



TAMIRES GALVÃO TAVARES PEREIRA

**EFEITO DA CARBONATAÇÃO ACELERADA EM
COMPÓSITOS DE FIBROCIMENTO EXTRUDADOS COM
RESÍDUO DE QUARTZITO E FIBRAS DE COCO**

LAVRAS-MG

2021

TAMIRES GALVÃO TAVARES PEREIRA

**EFEITO DA CARBONATAÇÃO ACELERADA EM COMPÓSITOS DE
FIBROCIMENTO EXTRUDADOS COM RESÍDUO DE QUARTZITO E FIBRAS DE
COCO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, linha de pesquisa em Compósitos Lignocelulósicos para a obtenção do título de Doutor.

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes (UFLA) –Brasil
Orientador

Prof.^a Dra. Camila Soares Fonseca (UFLA) – Brasil
Coorientadora

**LAVRAS - MG
2021**

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

Pereira, Tamires Galvão Tavares.

Efeito da carbonatação acelerada em compósitos de fibrocimento extrudados com resíduo de quartzito e fibras de coco / Tamires Galvão Tavares Pereira. - 2021.

86 p.

Orientador(a): Lourival Marin Mendes.

Coorientador(a): Camila Soares Fonseca.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2021.

Bibliografia.

1. Material não convencional. 2. Extrusão. 3. Métodos de cura.
I. Mendes, Lourival Marin. II. Fonseca, Camila Soares. III. Título.

TAMIRES GALVÃO TAVARES PEREIRA

**COCONUT FIBERS AND QUARTZITE WASTES FOR FIBER-CEMENT
PRODUCTION BY EXTRUSION**

**EFEITO DO TEMPO DE CARBONATAÇÃO EM COMPÓSITOS DE
FIBROCIMENTO EXTRUDADOS COM DIFERENTES PORCENTAGENS DE
RESÍDUO DE QUARTZITO E FIBRAS DE COCO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, linha de pesquisa em Compósitos Lignocelulósicos para a obtenção do título de Doutor.

APROVADO 18 de fevereiro de 2021

Dr. Lourival Marin Mendes	UFLA
Dra. Camila Soares Fonseca	UFLA
Dr. José Benedito Guimarães Junior	UFLA
Dra. Lina Bufalino	UFRA
Dra. Andréa Aparecida Ribeiro Corrêa	UFLA

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes

Orientador

**LAVRAS-MG
2021**

AGRADECIMENTOS

Treze anos se passaram desde o dia que escolhi cursar Engenharia Florestal nesta instituição. Minha trajetória profissional não seguiu exatamente conforme eu tinha trilhado minuciosamente aos 18 anos. Hoje me vejo concluindo um doutorado que sequer foi cogitado em minhas ideias e planejamentos. E que bom que as coisas não estão no nosso controle. Durante o percurso me descobri professora, pesquisadora e empreendedora. Soube aproveitar cada oportunidade oferecida pelo universo.

Agradeço a Deus pelos desafios colocados no percurso, não foram poucos, mas para cada um deles também foi enviado um anjo para superá-los.

Minha vida sempre foi pautada em exemplos, e tive a graça de ter os melhores perto de mim. Gratidão eterna a minha mãe Anicler por compreender meu jeito, meu tempo e acreditar nas minhas potencialidades e habilidades.

Ao amigo e companheiro de vida Rodrigo, minha maior referência de liderança e inteligência emocional.

Minha irmã Anirene que sempre foi meu espelho de vida acadêmica e disciplina.

Literalmente descobri que quem tem amigo tem tudo. Tony, Mario, Danillo, Isabele, Douglas, Arley e Farrapo, cada um do seu modo, tem um lugar muito especial na minha vida e nesta realização.

Professor José Benedito, com sua alegria, bom coração e profissionalismo sempre disposto a me ajudar no que fosse necessário.

Gratidão aos professores Mario, Andréa e Lina que prontamente aceitaram agregar a este estudo, para que possamos colher bons frutos.

Professor Gustavo Tonoli, gratidão por me tornar uma profissional com um olhar mais crítico e disposta a dar meu melhor sempre.

Coorientadora e amiga Camila Fonseca, exemplo de determinação na minha vida.

Meu orientador, professor, pai, conselheiro e amigo Lourival peço por você todos os dias, porque quando não conseguimos retribuir a altura nosso sentimento de gratidão, pedimos para que Deus o faça.

RESUMO

O Brasil é reconhecido mundialmente pela produção e comercialização de rochas ornamentais com uma participação de 5,6% no mercado internacional de rochas, chegando a produzir 9,2 milhões de toneladas em 2019. No entanto, o beneficiamento de rochas ornamentais gera anualmente cerca de 3.260.000 toneladas de resíduos no Brasil, ocasionando sérios impactos ambientais. Nesse sentido, o presente estudo teve por objetivo avaliar a incorporação de diferentes porcentagens de resíduo de quartzito (0, 25, 50, 75 e 100%) na qualidade de fibrocimento extrudado e reforçado com fibra de coco, bem como, analisar o impacto da exposição a diferentes tempos de carbonatação acelerada nas propriedades físicas e mecânicas do compósito. Para a produção dos fibrocimentos foram utilizados cimento Portland CPV-ARI, calcário agrícola, 2% (em massa) de fibras de *Cocos nucifera*, além dos aditivos Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéster carboxílico (ADVA). A relação água/cimento (em massa) foi de aproximadamente 0,40. Os corpos de prova foram confeccionados pelo processo de extrusão e permaneceram 28 dias em processo de cura em ambiente saturado. A adição de resíduo de quartzito aumentou os valores da densidade aparente (DA) e porosidade aparente (PA), levando a uma menor absorção de água (AA) do compósito para todos os tratamentos estudados. Como consequência, houve um incremento positivo nas propriedades mecânicas módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP) e tenacidade. Em um segundo momento, foi realizado um novo processo de extrusão somente com fibrocimento composto por 100% de quartzito, os quais foram submetidos ao processo de carbonatação acelerada (0, 6, 12 e 24h). Não houve diferença estatisticamente significativa na densidade aparente dos compósitos expostos a diferentes tempos de carbonatação, no entanto, porosidade aparente diminuiu em até 6% em 12 horas de exposição. A absorção de água reduziu 8,74% em 6 horas de carbonatação. Em relação ao módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE) e limite de proporcionalidade (LOP), não foi observada diferença estatística entre os compósitos não carbonatados (controle) e os que passaram pela carbonatação acelerada em diferentes tempos. Houve um incremento da tenacidade de 2,18 KJ/m² (testemunha) a 3,69 KJ/m² dos fibrocimentos expostos a 12 horas de carbonatação. Ou seja, foi observado um aumento de 69,26%. Em conclusão, este estudo demonstrou que a utilização de resíduos de quartzito e fibras de coco na produção de fibrocimento, bem como a carbonatação acelerada têm grande potencial para confecção de compósitos mais leves, resistentes e sustentáveis.

Palavras-chave: Material não convencional. Extrusão. Sílica. Resíduo. Métodos de cura

ABSTRACT

Brazil is worldwide known for its production and commercialization of ornamental rocks that correspond to 5.6% of participation in the international market of processed rocks, reaching the production of 9.2 million tons in 2019. However, the processing of ornamental rocks generates approximately 3,260,000 tons of residue in Brazil, causing severe environmental impacts. Therefore, this study aimed to evaluate the incorporation of different percentages of quartzite residue (0, 25, 50, 75, and 100%) in the production of extruded fiber-cement composites reinforced with coconut fiber, as well as to analyze the impact of exposure to different accelerated carbonation times in the physical and mechanical properties of the composites. For the production of the composites, Portland cement CPV-ARI, agricultural limestone, and 2% (by mass) of *Cocos nucifera* fibers were used. Hydroxypropylmethylcellulose (HPMC) and carboxylic polyester (ADVA) were added as additives. The water/cement ratio (by mass) was approximately 0.40. The specimens were made by the extrusion process and remained 28 days in the curing process in a saturated environment. The addition of quartzite residue increased the values of apparent density (DA) and apparent porosity (PA), leading to lower water absorption (AA) of the composites for all treatments. Consequently, there was a positive increase in the mechanical properties of modulus of rupture (MOR), limit of proportionality (LOP), and toughness. Subsequently, composites with 100% quartzite were subjected to the accelerated carbonation process (0, 6, 12, and 24 h). There was no statistically significant difference between the apparent density of composites exposed to different carbonation times; however, it reduced the apparent porosity by up to 6% in 12 h of exposure. Water absorption reduced 8.74% with 6 h of carbonation. Regarding the MOR, modulus of elasticity (MOE), and LOP, there was no statistical difference among the non-carbonated composites (control) and those that underwent accelerated carbonation at different times. Toughness increased from 2.18 (control) to 3.69 KJ/m² for fiber-cement composites exposed to 12 h of carbonation, a 69.26% increase. The study demonstrated that the use of quartzite residues and coconut fibers, as well as the accelerated carbonation of the fiber-cement, have great potential for the production of lighter, tougher, and more sustainable materials.

Keywords: Non-conventional material. Extrusion. Silica. Residue. Curing methods

LISTA DE FIGURAS

PRIMEIRA PARTE

Figura 1-	Componentes de uma extrusora.....	16
Figura 2-	Representação esquemática do comportamento à flexão de um compósito cimentício. a) compósito sem fibras, b) compósito com fibras, c) comportamento da trinca em um compósito reforçado com fibra. [1] deslocamento, [2] interceptação, [3] arrancamento (pull-out) da fibra, [4] rompimento da fibra.....	18
Figura 3-	Fibras de coco.....	20
Figura 4-	Estrutura helicoidal da parede celular da fibra elementar e visão microscópica óptica.....	20

SEGUNDA PARTE – MANUSCRITOS

ARTIGO 1

Figure 1-	Wastes characterized in the study; A) coconut fibers; B) quartzite powder.....	36
Figure 2-	Granulometric analysis of quartzite.....	40
Figure 3-	Inhibition index of cement with coconut fibers.....	42

ARTIGO 2

Figura 1-	Esquema do processo de fabricação do fibrocimento pelo processo de extrusão.....	54
Figura 2-	Esquema para realização da carbonatação acelerada.....	55
Figura 3-	Densidade aparente dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	58
Figura 4-	Porosidade aparente dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	59
Figura 5-	Absorção de água dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	60
Figura 6-	Módulo de ruptura dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	61
Figura 7-	Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento: a) controle (sem resíduo de quartzito); b) destaque para os poros no fibrocimento c) 100% de quartzito, destaque para melhor interação fibra-matriz; d) destaque para o fechamento dos poros na matriz.....	62
Figura 8-	Módulo de elasticidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	63

Figura 9-	Limite de proporcionalidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	64
Figura 10-	Tenacidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.....	65
Figura 11-	Aplicação de fenolftaleína na superfície das amostras sem carbonatação e expostas a diferentes tempos (6, 12 e 24 horas) de carbonatação acelerada.....	66
Figura 12-	Resultados TG (pontilhado) e DTG (traço contínuo) dos compósitos de fibrocimento em diferentes momentos da exposição à carbonatação acelerada.....	67
Figura 13-	Conversão de Ca(OH)_2 instável em CaCO_3 estável nas diferentes condições de cura e grau de carbonatação (DC%).....	69
Figura 14-	Densidade Aparente dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.....	70
Figura 15-	Porosidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.....	71
Figura 16-	Absorção de água dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.....	72
Figura 17-	Módulo de Elasticidade (MOE) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.....	74
Figura 18-	Módulo de Ruptura (MOR) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.....	74
Figura 19-	Limite de proporcionalidade (LOP) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.....	75
Figura 20-	Tenacidade dos compósitos expostos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.....	76

LISTA DE TABELAS

SEGUNDA PARTE – MANUSCRITOS

ARTIGO 1

Table 1-	Standards used for chemical analysis of lignocellulosic material.....	37
Table 2-	Inhibition index used to classify the fiber compatibility with cement....	38
Table 3-	Chemical composition of the quartzite.....	39
Table 4-	Chemical composition of coconut fiber.....	41

SUMÁRIO

	PRIMEIRA PARTE.....	11
1.	INTRODUÇÃO.....	11
1.1.	Introdução Geral.....	11
2.	OBJETIVOS.....	14
2.1.	Objetivo Geral.....	14
2.2.	Objetivos Específicos.....	14
3.	REFERENCIAL TEÓRICO.....	15
3.1.	Desenvolvimento do Fobrocimento sem Amianto.....	15
3.2.	Processos de Produção do Fibrocimento.....	15
3.3.	Fibras Vegetais como Reforço em Matrizes Cimentícias.....	17
3.4.	Fibras de Coco.....	19
3.5.	Uso do Resíduo do Quartzito em Matriz Cimentícia.....	21
3.6.	Processo de Carbonatação no Cimento.....	23
4.	COMENTÁRIOS FINAIS SOBRE A REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..	25
	REFERÊNCIAS.....	26
	SEGUNDA PARTE – MANUSCRITOS.....	33
	ARTIGO 1.....	33
	ARTIGO 2.....	50

PRIMEIRA PARTE

1 INTRODUÇÃO

1.1 Introdução Geral

A indústria de rochas ornamentais e de revestimento apresenta grande relevância econômica no país. O Brasil é o quarto maior produtor, antecedido por China, Índia e Turquia, respectivamente. Em 2019, o país produziu 9 milhões de toneladas de rochas e exportou aproximadamente 2 milhões de toneladas para 120 países. O desempenho das exportações refletiu no aumento da participação de produtos com maior valor agregado, sobretudo as chapas de quartzitos. No âmbito nacional, o Espírito Santo é o maior estado produtor de rochas ornamentais, seguido de Minas Gerais (ABIRROCHAS, 2019).

