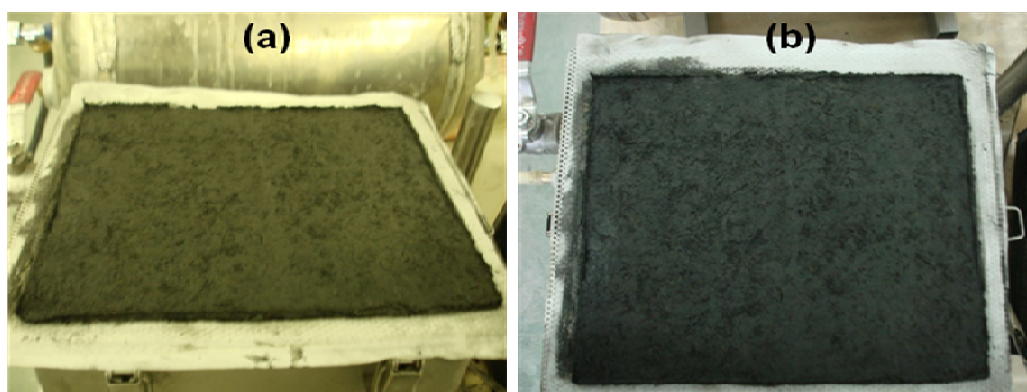


**Tabela 8.** Formulações para preparação dos compósitos com fibras de coco verde sem tratamento.

Matérias primas sólidas	Massa (%)				
	Form. 1	Form. 2	Form. 3	Form. 4	Form. 5
Cimento CEM I 52,5R	100	100	70	60	50
Cinza de casca de arroz	-	-	30	40	50
<b>% total de aglomerantes</b>	100	100	100	100	100
Polpa celulósica*	5	5	5	5	5
Fibra de coco verde*	-	5	5	5	5

\* Porcentagens de polpa celulósica e fibra de coco verde se referem à massa total de aglomerante.

Destaca-se que foram mantidas as mesmas matérias-primas da etapa anterior, com exceção do cimento Portland. A Figura 22 mostra a diferença de coloração entre placas sem (a) e com (b) substituição do cimento Portland pela CCA.

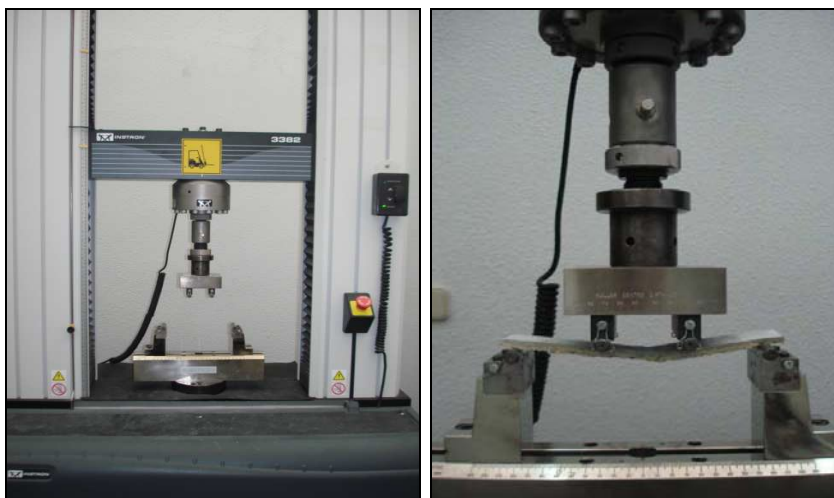


**Figura 22.** Compósitos sem (a) e com (b) a adição de cinza de casca de arroz reforçados com as fibras de coco verde sem tratamento.

Os compósitos produzidos passaram por cura úmida em câmara climática, com temperatura de 20°C e 90% de umidade relativa, sendo dois dias em embalagem plástica fechada e 26 dias fora da embalagem até completarem o período de cura de 28 dias.

Nesta segunda etapa, os corpos-de-prova originados das placas planas foram submetidos ao ensaio mecânico de tração na flexão a quatro pontos, em máquina universal de ensaios mecânicos *Instron®*, com velocidade de teste de 1,5 mm/min (Figura 23), o que permitiu determinar o módulo de ruptura, o limite de proporcionalidade, o módulo elástico e a energia específica. A finalização dos ensaios ocorreu ao se constatar redução de 70% da força máxima de ruptura. Também foram adotadas duas idades diferentes para a realização dos ensaios mecânicos: **1ª idade** – 28 dias (período de cura úmida); e **2ª idade** – após 28 dias de banho térmico a 65°C após o período de cura úmida.

As propriedades físicas (massa específica, absorção de água, permeabilidade e porosidade) foram determinadas de acordo com a metodologia descrita na norma ASTM C 948 (1981) e, nas mesmas idades em que foram realizados os ensaios mecânicos descritos no item 4.8.1.



**Figura 23.** Máquina universal de ensaios mecânicos *Instron®* e ensaio de flexão a quatro pontos.

#### **4.8.2.1 Análise por termogravimetria**

Na segunda etapa do estudo, foi empregado o método de análise por termogravimetria (TG) para determinar a reatividade da CCA e a porcentagem de hidróxido de cálcio fixado na pasta cimentícia, posto que essa análise se baseie na

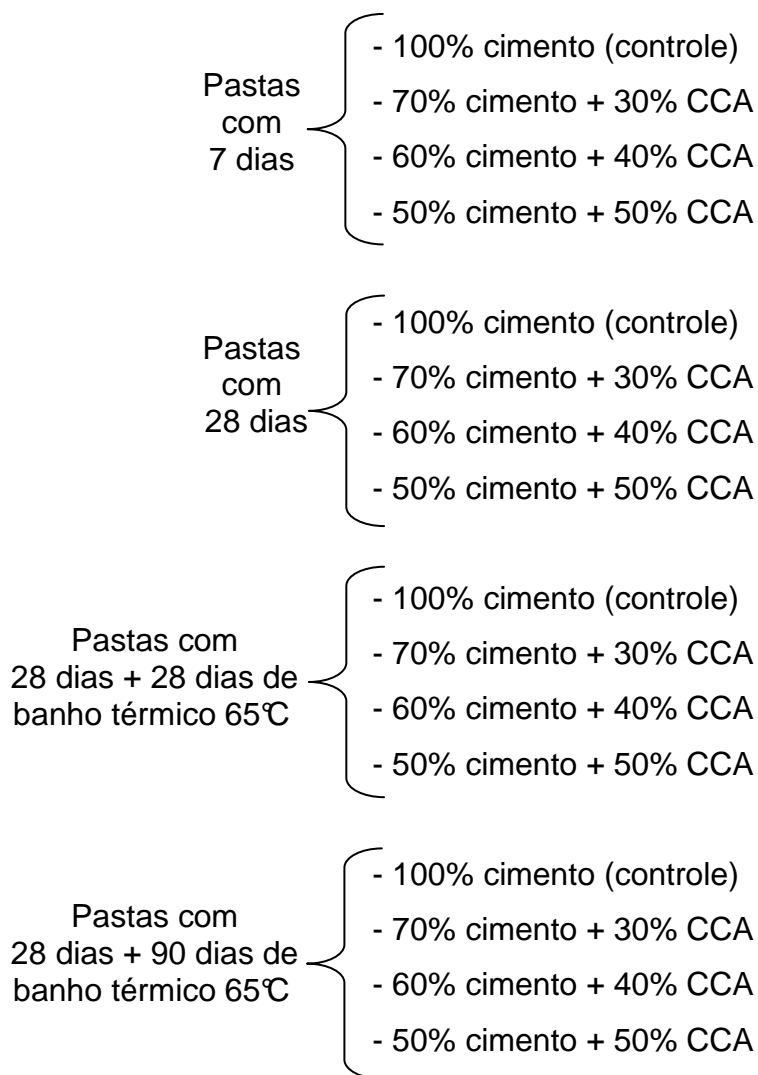
medida da variação de massa que o material sofre a partir da variação de temperatura.

O equipamento de análise termogravimétrica empregado é do modelo TGA 850, marca Mettler Toledo (Figura 24), que possui uma microbalança eletrônica com resolução de 0,1  $\mu\text{g}$  e capacidade máxima de 2 g de amostra, sensores de temperatura e um forno dotado de resistência elétrica que alcança até os 1100°C e permite uniformidade de temperatura ao redor da amostra e medidas simultâneas das curvas termogravimétrica (TG) e térmico-diferencial (DTA), sem a necessidade de utilizar um material de referência (*Single Differential Thermal Analysis*, SDTA). As análises foram realizadas em atmosfera de ar seco.



**Figura 24.** Equipamento de termogravimetria.

Para essa análise, foram preparadas pastas cimentícias, com relação água/material cimentante de 0,5 de acordo com as formulações e idades avaliadas na segunda etapa da pesquisa, ou seja:



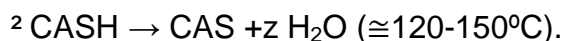
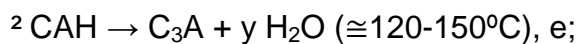
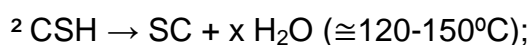
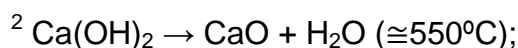
As amostras avaliadas por TG foram previamente preparadas a partir de pequenos fragmentos das pastas, os quais foram moídos na idade de análise. O pó obtido foi peneirado em peneira nº 120 (125µm), a umidade residual da amostra foi retirada com o uso de acetona seguida de filtragem, de modo a parar os processos de hidratação do cimento, e depois foram secas em estufa à 60°C, por 30 min. Só depois de todo esse processo é que a amostra era levada à análise termogravimétrica.

Para a realização desse tipo de análise, utilizaram-se crisoles de alumínio de 100 µL com tampa seladora. Isso faz com que a amostra esteja um maior tempo em equilíbrio com sua fase gasosa, dando como resultado uma melhor separação entre

os processos de perdas de massa consecutivos e, conseqüentemente, um deslocamento de picos em temperaturas superiores.

As análises com pastas de cimento e cimento/pozolana realizaram-se com atmosfera de ar seco, com fluxo de ar de 75 mL/min e velocidade de aquecimento de 10°C/min, sendo que o intervalo de temperatura do ensaio foi entre 35°C e 600°C.

Ao estudar pastas de cimento com e sem substituição de pozolanas, o que se mede, nessa faixa de temperatura, são as perdas de massa de desidratação da pasta de cimento. Essas perdas ocorrem, principalmente, pelos seguintes processos:



Na curva TG, registra-se a variação de massa da amostra com a temperatura ou o tempo, de modo que se pode aferir o ganho ou a perda de massa em um determinado intervalo. As variações de massa são características para as reações químicas produzidas durante o ensaio. A curva derivada termogravimétrica (DTG) mostra informações sobre a velocidade de perda ou ganho de massa com a temperatura e o tempo. Esse gráfico permite identificar com maior facilidade as alterações de massa, especialmente quando as perdas são muito pequenas ou também quando existem processos químicos com temperaturas muito próximas.

#### **4.9 Porosimetria por intrusão de mercúrio dos compósitos**

Foi realizada a porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM), com o equipamento Micromeritics Poresizer 9320 e pressão de até 200 MPa, para a

---

<sup>2</sup> Ca(OH)<sub>2</sub> ou CH (fórmula resumida) – hidróxido de cálcio (portlandita); CaO – óxido de cálcio; H<sub>2</sub>O – água; CSH – silicato de cálcio hidratado; CS – silicato de cálcio; CAH – aluminato de cálcio hidratado; C<sub>3</sub>A – aluminato tricálcico; CASH – trissulfoaluminato de cálcio hidratado (etringita); CAS – sulfoaluminato de cálcio.

avaliação da distribuição do tamanho de poros nos compósitos produzidos nas duas etapas do estudo. Para tanto, foi determinada a tensão superficial de  $0,485 \text{ g/cm}^2$  para o mercúrio e densidade de  $13538 \text{ kg/m}^3$ . O tempo de equilíbrio entre a pressão baixa e a pressão alta foi de 10 s. O ângulo de contato assumido para o avanço e o retrocesso foi de  $130^\circ$ . A quantidade de mercúrio intrudida em cada intervalo de pressão foi registrada. As amostras foram cortadas em dimensões nominais de  $6 \text{ mm}^3$ , secas à temperatura de  $70^\circ\text{C}$  por 24 h e armazenadas em recipientes selados livres do contato com ar e umidade, até o momento da análise. Esta técnica foi adotada para a avaliação da distribuição do tamanho de poros, como normalmente é realizado na caracterização de materiais cimentícios (KUDER & SHAH, 2003).

#### **4.10 Análise microestrutural das fibras e dos compósitos produzidos**

A análise microestrutural foi empregada em todas as etapas da pesquisa, tanto para caracterizar as fibras de coco verde em estado natural e após os tratamentos propostos, bem como para caracterizar as diferentes matrizes avaliadas, além da zona de transição da interface fibra/matriz. Por meio da microscopia eletrônica de varredura foi possível a identificação dos mecanismos de tenacidade e outros aspectos microestruturais da superfície de fratura dos compósitos produzidos.

As amostras foram obtidas a partir do corte paralelo à área onde houve a ruptura do corpo-de-prova durante o ensaio mecânico de flexão. Após o corte as amostras foram secas em estufa a  $60^\circ\text{C}$  por 12h e após foram presas no “porta-amostras” do equipamento Hitachi High Technologies TM3000<sup>®</sup> com fita especial dupla face para a captura das micrografias.

#### **4.11 Análise estatística dos resultados**

Para cada série de corpos-de-prova, fez-se o cálculo da média ( $X$ ), do desvio padrão (DP), e a exclusão dos valores espúrios, ou seja, fora do intervalo ( $X \pm 2DP$ ).

Para a determinação das variáveis que influíram significativamente nas propriedades dos compósitos, foi empregada a análise de variância (Anova). Em

seguida, foi realizado o teste Tukey de comparação de médias para análise da diferença significativa entre grupos no nível de significância de 5% e, para isso, foi utilizado o programa computacional ASSISTAT - 7.6 Beta.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização das fibras

#### 5.1.1 Análise bromatológica

A análise bromatológica foi realizada para determinação da composição química da fibra estudada. A Tabela 9 apresenta os valores encontrados para os componentes da fibra de coco verde.

**Tabela 9.** Composição da fibra de coco verde.

<b>Análises</b>	<b>Fibras de coco verde</b>
Massa Seca (MS) (%)	96,7
Umidade (%)	3,3
Fibra Bruta (FB) (%)	53,0
Fibra em Detergente Ácido (FDA) (%)	71,3
Lignina Ácida (%)	23,7
Matéria Mineral (MM) (%)	2,5

\*Resultados expressos na matéria seca a 100%.

A determinação da MS é o ponto de partida das análises realizadas para a caracterização da composição de alimentos, forrageiras ou plantas (fibrosas e não-fibrosas), uma vez que a preservação do objeto de estudo depende do teor de umidade. As análises subsequentes foram realizadas na base da matéria seca.

Sob o termo fibra bruta encontram-se as frações de celulose e lignina insolúvel, em que a celulose corresponde à maior parte da fibra bruta.

A FDA é constituída na sua quase totalidade de lignina, celulose e sílica, por isso a necessidade de utilizar uma solução ácida durante a análise (detergente ácido).

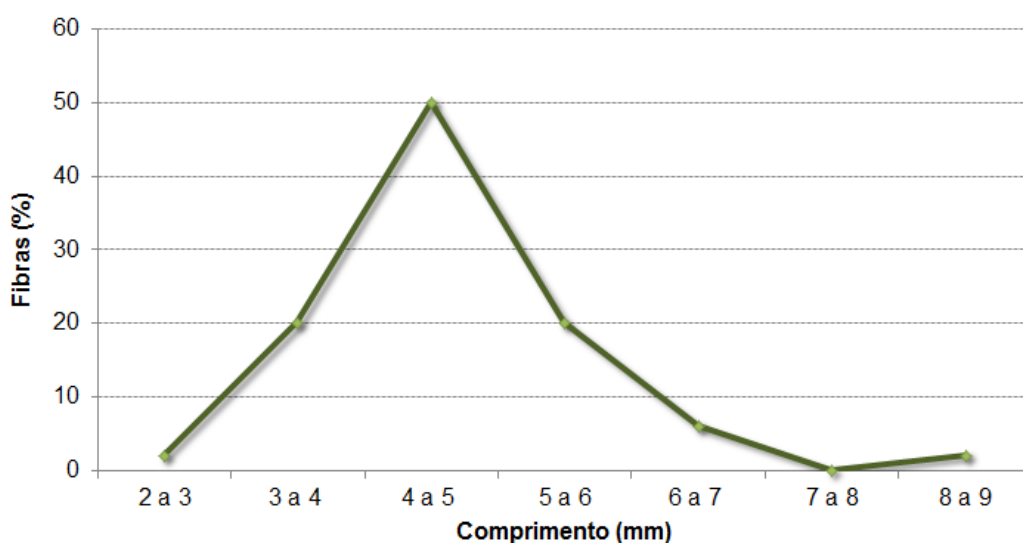


De acordo com Silva & Queiroz (2002), o conteúdo de lignina varia de 4 a 12%, podendo chegar em plantas mais fibrosas a 20% da matéria seca, como ocorreu com a fibra de coco verde (23,65%). A determinação da MM (cinza) forneceu uma indicação da riqueza da amostra em elementos minerais, o que inclui a quantidade de sílica presente na fibra.

## 5.2 Distribuição de comprimento da fibra de coco verde

Uma característica relacionada ao comprimento das macrofibras é a questão da dispersão dessas fibras na matriz cimentícia, pois o uso de fibras muito longas pode trazer dificuldades no processo de produção dos compósitos por causa da baixa dispersão na solução aquosa. Savastano Junior (2000), ao estudar matrizes cimentícias reforçadas com fibras residuais, cortou suas fibras no comprimento de 20,0 mm e encontrou alta heterogeneidade na distribuição de comprimento das fibras na matriz, em razão do comprimento elevado. Assim, posteriormente será discutida se a dispersão das fibras de coco verde na matriz cimentícia foi adequada.

A Figura 25 é um histograma do comprimento médio das fibras selecionadas.



**Figura 25.** Distribuição percentual do comprimento das fibras de coco verde.

A partir do gráfico anterior (Figura 25), nota-se maior porcentagem de fibras com comprimento de 4,0 a 5,0 mm.

O comprimento final das fibras alcançado põe em pauta a discussão sobre a influência do comprimento de macrofibras como reforço de compósitos cimentícios, ou, como enchimento para tornar a matriz mais leve e com melhor característica de isolamento termo acústico. Espera-se que os resultados dos ensaios mecânicos (MOR e, principalmente EE) possam esclarecer a influência do comprimento das fibras sobre o desempenho mecânico dos compósitos produzidos nesta pesquisa.

A relação entre comprimento e diâmetro das fibras é fator determinante na transferência de esforços para a matriz. Na Tabela 10, estão descritas as características geométricas das fibras.