Em contrapartida, milhões de toneladas de resíduos de rochas ornamentais são produzidas anualmente no mundo, causando grandes impactos ambientais. As várias etapas de produção e processamento geram significativas perdas. No desdobramento dos blocos em chapas, cerca de 40 % do material é perdido em forma de resíduos de serragem, sem levar em conta o volume de resíduo gerado nas jazidas durante a extração do material rochoso das bancadas (VIDAL; AZEVEDO; CASTRO, 2014). Estima-se que em 2018 tenham sido produzidas 3,26 milhões de toneladas de resíduos de processamento (CHIODI FILHO, 2019).

Pesquisas sugerem a incorporação desses resíduos em matrizes de cimento, para uso em argamassas, como forma de alcançar seu aproveitamento sustentável (ANDRÉ *et al.*, 2014; SCHACKOW, 2015). Apesar de já existirem estudos com a incorporação de resíduos de rochas ornamentais em matrizes cimentícia (MARTINEZ *et al.*, 2013; GAMEIRO; BRITO; SILVA, 2014), ainda não há na literatura pesquisas voltadas para a produção de fibrocimento pelo processo de extrusão.

Materiais de origem cimentícia apresentam baixa tenacidade, o que resulta em fratura e/ou fissuras quando expostos à carga elevada ou vibrações excessivas (WEI; MEYER, 2015). Para contornar o problema, algumas alternativas foram avaliadas, sendo a adição de fibras como reforço aquela que apresentou melhores resultados, fornecendo melhoria na resistência à flexão, tenacidade e resistência ao impacto dos compósitos (SOROUSHIAH; WON; HASSAN, 2012).

O elemento de reforço tradicionalmente utilizado para esse fim era o amianto, em virtude da boa resistência física e mecânica, além de baixo custo e alta durabilidade

(WINKLER, 2015). No entanto, a inalação da poeira deste mineral está associada a doenças pulmonares como a asbestose, o que fez com que em vários países, inclusive o Brasil proibisse a produção de materiais utilizando o amianto em todo o território nacional (INSTITUTO BRASILEIRO DO CRISOTILA, 2017). Diante deste cenário, novas pesquisas com diferentes tipos de reforços, incluindo as fibras vegetais como possíveis substitutos, se tornaram necessárias.

A utilização dessas fibras vegetais está associada, além ao menor custo, ao fato de serem oriundas de fontes renováveis, atóxicas, isolantes, apresentarem boa relação massa/resistência, e proporcionarem ampla disponibilidade, principalmente, quando se refere ao Brasil. O país se destaca por ser um dos maiores produtores mundiais de fibras vegetais, o que gera expectativa quanto ao uso desse material como reforço do fibrocimento. Além disso, o uso dessas fibras como reforço em cimento é importante, pois elas são consideradas fibras de processo, ou seja, auxiliam na dispersão dos materiais durante a produção do fibrocimento (BENTCHIKOU *et al.*, 2012; MORTON; COOKE; AKERS, 2010; TONOLI *et al.*, 2007; FARRAPO *et al.*, 2017). No entanto, a mineralização da fibra vegetal na matriz cimentícia e a instabilidade dimensional do material, ainda são desafios no que diz respeito à sua utilização como material de reforço.

Outra tecnologia que pode melhorar a qualidade dos compósitos sem amianto é a carbonatação acelerada. Em síntese, a carbonatação pode ser descrita como a difusão do CO_2 presente na atmosfera, através dos poros insaturados de água na matriz cimentícia. O CO_2 é dissolvido na fase aquosa presente nos poros, transformando-se em ácido carbônico (H_2CO_3), o qual se dissocia como íons HCO_3^- e CO_3^{2-} , juntamente com a dissolução do $\text{Ca}(\text{OH})_2$, que libera íons Ca^{2+} e OH^- , os quais precipitam e formam o carbonato de cálcio (CaCO_3).

Em compósitos reforçados com fibras vegetais, a carbonatação da matriz é potencializada devido à sua alta porosidade, que facilita a penetração do CO_2 , permitindo, dependendo do cimento, formação de carbonato de cálcio no interior do material. Esse efeito conduz diminuição da alcalinidade do meio (diminuição do pH), fornecendo, por consequência, um ambiente menos agressivo à fibra.

Para a produção desses compósitos, a extrusão se torna um método alternativo e eficiente, possibilitando menor consumo de energia, geometrias variadas de produtos, menor custo de investimento, utilização de máquinas mais simples para a produção contínua, alinhamento parcial das fibras e a possibilidade de utilização de baixa razão água/cimento, a qual promove uma maior compactação do compósito e, conseqüentemente, uma maior

resistência contra a fadiga gerada no envelhecimento natural (TONOLI *et al.*, 2007; SANTOS *et al.*, 2015; RAABE, 2019).

Nesse contexto, objetivou-se avaliar a influência de diferentes porcentagens de resíduo de quartzito em substituição ao calcário e de diferentes tempos de exposição à carbonatação acelerada nas propriedades físicas e mecânicas de compósitos fibrocimento reforçados com fibras de coco.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho teve por objetivo avaliar o efeito da substituição parcial e total do calcário por resíduo de quartzito e de diferentes tempos de carbonatação sobre a microestrutura e performance de compósitos fibrocimento reforçados com fibra de coco

2.2 Objetivos Específicos

- Verificar o nível de inibição de cura do cimento pela composição química da fibra de coco;
- Avaliar o efeito da granulometria do resíduo de quartzito retido nas peneiras de (4,75; 2,36; 1,18; 0,60; 0,30 e 0,15 mm) nas propriedades do fibrocimento;
- Identificar a porcentagem ótima (0, 25, 50, 75 e 100%) do resíduo de quartzito a ser incorporado na produção de fibrocimentos, através das propriedades físico-mecânicas dos compósitos cimentícios;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas do compósito após exposição a diferentes tempos de carbonatação acelerada (0, 6, 12 e 24h).

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Desenvolvimento do Fibrocimento sem Amianto

A primeira fibra utilizada como reforço para a matriz cimentícia do fibrocimento foi o amianto por ser uma fibra mineral natural que possui baixo custo e excelentes propriedades físico-mecânicas (COUTTS, 2005). Contudo, em novembro de 2017, o Supremo Tribunal Federal decidiu proibir a produção, comercialização e uso do amianto em todo o território nacional, por entenderem que não há níveis seguros para se trabalhar com o asbesto, podendo comprometer seriamente a saúde de quem está em contato direto com a poeira do mineral (BRASIL, 2017).

Uma das principais desvantagens na substituição do amianto por fibras sintéticas na produção do fibrocimento é o maior custo de produção do material substituinte. Nesse sentido, nos últimos anos vêm sendo desenvolvidas pesquisas sobre a empregabilidade de fibras vegetais como materiais de reforço em compósitos cimentícios, em substituição às fibras sintéticas e minerais (CHUANG *et al.*, 2017; ÇOMAK, BIDEÇI, OZLEM, 2018; CABRAL *et al.*, 2018).

3.2 Processos de Produção do Fibrocimento

O processo mais utilizado, para a produção de fibrocimento, é o *Hatschek*, o qual foi desenvolvido por Ludwing Hatschek, no final do século XIX, baseado na produção de papel. Desde então, o processo esteve sujeito a constantes melhorias, para alcançar alta produção e melhor desempenho sem afetar o seu princípio básico: filtragem de uma suspensão diluída de cimento na tela de um cilindro rotativo (IKAI *et al.*, 2010). Segundo Mendes (2014), no processo Hatschek faz-se uma suspensão diluída de fibras, cimento Portland e aditivos que são misturados em um tanque, e depois são prensados e passam por processo de cura. Atualmente, esse é o processo mais empregado no mundo para a produção de fibrocimento. No entanto, possui um alto custo de investimento para a implementação da linha de produção (AKHAVAN; CATCHMARK; RAJABIPOUR, 2018).

A composição do fibrocimento vem sofrendo constantes mudanças pela incorporação de novos aditivos químicos e minerais, cimentos com novas características e diferentes fibras sintéticas e vegetais, o que em muitos casos, pode inviabilizar a produção pelo processo Hatschek (RAJABIPOUR, 2018).

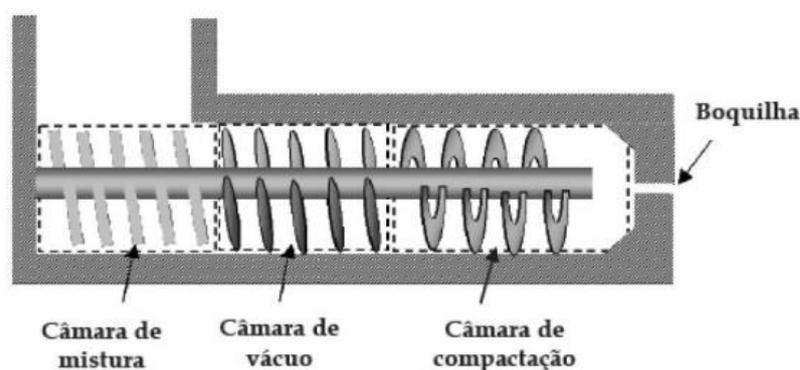
Por esses motivos, estudos têm apresentado o processo de extrusão como alternativa mais econômica para produzir materiais construtivos com propriedades físicas e mecânicas similares, ou até mesmo superiores, aos oriundos por outros processos (LU *et al.*, 2015; SILVA *et al.*, 2016).

A extrusão consiste em forçar, mecanicamente, por meio de uma “rosca sem fim”, uma massa viscosa a base de cimento, reforçada com fibras (suficientemente coesiva para manter a sua forma inalterada após ser extraída), através de um molde, podendo, portanto, ter várias geometrias. Ao final do processo, tem-se um compósito de duas fases, a fase contínua (matriz) a base de cimento e a fase descontínua (reforço) que são as fibras (BOUVIER, CAMPANELLA, 2014; RAABE, 2019).

As extrusoras podem ser de pistão ou rosca, sendo a última mais produtiva e eficiente por trabalhar em sistema contínuo. A extrusora de rosca pode ser acoplada a uma câmara de vácuo com a finalidade de reduzir a porosidade da mistura a ser extrudada (FONSECA, 2016).

O esquema de uma extrusora apresentado na Figura 1, enfatiza a câmara de mistura – onde os materiais serão homogeneizados – a câmara de vácuo, a câmara de compactação e a boquilha – que auxilia na compactação do material (que por sua vez pode gerar um produto mais resistente para situações de fadiga gerada no processo de envelhecimento do compósito) e é responsável pelas diferentes geometrias do produto.

Figura 1- Componentes de uma extrusora.



Fonte: Soto (2010)

Apesar das dificuldades da extrusão em compósitos a base de cimento (as principais informações sobre as variáveis do processo de extrusão e das matérias-primas empregadas encontram-se protegidas por estas patentes), tem-se um ganho significativo na resistência à

tração e flexão em comparação ao processo Hatschek, devido à melhoria da interface fibra/matriz, bem como o alinhamento das fibras e menor porosidade devido à maior força de compressão aplicada na formação do compósito (QIAN *et al.*, 2013, 2003; ZHOU; LI, 2012).

Este método de conformação tem apresentado inúmeras vantagens para a produção de compósitos de fibrocimento comparado a outros processos, tais como: a) utilização de baixa relação água/cimento, o que promove maior compactação do compósito gerado, resultando em um produto mais resistente; b) menor gasto de energia; c) menor custo de investimento do equipamento; d) maior razão de aspecto, que deve levar a uma melhora no emaranhamento de fibras nos compósitos, contribuindo, assim, para um melhor reforço mecânico (BOUVIER, CAMPANELLA, 2014).

Levando-se em consideração a atual conjuntura nacional e mundial de escassez de água e energia, a produção de fibrocimento pelo processo de extrusão, começa a ganhar maior visibilidade e destaque frente a outras tecnologias existentes. A implementação de processo de extrusão em países em desenvolvimento como o Brasil, pode gerar inúmeros benefícios sociais, econômicos e ambientais.

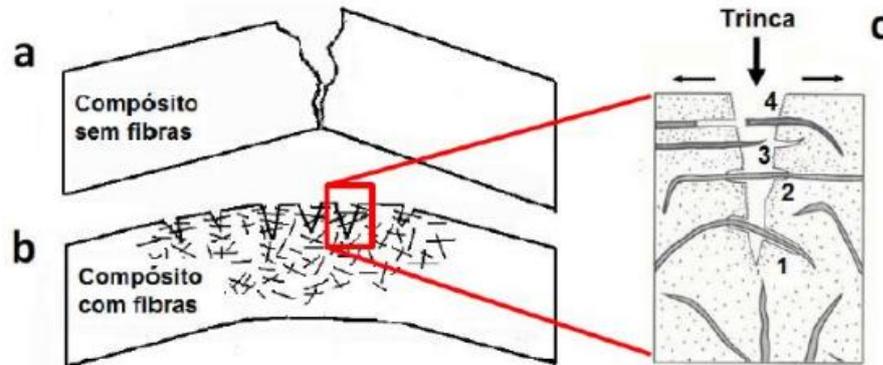
3.3 Fibras Vegetais como Reforço em Matrizes Cimentícias

Os materiais com base cimentícia apresentam comportamento frágil, apresentando fraturas e fissuras que podem comprometer a sua utilização. Sendo assim, os compósitos são reforçados com fibras para agregar melhores características de tenacidade, resistência, ductilidade e durabilidade (COUTTS, 2005; KUDER; SHAH, 2010).

A inserção de fibras no compósito favorece a tenacificação do mesmo. Dessa forma, as fibras promovem um ganho na resistência mecânica e melhoram a capacidade de absorção de energia com a distribuição de microfissuras ao longo da compósito cimentício (ZOLLO, 1997; FARRAPO *et al.*, 2017).

A adição de fibras a uma matriz cimentícia tem sido reconhecida há muito tempo como uma forma de melhorar a capacidade de absorção de energia e a resistência a rachaduras do concreto comum (MERTA; TSCHEGG, 2013). Sem o reforço das fibras, o material se romperia de forma brusca após a fissuração, conforme mostra Figura 2.

Figura 2 - Representação esquemática do comportamento à flexão de um compósito cimentício. a) compósito sem fibras, b) compósito com fibras, c) comportamento da trinca em um compósito reforçado com fibra. [1] deslocamento, [2] interceptação, [3] arrancamento (pull-out) da fibra, [4] rompimento da fibra.



Fonte: Coutts (2005).

O deslocamento de fibra, interceptação, arrancamento e rompimento podem efetivamente absorver e dissipar energia para estabilizar a propagação da trinca no concreto. A fibra que liga as rachaduras reduz a intensidade do estresse na ponta da fissura. Além disso, a ponte de fibra pode diminuir a largura da fissura, o que impede a entrada de água e contaminantes na matriz, evitando assim, a degradação. O reforço com fibras impede a propagação de uma ponta de trinca. Conseqüentemente, pequenas rachaduras serão distribuídas em outros locais da matriz. Embora cada fibra individual faça uma pequena contribuição, o efeito geral da armadura é cumulativo (ZOLLO, 1997; YIN, 2015).

Atualmente, materiais compósitos têm sido foco de investigações acadêmicas e industriais. O uso de fibras vegetais em materiais compósitos como materiais de reforço aumenta em uma ampla gama de indústrias, como as de embalagens, automotiva e construção (TERPÁKOVÁ *et al.*, 2012; BODBODAK; RAFIEE, 2016).

As fibras vegetais inseridas como reforço de matrizes cimentícias são materiais favoráveis por apresentarem baixo custo, baixa densidade, fácil processabilidade, atóxicas, renováveis, maior tenacidade, além de possuírem excelente resistência e alto módulo de elasticidade (UDOEYO; ADETIFA; EKITI, 2012; YUSOFF *et al.*, 2016; PICKERING E ARUAN EFENDY, 2016).

A composição química dessas fibras lignocelulósicas consiste principalmente de microfibrilas (células com alto teor de celulose) envolvidas por uma matriz amorfa de hemiceluloses e lignina. A função da matriz é proteger a celulose do ataque de

microrganismos e enzimas, fazendo com que a estrutura do material seja rígida e pouco reativa (SANTOS *et al.*, 2012).

A produção de artigos e pesquisa referente à compósitos utilizando fibras vegetais aumentou consideravelmente nos últimos anos (FARUK *et al.*, 2012, TERPÁKOVÁ *et al.*, 2012; YUSOFF *et al.*, 2016; FONSECA *et al.*, 2016; FARRAPO *et al.*, 2017; ÇOMAK *et al.*, 2018). Entretanto, compósitos reforçados com fibras vegetais ainda estão na dependência de alguns fatores importantes, relacionados à sua aplicação e desempenho.

É importante considerar que as fibras vegetais têm composições químicas diferentes dependendo do tipo de planta, do ângulo helicoidal que a celulose faz em relação ao eixo central, defeitos superficiais, estrutura da macrofibra vegetal, propriedades físicas e mecânicas das fibras e a interação que a fibra pode fazer com a matriz do compósito (FIDELIS, 2013).

3.4 Fibras de Coco

O coqueiro (*Cocos nucifera L.*), pertencente à família das Arecaceae, uma das mais importantes da classe Monocotyledoneae é uma palmeira com fuste ereto variando de 10 a 20 metros de altura (Figura 3), sendo o seu fruto usado como fonte de alimentação, extração de óleo, fibras e combustível. O cultivo de coco ocorre em torno de 90 países, caracterizando-se como uma cultura típica de clima tropical e subtropical originada no Sudeste Asiático (FAO, 2014).

A produção mundial de coco, cerca de 63,6 milhões de toneladas em 2020, continua bastante concentrada em três Países, Indonésia (30,1%), Filipinas (24,7%) e Índia (19,0%). O Brasil é o quinto maior produtor, com a participação de 4,5% do total mundial (AGROSTAT, 2020). No entanto, a geração de resíduos provenientes do processamento do coco, quando destinados de maneira incorreta ou queimados, levam a grandes impactos ambientais. Nesse contexto, torna-se cada vez mais necessário encontrar usos econômicos para os subprodutos como uma abordagem importante para proteger o meio ambiente e economizar recursos (HWANG, 2016).

Figura 3 - Fibras de coco.

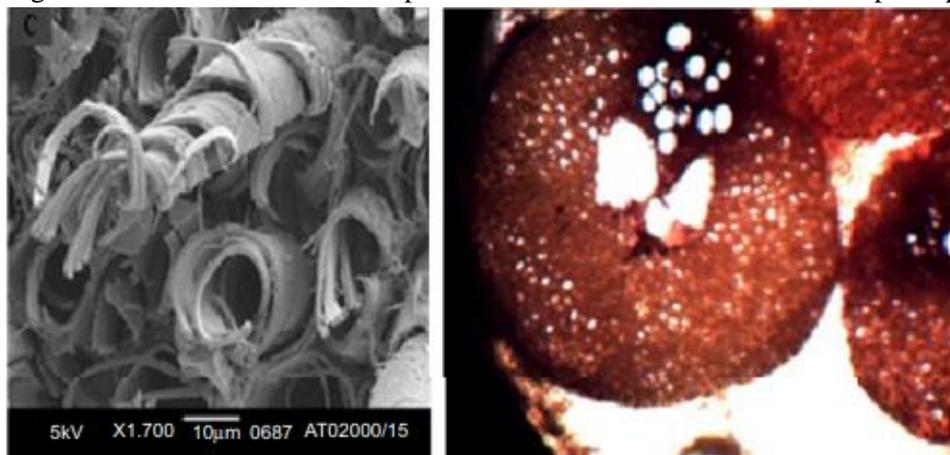


Fonte: Autor (2020)

As fibras de coco contêm cera, protrusões gordurosas e globulares, tornando a superfície da fibra extremamente heterogênea com rachaduras proeminentes, microporos e deposição irregular do tipo cera são detectáveis. Os arranjos helicoidais de microfibrilas podem ser observados na Figura 4.

A microscopia óptica (Fig.4 (direita)) ilustra que a seção transversal da fibra é circular com presença de lúmen. A seção transversal circular torna a fibra de aparência brilhante. A presença de vários vazios ao redor do lúmen indica uma estrutura multifibrilar (MISHRA & BASU; 2016).

Figura 4 - Estrutura helicoidal da parede celular da fibra e visão microscópica óptica.



Fonte: MISHRA & BASU (2016).

A fibra do coco é oriunda do espesso mesocarpo ou casca do coco, a qual é extraído manualmente ou usando um extrator mecânico (COOK *et al.*, 1978; ASASUTJARIT *et al.*,

2007). Essa fibra é amplamente disponível para o uso como matéria-prima em produtos de matrizes cimentícias por ser de fonte renovável, biodegradável, possuir alta disponibilidade, não toxicidade, baixo custo, propriedades mecânicas adequadas e reatividade química (TOLEDO FILHO, GHAVAMI, ENGLAND, 2003; ASASUTJARIT *et al.*, 2007; LERTWATTANARUK E SUNTIJITTO, 2015).

Uma alternativa para aproveitamento dessas fibras é como reforço em materiais compósitos, já que algumas características da fibra como dimensões e composição química favorecem tal aplicação. A rugosidade superficial dessas fibras, particularmente as saliências dispostas como fileiras de pequenos nódulos, ajuda na adesão da matriz durante o processo de cura e assim melhora a tensão interfacial, acarretando melhor resistência mecânica do compósito (MONTEIRO *et al.*, 2006).

O uso de fibras de coco melhorou resistência à flexão e resistência ao impacto em matrizes cimentícias (ANDIÇ-ÇAKIR *et al.*, 2014; LERTWATTANARUK E SUNTIJITTO, 2015). Na mesma linha de raciocínio, Reis (2006) mostrou que a fibra de coco é um eficiente reforço na matriz cimentícia aumentando sua tenacidade e resistência à flexão.

3.5 Uso do Resíduo do Quartzito em Matriz Cimentícia

O quartzito é uma rocha metamórfica formada a partir da transformação de outras rochas (ígneas, metamórficas ou mesmo sedimentares) através da exposição a parâmetros térmicos, mecânicos e químicos sem que ocorra fusão da rocha (SILVA, LEO & REIS, 2020). Possui como mineral principal mineral o quartzo, o qual é uma forma polimórfica da sílica. Além dele temos a cristobalita, tridimita e sílica vítrea e também constituintes como muscovita, sericita e biotita (ANDRADE *et al.*, 2009; COSTA, 2007).