**Tabela 10.** Características geométricas da fibra de coco verde.

<b>Comprimento médio (mm)</b>	<b>Espessura média (mm)</b>	<b>Razão de aspecto</b>
4,2 ± 1,0	0,3 ± 0,1	14,0 ± 4,5

O comprimento final das fibras de coco verde resultou em razão de aspecto abaixo do esperado, o que pode influenciar a ductilidade do compósito devido à relação do comprimento da fibra de reforço com a capacidade de carregamento do material e transferência das tensões da matriz para as fibras. A variação da dimensão longitudinal da fibra provoca mudanças na forma de ruptura do compósito, já que em fibras mais longas a ruptura se dá na fibra enquanto que, para fibras curtas, a ruptura geralmente ocorre por arrancamento, pois o comprimento de ancoragem insuficiente ocasiona o escorregamento da fibra no interior da matriz cimentícia (CAETANO et al., 2004).

### 5.2.1 Densidade real por picnometria

A densidade real das fibras de coco verde, sem tratamento e tratadas, foi encontrada a partir do valor médio de cinco determinações. A Tabela 11 descreve os valores obtidos.

**Tabela 11.** Densidade real e desvio padrão das fibras de coco verde em estado natural e tratadas.

<b>Fibras</b>	<b>Densidade real (g/cm<sup>3</sup>)</b>
FST (fibra sem tratamento)	1,40 ± 0,02 <b>a</b>
FU (fibra tratada com ultrassom)	1,38 ± 0,03 <b>a</b>
FUSS (fibra ultrassom + silicato de sódio + sulfato de alumínio)	1,45 ± 0,02 <b>b</b>
FUAF (fibra ultrassom + álcool furfurílico)	1,28 ± 0,03 <b>c</b>

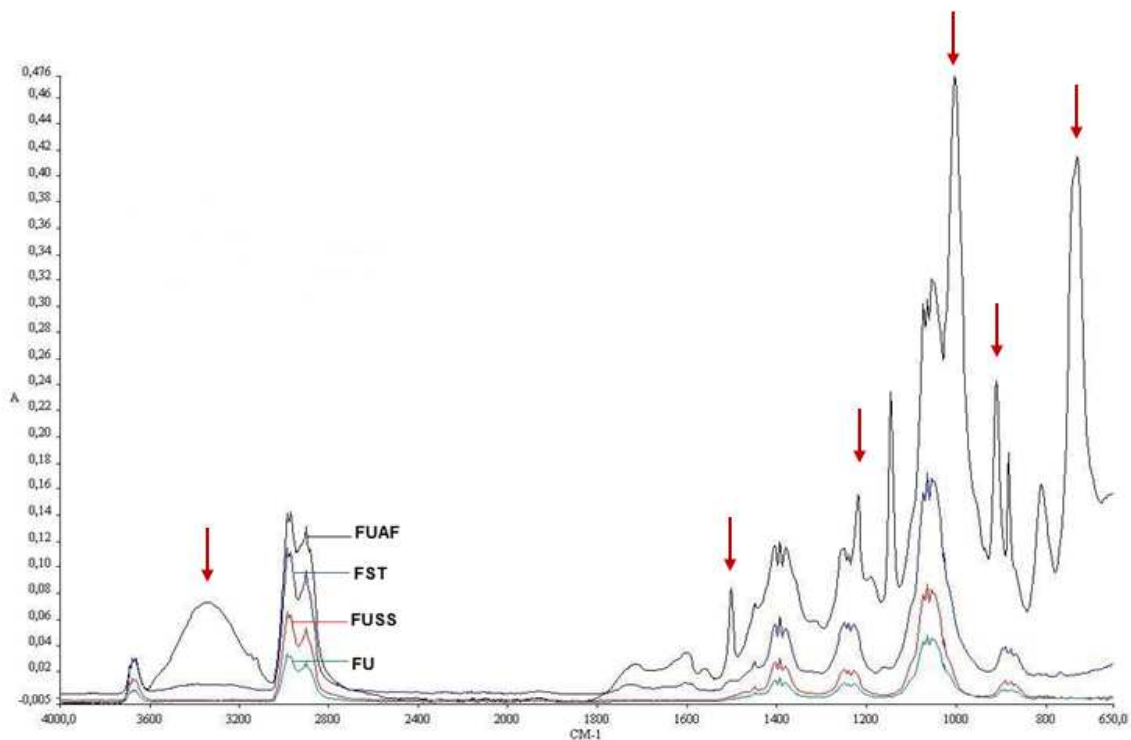
\*Letras distintas indicam diferença significativa entre os valores.

Com base nos valores encontrados de densidade real para as fibras estudadas (naturais e tratadas), nota-se que o tratamento com álcool furfurílico resultou em fibras menos densas que as demais, indicando que esse tratamento químico alterou significativamente a estrutura da fibra.

Motta (2005), ao avaliar tratamentos termomecânicos para fibras de coco e sisal, encontrou densidade real para as fibras de coco maduro de  $1,29 \pm 0,02$  g/cm<sup>3</sup>. Ressalta-se que a densidade real das fibras é uma característica importante para a compreensão de algumas variações das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos, que serão avaliadas posteriormente.

## 5.2.2 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) das fibras de coco verde

Os espectros FTIR das amostras de coco são mostrados na Figura 26. As Figuras 27 e 28 apresentam os espectros das fibras sem tratamento, tratadas quimicamente (FUSS e FUAF respectivamente) e das soluções empregadas.



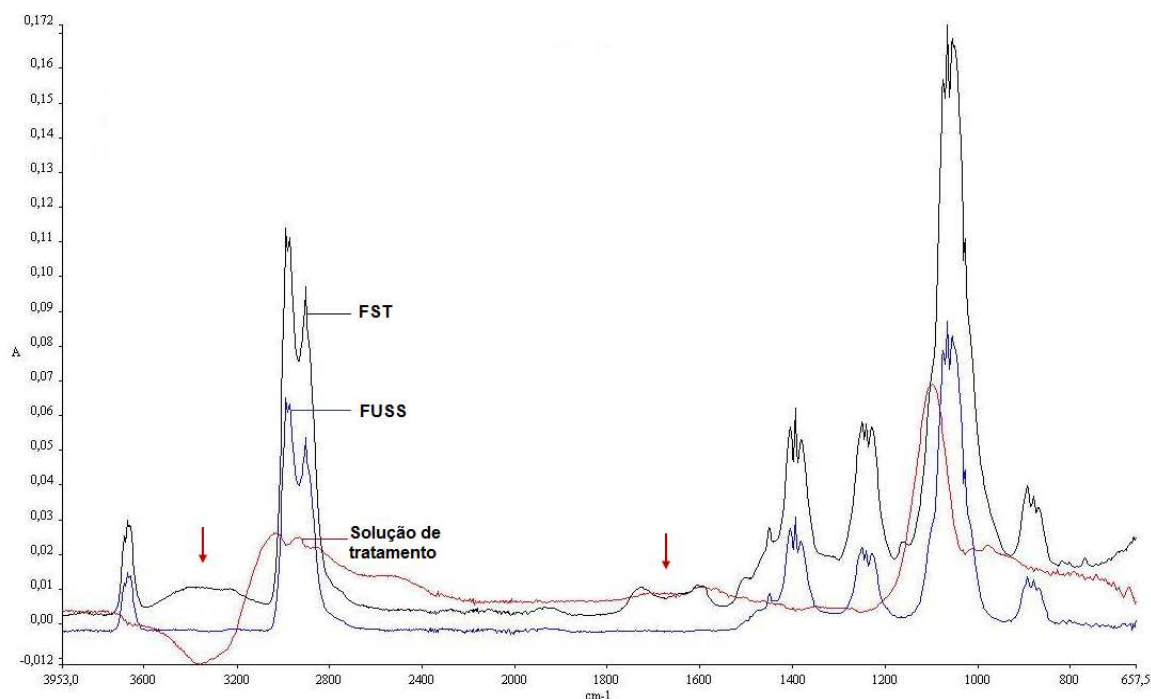
**Figura 26.** Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem e com tratamentos.

A partir da figura, nota-se que ocorreram algumas mudanças na região de impressão digital das fibras, principalmente quando se compara, nos pontos destacados com as flechas vermelhas, a fibra FUAF (picos maiores) com as demais (picos menores).

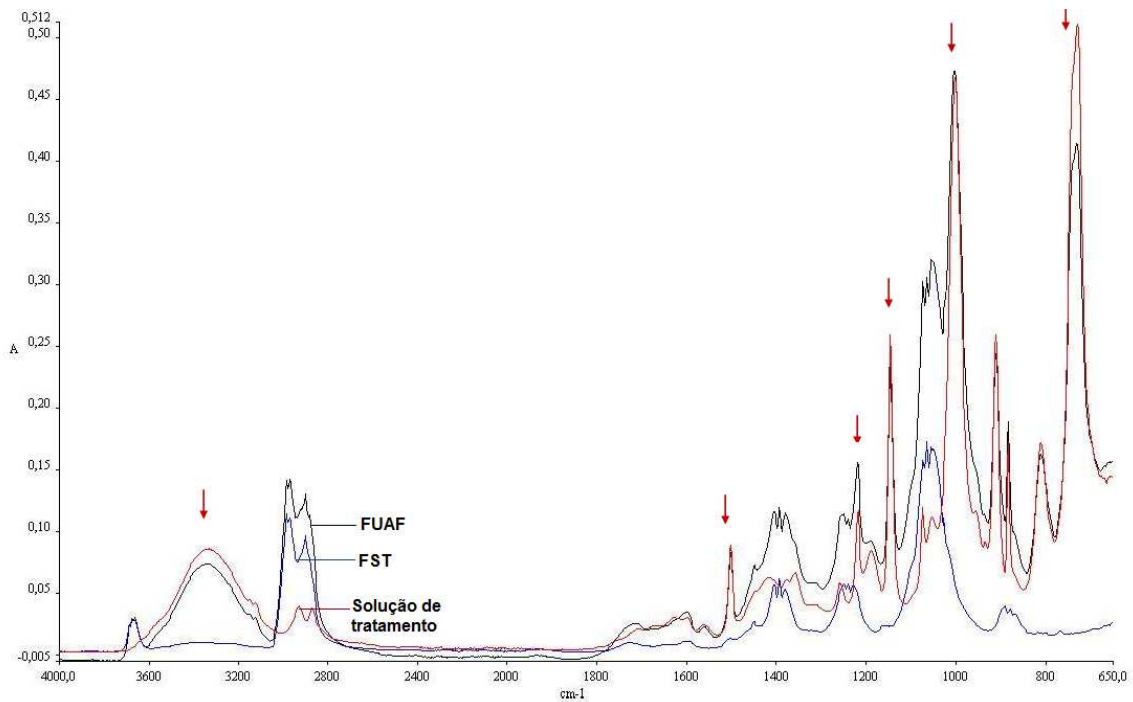
As regiões dos espectros destacadas com setas vermelhas mostram as frequências dos grupos químicos funcionais associados às ligações do tipo O-H (hidroxilas – 3440 a 3300  $\text{cm}^{-1}$ ), C-C (anéis aromáticos – 1500 a 1513  $\text{cm}^{-1}$ ), C-H

(grupos metila –  $1375\text{ cm}^{-1}$ ), C=O (alcoóis e ácidos carboxílicos –  $1690$  a  $1730\text{ cm}^{-1}$ ) e  $\text{H}_2\text{-C}=\text{C-H}_2$  (alcenos– $675$  a  $995\text{ cm}^{-1}$ ) (BARBOSA JÚNIOR, 2007).

Com base nessas frequências, é possível visualizar uma nítida mudança química nos componentes da fibra de coco verde após os tratamentos, demonstrando que houve deformação axial das ligações de hidrogênio intra e intermolecular (O-H), bem como o estiramento das ligações C-C do anel aromático (lignina) e a deformação das ligações C-O-C dos grupos metoxila da lignina.



**Figura 27.** Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem tratamento (FST) e tratadas com a solução de silicato de sódio e sulfato de alumínio (FUSS).

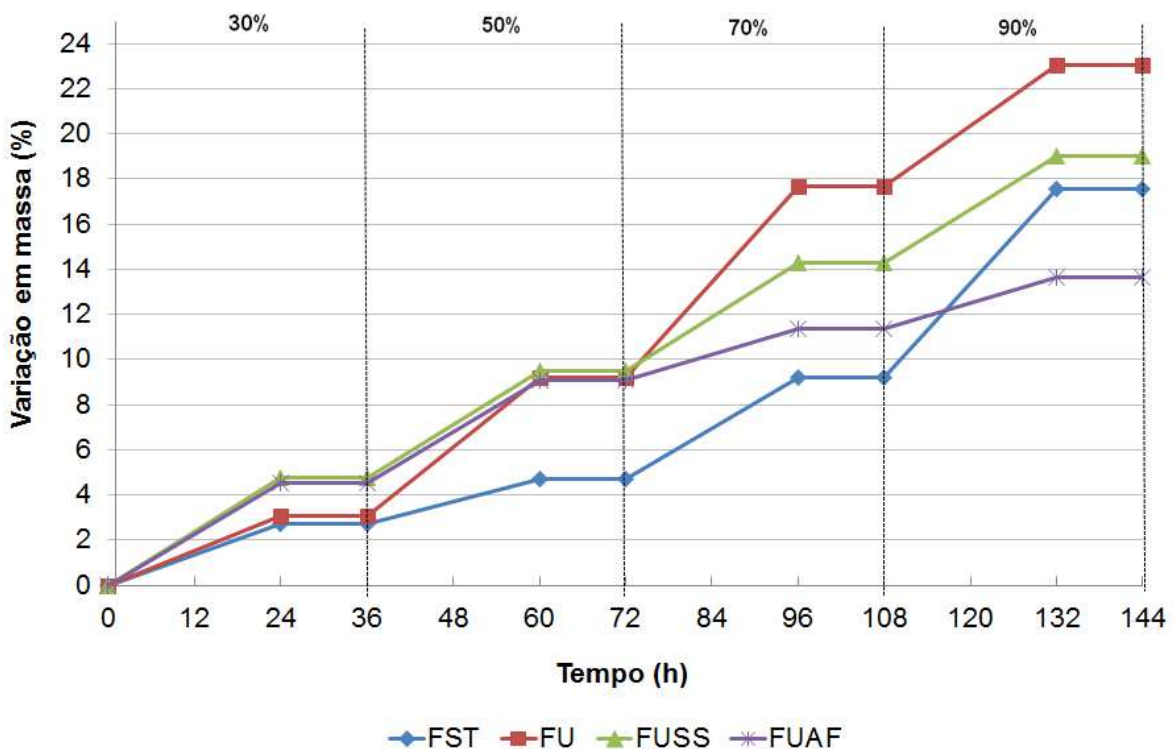


**Figura 28.** Espectros na zona do infravermelho médio para as fibras de coco verde sem tratamento (FST) e tratadas com a solução de álcool furfurílico (FUAF).

As mudanças nos espectros podem ser atribuídas às alterações químicas que ocorreram ao introduzir a solução química junto das fibras de coco não tratadas (Figuras 27 e 28). É possível observar a partir dos espectros que as fibras tratadas sofreram influencia das soluções de tratamento, indicando que tais soluções interagiram quimicamente com a superfície das fibras, como indicado, por exemplo, pela alteração da amplitude na faixa de comprimento de onda que representa a frequência dos grupos hidroxilas ( $3660 - 3200 \text{ cm}^{-1}$ ). Contudo, apenas a avaliação das características físico-mecânicas dos compósitos permitirá concluir se tais tratamentos foram benéficos para proteger as fibras do ataque alcalino da matriz cimentícia.

### 5.2.3 Absorção de umidade das fibras de coco verde

A Figura 29 apresenta curvas de amostras de fibras de coco verde, sem e após os tratamentos propostos, que passaram pelo teste de absorção de umidade em câmara climática como descrito no item 4.4.1 dos materiais e métodos.



**Figura 29.** Variação de massa das amostras pela absorção de umidade para umidade relativa fixada em 30, 50, 70 e 90%.

Os resultados encontrados indicam que o período de 24 h se mostrou suficiente para a estabilização da massa das amostras para cada umidade relativa, mas optou-se por deixar as amostras sob as condições avaliadas por mais 12 h para registrar a ausência de variação de massa.

O gráfico descreve a absorção de água das fibras avaliadas a 25°C, em que a fibra tratada com ultrassom e álcool furfurílico (FUAF) apresentou na última faixa de umidade (90%) a menor variação de massa, indicando que o tratamento químico resultou em boa impregnação e proteção da fibra. A fibra tratada por ultrassom (FU)

absorveu mais água e obteve um ganho em massa de 23% se comparada com a fibra FST. Tal resultado pode ser explicado pela ação física do ultrassom e ausência de uma solução de impregnação, indicando que houve abertura das camadas superficiais da fibra, o que favoreceu a absorção de umidade e a consequente variação de massa.

As demais fibras tratadas FST e FUSS também absorveram umidade, contudo, o ganho de massa foi abaixo ao das fibras FU. Destaca-se que a taxa de absorção de água das fibras FUSS foi superior ao das fibras FST, indicando que o tratamento químico com silicato de sódio e sulfato de alumínio aplicado após a limpeza das fibras com ultrassom não resultou na total impregnação e proteção das fibras de coco verde contra a absorção de umidade e possíveis variações dimensionais.

Ao avaliar a taxa de variação de massa das diferentes fibras nas faixas de umidade relativa de 30 e 50%, nota-se que as fibras FUAF e FUSS apresentaram taxas de variação em massa praticamente iguais. Contudo, em 70 e 90% de umidade a fibra FUSS apresenta uma taxa de variação em massa crescente, enquanto que há uma diminuição na taxa de variação de massa para a fibra FUAF. Ao se comparar a fibra FST com a FUAF é possível notar que, a partir de 70%, a taxa de variação em massa da fibra FST é muito superior. Assim, os resultados indicam que a fibra FUAF apresenta menor absorção de umidade mesmo se exposta à umidade relativa elevada, o que pode beneficiar a durabilidade da fibra no interior da matriz.

Soroushian et al. (1994) relatam que, à medida que o teor de fibra aumenta a massa específica do compósito diminui e a absorção de água cresce significativamente. Outro fato importante que está diretamente ligado à absorção de umidade das fibras é a capacidade de absorção de água rica em produtos da hidratação do cimento, ou seja, água com elevado pH e altamente agressiva para as fibras ao longo do tempo.

Motta (2005) também encontrou crescimento na absorção de água para compósitos com maior adição de fibras, mas a autora revela que tal comportamento pode ser positivo para a produção de materiais de construção mais leves, com maior absorção acústica e menor condutibilidade térmica. Mas, o acréscimo na quantidade

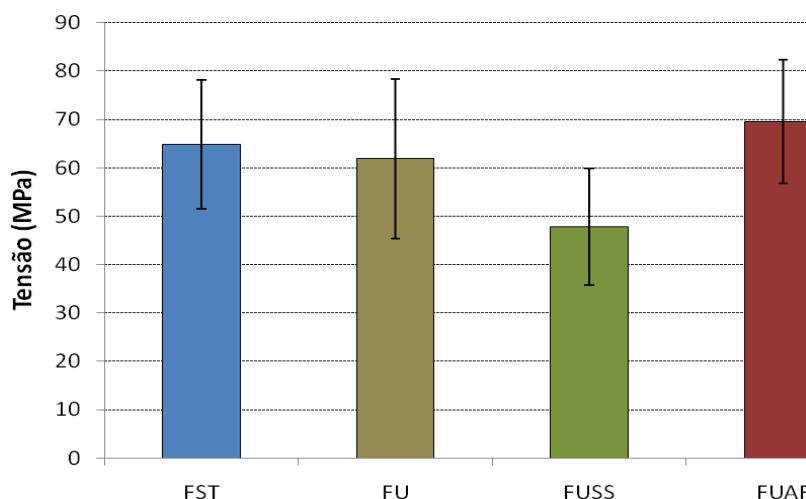


de fibras no compósito pode comprometer o processo de empacotamento das fibras pela matriz cimentícia, influenciando o desempenho do compósito.