Os estados que possuem a maior produção brasileira de rochas são os estados do Espírito Santo, Minas Gerais, Bahia e Rio de Janeiro. Em Minas Gerais destaca-se o sudoeste do estado como sendo conhecido nacionalmente pela produção de quartzitos, os mesmos são utilizados em revestimentos na construção civil e também são denominados de “pedra mineira” (LEITE; FUJACO, 2013; RAMIRIO *et al.*, 2008).

Os quartzitos são amplamente utilizados na construção civil como revestimento e ornamento de ambientes externos, sendo portanto, uma atividade de grande relevância em todo o mundo (MOREIRA, MANHÃES, HOLANDA, 2008; ERICKDI, KULEKCI, YILMAZ, 2015). No entanto, por sua própria natureza, a indústria frequentemente tem impactos ambientais significativos. Avanços na exploração de pedreiras levaram à extração de

blocos contendo mais impurezas e de pior qualidade, que reduz a produtividade da rocha ornamental. O resíduo produzido durante o processo de extração pode chegar a 80% do volume total de pedra extraída (HEBHOUB *et al.*, 2011). Estes resíduos são descartados em locais localizados longe da frente de escavação, contribuindo para a degradação do meio ambiente.

Estudos realizados em países em desenvolvimento sugerem a incorporação destes resíduos em matrizes de cimento, para uso em argamassas, fibrocimento e blocos como forma de alcançar sua gestão sustentável (SCHACKOW *et al.*, 2015). Entretanto, para realizar tais estudos, é necessário avaliar a durabilidade dos agregados gerados desses resíduos em relação à reação de agregados alcalinos (AAR). O AAR é um processo químico complexo que pode ocorrer no cimento endurecido quando alguns componentes mineralógicos e alcalinos hidróxidos (hidróxidos de sódio e potássio da cimento, água e agentes externos) iniciam reações químicas nos poros do material, comprometendo sua qualidade e durabilidade (ZERBINO, GIACCIO, MARFIL, 2014).

A durabilidade das composições de fibrocimento incorporados com resíduos de rochas ornamentais é afetada pela ocorrência de reações alcalino-agregadas, que leva ao aparecimento de tensões no interior o material, e conseqüente rachadura, frequentemente seguido pelo aparecimento de eflorescências e exsudações à superfície (AFSHINNIA, 2015).

A reação álcali-agregado pode ocorrer de três maneiras distintas: reações álcali-sílica, reações álcali-silicato e reações carbonato alcalino. A reação álcali-sílica envolve a presença de compostos amorfos de sílica; a reação de silicato alcalino tem a mesma natureza da sílica alcalina, mas com um processo mais lento, envolvendo alguns silicatos presentes no feldspatos, xistos de argila, certos metamórficos ígneos e sedimentares rochas, quartzo deformado (tensionado) e minerais expansivos; e a reação alcalino-carbonato, que ocorre entre certos calcários dolomíticos e as soluções alcalinas presentes no poros de concreto (RIBEIRO *et al.*, 2012).

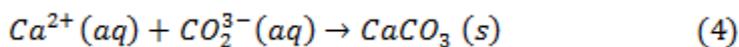
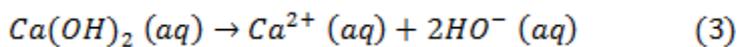
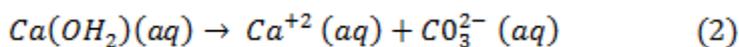
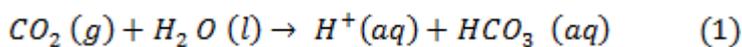
Estudos sobre o desempenho de matrizes cimentícias incorporadas com resíduos de rochas como matéria-prima alternativa foram destacados na literatura (MARTINEZ *et al.*, 2013; GAMEIRO, BRITO, SILVA, 2014). Deve-se também ressaltar que estudos sobre o uso de resíduos de quartzito como matérias-primas alternativas para a produção de fibrocimento, especialmente preocupados com a relação entre durabilidade e ocorrência de reações álcali-agregados são escassos na literatura.

3.6 Processo de Carbonatação no Cimento

A carbonatação é um fenômeno natural que afeta os materiais cimentícios. Tal fenômeno consiste na reação dos produtos da hidratação do cimento com o dióxido de carbono (CO₂). Com o passar do tempo, o cimento absorve o CO₂ da atmosfera e esse processo ocorre, durante a vida útil da estrutura e, também, após a demolição (FILOMENO *et al.*, 2020). A carbonatação fixa o CO₂ e altera as propriedades físico-químicas das matérias-primas. A utilização da carbonatação acelerada para mitigar a degradação das fibras vegetais, utilizada como reforço em compósitos de fibrocimento, é algo que necessita de mais estudos na área da construção civil.

O processo de carbonatação é complexo e envolve a difusão do CO₂ atmosférico através dos poros insaturados presentes na matriz cimentícia (LO *et al.*, 2016; MARTINS *et al.*, 2018). Quando o dióxido de carbono (CO₂) reage com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂), forma-se o carbonato de cálcio (CaCO₃), reação predominante no processo.

O CO₂ é dissolvido em água e é transformado em ácido carbônico (H₂CO₃) nos poros insaturados da matriz de cimento, ocorrendo a dissociação de íons HCO₃⁻ e CO₃⁻ (Equação 1 e 2). Concomitantemente, a dissociação do Ca(OH)₂ em íons Ca²⁺ e OH⁻ aparece (Equação 3), que finalmente forma o CaCO₃ (Equação 4).



Para otimizar o processo, proporcionando maior e mais rápida carbonatação aos compósitos de fibrocimento, câmaras climáticas com aplicação de CO₂ podem ser utilizadas, reduzindo o tempo de formação do carbonato de cálcio e estabilidade do material cimentício (MARTINS *et al.*, 2018). No entanto, é necessário adotar parâmetros adequados para atmosfera de cura, bem como, a utilização específica de CO₂ (CEFERINO *et al.*, 2017). É possível avaliar que a carbonatação acelerada realizada com concentração de 4% de CO₂ por 7 dias, é equivalente à carbonatação natural por 1 ano (HUSSAIN *et al.*, 2016).

Existem muitos parâmetros importantes envolvidos no processo de carbonatação, como temperatura, tempo de cura, umidade relativa, concentração de CO₂ e composição

química da matriz cimentícia, todos eles interferem de alguma forma nas propriedades finais dos compósitos.

A dinâmica ideal para a reação de carbonatação ocorre quando o CO₂ das moléculas, difundidas através do vazio do material, são capturadas pelas moléculas de água alocadas como um filme muito fino na parede dos poros. Quando esse fenômeno ocorre, há um espaço adequado no material para a formação do carbonato de cálcio (WANG *et al.*, 2017).

Muitos autores investigaram o uso de carbonatação acelerada como cura para compósitos de fibrocimento (BALLESTEROS *et al.*, 2019; SANTOS *et al.*, 2015; ALMEIDA *et al.*, 2013; TONOLI *et al.*, 2010, PIZZOL *et al.*, 2013). A alcalinidade da matriz de cimento é reduzida pelo processo de carbonatação, que proporciona melhores condições para as fibras vegetais (SANTOS *et al.*, 2015).

Toledo Filho *et al.* (2003) relataram um aumento significativo em termos de durabilidade em materiais compósitos de cimento com fibras de origem vegetal após 109 dias de exposição à atmosfera de dióxido de carbono.

Almeida *et al.* (2010) verificaram por meio da técnica de difração de raios X que as amostras que não passaram pelo processo de carbonatação apresentaram maiores intensidades nos picos relacionados à existência de Ca(OH)₂ (hidróxido de cálcio) e que as amostras carbonatadas tiveram maiores picos associados ao CaCO₃ (carbonatado de cálcio) e outros silicatos. Dessa forma, os autores explicaram a maior densificação das matrizes carbonatadas, já que o carbonato de cálcio é mais denso que o hidróxido de cálcio e, também, comprovaram a que a melhoria das propriedades mecânicas do material carbonatado está atrelada, a melhor interface entre fibra e matriz.

Um estudo realizado por Moon e Choi (2019) demonstrou que a pasta de cimento contendo pasta de escória apresentou melhoria na resistência após a cura da carbonatação. A pasta tinha uma resistência à compressão de 15.6MPa antes da cura com CO₂ e 30.1MPa após a cura, uma melhoria de 92.95% sobre a cura sem CO₂. Demonstrando, portanto, potencial da utilização da técnica de carbonatação na melhoria de propriedades mecânicas de compósitos.

4 COMENTÁRIOS FINAIS SOBRE A REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta revisão bibliográfica apresentou informações importantes ao entendimento da produção de fibrocimento por extrusão, inserção de resíduo de mineração (quartzito) no processo produtivo, do uso de fibra vegetal (*Cocos nucifera*) como material de reforço e como o processo de carbonatação acelerada pode influenciar nas propriedades físicas e mecânicas do compósito.

A avaliação dos tópicos apresentados nestas seções serviu de base para definições dos experimentos desenvolvidos no presente estudo.

É necessário verificar as propriedades das fibras e os efeitos dessas propriedades no desempenho dos compósitos. Entre essas avaliações, destaca-se o tamanho das fibras celulósicas (curta ou longa) e efeito das propriedades de superfície das mesmas na aderência entre elas e a matriz cimentícia.

Ficou evidente também na revisão bibliográfica que a carbonatação tem ganhado força na indústria da construção com os recentes desenvolvimentos nas tecnologias de captura e utilização de carbono, que podem ajudar a reduzir os gases industriais com efeito estufa e a reciclar os subprodutos industriais.

No entanto, para a produção de fibrocimento, as informações sobre carbonatação ainda são muito escassas, principalmente em relação aos parâmetros que a envolve. Portanto, é necessário o conhecimento e desenvolvimento de estudos que melhorem o processo para que de fato esta técnica se torne viável na indústria.

É clara a necessidade de trabalhos futuros avaliarem a interferência de outros parâmetros (umidade relativa, temperatura, pressão e concentração de CO₂) nas propriedades físicas e mecânicas de fibrocimentos submetidos ao processo de carbonatação, bem como, a avaliação da durabilidade desses materiais expostos à intempéries.

A partir das lacunas encontradas na revisão bibliográfica, foi sugerido a produção de fibrocimento por extrusão, utilização de 100% quartzito em substituição ao calcário, utilização de fibras de coco como material de reforço e o processo de carbonatação acelerada como estratégia para melhorar a aderência da fibra com a matriz cimentícia, bem como, reduzir sua mineralização no interior do compósito. Nesse contexto, admitem-se evidenciados os aspectos de originalidade do estudo desenvolvido.

REFERÊNCIAS

ABIROCHAS – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS. **Balço das Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais** em 2019.

AFSHINNIA, K.; POURSAEE, A.; The potential of ground clay brick to mitigate alkalisilica reaction in mortar prepared with highly reactive aggregate, **Constr. Build. Mater.**, Guildford, v. 95, p. 164–170, 2015.

AGROSTAT - ESTATÍSTICAS DE COMÉRCIO EXTERIOR DO AGRONEGÓCIO BRASILEIRO. Exportação e importação. Disponível em: <http://indicadores.agricultura.gov.br/agrostat/index.htm>. Acesso em: 30 dez. 2020

AKHAVAN, A.; CATCHMARK, J. ; RAJABIPOUR, F. . Ductility enhancement of autoclaved cellulose fiber reinforced cement boards manufactured using a laboratory method simulating the hatschek process. **Construction and building materials**, Guildford, v. 135, p. 251-259, 2018.

ALMEIDA, A. E. F. S. et al. Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, n. 4, p. 233-246, dez. 2010.

ALMEIDA, A. E. F. S., TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F., & SAVASTANO JR, H. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, v. 42, p. 49-58, 2013.

ANDIÇ-ÇAKIR, O.;SARIKANAT, M.; TÜFEKÇI, HB.; DEMIRCI, C.; ERDOĞ˘AN, UH.; Physical and mechanical properties of randomly oriented coir fiber–cementitious composites, **Composites Part B** v.61, p.49–54, 2014.

ANDRADE, L.; LEITE, M. G. E BACELLAR, L. Influência geológica em assinaturas químicas das águas e solos do Parque Estadual do Itacolomi, Minas Gerais. **REM (Revista da Escola de Minas)**, Ouro Preto, p. 3-13, v.62, 2009.

ANDRÉ, A.; BRITO, J.; ROSA, A.; PEDRO D.; Durability performance of concrete incorporating coarse aggregates from marble industry waste J. **Clean. Prod.**, Knoxville, v. 65, p. 389-396, 2014.

ASASUTJARIT, C., HIRUNLABH, J., KHEDARI, J., CHAROENVAI, S., ZEGHMATI, B., & SHIN, U. C. Development of coconut coir-based lightweight cement board. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 21, p. 277-288, 2007.

BACARJI, E.; TOLEDO RD.; FILHO, E.A.B.KOENDERS, E.P. FIGUEIREDO, J.L.M.P. LOPES Sustainability perspective of marble and granite residues as concrete fillers **Constr. Build. Mater.**, Guildford ,v. 45, p. 1-10, 2013.

BALLESTEROS, J.E.M; MARMOL, G; FILOMENO, R.; RODIER, L; SAVASTANO JR. H.S.; Synergic effect of fiber and matrix treatments for vegetable fiber reinforced cement of improved performance, **Constr. Build. Mater.** v. 2, p.52–60, 2019.

BENTCHIKOU, M., GUIDOUM, A., SCRIVENER, K., SILHADI, K., & HANINI, S. Effect of recycled cellulose fibres on the properties of lightweight cement composite matrix. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.34, p. 451-456, 2012.

BODBODAK, S.; RAFIEE, Z. Recent trends in active packaging in fruits and vegetables. In: **Eco-friendly technology for postharvest produce quality**, California, v.12. p. 77-125, 2016.

BOUVIER, J.M.; CAMPANELLA O.H.; **Extrusion Processing Technology: Food and Non-food Biomaterial** John Wiley & Sons, Chichester, UK (2014).

CABRAL, M. R., NAKANISHI, E. Y., DOS SANTOS, V., PALACIOS, J. H., GODBOUT, S., JUNIOR, H. S., & FIORELLI, J. Evaluation of pre-treatment efficiency on sugarcane bagasse fibers for the production of cement composites. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v.18, p. 1092-1102, 2018.

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

CHIODI FILHO, C. Balanço das exportações, importações e consumo interno brasileiro de rochas ornamentais em 2018. **Brasília: ABIROCHAS, 2019. (Informe n. 01/2019)**, 2019.

CHUANG, W., GENG-SHENG, J., BING-LIANG, L., LEI, P., YING, F., NI, G., & KE-ZHI, L. Dispersion of carbon fibers and conductivity of carbon fiber-reinforced cement-based composites. **Ceramics International**, v. 43 n.17, p.15122-15132, 2017.

ÇOMAK, BEKIR; BIDEÇI, ALPER; BIDEÇI, Özlem Salli. Effects of hemp fibers on characteristics of cement based mortar. **Construction and Building Materials**, Guildford , v. 169, p. 794–799, 2018.

COOK, D. J.; PAMA, R. P.; WEERASINGLE, H. L. S. D. Coir fibre reinforced cement as a low cost roofing material. **Building and environment**, v. 13, n. 3, p. 193-198, 1978.

COSTA, M. R. M. M.; CINCOTTO, M. A.; PILLEGI, R. G. **Análise do deslizamento da argamassa colante através do seu comportamento reológico**. VII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas. Anais. Recife, 2007.

COUTTS, R. S. P. A review of Australian research into natural fibre cement composites. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 27, n. 5, p. 518- 526, May 2005.

DINATHENG, D., ARBAT, G., DELGADO-AGUILAR, M., NGO, B., LABONNE, L., EVON, P., & MUTJÉ, P. Comparison between two different pretreatment technologies of rice straw fibers prior to fiberboard manufacturing: Twin-screw extrusion and digestion plus defibration. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v.107, p. 184-197, 2017.

ERCIKDI, B. KULEKCI, G., YILMAZ T. , Utilization of granulated marble wastes and waste bricks as mineral admixture in cemented paste backfill of sulphide-rich tailings **Constr. Build. Mater.**, Guildford, v. 93, p. 573-583, 2015.

FAO 2014. **World Production**. Disponível em: Acesso em: 20 mai. 2018.

FARRAPO, C. L., FONSECA, C. S., PEREIRA, T. G. T., TONOLI, G. H. D., SAVASTANO JUNIOR, H., & MENDES, R. F. (2017). Cellulose associated with pet bottle waste in cement based composites. **Materials Research**, São Carlos, v. 20 n.5, p. 1380-1387, 2017.

FARUK, O., BLEDZKI, A. K., FINK, H. P., & SAIN, M.. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. **Progress in polymer science**, Pittsburgh, v. 37 n.11, p.1552-1596, 2012.

FIDELIS, M. E. A., PEREIRA, T. V. C., GOMES, O. D. F. M., DE ANDRADE SILVA, F., & TOLEDO FILHO, R. D.. The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers. **Journal of Materials Research and Technology**, New York, v. 2, n. 2, p. 149-157, June 2013.

FILOMENO, R. H., RODIER, L. B., BALLESTEROS, J. E. M., ROSSIGNOLO, J. A., & SAVASTANO JR, H. Optimizing the modified atmosphere parameters in the carbonation process for improved fiber-cement performance. **Journal of Building Engineering**, v. 32, 2020.

FONSECA, C. et al. Micro/nanofibrilas celulósicas de eucalyptus em fibrocimentos extrudados. **CERNE**, v. 22, n. 1, 2016.

GAMEIRO, F. , DE BRITO, J., DA SILVA D.C., Durability performance of structural concrete containing fine aggregates from waste generated by marble quarrying industry, **Engineering Structures**., v.59, p.654–662, 2014.

HEBHOU, H., AOUN, H., BELACHIA, M., HOUARI, H., GHORBEL, E., Use of waste marble aggregates in concrete. **Construction and Building Materials**. Guildford, v. 25, n. 3, p. 1167 -1171, 2011.

HUSSAIN, Shaik; BHUNIA, Dipendu; SINGH, S. B. Assessment of carbonation depth under natural and accelerated carbonation conditions. **Indian Concr. J**, p. 57-64, 2016.

HWANG, C. L., TRAN, V. A., HONG, J. W., & HSIEH, Y. C.. Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior, and impact resistance of cementitious composites. **Construction and building materials**, Guildford v.127, p.984-992, 2016.

IKAI, S., REICHERT, J. R., RODRIGUES, A. V., & ZAMPIERI, V. A. ASBESTOS-free technology with new hightoughness polypropylene (PP) fibers in air cured Hatschek process. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 24, n. 2, p. 171-180, Feb. 2010.

INSTITUTO BRASILEIRO DO CRISOTILA. Utilização do amianto no Brasil. Disponível em: <http://www.ibcbrasil.org.br/> Acesso em: 14 abr. 2018.

KUDER, K. G.; SHAH, S. P. Processing of high-performance fiber-reinforced cement-based composites. **Construction and Building Materials**, Guildford. v. 24, n. 2, p. 181–186, Feb. 2010.

LEITE, M. G. P.; FUJACO, M. A. G. A atividade de beneficiamento de quartzitos na cidade de Ouro Preto-Brasil: características gerais e principais impactos ambientais. **Economía, sociedad y territorio**, v. 13, n. 41, p. 227-243, 2013

LERTWATTANARUK, P.; SUNTIJITTO, A. Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 94, p. 664-669, 2015.

LO, T. Y., LIAO, W., WONG, C. K., & TANG, W.. Evaluation of carbonation resistance of paint coated concrete for buildings. **Construction and Building Materials**, v. 107, p.299-306, 2016.

LU, Z., ZHANG, J., SUN, G., XU, B., LI, Z., & GONG, C. Effects of the form-stable expanded perlite/paraffin composite on cement manufactured by extrusion technique. **Energy**, Aalborg, v. 82, n. 1, p. 43-53, Mar. 2015.

MARTINS, R. O. G., RITA DE CÁSSIA, S., PEDROTI, L. G., DE OLIVEIRA, A. F., MENDES, B. C., & DE AZEVEDO, A. R. G. Assessment of the durability of grout submitted to accelerated carbonation test. **Construction and Building Materials**, v. 159, p. 261-268, 2018.

MARTINEZ, I., ETXEBERRIA, M., PÁVON, E., DIÁZ, N. A comparative analysis of the properties of recycled and natural aggregate in masonry mortars, **Construction and Building Materials**, Guildford, v.49, p. 384–392, 2013.

MENDES, R. F. Desempenho de fibrocimentos extrudados produzidos com polpas celulósicas modificadas com silanos. 2014. 159 p. **Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia da Madeira)** – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

MERTA, I., & TSCHEGG, E. K. Fracture energy of natural fibre reinforced concrete. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 40, p. 991-997. 2013.

MISHRA, L., & BASU, G. **Coconut fibre: its structure, properties and applications**. v.2, p. 263 – 281, 2016.

MONTEIRO, S. N., TERRONES, L. A. H., CARVALHO, E. A., ALMEIDA, J. R. M. Efeito da interface fibra/matriz sobre a resistência de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 11, p. 395-402, 2006.

MOREIRA, M.S., MANHÃES, J. P. HOLANDA J. N. Processing of red ceramic using ornamental rock powder waste J. **Mater. Process. Technol.**, v. 196, pp. 88-93, 2008.

MORTON, J. H.; COOKE, T.; AKERS, S. Performance of slash pine fibers in fiber cement products. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 24, n. 2, p. 165-170, Feb. 2010.

MOON, E. J., & CHOI, Y. C. Carbon dioxide fixation via accelerated carbonation of cement-based materials: Potential for construction materials applications. **Construction and Building Materials**, Guildford , v. 199, p. 676-687, 2019.

PICKERING, K.L., ARUAN M.G. Efendy Preparation and mechanical properties of novel bio-composite made of dynamically sheet formed discontinuous harakeke and hemp fibre mat reinforced PLA composites for structural **applications Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 84, pp. 139-150, 2016.

PIZZOL, V. D., MENDES, L. M., FREZZATTI, L., SAVASTANO JR, H., & TONOLI, G. H. D. Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p.101-106, 2014.

QIAN, X., ZHOU, X., MU, B., & LI, Z. . Fibre alignment and property direction dependency of FRC extrudate. **Cement and Concrete Research** . Elmsford, v.33, n.10, p. 1575-1581, 2003.

RAMIRIO, R. F. Estudo comparativo de rejeitos de quartzito com outros agregados comercialmente utilizados como materiais de construção no Sudoeste de Minas Gerais. **Ciência et Praxis**, v. 1, n. 1, p. 25-32, 2008.

RAABE, Joabel. Compósitos de fibrocimento com fibras de polpa celulósica modificada com nano-sílica. Tese de Doutorado apresentada à Universidade de Brasília UNB, 2019.

REIS, J. M. L. Fracture and flexural characterization of natural fiber-reinforced polymer concrete, **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 20, p. 6733-678, 2006.

RIBEIRO, D. V., SILVA, A. M. S., LABRINCHA, J. A., & MORELLI, M. R.. Study of alkali-silica reactions associated with the use of red mud in plastering mortars. **Cerâmica**, São Paulo, v. 58 n. 345, p.90-98.,2012.

SALMAN, M., CIZER, Ö., PONTIKES, Y., SANTOS, R. M., SNELLINGS, R., VANDEWALLE, L.,& VAN BALEN, K.. Effect of accelerated carbonation on AOD stainless steel slag for its valorisation as a CO₂-sequestering construction material. **Chemical Engineering Journal**, v. 246, p. 39-52, 2014.