As características macroscópicas de maior interesse no estudo das fibras são geralmente aquelas relacionadas com o comportamento mecânico dos compósitos. Griffin (1994), ao estudar a utilização de matérias-primas vegetais na produção de materiais de construção, comenta que o volume de vazios e a absorção de água pelas fibras devem ser considerados, uma vez que, em razão da grande porcentagem volumétrica de vazios permeáveis, a absorção pode ser muito alta já nos primeiros instantes de imersão. E, como consequência direta, ocorre interferência negativa na relação água/aglomerante da matriz, intumescimento e posterior retração da fibra.

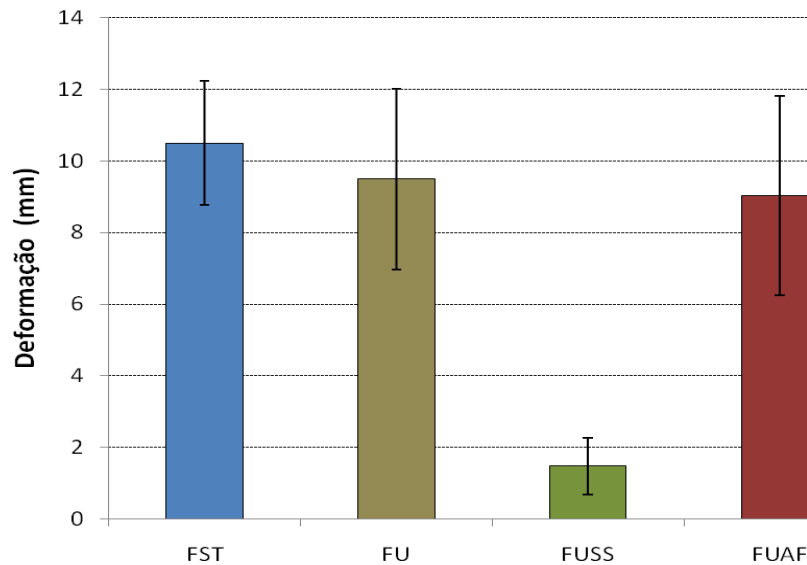
#### 5.2.4 Ensaio de tração direta das fibras de coco verde

A partir do ensaio de tração direta das fibras são apresentados os gráficos com os valores médios das fibras de coco verde com ou sem tratamentos para tensão (Figura 30) e deformação (Figura 31), juntamente com seus desvios-padrão.



**Figura 30.** Tensão média e desvios-padrão obtidos a partir do ensaio de tração direta das fibras de coco verde (naturais e tratadas).

Não houve diferença significativa ( $P > 0,05$ ) entre os valores de tensão para as fibras de coco verde com ou sem qualquer tipo de tratamento.

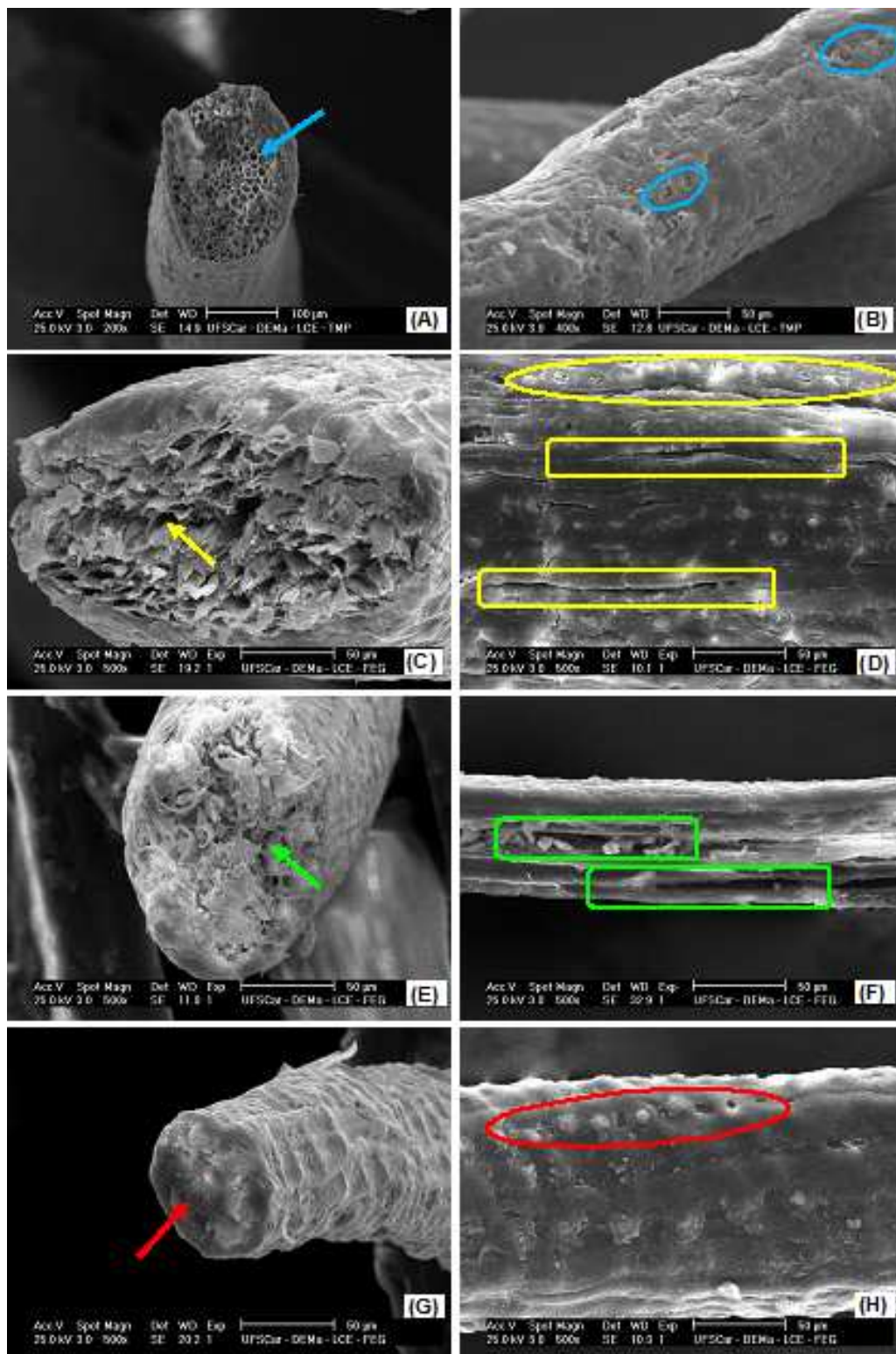


**Figura 31.** Deformação média atingida na ruptura obtida a partir do ensaio de tração direta das fibras de coco verde (naturais e tratadas) e desvios-padrão.

Houve diferença significativa da deformação atingida na ruptura ( $P < 0,05$ ) apenas para a fibra que passou pelo tratamento de ultrassom associado a silicato de sódio e sulfato de alumínio em relação a outras fibras (Figura 31). O resultado encontrado era esperado, pois as fibras deste tratamento se mostraram muito frágeis durante sua manipulação, o que demonstra que o tratamento químico mineralizou totalmente a fibra, impossibilitando a movimentação interna de suas fibrilas e tornando-a extremamente seca e quebradiça.

### 5.2.5 MEV das fibras de coco verde

A microestrutura das fibras pode ser avaliada pelas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), como indicadas na Figura 32.



**Figura 32.** Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da secção transversal ( → ) e superfície lateral (contorno circular) das fibras de coco verde com e sem tratamentos, a saber: (A e B) FST; (C e D) FU; (E e F) FUSS e; (G e H) FUAF.

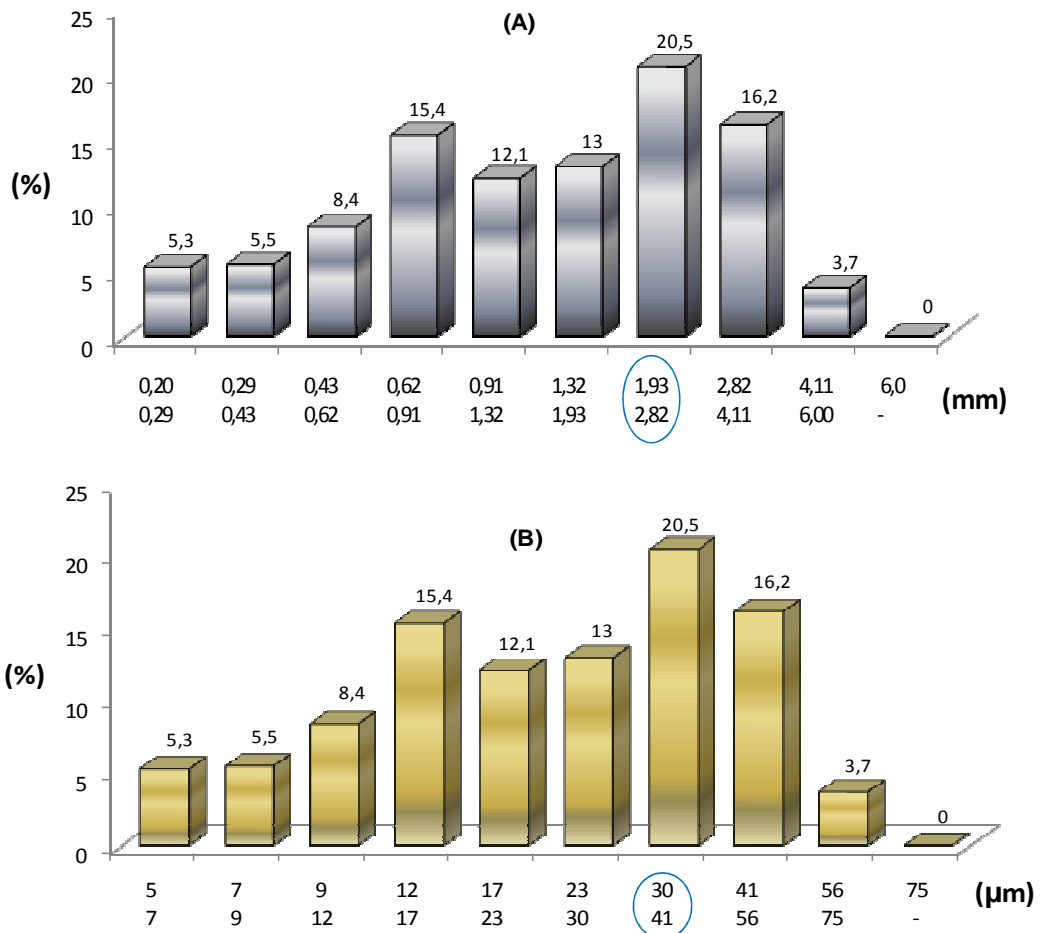
As fibras de coco verde apresentam formato aproximadamente cilíndrico e com rugosidade superficial, o que pode auxiliar a ancoragem das fibras na matriz cimentícia. Também é possível notar as diversas microfibrilas que compõem a fibra e que se encontram aglomeradas pelas lamelas intercelulares (lamela média) e, também, suas lacunas (cavidades). Savastano Junior (2000), ao pesquisar compósitos reforçados com fibras de coco maduro, relatou a existência de protuberâncias superficiais, que provavelmente auxiliam a ancoragem da fibra nas matrizes reforçadas; além disso, constatou a existência de estrutura fechada, em que as células estão protegidas por uma capa externa.

Os tratamentos empregados na pesquisa ocasionaram algumas alterações estruturais nas fibras de coco verde (marcações nas imagens da Figura 32). As micrografias das Figuras 32C e 32D demonstram que o tratamento por ultrassom alterou tanto a superfície como as microfibrilas que compõem a fibra, tornando-as mais abertas ao se comparar com a micrografia da Figura 32A da fibra sem tratamento. As micrografias das Figuras 32E e 32F indicam que o tratamento composto por ultrassom associado às soluções químicas silicato de sódio e sulfato de alumínio resultou em fibras com superfície degradada e com o surgimento de fissuras, como destacado pelas setas e retângulos na cor verde. Tal morfologia ratifica o baixo valor médio de deformação encontrado durante o ensaio de tração direta das fibras e os valores de absorção de umidade.

Para as fibras tratadas com álcool furfurílico as micrografias das Figuras 32G e 32H demonstram que houve a selagem tanto na secção transversal (seta) como em sua superfície (marcação de vermelho), o que pode ter influenciado diretamente o resultado obtido para absorção de água, já que a fibra FUAF apresentou menor taxa de variação de massa. Tal comportamento indica que o tratamento com a solução de álcool furfurílico pode auxiliar na proteção da fibra de coco verde nos casos em que esta estiver sob ataque alcalino dos produtos da hidratação do cimento.

### 5.3 Caracterização da polpa celulósica

As Figuras 33A e 33B apresentam a distribuição de comprimento e largura das fibras e os respectivos teores para a polpa de saco de cimento. A maior fração de fibras tem comprimento médio entre 1,93 e 2,82 mm e largura entre 30 e 41  $\mu\text{m}$ .



**Figura 33.** Distribuição do comprimento (A) e largura (B) das fibras celulósicas do saco de cimento.

Usando fibras curtas é possível obter uma maior densidade de fibras por massa ou por volume em relação às fibras longas, e, portanto, pode-se reduzir a magnitude das áreas sem reforço, isto é, a distância entre as fibras. O encurtamento das fibras celulósicas que compõem o saco de cimento pelo processo de polpação

produz partículas pequenas (menores que 200  $\mu\text{m}$ ), comumente chamadas de finos, que também contêm materiais provenientes das paredes celulares mais externas das fibras (SOMBOON et al., 2007). Na Tabela 12, estão descritos os parâmetros morfológicos da polpa de saco de cimento.

**Tabela 12.** Parâmetros morfológicos da polpa de saco de cimento.

Parâmetros	Polpa do saco de cimento
Comprimento ponderado (mm)	1,7
Largura ( $\mu\text{m}$ )	24,5
<i>Kink</i> (%)	43,3
<i>Curl</i> (%)	10,5
Extremidades quebradas (%)	32,6
Finos (%)	41,8

O excesso de finos não contribui para a resistência do fibrocimento, mas age como material de preenchimento (SOROUSHIAN et al., 1995), o que, na maioria dos casos, prejudica a drenagem das suspensões. Para o fibrocimento, um dos efeitos de interesse do refino na estrutura das fibras celulósicas como resultado da ação mecânica, é a fibrilação (microfibrilas) da superfície das fibras (COUTTS, 2005), em que tanto as microfibrilas na superfície como as extremidades quebradas aumentam a área superficial das fibras, o que as torna mais reativas com as partículas minerais presentes nas suspensões de fibrocimento. As fibras fibriladas contribuem para a formação de uma rede de filamentos dentro das misturas, com a consequente retenção das partículas de cimento durante o processo de drenagem.

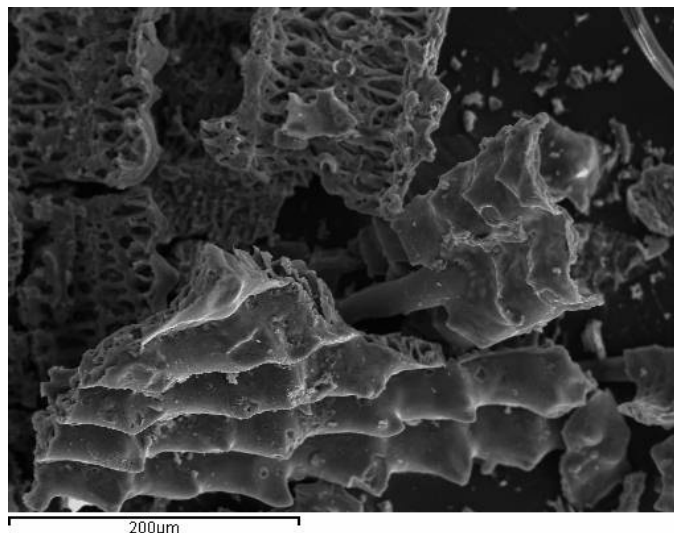
Contudo, durante o processamento da polpa, as fibras sofrem avarias mecânicas nos misturadores, os quais deformam a fibra e induzem a curvatura gradual e contínua (*curl*) e a curvatura torcida (*kink*), que têm influência no comprimento da fibra, sendo que os *kinks* são geralmente considerados como sendo o primeiro ponto favorável à ruptura da fibra (TONOLI, 2009).

## 5.4 Caracterização da cinza da casca de arroz (CCA)

A seguir, são descritas as características morfológicas, granulométricas e químicas da cinza de casca de arroz utilizada na pesquisa.

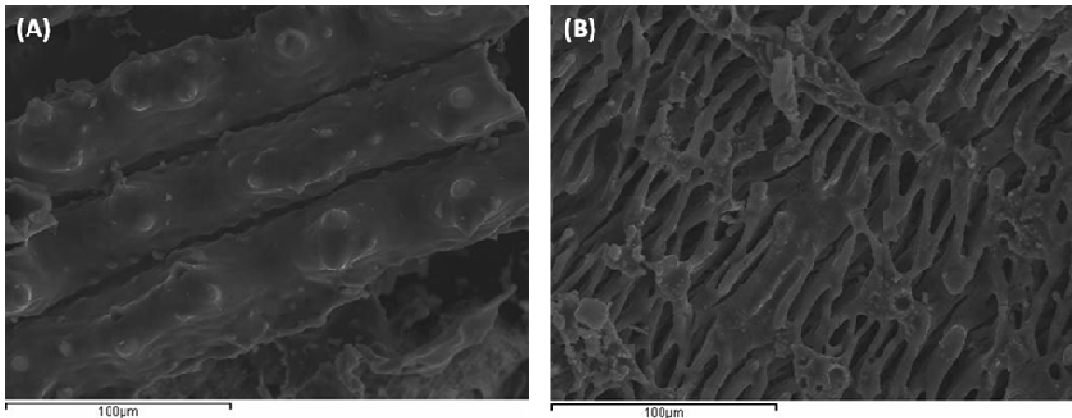
### 5.4.1 Morfologia da CCA

As micrografias que mostram a morfologia e a estrutura da cinza de casca de arroz antes do processo de moagem seguem na Figura 34.



**Figura 34.** Micrografia da cinza de casca de arroz antes do processo de moagem.

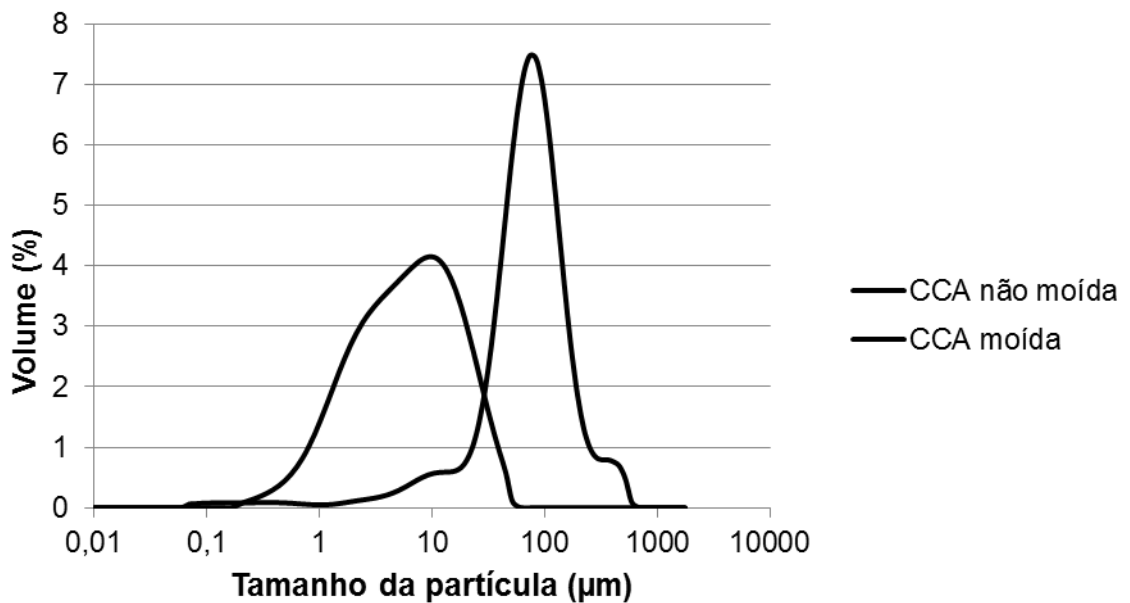
A cinza de casca de arroz é um material que apresenta duas fases totalmente distintas, ou seja, a face externa, formada por uma estrutura mais densa; e a face interna, uma estrutura extremamente porosa antes da moagem (Figura 35). Em razão dessa estrutura interna, a CCA deve, preferencialmente, ser moída antes de ser utilizada como material pozolânico, já que a demanda de água seria muito elevada se não fosse realizada a moagem. Além disso, o processo de moagem faz-se necessário, pois a cinza apresenta granulometria muito grossa, fato que dificultaria as reações pozolânicas.



**Figura 35.** Estrutura externa (A) e interna (B) da CCA.

#### 5.4.2 Granulometria a laser

A característica pozzolânica de um material está relacionada com sua finura, daí a necessidade de se realizar a determinação da granulometria da CCA. A Figura 36 traz as curvas granulométricas da cinza de casca de arroz antes e após o processo de moagem.



**Figura 36.** Curva granulométrica da cinza de casca de arroz moída e não moída.



A análise de granulometria demonstrou que a moagem resultou em um material bastante fino, pois, observando-se a Figura 36, que apresenta a curva granulométrica da CCA moída, pode-se concluir que 87% dos grãos da CCA enquadram-se no tamanho até 32 $\mu$ m, sendo que 50% das partículas apresentam diâmetro inferior a 8,7 $\mu$ m (Tabela 13).

**Tabela 13.** Diâmetro médio, d(0,1), d(0,5) e d(0,9) para a CCA moída e não moída.

CCA	d (0,1)	d (0,5)	d (0,9)	Diâmetro médio ( $\mu$ m)
Não moída	23,31	77,60	183,35	98,72
Moída	1,77	8,67	31,95	13,26

#### 5.4.3 Composição química

A Tabela 14 apresenta a composição química da CCA avaliada, em que, a partir dos resultados, observa-se que a pozolana é de natureza silícea, com um conteúdo de mais de 80% de SiO<sub>2</sub>. O elevado teor de sílica é indicativo de que a CCA pode atuar como uma pozolana.

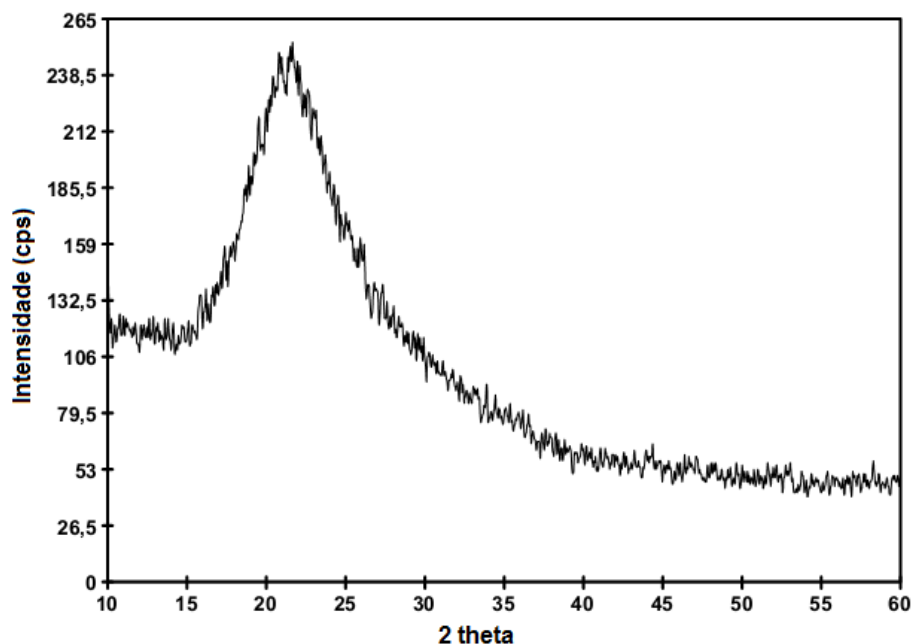
**Tabela 14.** Composição química da cinza da casca de arroz.

Material	% em massa										
	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Cl	Outros
Cinza da casca de arroz (CCA) <sup>1</sup>	0,0	0,5	0,2	<b>81,1</b>	0,2	1,7	3,2	0,3	0,6	0,3	1,0

<sup>1</sup> Perda ao fogo (PF) a 1000°C = 11,67% em massa.

A partir do ensaio de difração de Raio-X foi possível determinar qualitativamente a presença ou não de fases cristalinas na CCA. Materiais cristalinos ou com algum caráter cristalino são identificados pela presença de picos no difratograma. O desvio da linha base entre 15 e 30 graus é indicativo da

amorficidade do material. A Figura 37 mostra o resultado de DRX da cinza de casca de arroz.



**Figura 37.** Difratograma de Raio-X da CCA.

Observa-se que a CCA apresenta-se em estado amorfo, pois, além de não demonstrar picos no difratograma, mostra um desvio da linha base entre os ângulos de 15 e 30 graus.

A determinação quantitativa do teor de sílica amorfa e cristalina foi realizado de acordo com os procedimentos sugeridos por Payá et al. (2001) e seus resultados estão apresentados na Tabela 15.

**Tabela 15.** Teor de sílica amorfa e cristalina da CCA

	<b>Sílica total</b>	<b>Sílica cristalina</b>	<b>Sílica amorfa</b>
	<b>(%)</b>	<b>(%)</b>	<b>(%)</b>
Cinza da casca de arroz (CCA)	83,47	0,36	99,64

Esses resultados estão em acordo com os obtidos no ensaio de difração de Raio-X. Em um dos seus estudos, Payá et al. (2001) apresentam cinzas de cascas de arroz com porcentagens de sílica amorfa de até 83,9% utilizando o mesmo método empregado neste trabalho.

Um fato que pode ser notado é diferença no teor de SiO<sub>2</sub> obtida neste ensaio e no ensaio de caracterização química (Tabela 13). Isso pode ser explicado, pois a determinação do SiO<sub>2</sub> foi realizada de maneiras diferentes apresentando, assim, uma variação nos seus valores da ordem de 3%.

### **5.5 Caracterização dos aglomerantes cimentícios**

A análise da área superficial por BET dos cimentos utilizados na pesquisa revelou uma diferença de 56,4% entre os cimentos CP V-ARI (Brasil) e o cimento CEM I 52,5R (Espanha), cujos valores foram de 0,98m<sup>2</sup>/g e de 1,74m<sup>2</sup>/g para os cimentos brasileiro e espanhol respectivamente. Tal resultado pode influenciar diretamente o desempenho dos compósitos produzidos, visto que, além da composição do cimento, as taxas de desenvolvimento de resistência podem ser prontamente controladas por meio da adequação da granulometria (área superficial) desse material.

De acordo com Castro (2011), para uma determinada relação água/cimento, a redução do tamanho médio das partículas geralmente resulta em uma maior taxa de hidratação e, assim, em melhores propriedades e maiores resistências nas primeiras idades.

Os valores obtidos por BET permitirão uma melhor discussão dos resultados físicos e mecânicos dos compósitos produzidos.

### **5.6 Resultados físicos e mecânicos dos compósitos**

A seguir, são apresentados os resultados físicos e mecânicos dos compósitos elaborados nas duas etapas e condições diferentes da pesquisa.

### 5.6.1 Compósitos da 1ª etapa

A Tabela 16 apresenta os valores médios das propriedades físicas das diferentes formulações avaliadas na primeira etapa do estudo.

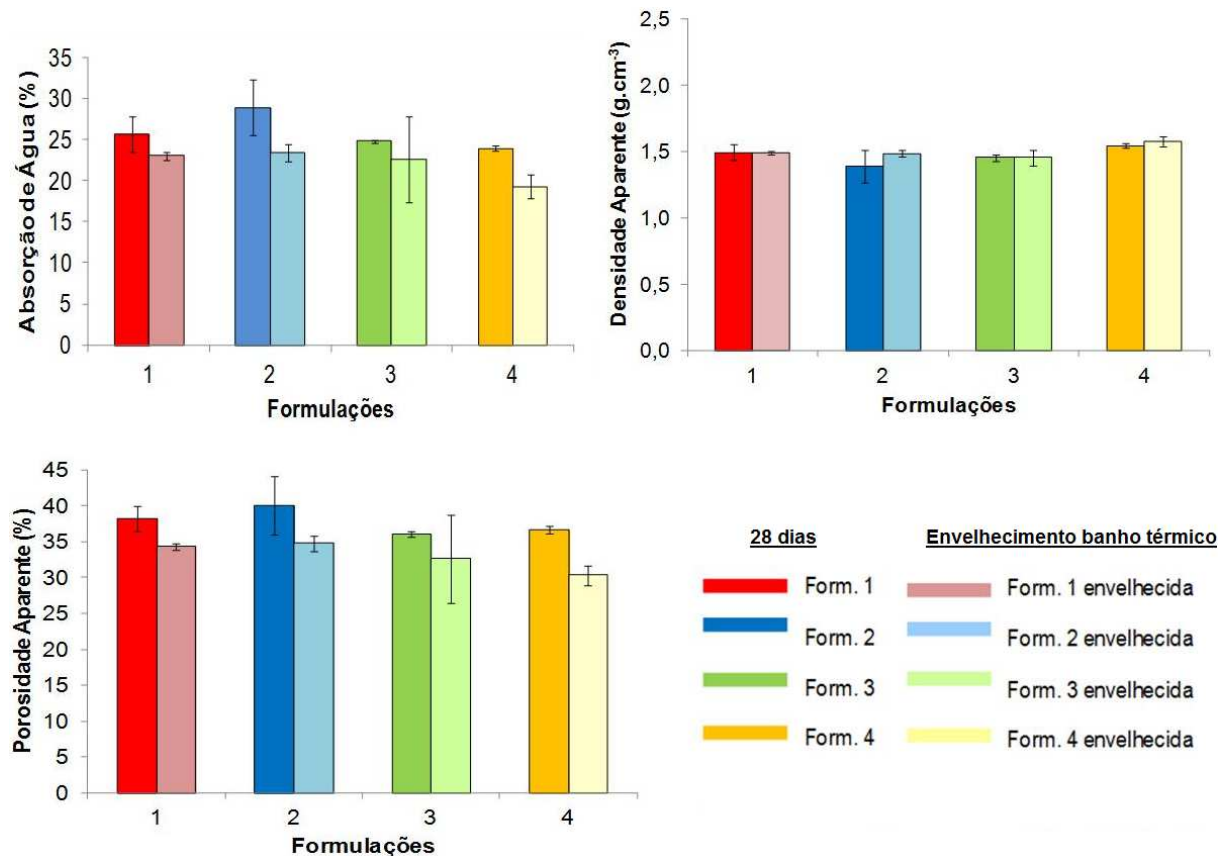
**Tabela 16.** Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas.

<b>28 dias de cura úmida (1ª idade)</b>			
<b>Formulações*</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Densidade aparente <sup>3</sup> (g/cm )</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>
1	25,7 ± 2,2 a	1,5 ± 0,1 a	38,3 ± 1,8 a
2	28,9 ± 3,4 a	1,4 ± 0,1 a	40,1 ± 4,1 a
3	24,8 ± 0,2 a	1,5 ± 0,1 a	36,1 ± 0,3 a
4	23,9 ± 0,3 a	1,5 ± 0,1 a	36,6 ± 0,5 a
<b>100 ciclos de envelhecimento acelerado (2ª Idade)</b>			
<b>Formulações*</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Densidade aparente <sup>3</sup> (g/cm )</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>
1	23,0 ± 0,5 a	1,5 ± 0,1 a	34,3 ± 0,4 a
2	23,5 ± 1,1 a	1,5 ± 0,1 a	34,8 ± 1,1 a
3	22,6 ± 4,5 a	1,5 ± 0,1 a	32,6 ± 5,1 a
4	19,3 ± 1,4 a	1,6 ± 0,1 a	30,3 ± 1,4 a

\* Formulações: **1)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; **2)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; **3)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; **4)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF.

\*\* Colunas com médias seguidas de letras diferentes diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade (P<0,05).

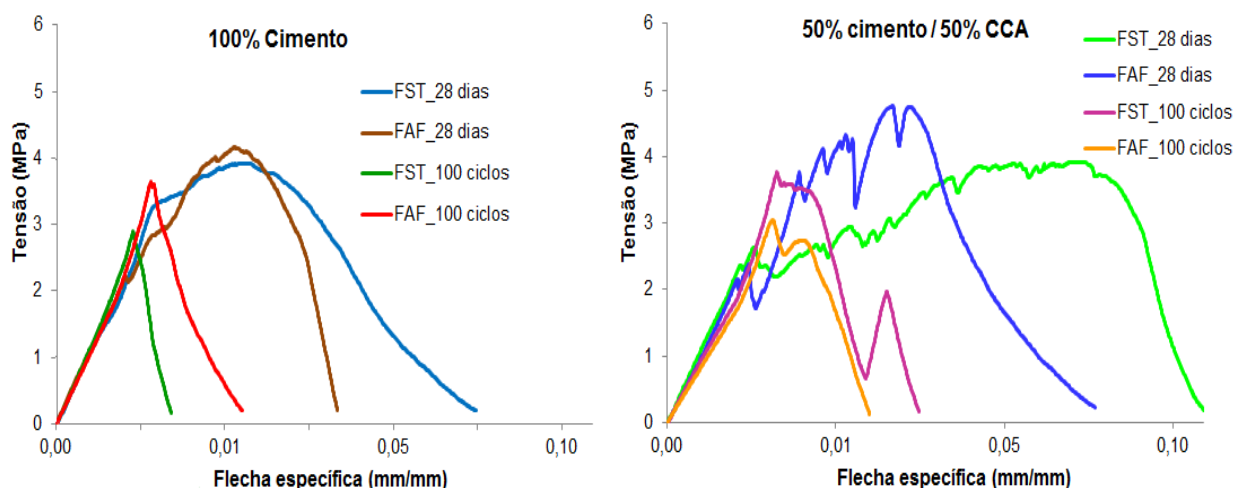
Não houve diferença estatística entre as formulações em cada uma das idades, o que demonstra que o tratamento das fibras com a solução de álcool furfurílico pode não ter influenciado as propriedades físicas dos compósitos. A Figura 38 mostra a comparação entre as idades avaliadas para cada uma das propriedades físicas.



**Figura 38.** Gráficos comparativos das propriedades físicas dos compósitos nas duas condições avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; 3) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 4) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF.

Após os 100 ciclos de envelhecimento acelerado de imersão e secagem dos compósitos, os valores de absorção de água e porosidade aparente foram inferiores aos observados para a idade de 28 dias.

A Figura 39 traz as curvas típicas tensão x flecha específica dos compósitos da primeira etapa da pesquisa.



**Figura 39.** Curvas típicas tensão x flecha específica das diferentes formulações para os compósitos produzidos na 1ª etapa.

Após o envelhecimento acelerado, todas as formulações passaram a apresentar comportamento característico de um material frágil (valores de MOR e LOP próximos), indicando que as fibras e a polpa podem ter sido degradadas e deixaram de apresentar a função de reforço.

A seguir estão descritos os valores médios das propriedades mecânicas (Tabela 17).

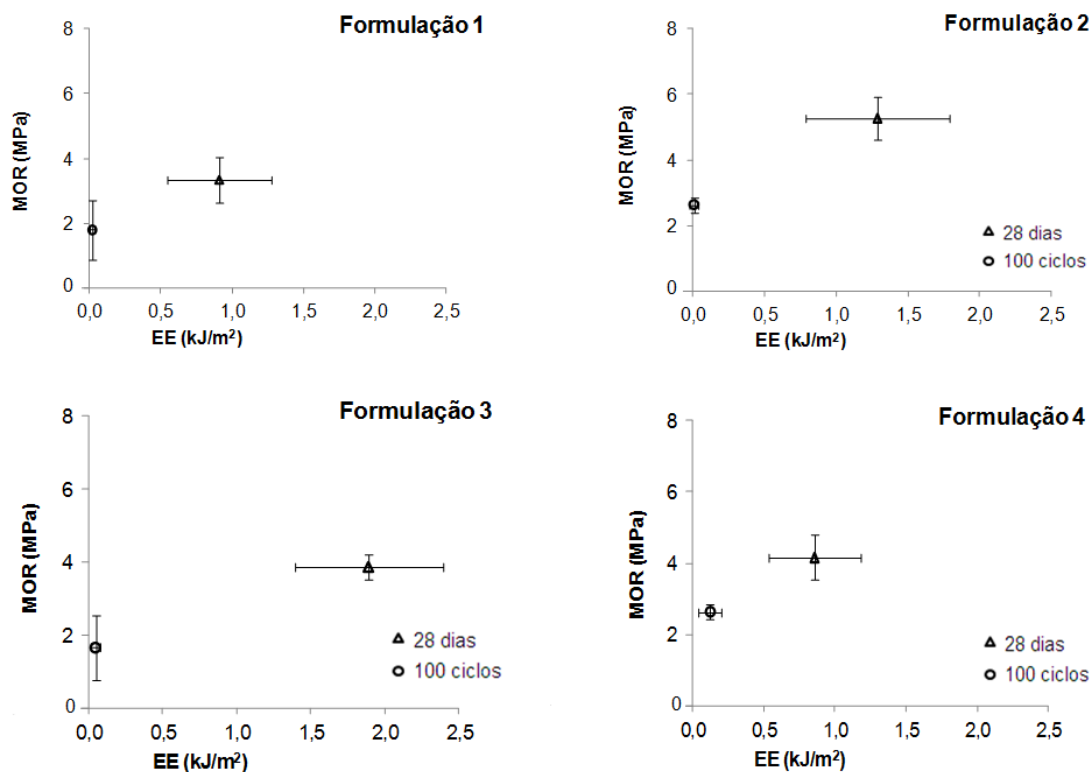
**Tabela 17.** Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas.