SANTOS, F. A., QUEIRÓZ, J. D., COLODETTE, J. L., FERNANDES, S. A., GUIMARÃES, V. M., & REZENDE, S. T.. Potencial da Palha de Cana de Açúcar para Produção de Etanol. **Química Nova**, São Paulo, v. 35, n. 5, p. 1004-1010, 2012.

SANTOS, S. F., TONOLI, G. H. D., MEJIA, J. E. B., FIORELLI, J., & SAVASTANO JR, H.. Compuestos cementantes no convencionales reforzados con fibras vegetales: Una revisión de estrategias para mejorar la durabilidad. **Materiales de Construccion**, v. 65, p.1-20, 2015.

SANTOS, S. F., SCHMIDT, R., ALMEIDA, A. E., TONOLI, G. H., & SAVASTANO JR, H. Supercritical carbonation treatment on extruded fibre-cement reinforced with vegetable fibres. **Cement and Concrete Composites**, v. 56, p. 84-94, 2015.

SILVA, M. C. A.; LEÃO, V. A.; REIS, E. L. Incorporation of quartzite fines in the production of red ceramics. **Journal of Cleaner Production**, p. 125098, 2020.

SCHACKOW, A., STRINGARI, D., SENFF, L. CORREIA, S.L A.M. Segadães Influence of fired clay brick waste additions on the durability of mortars Cement **Concr. Compos.**, v. 62 , pp. 82-89, 2015.

SILVA, D. W. et al. Cementitious composites reinforced with Kraft pulping waste. **Key Engineering Materials**, Arlington, v. 668, n. 89, p. 390-398, Aug. 2016.

SOROUSHIAN, P.; WON, J. P.; HASSAN, M. Durability characteristics of CO₂-cured cellulose fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 34, n. 1, p. 44-53, Sept. 2012.

SOTO, Y. J. M. Adequação de formulações para a produção de placas de fibrocimento por extrusão. 2010. 201 p. **Tese (Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana)** - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

TERPÁKOVÁ, E., KIDALOVÁ, L., EŠTOKOVÁ, A., ČIGÁŠOVÁ, J., ŠTEVULOVÁ N. Chemical modification of hemp shives and their characterization **Procedia Eng.**, v. 42, pp. 931-941, 2012.

TOLEDO FILHO, R. D., GHAVAMI, K., SANJUÁN, M. A., & ENGLAND, G. L. Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres. **Cement and Concrete Composites, Barking**, v. 27, n. 5, p. 537-546, May 2005.

TONOLI, G. H. D. et al. Performance and durability of cement based composites reinforced with refined sisal pulp. **Materials and Manufacturing Processes**, Berlin, v. 22, n. 2, p. 149-156, Feb. 2007.

TONOLI, G. H. D., SANTOS, S., JOAQUIM, A. P., & SAVASTANO JR, H. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building materials**, v. 2, p. 193-201, 2010.

UDOEYO, F., ADETIFA, A., EKITI A... Characteristics of kenaffiber-reinforced mortar composites **Int. J. Res. Rev. Appl. Sci.**, v. 12, n.1, p. 18-26. 2012. V. 58 90–98, 2012.

VIDAL, F. W. H., AZEVEDO, H. C. A., CASTRO, N. F. **Tecnologia de rochas ornamentais: pesquisa, lavra e beneficiamento**. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2014.

WANG, T., HUANG, H., HU, X., FANG, M., LUO, Z., & GUO, R. Accelerated mineral carbonation curing of cement paste for CO₂ sequestration and enhanced properties of blended calcium silicate. **Chemical Engineering Journal**, v. 323, p. 320-329, 2017.

WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 73, n. 4, p. 1-16, July 2015.

WINKLER, J. High levels of dioxin-like PCBs found in organic-farmed eggs caused by coating materials of asbestos-cement fiber plates: a case study. **Environment International**, Lancaster, v. 80, n. 3, p. 72-78, Apr. 2015.

YIN, S., TULADHAR, R., SHI, F., COMBE, M., COLLISTER, T., & SIVAKUGAN, N.. Use of macro plastic fibres in concrete: a review. **Construction and Building Materials**, Guildford , v. 93, p. 180-188, 2015.

YOO, D. Y., MIN, K. H., LEE, J. H., & YOON, Y. S. Shrinkage and cracking of restrained ultra-high-performance fiber-reinforced concrete slabs at early age. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.27, p. 382-389, 2012. v. 73, p. 357-365, 2014.

YUSOFF, R.B., TAKAGI, H., A.N. Nakagaito Tensile and flexural properties of polylactic acid-based hybrid green composites reinforced by kenaf, bamboo and coir fibers **Industrial Crops and Products**, Amsterdam. Prod., v.94, pp. 562-573, 2016.

ZERBINO, R., GIACCIO, G., MARFIL,S. Evaluation of alkali–silica reaction in concretes with natural rice husk ash using optical microscopy, **Constr. Build. Mater.**, Gilford, v. 71 p.132–140, 2014.

ZHOU, X.; LI, Z.. Light –weight wood –magnesium oxychloride cement composite building products made by extrusion. **Construction and Building Material**, Guildford, v.27, p. 382-389, 2012.

ZOLLO, F. Fiber-reinforced concrete: an overview after 30 years of development. **Cement and Concrete Composites**, Barking v. 19, n. 2, p. 107-122, 1997.

SEGUNDA PARTE - MANUSCRITOS

ARTIGO 1

Publicado no periódico Materials Today: Proceedings

4th International Conference on Natural Fibers

Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion

Tamires Galvão Tavares Pereira^{a*}, Danillo Wisky Silva^a, Tony Matheus Carvalho Eugênio^a,

Mário Vanoli Scatolino^a, Isabelle Cristine de Carvalho Terra^a,

Camila Soares Fonseca^a, Lina Bufalino^b,

Rafael Farinassi Mendes^a, Lourival Marin Mendes^a

^a Department of Forestry Science, Federal University of Lavras, Lavras, Brazil

^b Department of Forestry Science, Rural Federal University of Amazonia, Belém, Brazil

Abstract

Brazil is worldwide known by production and commercialization of ornamental rocks and its characteristics of great agricultural production. However, along with these productions, tons of wastes are produced and incorrectly abandoned each year. In this sense, the use of these industrial or agricultural wastes in the construction sector is an environmentally correct and economically suitable option. The present study aimed to characterize quartzite wastes and coconut fibers (*Cocos nucifera*) to be used as reinforcement in cementitious matrix composites, in intention of reducing the fragility of these materials and improve its mechanical properties. The basic density and chemical characterization of the coconut fibers were performed. The Inhibition index of cement solidification, quartzite chemical composition and granulometry were also evaluated. The chemical analysis of the quartzite showed the high percentage of silicon, followed by zirconium and molybdenum, which depends on the region and temperature where it was generated. The granulometric analysis showed that the quartzite of this research was mostly powdered. The chemical analysis of the coconut fiber confirmed the low percentage of extractives (3.38%) what would be a positive factor low for production of composites besides the high content of lignin and cellulose, which could provide an increase in the mechanical properties of the fiber-cement. Coconut fiber showed low inhibition index (< 10) of the cement, which could result in a good fiber/matrix interface. The insertion of coconut fibers and quartzite wastes in composites could be an option for more resistant and more sustainable fiber-cement

Keywords: unconventional material; lignocellulosic; silicon; wastes; cement.

1. Introduction

The amount of byproducts / fine residues, such as the quarry powder generated by the ornamental rock industry is very significant, reaching 30% of the block volume after the cutting phase [1]. This large volume of wastes generated motivates researches with intention of using these same wastes in cement matrices [2,3].

Studies on the performance of mortars incorporated into ornamental rock wastes as alternative raw materials have been highlighted in the literature [4 -7]. Previous studies [8 – 13] have proved the viability of using industrial waste for ceramic formulation. These studies reported on ceramic production characteristics meeting technical requirements, with emphasis on the environmental aspects of waste management, contributing to the preservation of natural sources and non-renewable mineral resources. However, there is not researches enough reporting the production of fiber-cement, which combines the incorporation of wastes from ornamental rock industry and from agricultural sector. The coconut fiber is a short fiber; a little flexible and hard when compared to the others fibers. Their hardness is associated mainly to the presence of lignin, which is also responsible for the yellowish color and for the brown color to the mature coconut [14].

According to IBGE [15], the annual production of green coconut in 2017 was 1,721,5 million t distributed in 242,000 ha. However, the wastes generation from coconut processing, when incorrectly destined or burned, leads to large environmental impacts. Find economic uses for by-products from this production chain is an important approach to protecting the environment and saving resources [16].

Cementitious materials have low tenacity, which results in fracture and/or cracking when exposed to high load [17]. Thus, some alternatives were evaluated to overcome this problem. Fiber insertion as reinforcement was one that presented suitable results to minimize these damages, providing improvement on the flexural strength, toughness and impact strength [18].

Boosted by growing environmental concerns, plant / lignocellulosic fibers have been used to partially replace conventional synthetic fibers as reinforcement in composites [17]. Other advantages are low cost, high availability and being extracted from renewable and non-toxic source. Fiber-cement composites with lignocellulosic fibers are applied in the manufacture of tiles, corrugated and flat sheets, sealing panels and other building materials, mainly non-structural thin sheets [19]. However, the use of lignocellulosic fibers as reinforcement for cement composites introduces challenges for manufacturing. The Portland cement hydration processes is more complex when the vegetable fibers are used as reinforcement to the composites, mainly due to their extractives.

Studies have presented the extrusion process as more economical alternative to produce constructive elements [20, 21]. There is a significant gain in tensile and flexural strength due to the improvement of the fiber/matrix interface, as well as the alignment of the fibers and lower porosity due to the higher compression force applied in the composite formation [22, 23]. In addition to being a continuous process that allows the production of a wide range of cross-sections of the extruded products, it allows the use of simpler machines, low water/cement ratio and a production process with less liquid and solid wastes.

The aim of this work was to evaluate the potential of quartzite and coconut fiber wastes as possible raw materials for the production of lighter fiber-cements, which present better behavior in relation to mechanical strength.

2. Material and methods

2.1. Raw material

The coconut fibers were provided by the company Vitaplan – Adubos e Fertilizantes from Cascavel – PR, and were not subjected to any physical or chemical treatment (Figure 1A). The fibers were cut in 10 cm length and posteriorly ground in a mill Marconi MA-090CF (Piracicaba, Brazil), containing a sieve with 2 mm opening.

The residues from the extraction of the white quartzite (Pedra “São Thomé”) (Figure 1B) were obtained from a company placed in the city of Luminárias – MG, Brazil. For the study of quartzite granulometry, a sequence of sieves with the following openings were used: 4.77 mm, 2.36 mm, 1.18 mm, 600 μm , 300 μm and 150 μm , according to the NBR 7211 [24] standard.



Figure 1 - Wastes characterized in the study; A) coconut fibers; B) quartzite powder.

The cement matrix used in this study was composed of Portland cement CPV–ARI, according to the NBR 5733 [25] standard.

2.2. Basic density of coconut fibers

The basic density of the coconut fibers was determined according to methodology adapted from NBR 11941 [26] standard. The fibers were immersed in water until saturation, obtaining the saturated volume of the fibers. Posteriorly, these fibers were kept in the oven at 80 ° C for 48 hours for obtainment of the dry mass. The test was performed in five replicates. The basic density was measured by dividing the dry mass by the saturated volume of the fibers.

2.3. Chemical characterization of fibers

The lignocellulosic material was chemically characterized to quantify ashes, insoluble lignin, total extractives, holocellulose, cellulose and hemicelluloses content following the described in the standards below (Table 1).

Table 1 - Standards used for chemical analysis of lignocellulosic material.