<b>28 dias de cura úmida (1ª idade)</b>				
<b>Formulações*</b>	<b>MOR (MPa)</b>	<b>EE (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>LOP (MPa)</b>	<b>MOE (GPa)</b>
1	3,4 ± 0,7 <b>a</b>	0,9 ± 0,4 <b>b</b>	1,0 ± 0,2 <b>a</b>	9,4 ± 1,4 <b>a</b>
2	4,8 ± 0,6 <b>a</b>	1,3 ± 0,3 <b>ab</b>	2,4 ± 0,9 <b>a</b>	12,8 ± 1,8 <b>a</b>
3	3,9 ± 0,3 <b>a</b>	1,9 ± 0,5 <b>a</b>	1,9 ± 0,2 <b>a</b>	8,7 ± 1,6 <b>a</b>
4	4,2 ± 0,6 <b>a</b>	0,9 ± 0,3 <b>b</b>	2,1 ± 0,7 <b>a</b>	10,8 ± 3,4 <b>a</b>
<b>100 ciclos de envelhecimento acelerado (2ª idade)</b>				
<b>Formulações*</b>	<b>MOR (MPa)</b>	<b>EE (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>LOP (MPa)</b>	<b>MOE (GPa)</b>
1	1,8 ± 0,9 <b>a</b>	0,02 ± 0,02 <b>a</b>	1,3 ± 0,4 <b>a</b>	9,5 ± 1,3 <b>a</b>
2	2,6 ± 0,2 <b>a</b>	0,01 ± 0,01 <b>a</b>	2,0 ± 0,2 <b>a</b>	13,3 ± 1,8 <b>a</b>
3	1,7 ± 0,9 <b>a</b>	0,05 ± 0,03 <b>a</b>	1,2 ± 0,4 <b>a</b>	8,6 ± 0,2 <b>a</b>
4	2,6 ± 0,2 <b>a</b>	0,10 ± 0,08 <b>a</b>	1,2 ± 0,4 <b>a</b>	9,8 ± 0,5 <b>a</b>

\* Formulações: **1)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; **2)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; **3)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; **4)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF.

\*\* Colunas com médias seguidas de letras diferentes diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade (P<0,05).

Os resultados descritos na Tabela 17 demonstram que não houve diferença estatística (P > 0,05) entre as formulações avaliadas, indicando que ao modificar apenas o tipo de tratamento aplicado à fibra de coco verde (sem tratamento (FST) e tratada com ultrassom e álcool furfurílico (FUAF)), o desempenho mecânico dos compósitos foi similar.

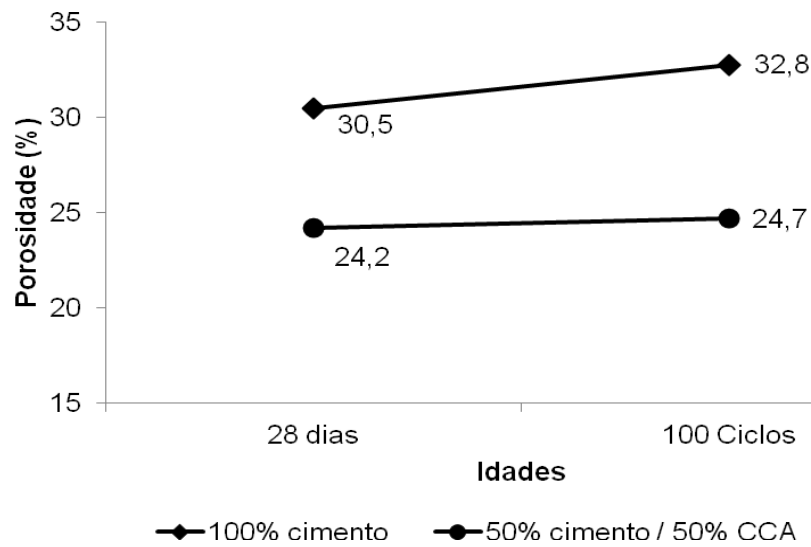


**Figura 40.** Gráficos comparativos das propriedades mecânicas MOR e EE dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF; 3) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FST; 4) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde FUAF.

No entanto, mesmo antes de passar pelo envelhecimento acelerado, os baixos valores do MOR e EE indicam que a substituição do cimento pela CCA não surtiu o efeito esperado, mesmo sendo uma cinza reativa (81,1% de  $\text{SiO}_2$ ). Tais resultados podem estar relacionados à metodologia empregada no momento da prensagem (3,2 MPa). Desta forma, para a segunda etapa da pesquisa a prensagem foi realizada com 6,4 MPa de tensão.

Na tentativa de esclarecer o motivo do baixo desempenho mecânico dos compósitos foi realizada a análise de porosimetria por intrusão de mercúrio dos compósitos reforçados com as fibras de coco verde sem tratamento, uma vez que não houve diferença estatística entre as formulações. A Figura 41 descreve a porcentagem total de poros encontrados nas duas idades testadas, obtida pelo ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio.





**Figura 41.** Valores da porosidade das formulações (100% cimento e 50% cimento/50% CCA) reforçadas com fibras FST para as duas idades avaliadas.

### 5.6.2 Compósitos produzidos - 2ª etapa

A Tabela 18 traz os valores médios das propriedades físicas dos compósitos de matriz cimentícia e de matriz mista (cimento e CCA) para duas idades distintas, após 28 dias de cura úmida e após o mesmo período de cura úmida mais 28 dias de envelhecimento em banho térmico de 65°C.

**Tabela 18.** Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades físicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas.

<b>28 dias de cura úmida (1ª idade)</b>			
<b>Formulações*</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>
1	5,9 ± 2,2 a	2,0 ± 0,1 a	11,8 ± 4,7 a
2	21,2 ± 2,5 b	1,7 ± 0,1 b	36,9 ± 2,5 bc
3	22,9 ± 1,1 b	1,6 ± 0,1 bc	35,6 ± 1,3 b
4	25,1 ± 1,4 bc	1,5 ± 0,1 c	37,2 ± 3,1 bc
5	30,5 ± 4,7 c	1,4 ± 0,1 c	43,0 ± 3,6 c
<b>28 dias de cura úmida + 28 dias em banho térmico (2ª Idade)</b>			
<b>Formulações*</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>
1	7,8 ± 2,9 a	1,8 ± 0,1 a	14,2 ± 4,8 a
2	11,8 ± 1,5 a	1,9 ± 0,1 a	21,9 ± 3,3 a
3	18,7 ± 2,6 b	1,8 ± 0,1 ab	32,5 ± 1,9 b
4	20,1 ± 1,4 b	1,7 ± 0,1 b	33,4 ± 1,5 b
5	19,8 ± 1,8 b	1,7 ± 0,1 b	33,1 ± 2,0 b

\* Formulações: **1)** 100% cimento + 5% polpa; **2)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **3)** 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **4)** 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **5)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde.

\*\* Colunas com médias seguidas de letras diferentes diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade (P<0,05).

A partir da Tabela 18 nota-se que, com exceção do compósito sem fibra de coco verde, todos os demais apresentaram valores médios de absorção de água e de porosidade aparente maiores e de densidade aparente menores, indicando que a inclusão da fibra de coco verde resultou em um compósito menos denso pela incorporação de ar na matriz. Tal comportamento pode ser benéfico na produção de painéis de vedação para forro por exemplo.

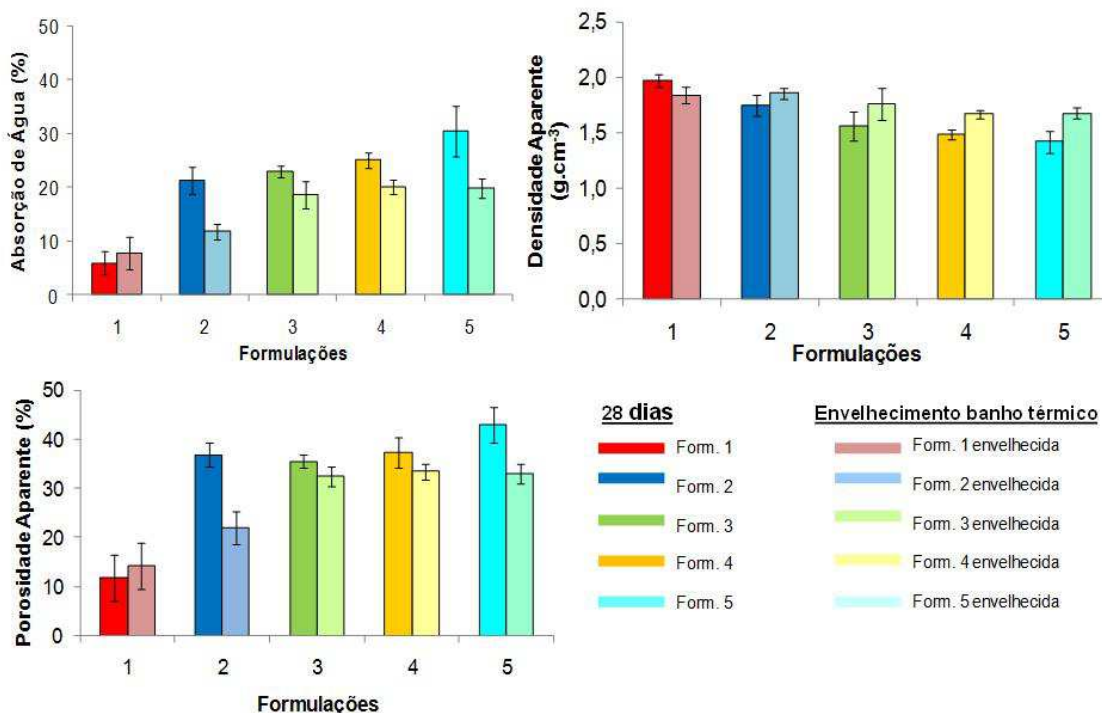
Resultados apresentados por Tolêdo Filho (1997), para argamassas de cimento reforçadas com fibras naturais permeáveis, também permitem associar baixas resistências mecânicas ao maior volume de vazios, porém com a compensação pelo aumento da energia absorvida pelas fibras durante o processo de fissuração da matriz frágil.

Outro fator que explica os altos valores de porosidade aparente dos compósitos de matriz mista reforçados com fibra de coco verde foi a elevação da relação a/c, que passou de 0,4 para a matriz com 100% de cimento para aproximadamente 0,6 para as diferentes porcentagens de substituição do cimento pela CCA.

Contudo, ao comparar as formulações 1 e 2 (ambas sem adição de CCA), aos 28 dias, observa-se que a adição de fibras alterou as propriedades físicas do compósito. O aumento da porosidade pode indicar que a fibra de coco verde tornou os compósitos mais leves, mas pode ter gerado defeitos na matriz cimentícia.

A Figura 42 mostra os resultados das propriedades físicas AA, DA e PA dos compósitos nas duas idades testadas, ou seja, aos 28 dias (cura úmida) e após envelhecimento em banho térmico por 28 dias, após o período de cura úmida.

Nota-se que houve uma queda nos valores médios de AA e PA para todos os compósitos reforçados com a fibra de coco verde (formulações 2, 3, 4 e 5). O compósito cimentício sem fibra vegetal apresentou valores médios maiores de AA e de PA após o envelhecimento em banho térmico.



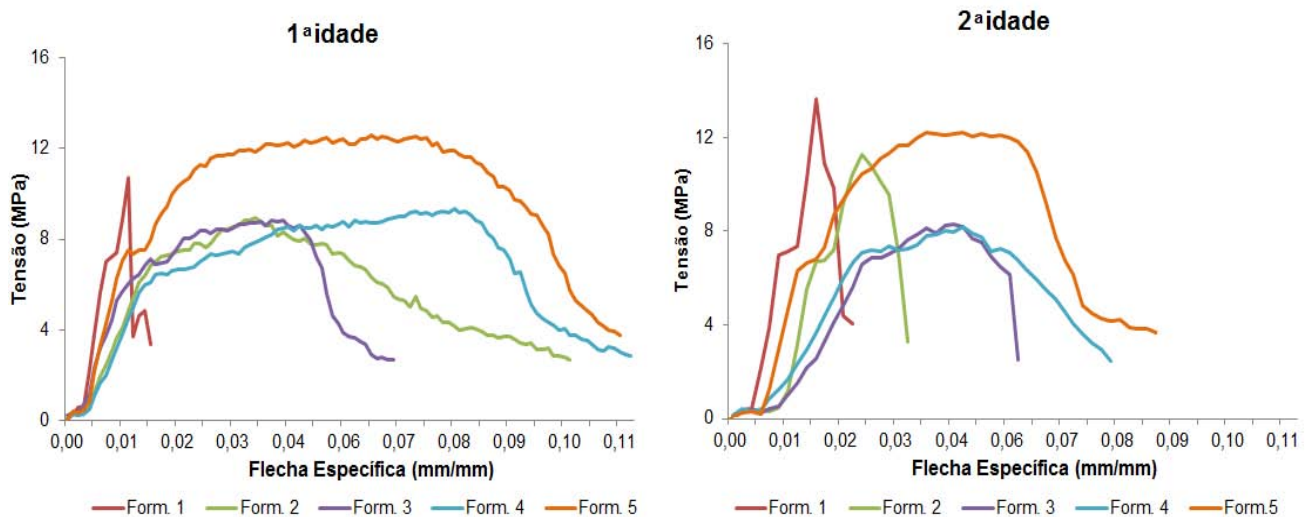
**Figura 42.** Gráficos comparativos das propriedades físicas dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde.

Ao realizar-se a comparação entre as idades para cada uma das formulações (Figura 42), nota-se que houve uma queda nos valores de AA e PA para todos os compósitos reforçados com a fibra de coco verde (formulações 2, 3, 4 e 5). O compósito cimentício sem fibra vegetal apresentou valores numericamente maiores de AA e PA com o passar do tempo.

Para a DA, nota-se que houve diferença estatística ( $P < 0,05$ ) ao se compararem as duas idades para os compósitos das formulações 4 e 5. As duas formulações apresentaram incremento nos valores de densidade aparente, indicando que o processo de envelhecimento, por banho térmico a 65°C durante 28 dias, pode ter atuado como um auxiliador no processo de cura desses compósitos.

Na Figura 43, são apresentados os gráficos das curvas típicas tensão x flecha específica das diferentes formulações. A formulação 1 apresentou comportamento típico de um material frágil, enquanto as demais indicam que as fibras de coco verde

trabalharam durante o ensaio de flexão. Na segunda idade (após o banho térmico), dentre as formulações com CCA, a formulação 5 foi a que apresentou maiores valores de tensão e flecha específica.



**Figura 43.** Curvas típicas de tensão x flecha específica nas diferentes idades para os compósitos produzidos na 2ª etapa da pesquisa. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde.

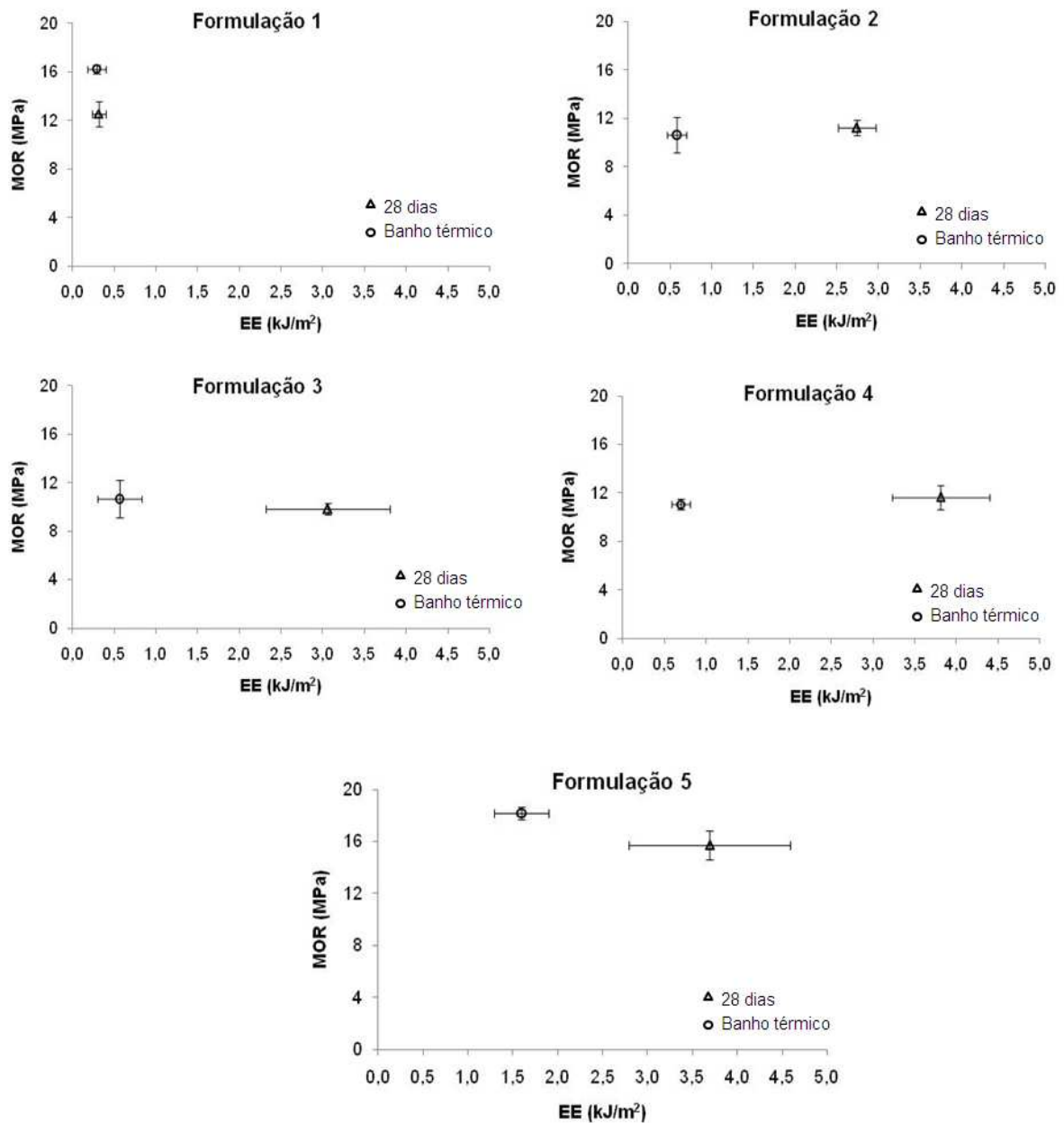
Na Tabela 19, estão descritas as propriedades mecânicas das diferentes formulações e nas duas condições avaliadas, ou seja, após 28 dias de cura úmida e após o mesmo período de cura úmida mais 28 dias de envelhecimento em banho térmico de 65°C.

**Tabela 19.** Valores médios e respectivos desvios-padrão das propriedades mecânicas dos compósitos com diferentes formulações nas duas idades avaliadas.

<b>28 dias de cura úmida (1ª Idade)</b>				
<b>Formulações*</b>	<b>MOR (MPa)</b>	<b>EE (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>LOP (MPa)</b>	<b>MOE (GPa)</b>
1	12,5 ± 1,0 <b>a</b>	0,3 ± 0,1 <b>a</b>	7,5 ± 1,2 <b>a</b>	7,8 ± 1,1 <b>a</b>
2	11,2 ± 0,6 <b>a</b>	2,7 ± 0,2 <b>b</b>	6,2 ± 0,6 <b>ac</b>	3,6 ± 0,8 <b>c</b>
3	9,8 ± 0,5 <b>b</b>	3,1 ± 0,7 <b>bc</b>	3,2 ± 0,8 <b>b</b>	3,4 ± 0,7 <b>c</b>
4	11,6 ± 1,0 <b>a</b>	3,8 ± 0,6 <b>c</b>	5,3 ± 0,6 <b>c</b>	3,6 ± 0,5 <b>c</b>
5	15,7 ± 1,1 <b>c</b>	3,7 ± 0,9 <b>bc</b>	6,9 ± 0,6 <b>a</b>	5,7 ± 0,5 <b>b</b>
<b>28 dias de cura úmida + 28 dias em banho térmico (2ª Idade)</b>				
<b>Formulações*</b>	<b>MOR (MPa)</b>	<b>EE (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>LOP (MPa)</b>	<b>MOE (GPa)</b>
1	16,2 ± 0,3 <b>a</b>	0,3 ± 0,1 <b>a</b>	9,7 ± 0,7 <b>a</b>	9,5 ± 0,8 <b>a</b>
2	10,6 ± 1,5 <b>b</b>	0,6 ± 0,1 <b>b</b>	10,2 ± 0,4 <b>a</b>	6,9 ± 0,1 <b>b</b>
3	10,7 ± 1,5 <b>b</b>	0,6 ± 0,3 <b>ab</b>	6,3 ± 0,9 <b>b</b>	3,9 ± 0,2 <b>c</b>
4	11,1 ± 0,4 <b>b</b>	0,7 ± 0,1 <b>b</b>	6,4 ± 0,6 <b>b</b>	4,5 ± 0,4 <b>c</b>
5	18,2 ± 0,5 <b>c</b>	1,6 ± 0,3 <b>c</b>	10,9 ± 0,7 <b>a</b>	4,5 ± 0,6 <b>c</b>

\* Formulações: **1)** 100% cimento + 5% polpa; **2)** 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **3)** 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **4)** 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; **5)** 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde.

\*\* Colunas com médias seguidas de letras diferentes diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade (P<0,05).

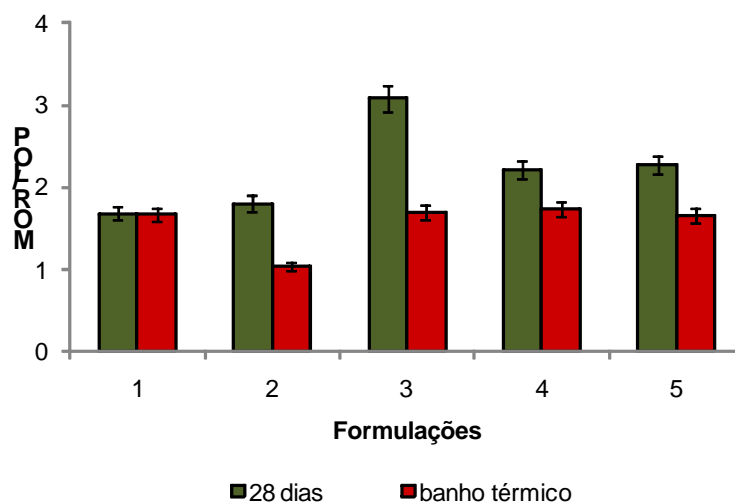


**Figura 44.** Gráficos comparativos das propriedades mecânicas, MOR e EE, dos compósitos nas duas idades avaliadas. \* Formulações: 1) 100% cimento + 5% polpa; 2) 100% cimento + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 3) 70% cimento + 30% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 4) 60% cimento + 40% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde; 5) 50% cimento + 50% CCA + 5% polpa + 5% fibra de coco verde.

Os resultados obtidos também permitem inferir que o período de 28 dias em banho térmico a 65°C desempenhou um papel complementar no processo de cura e não somente de envelhecimento das matrizes avaliadas, visto que os valores de MOR se mantiveram elevados.

A energia específica está relacionada com os mecanismos de tenacificação associados às fibras vegetais (de baixo módulo de elasticidade), os quais atuam no processo de fratura do compósito, tais como desprendimento (*debond*), arrancamento (*pull-out*), pontes (*bridging*) e fratura de fibras.

Mesmo após o período de envelhecimento o compósito com 50% de CCA apresentou valor médio de energia específica significativamente superior aos demais, o que corrobora com a teoria de que a CCA foi muito eficiente em preservar as fibras de coco verde na matriz. De acordo com Silva (2002), a presença de portlandita (cristais de hidróxido de cálcio) em excesso, como ocorre nos compósitos exclusivamente de cimento Portland, pode levar à concentração desses cristais na interface das fibras com a matriz, produzindo uma aderência deficiente. Essa concentração também contribui para a diminuição da durabilidade da fibra, que está em contato direto com o material alcalino.



**Figura 45.** Razão MOR/LOP dos compósitos nas duas idades avaliadas.

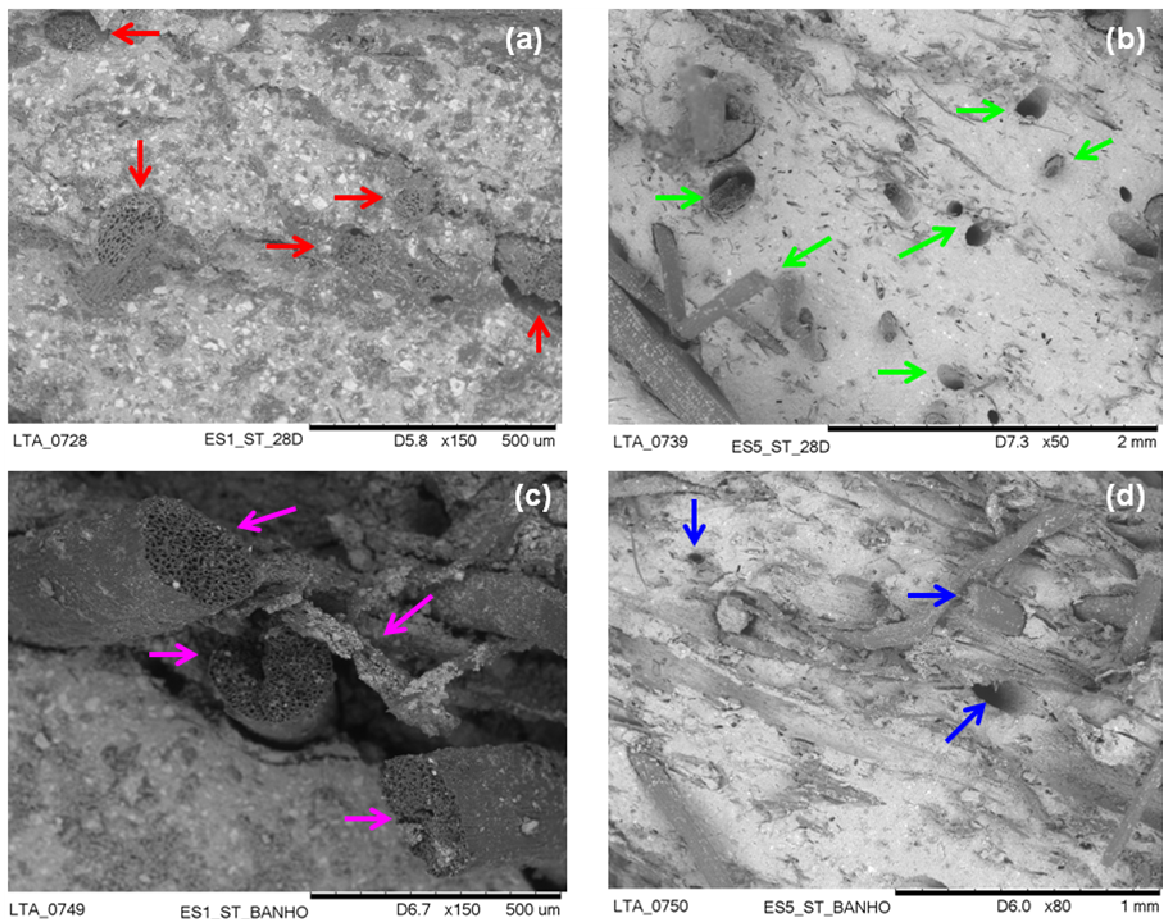
O MOR indica a participação conjunta da matriz e das fibras, ou seja, essa propriedade mecânica está relacionada com a resistência mecânica da matriz e os mecanismos de reforço entre as fibras e a matriz (BENTUR & MINDESS, 2007). A



partir da Figura 45, nota-se que todas as formulações avaliadas, exceto a formulação 1, apresentaram queda nos valores médios da razão MOR/LOP, o que demonstra que o valor de tensão máxima de tração na flexão ocorreu próximo do ponto de transição gradual do regime elástico para o plástico, ou seja, onde a curva tensão-deformação deixa de ser linear.

Mesmo após o período de banho térmico a razão MOR/LOP foi a mesma para o compósito sem adição de fibras de coco verde e sem substituição do cimento pela CCA (formulação 1), sugerindo que o comportamento mecânico desse compósito é frágil e semelhante no início da fissuração nas duas idades avaliadas.

As micrografias apresentadas na Figura 46 descrevem a distribuição das fibras de coco verde nas matrizes cimentícias das formulações 2 e 5.



**Figura 46.** Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície fraturada dos compósitos nas duas idades avaliadas com indicações de fratura e arrancamento das fibras, a saber: **(a)** 100% cimento + fibra FST aos 28 dias; **(b)** 100% cimento +

fibra FST após 28 dias em banho térmico; **(c)** 50% cimento+ 50% CCA + fibra FST aos 28 dias; e, **(d)** 50% cimento + 50% CCA + fibra FST após 28 dias em banho térmico.

A partir das setas coloridas, nota-se que a distribuição das fibras não foi homogênea. A micrografia da Figura 46b mostra que as fibras de coco verde na matriz mista trabalharam durante a fratura do compósito, em que os principais mecanismos de tenacificação foram o *pull-out* e a fratura das fibras. O arrancamento das fibras gerou pequenos buracos cilíndricos na matriz.

Savastano Jr. (2000), ao avaliar a influência da microestrutura nas propriedades mecânicas de compósitos cimentícios nas primeiras idades (28 dias, p.ex.), concluiu que, ao se empregarem fibras vegetais, o mecanismo de arrancamento da fibra do interior da matriz é mais importante que a ruptura da fibra no ganho de tenacidade. Ou seja, nos compósitos cimentícios reforçados com fibras de baixo módulo, tende a predominar o arrancamento das fibras no interior da matriz. Assim, pode-se aferir que houve uma melhora no desempenho da zona de transição fibra-matriz quando da incorporação da CCA, fazendo com que as duas fases trabalhem solidariamente. Alguns fatores também podem ter contribuído para o melhor desempenho da zona de transição, destacando-se entre eles a morfologia e a rugosidade superficial das fibras.

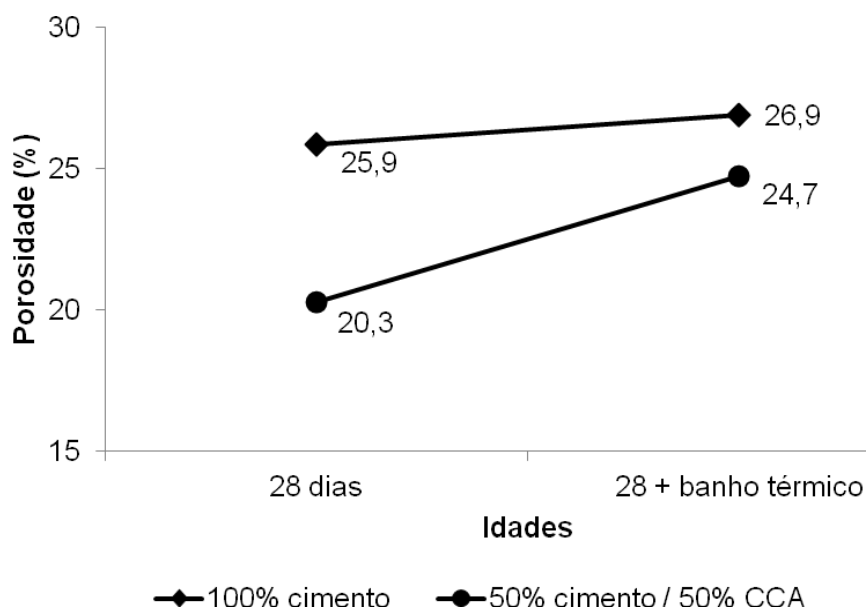
A micrografia da Figura 46c permite visualizar que, após o período de envelhecimento em banho térmico, algumas fibras apresentaram deposição superficial de produtos da hidratação do cimento, o que pode explicar a acentuada queda nos valores de energia específica entre as duas idades.

A decomposição da fibra ocorre quando os seus constituintes, principalmente a lignina e a hemicelulose presentes na lamela intercelular, são decompostos pela ação do elevado pH da água do poro da pasta de cimento. A degradação desses produtos conduz à redução na capacidade de reforço da fibra, quebra a aderência com a matriz e torna a fibra um material inerte dentro do compósito. Dessa forma, com a perda de aderência na interface com a matriz, a fibra deixa de funcionar como reforço, passando a ser um material de enchimento, com o agravante de ser higroscópico (AGOPYAN, 1991). Assim, a substituição parcial do cimento Portland

por material pozolânico auxilia não só no desempenho de fibras vegetais incorporadas à matriz como também na redução do uso de aglomerante, o que traz indiretamente benefícios ambientais.

Ao considerar o desempenho físico e mecânico dos compósitos produzidos nesta etapa experimental, é possível inferir que eles poderiam ser utilizados como placas planas de forração em instalações avícolas, já que esta finalidade não exige altos valores de resistência mecânica e sim materiais leves, que permitam um bom isolamento térmico.

A análise de porosidade desta etapa está descrita na Figura 47.



**Figura 47.** Valores da porosidade das formulações 1 (100% cimento) e 5 (50% cimento/50% CCA) reforçadas com fibras FST para as duas idades avaliadas (28 dias e após o envelhecimento em banho térmico).

Ao recordar os valores do MOR e da porosidade encontrados na primeira etapa da pesquisa (item 5.6.1), é possível notar que o aumento da carga de prensagem e a utilização de um cimento mais reativo resultaram em melhor desempenho mecânico e uma considerável e acentuada queda nos valores de porosidade. No período de cura, o processo de hidratação resulta na redução e na redistribuição do sistema de poros ativos, que é determinado pela relação

água/cimento da mistura. Assim, a forma e o tamanho desses poros são influenciados pela entrada e pela saída de umidade no interior do concreto.

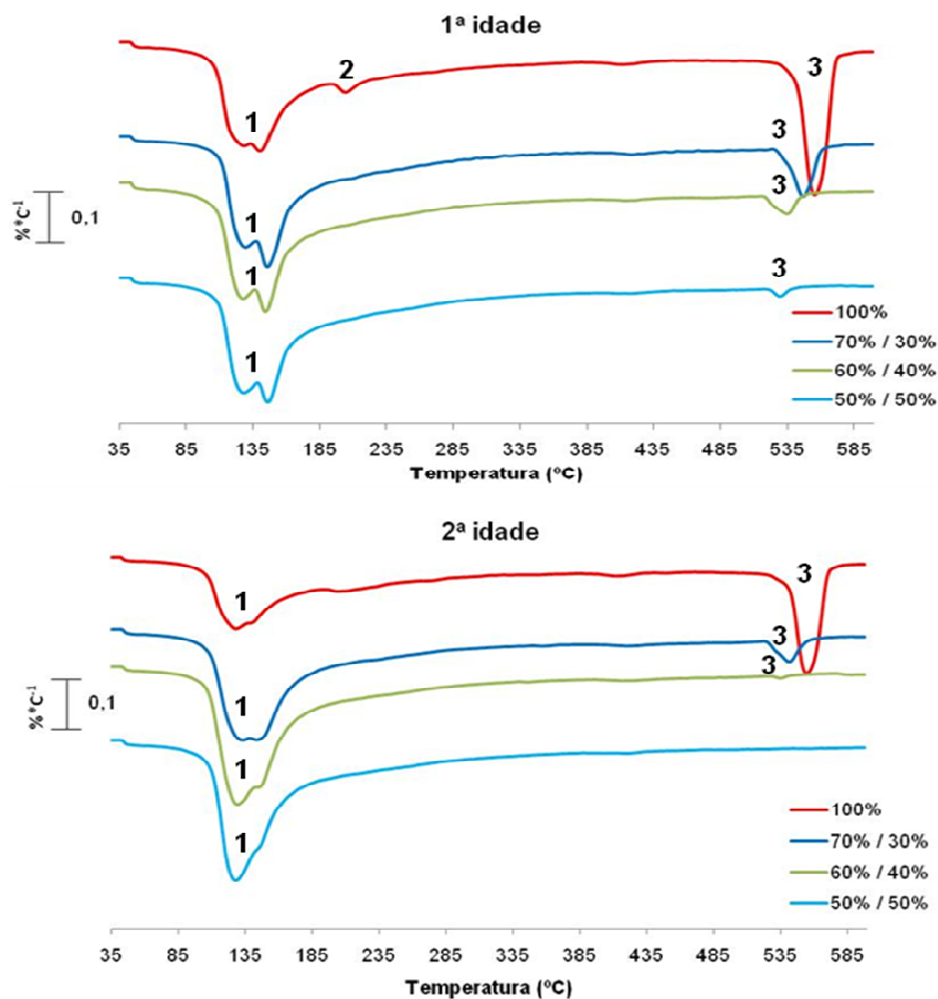
De acordo com Castro (2011), as propriedades de um material à base de cimento estão relacionadas com sua porosidade, a qual depende da densidade de empacotamento das partículas e do grau de hidratação do cimento. Porém as influências de ambos os parâmetros são opostas: para uma distribuição granulométrica mais aberta, a densidade de empacotamento é maior, enquanto o grau de hidratação é menor; para uma distribuição granulométrica mais estreita, a densidade de empacotamento é menor, mas o grau de hidratação é maior, desde que o tamanho das partículas do cimento seja pequeno.

#### **5.6.2.1 Termogravimetria**

Este ensaio foi realizado com o intuito de observar a fixação do hidróxido de cálcio (cal - CH) em pastas cimentícias com adição de pozolana (CCA).

Os produtos hidratados presentes na matriz perdem a água quimicamente combinada em picos característicos, que podem ocorrer nas faixas de temperatura: 100-300°C para o silicato de cálcio hidratado, etringita e aluminato de cálcio hidratado, e; 425-550°C para o hidróxido de cálcio (TAYLOR, 1997). Os valores de perda de massa variaram de acordo com cada curva DTG analisada, que compreendeu o início e o fim da perda de massa.

A Figura 48 mostra as curvas DTG para as pastas produzidas após 28 dias de cura úmida e com 28 dias de envelhecimento em banho térmico (65°C) após período de cura úmida. A indicação de números (1, 2 e 3) próximos às curvas dos gráficos tem como objetivo facilitar a sua discussão.



**Figura 48.** Curvas DTG para as diferentes formulações com substituição parcial do cimento Portland pela CCA para as diferentes idades (aos 28 dias de cura úmida e após o envelhecimento em banho térmico).

Verifica-se que as perdas de massa para as diferentes idades são obtidas sempre a uma mesma temperatura, variando apenas a quantidade de água perdida, visto que quanto menor o pico referente ao CH menor é a sua presença e, conseqüentemente, maior foi a fixação (consumo) da cal pela cinza da casca de arroz.