Constituents	Standards
Ashes	NBR 13999 [27]
Total extractives	NBR 14853 [28]
Insoluble lignin	NBR 7989 [29]
Holocellulose	[30]
Cellulose	[31]
Hemicelluloses	Difference between holocellulose and cellulose

2.4. Compatibility analysis of coconut fibers and cement

The compatibility analysis of the coconut fibers with the cement was evaluated according to the procedures described in Hofstrand et al [32] with some modifications. The Portland cement CP V – ARI/ Plus (200 g) was placed in a plastic bag with 15 g of dry fibers and 90 mL of water. The materials were mixed and had the temperatures recorded by a thermocouple type “K” connected to a microcomputer, which obtained the temperatures every minute, during 24 h. Each plastic bag was placed in a Dewar flask lined with glass wool hermetically sealed inside a well-enclosed thermal box in order to avoid the heat loss to the environment, since the reactions that occur with the cement-fiber blend and water are exothermic.

The thermal box and the data acquisition system occurred under temperature of 20 ± 1 °C and relative humidity of $60 \pm 5\%$. The amount of cement and dry particles followed the fiber:cement ratio of 1:13.33.

The Inhibition Index was obtained by the equation 1, proposed by Hofstrand et al [32] and used by Lopes et al [33].

$$I=100*t^2-\left(\frac{t'^2+T^2}{t^2}\right)-\left(\frac{T'^2+S'^2}{T^2}\right)-\left(\frac{S'^2}{S^2}\right) \quad (1)$$

$$S'^2=\frac{\Delta T'^2}{\Delta t'^2} \quad S^2=\frac{\Delta T^2}{\Delta t^2}$$

Where t^2 is the time to reach the maximum hydration temperature of the water-cement mixture; t'^2 is the time to reach the maximum hydration temperature of the mixture water-cement-added material; T^2 is the maximum temperature reached by the cement-water mixture; T'^2 is the maximum temperature reached by mixing cement-added material; S^2 is the maximum temperature variation per hour of the cement-water mixture; S'^2 is the maximum temperature variation per hour of the mixing cement-added material.

The fibers compatibility with the cement was classified according to Okino et al [34] (Table 2).

Table 2 - Inhibition index used to classify the fiber compatibility with cement.

Inhibition index (%)	Level of inhibition
$I < 10$	Low inhibition

I = 10 -50	Medium inhibition
I = 50 – 100	High inhibition
I > 100	Extreme inhibition

2.5 X-Ray fluorescence by total reflection of quartzite

The quantification of trace elements by the X-Ray fluorescence technique was done by the equipment S2 Picofox™. The samples were ground in agate grains and sieved in nylon mesh with 50 µm of opening. Posteriorly, 50 mg of each sample of quartzite were prepared, which were placed in 15 ml Falcon tubes with 2.5 mL of Triton X-100 (5 % v/v) solution in ultrapure water and 0.5 mL of Ga solution 10 mg.kg⁻¹, resulting in final Ga concentration of 1.667 mg.kg⁻¹. Each tube was stirred in a vortex, obtaining a homogeneous suspension. After stirring, a 10 µL aliquot of suspension was withdrawn, which was dripped into the center of a quartz sample holder. To facilitate the formation of a thin film with about 10 mm thick, a silicone solution was previously dripped onto the sample holder. Each sample was obtained in duplicate during 300 s. The X-Ray fluorescence technique apparatus was connected to the Spectra software, which in the end of the analysis shows the spectra and a table with several parameters, among them the concentration of the chemical elements and an indicator of the deconvolution quality (mathematical calculation that adjusts the intensity of the peaks of each element).

3. Results and discussion

3.1. Characterization of quartzite

It is noted that silicon (Si) was the element with the highest proportion found with a percentage of 37.8% (Table 3), which confirm the predominance of quartz (silicon dioxide - SiO₂) in the studied quartzite. The presence of high levels of silica oxide suggests stable materials resistant to external actions, providing more durable and better performance of the matrices.

Table 3 - Chemical composition of the quartzite.

Chemical composition	Content (%)
Al	1.97
Si	37.80

P	0.48
S	1.30
Cl	0.90
Ar	0.11
K	0.23
Ca	0.46
Fe	0.18
Zr	16.28
Mo	4.83

A study done by Yang et al. [35] using different quartzite characterization techniques found high percentages of silica (77.90%) and alumina (11.91%). The silica present in the waste comes from the free silica, feldspar and mica. After Si, the other main constituents were Zr (16.28%) and Mo (4.83%). Some types of quartzites contain high concentrations of Zr, as jadeite quartzite (336–534 ppm), commonly associated with tectonic blocks of high-pressure and ultra-high-pressure metabasites (e.g., eclogites and blueschists) [36]. The molybdenum appears as its original form, molybdenite, as accessory mineral in some biotite monzogranite and granite porphyry found in Asia [37]. Chemical elements such as sulfur (S), chlorine (Cl), iron (Fe), calcium (Ca), potassium (K), argon (Ar), phosphorus (P) and aluminium (Al) were found in less proportions. Quartzite is a metamorphic mineral consisting mainly of quartz grains and used as ornamental stone [38, 39]. Depending on the region and temperature at which it is generated, the content of the elements may vary.

The granulometric analysis of the quartzite allows to determine the percentages of material retained in the sieves with openings: 4.75 mm, 2.36 mm, 1.18 mm, 0.6 mm, 0.3 mm, 0.15 mm and in the bottom, according to the classification for the small aggregate of the NBR 7211 [24] standard. The quartzite of this research was mostly powdered (see Figure 1), fact confirmed due to approximately 41% of the material been retained in the sieve of 0.15 mm. The percentage of quartzite with a particle size greater than 2.36 mm was practically negligible (Figure 2).

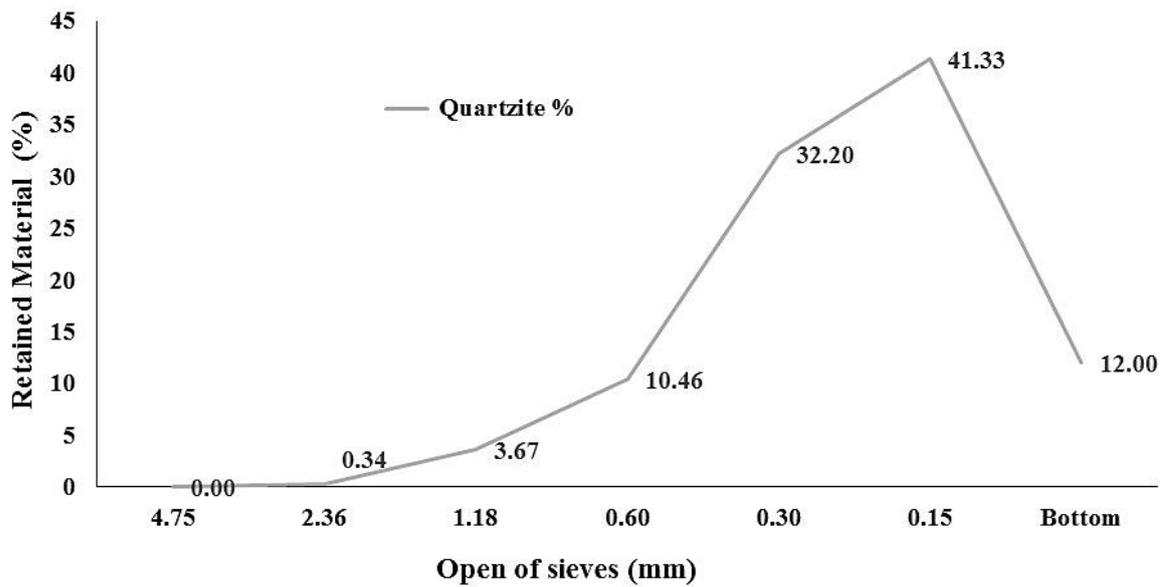


Figure 2 - Granulometric analysis of quartzite.

Finer particle size fractions may be more efficient in composites production as they have a larger specific area. This fact can generate less porous and better structured composites due to the better compaction. The addition of coconut fibers, or even any lignocellulosic material, may result in pores along the composite structure. Therefore quartzite could be a good option to achieve good physical and mechanical properties. Saeli et al. [40] found higher density for mortar specimens produced with smaller aggregates' particle size, which means lower porosity and lack of continuity between the pores. The most important reason for the specification of granulometric limits and the maximum size of aggregates is their influence on the workability. According to NBR 7211 [24] standard, a material is considered as aggregate when it pass by the sieve with opening of 4.75 mm. According to the result found, the quartzite powder is included in this classification. Regarding aggregates, good mechanical characteristics of the composites at being produced may be also related to the: aggregate size [41], aggregate shape [42] and volume fraction of aggregates [43]. The addition of a very fine aggregate (≤ 1 mm) improves the material bulk stiffness [40].

From the accumulated retained amounts presented in the granulometric curve, it was possible to calculate the modulus of fineness, following the recommendations of the NBR 7211 [24] standard. The powder quartzite waste showed modulus of fineness of 0.88. According to the particle size distribution and the modulus of fineness, this waste can be used as aggregate for production of mortar and concrete containing a large quantity of fines, which indicate its use as a fine aggregate, with “filler” characteristics. The quartzite waste has as

purpose to act as "filler". In this way, this material will fill the pores and improve the packaging of the final composite [44].

3.3 Characterization of coconut fiber

The value obtained for basic density of the coconut fiber was 0.169 g/cm^3 , which corresponds to the value described by Van Dam et al. [45], 0.15 g/cm^3 . This characteristic of the fiber may influence the extrusion process. Using low proportions of fibers as reinforcement, which has low density, the amount of fibers dispersed in the cementitious matrix is high from a critical point, the mixture loses the extrudability due to the interlacing between the fibers. In addition, the relation between the low density and the extrusion problems of the mixture may occur due to the difficulty of producing a homogeneous mixture, resulting in fibers agglomeration and obstruction of the extruder [19].

The chemical analysis showed low levels of total extractives for the coconut fiber (3.38%) (Table 4). These values are desirable for production of fiber-cement, since the presence of extractives on the fibers surface influences the exothermic hydration, which is characteristic of the Portland cement, increasing the solidification time due to the inhibitory effect on cement hydration [46, 47]. Others studies confirm that the poor compatibility of plant fibres and cement is mainly due to the effect of dissolved extractives of plant fibres on cement hydration besides the presence of a large number of hydroxyl groups in the cell walls of plant fibres with high water absorption, resulting in a negative effect on the physical and mechanical properties of the composites. In addition, the alkaline attack in cement hydrates can significantly reduce the strength and durability of plant fibres [48].

Table 4 – Chemical composition of coconut fiber.

Component	Content (%)
Total extractives	3.38 ± 0.26
Insoluble lignin	30.34 ± 2.48
Hemicelluloses	32.11 ± 1.06
Cellulose	34.02 ± 1.06
Ashes	0.15 ± 1.02

The analysis of chemical composition of coconut fiber confirms the high lignin content. A similar observation was made by Van Dam et al. [45] when analyzing the green

coconut for panels production. The high content found in coconut fiber (30.34%) can be compared to the results presented by Asasutjarit et al. [49] and Khalil et al. [50], in which the authors found lignin contents of 32.1% and 32.8%, respectively. Corradini et al [51], studying the chemical composition of several varieties of coconut fibers, observed that lignin ranged from 36 to 43% depending on the origin, values slightly higher than those found in this study. This high lignin content in coconut fibers provides a high compressive strength and less microbial degradation due to the thick cell wall and therefore less susceptible to chemical reactions [52, 53]. The high cellulose concentration (34.02%) could also exert a good influence on the production of composites. It is an important factor for reinforcement and acoustic absorption properties of the fiber-cement [53].

3.4. Compatibility analysis of coconut fibers and cement

The hydration properties of wood materials and cement mixture (compatibility) are associated with the properties of both components. The compatibility between the cement and the lignocellulosic material can be expressed in terms of hydration heat. Thus, the evolution of the hydration temperature of the cement in absence and in the presence of the fiber was measured to determine the inhibition index of the cement (Figure 3).