A partir das curvas DTG das pastas cimentícias, nas duas idades avaliadas, é possível visualizar os picos da seguinte maneira: o pico 1 corresponde à desidratação da etringita (100-180°C), com sobreposição do pico de desidratação do CSH (silicato de cálcio hidratado) e o pico 2 corresponde à desidratação do trissulfoaluminato de cálcio hidratado entre 180-240°C. Finalmente, o pico 3

demonstra a desidroxilação da portlandita (CH) (520-600°C). De acordo com Martínez (2007), é provável a existência de compostos que se desidratem na zona de 240-300°C, mas a perda contínua de massa devido à cal seguramente se sobressai a este processo.

Ao se comparar as curvas dos compósitos controle e com adição de 50% de CCA, após o período de envelhecimento em banho térmico, nota-se que toda a cal do compósito com 50% de CCA foi consumida durante a reação pozolânica.

A Tabela 20 mostra os valores de fixação de CH nas diferentes porcentagens de substituição do cimento pela CCA avaliadas na pesquisa. Os valores de fixação de cal são calculados a partir da curva DTG.

**Tabela 20.** Fixação da cal em função da porcentagem de substituição do cimento pela cinza da casca de arroz e idade das pastas.

Cimento / CCA (%)	Cal fixada (%)*	
	28 dias	Banho térmico
100 / 0 (controle)	-	-
70 / 30	56,4	75,3
60 / 40	79,5	98,6
50 / 50	93,4	100,0

\*Cal fixada tomando como controle a pasta composta por 100% de cimento Portland.

Na Tabela 20, observa-se a influência do teor de substituição do cimento pela CCA no consumo da portlandita. Quanto maior o teor de substituição, maior foi a fixação do hidróxido de cálcio (CH), confirmando a pozolanicidade do material.

Os resultados obtidos pelo ensaio de termogravimetria comprovam que a substituição do cimento Portland pela CCA auxiliou na manutenção da capacidade de reforço da fibra de coco verde na matriz e, conseqüentemente, resultou em melhora no desempenho mecânico, além de proporcionar um compósito menos denso.

## 6 CONCLUSÕES

Os tratamentos propostos nesta pesquisa para melhorar a viabilidade do uso da fibra da casca do coco verde não se mostraram eficientes. Entretanto, o desempenho mecânico obtido na segunda etapa da pesquisa mostrou que esta fibra pode ser muito promissora na produção de fibrocimentos.

A caracterização dos aglomerantes permitiu demonstrar a diferença de reatividade dos cimentos (área superficial de  $0,98\text{m}^2/\text{g}$  para o cimento CP V-ARI e de  $1,74\text{m}^2/\text{g}$  para o cimento CEM I 52,5R), o que pode ter influenciado diretamente o desempenho mecânico dos compósitos.

A adequação da metodologia permitiu aprimorar a produção dos compósitos, pois a diferença de cargas utilizadas na prensagem durante o processo de produção dos compósitos resultou em melhor desempenho mecânico e menor porosidade.

O alto teor de CCA associado ao tipo de cura térmica, que pode ter ajudado na aceleração da reação do cimento com a água, na liberação do CH e na reatividade da CCA.

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que a cinza da casca de arroz utilizada apresenta características adequadas para a utilização como material pozolânico em matrizes de cimento Portland.

A termogravimetria permitiu visualizar o maior consumo de portlandita nas formulações com adição de CCA, o que gera benefícios, tanto pelo menor consumo de clínquer, quanto pela diminuição da alcalinidade da matriz e, conseqüentemente, menor degradação das fibras vegetais utilizadas como reforço.

O aprimoramento de compósitos reforçados com fibras vegetais, como a de coco verde (pouco estudada até o momento no reforço de matrizes cimentícias) com formulações especiais de matriz cimentícia (cimento de alta reatividade e uso de elevada porcentagem de substituição por CCA) e alguns processos específicos (prensagem, cura térmica) contribuíram para o melhor desempenho do compósito obtido. Assim, o desempenho físico-mecânico dos compósitos demonstra que tal material pode ser adequado para uso na forma de painéis delgados.

Outro benefício prático da pesquisa foi dar uma destinação mais eficiente para o rejeito da cadeia do coco verde (fibras das cascas), e, assim, diminuir o impacto ambiental causado pelo seu descarte.

### **6.1 Sugestões para pesquisas futuras**

A fibra de coco verde, que é um rejeito agroindustrial, deve ser mais bem explorada pelo setor construtivo, podendo ser utilizada não somente na produção de fibrocimentos, como também no reforço de matrizes poliméricas.

Outros tratamentos, físicos ou químicos, podem ser utilizados para viabilizar o uso da fibra de coco verde.

Propõe-se que sejam realizados ensaios de durabilidade em longo prazo ou de envelhecimento natural para os compósitos reforçados com fibras vegetais e produzidos pela substituição parcial do cimento Portland pela CCA para garantir sua total efetividade na produção de argamassas e concretos. Alguns dos ensaios que podem ser realizados são: carbonatação, ataques químicos, além dos ciclos de envelhecimento acelerado.

A confirmação da reatividade da CCA a partir da análise de termogravimetria valida a sua utilização em outras pesquisas.

Outro tipo de estudo seria a avaliação dos parâmetros térmicos dos compósitos, o que permitiria uma melhor indicação de uso em instalações zootécnicas.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 3310-1: Peneiras de ensaio – requisitos técnicos e verificação – Parte 1: peneiras de ensaio com tela de tecido metálico. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT - 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: ABNT, 2005, 4 p.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JUNIOR, H.; JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Developments on vegetable fibre-cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. *Cement and Concrete Composites*, v. 27, p. 527-536, 2005.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO Jr., H. Uso de materiais alternativos à base de fibras vegetais na construção civil: Experiência brasileira. In: *Seminário Iberoamericano de Materiales Fibrorreforzados*, 1, y Reunion Proyecto Pip viii.5 CYTED, 3, 1997, Cali. Memorias... Cali: Universidad del Valle. p. 23-40, 1997.

AGOPYAN, V.; JOHN, V. M.; DEROLLE, A. Construindo com fibras vegetais. *A Construção de São Paulo*, n. 2200, abr., p.17-20, 1991.

AGRIFANUAL 2008 - ANUÁRIO DA AGRICULTURA BRASILEIRA, Instituto FNP, Editora AGRA FNP Pesquisas Ltda, São Paulo, 2008.

AÏTCIN, P. C. The durability characteristics of high performance concrete: a review. *Cement e Concrete Composites*, v.25, n.4-5, p.409-420, 2003.

AKERS, S. A. S; STUDINKA, J.B. Ageing behaviour of cellulose fibre cement composites in natural weathering and accelerated tests. *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, v.11, n.2, p.93-97, 1989.

ALMEIDA, A. E. F. S.; TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JUNIOR, H. Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas. *Ambient. constr.* (Online), Porto Alegre, v. 10, n. 4, Dec. 2010 .

TODA FRUTA. Jaboticabal/SP, 2005. Disponível em: <<http://www.todafruta.com.br>>. Acesso em: 23 de março de 2007.

ARAGÃO, W. M. Coco: Pós-Colheita. Série Frutas do Brasil. Brasília: Embrapa. 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for tensile properties of single textile fibers – ASTM D 3822. Philadelphia, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Dry and wet bulk densit, water absorption, and apparent porosity of thin sections of glass-fiber reinforced concrete - ASTM C 948. Philadelphia, 1981.

BARBOSA JÚNIOR, V. Tanino como macromonômero na síntese de polímeros fenólicos visando a preparação de compósitos reforçados com material de origem vegetal. São Carlos, 2007. Dissertação (Mestrado). Instituto de Química, Universidade São Paulo.

BENTUR, A.; MINDESS, S. Fibre Reinforced Cementitious Composites. 2nd ed. London: Taylor & Francis, 2007.

BERALDO, A. L. & VIEIRA, F. F. Argamassa com adição de fibras de sisal. In: V SBTA, Simpósio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas. São Paulo, p.449-454, junho, 2003.

BERALDO, A. L. & VIEIRA, F. F. Ensaio não destrutivo (END) aplicados à argamassa com adição de fibra de sisal. In: III Pan-American Conference for Nondestructive Testing – PANNDT. Rio de Janeiro, p.32-40, June, 2003.

BERALDO, A. L. Généralisation et optimisation de la fabrication d'un composite biomasse végétale-ciment à variations dimensionnelles limitées vis des variations de l'humidité, Thèse de Doctorat. Faculté des Sciences, Nancy, France, 222 p. 1994.

BERGO, P.; SOBRAL, P. J. A.; CARVALHO, R. A.; PRISON, J. M. Physical properties of cassava starch as affected by the plasticizer concentration. Packaging Technology and Science, v. 1, p. 1-2, 2007

BERNARDES JR., A. Classificação de resíduos sólidos industriais. São Paulo: CETESB, 1983.

BISANDA, E. T. N. - The Manufacture of Roofing Panels from Sisal Fiber Reinforced Composites. Journal of Materials Processing Technology, v.38, p.369-380, 1993.

CAETANO, L. F.; GRAEFF, A. G.; GARCEZ, E. O.; BERNARDI, S. T.; SILVA FILHO, L. C. P. Compósito de matriz cimentícia reforçada com fibras. In: *II Seminário de Patologia das Edificações*. Porto Alegre - RS. Anais... Porto Alegre, 2004.

CALDAS, A. S. Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose. 2002. 128p. Dissertação (Mestrado, POLI - USP). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2002.

CALDAS, A. S.; MELO, A. A.; JOHN, V. M.; PIRES SOBRINHO, C. W. A. Tecnologias alternativas para habitação: o uso de cinzas residuais para produção de novos materiais e componentes construtivos. IV Congresso Internacional de Gestão da Qualidade na Construção Civil. GEQUACIL/POLI, Recife-PE, 2000.

CARRIJO, O. A; LIZ, R. S.; MAKISHIMA, N. Fibra da casca do coco verde como substrato agrícola. Horticultura Brasileira, Brasília - DF , v. 20, n. 4, p. 533-535, 2002.

CASTRO, A. L. de; LIBORIO, J. B. L.; PANDOLFELLI, V. C. A influência do tipo de cimento no desempenho de concretos avançados formulados a partir do método de dosagem computacional. *Cerâmica* [online]. vol.57, n.341, pp. 10-21, 2011.

CINCOTTO, M. A.; KAUPATEZ, R. M. Z. Seleção de materiais quanto à atividade pozolânica. In: *Coletânea de trabalhos da divisão de edificações do IPT*. São Paulo. Anais... São Paulo: PINI, 1990.

COUTTS, R. S. P. A review of Australian research into natural fibre cement composites. *Cement and Concrete Composites*, v. 27, p. 518-526, 2005.

COUTTS, R. S. P. From forest to factory to fabrication. In: *International Symposium on fibre reinforced cement and concrete*, 4. E e FN Spon, London, 1992.

COUTTS, R. S. P. High yield wood pulps as reinforcement for cement products. *Appita*, v. 39, n. 1, 1986.

CUENCA, M. A. G. Importância econômica do coqueiro. In: FERREIRA, J. M. S.; WARWICK, D. R. N.; SIQUEIRA, L. A. (Ed.). *A cultura do coqueiro no Brasil*. 2. ed. Aracaju: Embrapa-SPI, p. 17-56, 1998.

CUENCA, M. A. G; RESENDE, J. M.; SAGGIN JUNIOR, O. J.; REIS, C. dos S. Mercado brasileiro do coco: situação atual e perspectivas. In: ARAGÃO, W. M. (Ed.). *Coco pós-colheita*. Brasília: EMBRAPA, 2002. p. 11-18. (Série Frutas do Brasil, 29).

DIAS, C. M. R. Efeitos do envelhecimento na microestrutura e no comportamento mecânico dos fibrocimentos. 125 p. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

DI CAMPOS, M. S. Aproveitamento das cinzas da queima da cama sobreposta de suínos para substituição parcial do cimento Portland. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga. 129 p. 2005.

EUSEBIO, D. A.; CABANGON, R. J.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. The manufacture of wood fibre reinforced cement composites from *Eucalyptus pellita* and *Acacia mangium* chemithermomechanical pulp. In: *IV Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*. Proceedings . Bogor, Bogor Agricultural University, p. 428 – 436, 1998.

FAO. Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação FOOD AGRICULTURAL ORGANIZATION. Coco. Disponível em: <[www.faofast.org.br](http://www.faofast.org.br)>. Acesso em: janeiro de 2011.

FORUNO, T.; UEHARA, T.; JODAI, S. Combinations of wood and silicate. I. impregnation by water glass and applications of aluminum sulfate and calcium chloride as reactants. *Mokuzai Gakkashi*, Japan, v.37, n.5, p.462-72, 1991.

GIANNASI, F.; THÉBAUD-MONY, A. Occupation exposures to asbestos in Brazil. *International Journal of Occupational and Environmental Health*, Philadelphia, v.3, n.2, p. 150-7, 1997.

GOLDMAN, A.; BENTUR, A. The influence of microfillers on enhancement of concrete strength. *Cement and Concrete Research*. v.23, p.962-972, USA, 1993.

GOLDSTEIN, I. S.; DREHER, W. A. Stable Furfuryl Alcohol Impregnating Solutions. *Industrial and Engineering Chemistry*, v.52, n.1, p.57-58, 1960.

GRAM, H. E. Durability of natural fibres in concrete. Stockholm, 255p. 1983.

GRIFFIN, M. S. Utilización de materias primas vegetales para la producción de materiales de construcción: análisis crítico. Caracas, 11p. Trabajo Especial (Agregado) - Facultad de Arquitectura y Urbanismo, Universidad Central de Venezuela. 1994.

GUIMARÃES, S. S. Vegetable fiber-cement composites. In: *International Symposium on Vegetable Plants and Their Fibers as Building Materials*, 2, 1990, Salvador. Proceedings London: Chapman and Hall, p. 98-107, 1990.

HAGENSON, C. L. DORAISWAMY L. K. Comparison of the effects of ultrasound and mechanical agitation on a reacting solid-liquid system. *Chemical Engineering Science*, Great Britain, vol. 53, n. 1, p. 131-148, 1998.

HEINRICKS, H. et al. Global review of technologies and markets for building materials. In: *Inorganic-bonded wood and fiber composite materials*, Proceedings. Moscow, University of Idaho, 2000.

HIGGINS, H. G. Papers physics in Australia. CSIRO Division of forestry and forest products, Melbourne, 1996.

HOUSTON, D. F. Rice Hulls, Rice Chemistry and Technology. American Association of Cereal Chemistry, Minnesota, p. 301-352, 1972.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Coco. 2006. Disponível em: <<http://www.ibge.gov.br>>. Acesso em: 10 de maio de 2009.

IKAY, S.; REICHERT, J. R.; RODRIGUES, A. V.; ZAMPIERI, V. A. Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibres in air-cured Hatschek process. *Construction and Building Materials*, v. 24, n. 2, p. 171-180, 2010.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - ISO 9933 - Produtos em cimento reforçado por fios - Telhas onduladas ou nervuradas longas e seus acessórios para coberturas e revestimentos, 1995.

INTERNATIONAL RICE RESEARCH INSTITUTE. IRRI World Rice Statistics (WRS). Disponível em: [http://beta.irri.org/solutions/index.php?option=com\\_content&task=view&id=250](http://beta.irri.org/solutions/index.php?option=com_content&task=view&id=250) Acesso em: 20 de fevereiro de 2010.

JOHN, V. M.; ZORDAN, S. E. Research & development methodology for recycling residues as building materials – a proposal. *Waste Management*, v.21, p.213-9, 2001.

JONH, V. M. Reciclagem de resíduos na construção civil: contribuição à metodologia de pesquisa e desenvolvimento. Tese (Livre docência). EPUSP, São Paulo, 2000.

JOHN, V. M. Panorama sobre a reciclagem de resíduos na construção civil. In: Desenvolvimento sustentável e a reciclagem na construção civil. Anais. IBRACON, São Paulo, 1999.

JOHN, V. M.; AGOPYAN, V.; PRADO, T. A. Durabilidade de compósitos de cimentos e fibras naturais. In: Anais...Workshop Durabilidade das Construções. São Leopoldo: Unisinos, 1997.

JOHN, V. M. Pesquisa e desenvolvimento de mercado para resíduos. In: Workshop: Reciclagem de resíduos como materiais de construção civil. Anais. São Paulo, 1996.

KAWABATA, C. Y. Aproveitamento de cinzas da queima de resíduos agroindustriais na produção de compósitos fibrosos e concreto leve para a construção rural. 2008. 165p. Tese (Doutorado, FZEA- USP). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga. 2008.

KAWABATA, C. Y. Desempenho térmico de diferentes tipos de telhados em bezerreiros individuais. 2003. 94p. Dissertação (Mestrado, FZEA- USP). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga. 2003.

LUDWIG, V. S. A Agroindústria Processadora de Arroz: Um Estudo das Principais Características Organizacionais E Estratégicas das Empresas Líderes Gaúchas. 2004, 132f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Centro de Estudos e Pesquisas Em Agronegócios – CEPAN, Porto Alegre, 2004.

MacVICAR, R.; MATUANA, L. M.; BALATINECZ, J. J. Aging mechanisms in cellulose fiber reinforced cement composites. *Cement and Concrete Composites*, v. 21, p. 189-196, 1999.

MAGALHÃES, W. L. E.; SILVA, R. R. Treatment of Caribbean Pine by In Situ Polymerization of Styrene and furfuryl Alcohol. *Journal of Applied Polymer Science*, v.91, p.1763-1769, 2004.

MAGALHÃES, W. L. E.; SILVA, R. R.; SOUZA, M. F. Repelência a água e estabilização dimensional em pinus. In: VIII Encontro Brasileiro em Madeiras e em Estruturas de Madeira. Uberlândia, Brasil, 2002.

MANO, E. B.; BONELLI, C. M. C.; Suarez, J. C. M.; ELZUBAIR, A. Comportamento térmico, mecânico e morfológico de compósitos de polietileno de alta densidade reciclado com fibra de piaçava. *Polímeros - Ciência e Tecnologia*, São Carlos, SP, v. 15, n. 4, p. 256-260, 2005.

MARTINEZ, L. S. Nuevas aportaciones en el desarrollo de materiales cementantes con residuo de Catalizador de Craqueo Catalítico Usado (FCC). Tesis (Doctorado). Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia. p. 384, 2007.

MARTINS, C. R.; JESUS Jr., L. A. Evolução da produção de coco no Brasil e o comércio internacional: panorama 2010. Aracaju: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2011. Disponível em: [http://www.cpatc.embrapa.br/publicacoes\\_2011/doc\\_164.pdf](http://www.cpatc.embrapa.br/publicacoes_2011/doc_164.pdf). Acesso em: fevereiro de 2011.

MARTINS, M. L.; FERREIRA, A. A.; DAL MOLIN, D. C. C. Durabilidade de concreto com cinza de casca de arroz – atenção especial ao ensaio de absorção de água por capilaridade. In: *International Conference Sustainable Construction Into The Next Millennium: Environmentally Friendly And Innovative Cement Based Materials*, 2000, João Pessoa. Proceedings..., Universidade Federal da Paraíba/The University of Sheffield: João Pessoa - PB, p. 767-780, 2000.

MESA VALENCIANO, M. C. Durabilidade de compósitos cimentícios com materiais lignocelulósicos. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia Agrícola. Universidade Estadual de Campinas. Campinas – SP. 2004.

MEHTA, P.K. Rice husk ash: a unique supplementary cementing material. *Advances in Concrete Technology*, Ottawa, v.2, n.5, p.407-431, 1992.

MOTTA, L. A. C. Melhoria do desempenho de fibras de coco e sisal para reforço de matrizes cimentícias através de tratamento termomecânico e impregnação de resinas. Tese (Doutorado). 133 p. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2005.

MOUGEL, E.; BERALDO, A. L.; ZOULLIAN, A. Compósito Madeira-cimento, XXIII Congresso Brasileiro de Engenharia Agrícola. Campinas/SP. 23 p. 1994.

ODA, G. A. Estudo da atividade pozolânica da sílica da casca de arroz em matrizes de cimento Portland. Dissertação (Mestrado). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos. p.115, 2003.

OLIVEIRA, I. R.; Studart, A. R.; Pileggi, R. G.; Pandolfelli, V. C. Dispersão e empacotamento de partículas – princípios e aplicações em processamento cerâmico. Fazendo Arte Editorial, São Paulo, 2000.

OLIVEIRA, M. J. E. A influência dos tratamentos simples para as fibras de malva empregadas em reforço de argamassas de cimento *Portland*. 1989. 170p. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989.

PAYÁ, J. et al. (2001). Determination of amorphous silica in rice husk ash by a rapid analytical method. *Cement and Concrete Research*. vol.31, p. 227-231, 2001.

PASSOS, P. R. A. Destinação Sustentável de Cascas de Coco Verde (Cocos nucifera): Obtenção de Telhas e Chapas de Partículas. 2005. 186p. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2005.

PIMENTEL, L. L.; BERARDO, A. L.; SAVASTANO JUNIOR, H. Durability of cellulose-cement composites modified by polymer. Engenharia Agrícola, Jaboticabal, v. 26, n. 2, 2006.

POUEY, M. T.; DAL MOLIN, D. Estudo comparativo da resistência à compressão de concretos com adição de cinza de casca de arroz de diferentes composições morfológicas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 44, 200, Belo Horizonte – MG. Anais... Belo Horizonte: CBC, p. 234-239, 2002.

PRUDÊNCIO JÚNIOR, L. R.; SANTOS, S.; DAFICO, D. A. Cinza da casca de arroz. In: ROCHA, J. C.; JOHN, V. M. Utilização de resíduos na construção habitacional. Coletânea HABITARE. Porto Alegre. v.4, cap.8, p.241-261, 2003.

RASHWAN, M.S.; HATZINIKOLAS, M.; ZMAVC, R. *Development of a lightweight, low-cost concrete block using wood residue. For. Prod. Journal*, 42, p. 57- 64, 1992.

RILEM TECHNICAL COMMITTEE – TRF- Testing methods for fibre reinforced cement-based composites – 49, 1984.

RIPARDO, S. Coco muda a paisagem do interior. Folha de São Paulo, São Paulo, 2000. Disponível em: <<http://www.uol.com.br/fsp/agrofolha.htm>>. Acesso em: 23 de março de 2008.

ROCHA, E. C. & GHELER Jr., J. “Aproveitamento de resíduos gerados na aglomeração de fibra de coco com látex natural”. Matéria Técnica SENAI. Rio de Janeiro, 2000.

ROMA JÚNIOR, L. C. Cobertura de fibrocimento e sistemas de climatização: influência no desempenho de vitelos mestiços e da raça holandesa. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 83p. 2004.

ROSA, M. F.; ABREU, F. A. P. de. Processos conservacionais de conservação de água-de-coco. In: ARAGÃO, W. M. (Ed.). Coco pós-colheita. Brasília: EMBRAPA, 2002. p. 42-53. (Série Frutas do Brasil, 29).

ROSA, M. F. et al. Caracterização do pó da casca de coco verde usado como substrato agrícola. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, p. 6 (Comunicado Técnico, 54), 2001.

ROSA, M. F. Alternativas para o uso da casca do coco verde. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 1998.

ROWELL, R. M. Agro-fiber based composites: exploring the limits. In: 18th International Symposium on Materials Science: Polymeric Composites – Expanding the limits, Proceedings. Editors: S.I. Andersen, P. Brøndsted, H. Lilholt, Aa. Lystrup,

J.T. Rheinländer, B.F. Sørensen and H. Toftegaard. Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark, p 127-133, 1997.

SANTOS, F. P. Meio Ambiente e Poluição. Jus navigandi. Teresina. Ano 08. nº 201. Jan 2004. Disponível em: <[http://www.ecolnews.com.br/artigo\\_01:htm-69k](http://www.ecolnews.com.br/artigo_01:htm-69k)> Acesso em: março de 2009.

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

SARMIENTO, C. R. Argamassa de cimento reforçada com fibras de bagaço de cana-de-açúcar e sua utilização como material de construção. 1996. 120p. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 1996.

SARTOR, V.; BAÊTA, F. C.; TINÔCO, I. F. F. Efeito de modificações ambientais de verão nos índices de conforto térmico, em maternidades de suínos. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Agrícola, 29, 2000, Fortaleza/CE. Anais... Fortaleza: SBEA, 2000.

SAVASTANO JUNIOR, H.; JOHN, V. M.; FERREIRA, O. P. Weathering of vegetable fibre-clinker free cement composites. Materials and structures. RILEM, v. 35, p. 64-68, 2004.

SAVASTANO JUNIOR, H.; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Potential of alternative fibre cements as building materials for developing areas. Cement & Concrete Composites, v.25, p. 585-592, 2003.

SAVASTANO JUNIOR, H. Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo. 144 f. Tese (Livro-Docência em Materiais e Componentes de Construção). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

SAVASTANO JUNIOR, H.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. Low-cost matrices for cellulose cement materials. In: Symposium on Construction & Environment: Theory into Practice, 2000, São Paulo. Anais... São Paulo: Global Seven, p.1-10, 2000.

SAVASTANO JUNIOR, H.; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Brazilian waste fibre as reinforcement for cement based composites. Cement and Concrete Composites, v. 22, n. 5, p. 379-384, 2000.

SAVASTANO JUNIOR, H.; SOUSA, F. A.; AGOPYAN, V. Materiais reforçados com fibras – correlação entre a zona de transição fibras-matriz e as propriedades mecânicas. IPT, Boletim 67, 58p. 1994.

SCRIVENER, K. L. The microstructures of concrete. In: SKALNY, J. Materials science of concrete. U.S.A.: The American Ceramic Society, Inc., p.127-161, 1989.



SENHORAS, E. M. Estratégias de uma Agenda para A Cadeia Agroindustrial do Coco: Transformando a Ameaça dos Resíduos em Oportunidades Eco-Eficientes. Monografia. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Economia, Campinas, 2003.

SENSALE, G. R. B. Estudo comparativo entre as propriedades mecânicas dos concretos de alta resistência e convencionais com cinza de casca de arroz. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2000.

SILVA, A. C.; JOHN, V. M. Compósitos reforçados com fibras de celulose (CRFC): aspectos relativos à durabilidade – São Paulo: EPUSP, 2003. 14 p. – (Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Construção Civil, BT/PCC/342), 2003.

SILVA, A. C. Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo, Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Civil. p. 145, 2002.

SILVA, D. J.; QUEIROZ, A. C. Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos. 3 ed., 235p. Editora UFV. Viçosa - MG, 2002.

SILVEIRA, M. S. Aproveitamento das cascas de coco verde para Produção de briquete em Salvador – BA. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia. Salvador. p. 164, 2008.

SOARES, R. N.; SILVA, A. C.; PINHEIRO, J. C. Tijolos de terra crua estabilizados com fibras de coco verde: alternativa para habitação de interesse social. XLVI Congresso da Sociedade Brasileira de Economia, Administração e Sociologia Rural. Anais. Rio Branco/Acre. 2008.

SOMBOON, P.; KANG, T.; PAULAPURO, H. Disrupting the wall structure of high-freeness TMP pulp fibres and its effect on the energy required in the subsequent refining. Pulp and Paper Canada, v. 108, n. 10, p. 30-34, 2007.

SOROUSHIAN, P.; SHAH, Z.; WON, J. P. Optimization of wastepaper fiber–cement composites. ACI Materials Journal, v. 92, n. 1, p. 82-92, 1995.

SOROUSHIAN, P.; MARIKUNTE, S.; WON, J. P. Statistical evaluation of the physical properties of wood fiber-cement composites. In: Balagaru, P. ACI SP-146 Thin reinforced concrete products and systems. Farmington Hills: American Concrete Institute, p. 131-138, 1994.

SOUZA, M. F. S.; OZAKI, S. K.; DIAS, F. T. Proteção da madeira de *Pinus*: tratamento pelo álcool furfurílico. In 1º Congresso Brasileiro de Industrialização da Madeira e Produtos de Base Florestal. Paraná, Brasil, março de 2004.

STROMDAHL, K. Water Sorption in Wood and Plant Fibres. 151p. Tese (Doutorado) – Technical University of Denmark, 2000.

SUSLICK, K. S.; FLANNIGAN, D. J.; HOPKINS, S. D. Sonochemistry and sonoluminescence in ionic liquids, molten salts and concentrated electrolyte solutions. *Journal of Organometallic Chemistry*. Vol. 690, p. 3513-3517, 2005.

SWAMY, R. N. Vegetable fiber reinforced cement composites – a false dream or a potential reality? International Symposium on vegetable plants and their fibers as building materials, 2, Salvador. London, Chapman and Hall, 1990.

TAYLOR, H. F. W. *Cement Chemistry*. Academic Press Ltd, London, 1997.

TEZUKA, Y. *Concreto Armado com Fibras*. Associação Brasileira de Cimento Portland, 2 ed. 28 p. (ET-94). CDD 691.3159. São Paulo, 1999.

TIBONI, R. A utilização da cinza da casca de arroz de termoeletrica como componente do aglomerante de compósitos à base de cimento *Portland*. Dissertação (Mestrado). Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. 196 p. 2007.

THWE, M. M., LIAO, K. "Environmental effects on bamboo-glass / polypropylene hybrid composites". *Journal of Materials Science*, v. 38, pp. 363-376, 2003.

TOLÊDO FILHO, R. D. GHAVAMI, K; ENGLAND, G. L.; SCRIVENER, K. Development of vegetable fiber-mortar composites of improved durability. *Cement & Concrete Composites*, v. 25, n. 2, p. 185-196, 2003.

TOLÊDO FILHO, R. D. *Materiais compósitos reforçados com fibras naturais: caracterização experimental*. 1997. 472p. Tese (Doutorado). Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro, 1997.

TONOLI, G. H. D. *Fibras curtas de Eucalipto para novas tecnologias em fibrocimento*. 2009. 150p. Tese (Doutorado). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

TONOLI, G. H. D.; JOAQUIM, A.P; ARSÈNE, M.; BILBA, K.; SAVASTANO JR., H. Performance and Durability of Cement Based Composites Reinforced with Refined Sisal Pulp. *Materials and Manufacturing Processes*, v. 22, p. 149–156, 2007.

TONOLI, G. H. D. Aspectos produtivos e análise do desempenho do fibrocimento sem amianto no desenvolvimento de tecnologia para telhas onduladas. 2006. 129p. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2006.

VAN VLACK, L. H. *Princípios de ciência dos materiais*. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1970.

ZHANG, M.; MALHOTRA, V. M. High-Performance Concrete Incorporating Rice Husk Ash as a Supplementary Cementing Material. *ACI Materials Journal*., v.6, 34 – 40, 1996.

WATHÉN, R. Studies on fiber strength and its effect on paper properties. 2006. 97 f. Thesis (PhD of Science in Technology) – Department of Forest Products Technology, Helsinki University of Technology, Espoo, Finland. 2006.

## 8 APÊNDICE

Metodologia e materiais empregados na análise bromatológica

### **Matéria seca (MS)**

A determinação da matéria seca a 105°C é também chamada de secagem definitiva. Essa técnica é utilizada para amostras que já passaram pelo processo de pré-secagem ou que apresentem um teor superior a 80% de matéria seca. Por exemplo, rações fareladas, grãos de cereais e fibras.

#### *Equipamentos e materiais*

Moinho;  
Balança analítica;  
Estufa a 105°C;  
Dissecador;  
Cadinho de porcelana, e;  
Pinça.

#### *Procedimento*

- a) Pesou-se um cadinho de porcelana, previamente seco em estufa a 105°C e seu peso foi anotado;
- b) Pesou-se no cadinho, aproximadamente, 2 g de amostra;
- c) O cadinho com a amostra foi levado à estufa a 105°C por, no mínimo, 4 h;
- d) Esfriou-se em dissecador, e;
- e) Pesou-se o cadinho com a amostra seca (peso anotado).

#### *Cálculo*

$$\%MS = \frac{(\text{peso cadinho com amostra seca} - \text{peso cadinho vazio}) \times 100}{\text{Peso da amostra (g)}} \quad (1)$$

## **Fibra bruta (FB)**

Denomina-se fibra bruta a parte dos carboidratos (celulose e lignina insolúvel) que resiste ao tratamento com ácido e base.

A amostra foi submetida a duas digestões, ácida e básica, durante 30 min. (cada digestão) (Silva & Queiroz, 2002). O resíduo orgânico foi recebido em cadinho de vidro e, por diferença de pesagens (antes e após a queima do resíduo na mufla), calculou-se a fibra bruta.

### *Equipamentos e materiais*

- a) Aparelho de Sebelin;
- b) Estufa a 105°C;
- c) Mufla;
- d) Balança analítica;
- e) Bomba de vácuo;
- f) Becker de 600 mL;
- g) Cadinho de vidro, e;
- h) Funil de Büchner.

### *Reagentes*

- a) Hidróxido de sódio a 1,25% (NaOH)
- b) Ácido sulfúrico a 1,25% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

### *Procedimento*

- a) Foi pesado 1 g de amostra, previamente desengordurada, e transportada para becker (600 mL de capacidade);
- b) A amostra foi coberta com 100 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,25% e levada ao aparelho de Sebelin por 30 min. (marcar o tempo após o início da ebulição);
- d) Filtrou-se em funil de Büchner a vácuo, lavando a amostra com água destilada aquecida até reação neutra;
- f) O resíduo voltou ao Becker, onde foram adicionados 100 mL de NaOH a 1,25%;

- g) A amostra voltou ao aparelho de Sebelin por mais 30 min (marcar o tempo após o início da ebulição);
- h) A amostra foi filtrada direto no cadinho de vidro e lavada com água destilada aquecida até reação neutra;
- j) O cadinho de vidro ficou na estufa a 105°C por 4 h e, foi transferido para dissecador para esfriar;
- l) Foi realizada a pesagem do cadinho (B) e levado para a mufla (550°C) por 4 h, e;
- m) Após esfriar no dissecador, o cadinho voltou a ser pesado (A).

### *Cálculo*

Para conhecer a quantidade (g) da fibra bruta existente na amostra, foi subtraído o peso (A) do peso obtido após a secagem em estufa (B). Assim, em (A) tem-se as cinzas e em (B) tem-se as cinzas + a fibra bruta.

Através da regra de três simples, calcula-se a porcentagem de fibra bruta na amostra:

$$\begin{array}{rcl}
 \text{Peso da MS (g)} & \dots\dots\dots & \text{Fibra Bruta (g)} \quad (2) \\
 100 & \dots\dots\dots & x \\
 & & x = \% \text{ de fibra bruta}
 \end{array}$$

### **Fibra em detergente ácido (FDA)**

A FDA é a porção mais resistente da parede celular das plantas. É constituída, na sua quase totalidade, de lignocelulose, ou seja, lignina e celulose (Silva & Queiroz, 2002). Assim, a solução detergente ácida dissolve o conteúdo celular, hemicelulose e minerais solúveis, deixando um resíduo fibroso constituído de celulose, lignina e minerais insolúveis.

### *Reagentes*

- a) Brometo cetil trimetilamônio (CTAB) – C<sub>19</sub>H<sub>42</sub>BrN
- b) Ácido sulfúrico p.a. – H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

### *Procedimento*

- Foi pesado um cadinho de vidro (peso anotado);
- Foram pesadas 0,35 g da amostra pré-seca e moída em tubo de ensaio de 100 mL, onde foram adicionados 35 mL de solução detergente ácido;
- O tubo foi agitado cuidadosamente e levado ao bloco digestor a 100°C, colocando na boca de cada tubo uma bola de gude para evitar a perda por evaporação;
- Passados 60 min. de fervura, a amostra foi filtrada ainda quente;
- Os cadinhos foram pesados após terem permanecido em estufa a 105°C, por 12 h;
- A amostra foi filtrada com o auxílio da bomba de vácuo, lavando três vezes com água quente e duas vezes com acetona (30 – 40 mL);
- Após as lavagens, o cadinho com a amostra ficou em estufa a 105°C, por 12 h, e foi pesado quando frio (peso do cadinho + FDA).

### *Cálculo*

$$\% \text{ FDA} = \frac{((\text{peso cadinho (g)} + \text{FDA}) - (\text{peso cadinho vazio (g)}) \times 100)}{\text{Peso da amostra (g)}} \quad (3)$$

### **Lignina ácida (Liq. ác.)**

A determinação da lignina se dá a partir da fibra em detergente ácido (FDA) (item 4.2.1.3), que é composta de lignina, celulose e sílica (cinza insolúvel). Assim, para a determinação da lignina, a amostra passou por digestão com ácido sulfúrico, e seguiu-se o procedimento descrito a abaixo.

### *Reagentes*

- Ácido sulfúrico a 72% (671,2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em 1000 mL de água destilada);
- Cadinhos de vidro, e;
- Bastão de vidro.

### *Procedimento*

- a) A amostra foi preparada conforme a técnica já descrita para FDA;
- b) A amostra no cadinho foi coberta com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 72%, misturada com bastão de vidro e repousou por 1 h.
- c) Após o tempo determinado, o ácido foi filtrado em bomba de vácuo;
- d) Novamente a amostra foi coberta com ácido e aguardou-se mais 1 h (repetiu-se a operação três vezes);
- e) O cadinho foi lavado com água quente em bomba de vácuo até a neutralização e seco em estufa a 105°C;
- f) Após esfriar, o cadinho foi pesado, e;
- g) Levado para a mufla a 450°C por 3 h com posterior pesagem.

#### *Cálculo*

$$\text{Lig. ác. (\%)} = \frac{(\text{Compostos resultantes da FDA} \times 100)}{\text{Peso da amostra (g)}} \quad (4)$$

#### **Matéria mineral (MM)**

Cinza ou resíduo mineral é o produto obtido após o aquecimento da amostra, à temperatura de 500 a 600°C, ou seja, até a combustão total da matéria orgânica, que ocorre, aproximadamente, após 4 h. A determinação das cinzas fornece indicação da riqueza da amostra em elementos minerais, como: cálcio, fósforo, sódio e potássio.

#### *Equipamentos e materiais*

- a) Mufla;
- b) Balança analítica;
- c) Dissecador;
- d) Cadinho de porcelana, e;
- e) Pinça.

#### *Procedimento*



Pesou-se um cadinho de porcelana, previamente seco em estufa a 105°C (anotou-se o peso);

Pesou-se, aproximadamente, 2 g da amostra;

Levou-se à mufla a 550°C por 4 h;

Após esfriar em dessecador, o cadinho com as cinzas foi pesado.

#### *Cálculo*

$$\% \text{ MM} = \frac{(\text{peso cadinho} + \text{cinzas} - \text{peso cadinho vazio}) \times 100}{\text{Peso da amostra (g)}} \quad (5)$$