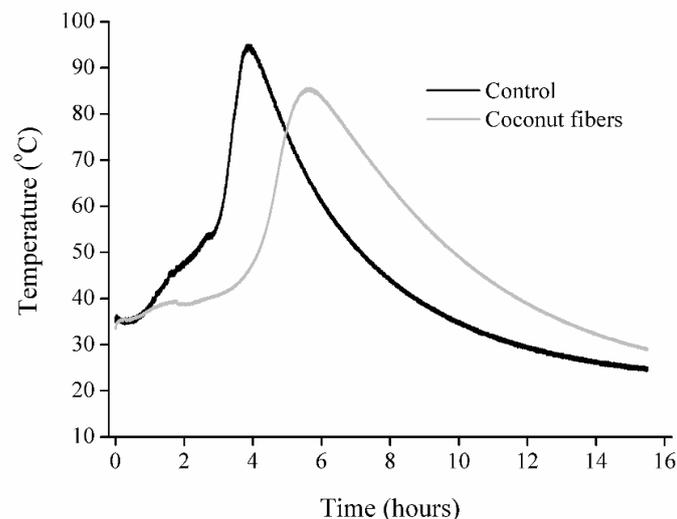


Figure 3 – Inhibition index of cement with coconut fibers.

The mixture of the ideal material should reach the maximum temperature in lower time, with a maximum increase. The maximum temperature of the control was 94 °C in 4 h

while the composite with coconut fiber addition reached 85 °C in 5 h. After the water addition, the tricalcium aluminate (C_3A) present in Portland cement reacts with water forming an aluminate rich gel. Thereafter, the gel reacts with the sulfate rich solution forming the ettringite (AFt), with a small rod-like structure. Subsequently, tricalcium silicate (C_3S) and dicalcium silicate (C_2S) take part in a hydration reaction to form calcium silicate hydrate (C–S–H) gel and calcium hydroxide [54]. The decrease in maximum temperature can be the result of a lower cement solidification value, or by the presence of a certain mass of lignocellulosic material, which does not contribute to the heat generation. Nevertheless, all of hydration reactions of the Portland cement can be disturbed by the addition of plant fibers, causing a deceleration of the setting time. Particularly, extractives and impurities may affect the hydration reaction equilibrium, resulting in low quality of the fiber-cements [34]. Fibers saturated with water can release certain extracts, which will favour dispersion of cement particles, increasing the effective contact area of water with cement, and accelerating the hydration reaction. As a result, the hydration of the paste with lignocellulosic fibers is faster than the pure cement paste, with the temperature peak of hydration being advanced [48].

The result obtained for inhibition index of cement was 1.93. According to the classification of Okino et al [34], inhibitions below 10 are classified as low. In this way, the inhibition test corroborates with chemical analysis of the fiber that presented low extractive content (3.38%), causing low influence on the inhibition of the cement in the solidification process. This phenomenon occurs because, in general, there is an inverse relationship between the extractive content of the lignocellulosic material and the hydration temperature of the cement + fiber [33, 55-57].

The addition of mineral components in the fiber-cement composition has been reported in literature. Bouharoun et al. [58] studied the behavior of reaction heat on the effect of mortar production with Portland cement substitution by asbestos-free fiber-cement waste. The results indicate that, for cementitious systems considered, the mineral additions shows a tendency to extend the dormant phase of hydration.

The insertion of lignocellulosic fibers could also influence the density of composites. As previously shown, the basic density of coconut fiber was 0.169 g/cm³, which is considered low in comparison to cement and mineral components. A possible reduction in mortar density could be attributed to the fiber ability to retain air in their irregular and rough surface, which would subsequently increase the number of air voids and thus decrease the weight [59, 60].

4. Conclusion

Quartzite and coconut fiber wastes were characterized in intention of evaluating a possible potential for production of fiber-cement composites. The granulometric analysis of quartzite waste showed that the major part of the waste was in powder form and practically only 0.34% of the particles was larger than 2.36 mm. In addition, the quartzite waste obtained modulus of fineness of 0.88, which indicate a possible use of the waste as fine aggregate with “filler” characteristics. In general, the use of quartzite wastes in powder form as a "filler" material in a cement matrix shows potential for production of more resistant and more sustainable fiber-cement. The chemical analysis of the quartzite showed the high percentage of silicon, followed by zirconium and molybdenum. The chemical analysis of the coconut fibers confirmed a low content of extractives (3.38%) that could have contributed to a lower time of cement hydration. The high content of lignin (30.34%) is an important factor, which implies in possible better mechanical properties of the fiber-cement. The use of coconut fibers as reinforcement in a cement matrix shows a potential for the production of lighter composites due to the low its low basic density in comparison to the cement and its structure that allows the accumulation of air bubbles. The fiber/cement compatibility demonstrated a low inhibition index, which may affect the composite solidification in a reduced way and provide greater affinity of the fiber-matrix interface. The insertion of coconut fibers in composites production, added to quartzite wastes may be an option for more resistant and more sustainable fiber-cement. In addition, this action contributes positively for the production chain of this mining waste in reducing environmental impacts.

Acknowledgements

The authors thank to Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior – CAPES, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, Brazilian Research Network in Lignocellulosic Composites and Nanocomposites – RELIGAR.

References

- [1] Vazzoler, J., Vieira, G. L., Teles, C. R., Degen, M. K., & Teixeira, R. A. Investigation of the potential use of waste from ornamental stone processing after heat treatment for the production of cement-based paste. *C. and Building Material* 2018; 177: 314-321.
- [2] Galetakis M., Soutana, A. A review on the utilisation of quarry and ornamental stone industry fine by-products in the construction sector. *C. and Building Material* 2016; 102:769-781.
- [3] Gesoğlu, M., Güneyisi, E., Kocabağ, M. E., Bayram, V., Mermerdaş, K. Fresh and hardened characteristics of self-compacting concretes made with combined use of marble powder, limestone filler, and fly ash. *C. and Building Material* 2012, 37:160-170.
- [4] Gameiro, F., De Brito, J., Da Silva, D. Durability performance of structural concrete containing fine aggregates from waste generated by marble quarrying industry. *E. Structures* 2014; 59: 654-662.
- [5] Marmol, I., Ballester, P., Cerro, S., Monrós, G., Morales, J., & Sánchez, L. Use of granite sludge wastes for the production of coloured cement-based mortars. *C. Concrete Composites* 2010; 32: 617-622.
- [6] Ramos, T., Matos, A. M., Schmidt, B., Rio, J., & Sousa-Coutinho, J. Granitic quarry sludge waste in mortar: Effect on strength and durability. *C. and Building Material* 2013; 47:1001-1009.
- [7] Martinez, I., Etxeberria, M., Pavón, E., & Díaz, N. A comparative analysis of the properties of recycled and natural aggregate in masonry mortars. *C. and Building Material* 2013; 49:384-392.
- [8]Carreiro, M.E.A., Santos, R.C., Silva, V.J., Lira, H.L., Neves, G.A., Menezes, R.R., et al. Quartzite Residue - Alternative Raw Material for Use in Structural Ceramic Pastes. *Cerâmica* 2016; 62:170–178.
- [9]Marinoni, N., D’Alessio, D., Diella, V., Pavese, A., Francescon, F. Effects of soda-lime-silica waste glass on mullite formation kinetics and micro-structures development in vitreous ceramics. *J Environ Manag* 2013;124:100–107.
- [10]Wannagon, A., Sornlar, W., Choeycharoen, P. Crystalline phases and physical properties of modified stoneware body with glaze sludge. *Ceram Int* 2012;38:4485–4494.
- [11]Kim, K., Kim, K., Hwang, J.L.C.D. waste glass as a substitute for feldspar in the porcelain sanitary ware production. *Ceram Int* 2015;41:7097–102.
- [12]Andreola, F., Barbieri, L., Lancellotti, I., Leonelli, C., Manfredini, T. Recycling of industrial wastes in ceramic manufacturing: state of art and glass case studies. *Ceram Int* 2016;42:13333–13338.
- [13]Martini, E., Fortuna, D., Fortuna, A., Rubino, G., Tagliaferri, V. Sanitser, an innovative sanitary ware body, formulated with waste glass and recycled materials. *Cerâmica* 2017;63: 542–548.

- [14] Mothé, C.G., Azevedo, A.D. Thermal analysis of materials, Ieditora, 1aEd. São Paulo, 2002, p. 300.
- [15] IBGE. Systematic Survey of agricultural production-Monthly survey of agricultural forecasts and monitoring in the calendar year. 2019.
- [16] Hwang, C. L., Tran, V. A., Hong, J. W., & Hsieh, Y. C.. Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior, and impact resistance of cementitious composites. *C. and Building Material* 2016; 127:984-992.
- [17] Wei, J., Meyer, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. *C. and Concrete Research* 2015; 73:1-16.
- [18] Soroushian, P., Won, J. P., Hassan, M. Durability characteristics of CO₂-cured cellulose fiber reinforced cement composites. *C. and Building Material* 2012; 34:44-53.
- [19] Fonseca, C. S., Silva, M. F., Mendes, R. F., Hein, P. R. G., Zangiaco, A. L., Savastano Jr, H., Tonoli, G. H. D. Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites. *C. and Building Material* 2019; 211:517-527.
- [20] Lu, Z., Zhang, J., Sun, G., Xu, B., Li, Z., & Gong, C. Effects of the form-stable expanded perlite/paraffin composite on cement manufactured by extrusion technique. *Energy* 2015; 82:43-53.
- [21] Silva, D. W. Et Al. Cementitious composites reinforced with Kraft pulping waste. *K. Engineering Materials* 2016; 668:390-398.
- [22] Qian, X., Zhou, X., Mu, B., & Li, Z. . Fibre alignment and property direction dependency of FRC extrudate. *C. and Concrete Research* 2003; 33:1575-158.
- [23] Zhou, X.; Li, Z. Light –weight wood –magnesium oxychloride cement composite building products made by extrusion. *C. and Building Material* 2012; 27:382-389.
- [24] NBR 7211, Aggregates for concrete - Specification. Brazilian Association of Technical Standards (ABNT) 2009, Rio de Janeiro, Brazil.
- [25] NBR5733, Cement Portland high early strength, Specification. Brazilian Association of Technical Standards (ABNT) 1983 Rio de Janeiro, Brazil.
- [26] NBR 11941, Wood: Determination of Basic Density, Brazilian Society of Technical Standards (ABNT), 2003.
- [27] NBR 13999, Determination of Residue (ash) After Incineration at 525 C, Brazilian Society of Technical Standards (ABNT), 2003.
- [28] NBR 14853, Determination of ethane-toluene-soluble material and dichloromethane and acetone, Brazilian Society of Technical Standards (ABNT), 2010.
- [29] NBR 7989, Cellulosic Pulp and Wood – Determination of Acid-Insoluble Lignin, Brazilian Society of Technical Standards (ABNT), 2010.

- [30] Browning, B. L. T. *Chemistry of Wood*. New York: Interscience, 1963.
- [31] Kennedy, F.; Phillips, G. O.; Williams, E. P. A. *Wood and cellulose: industrial utilization, biotechnology, structure and properties*, Ellis Horwood. Chichester: E. Horwood, 1987.
- [32] Hofstrand, A. D.; Molesmi, A. A.; Garcia, J. F. Curing characteristics of particles from nine northern Rocky Mountain species mixed with portland cement. *F. Products Journal* 1984; 34:57-61.
- [33] Lopes, Y.L.V., Mori, F.A., Mendes, L.M., Latorraca, J.V.F., Trugilho, P.F., Silva, G.C. Evaluation of the technical viability of *Eucalyptus grandis* Hill ex Maiden wood and barks in the production of cement-bonded particleboard. *S. Forestalis* 2005; 67:111-122.
- [34] Okino, E. Y. A.; Souza, M. R. De; Santana, M. A. E. Cement-bonded wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood. *C. & Concrete Composites* 2004; 34:1-6.
- [35] Yang, Xiurong; Jiang, Annan; Li, Mingxin. Experimental investigation of the time-dependent behavior of quartz sandstone and quartzite under the combined effects of chemical erosion and freeze–thaw cycles. *C. Regions Science and Technology* 2019; 161:51-62.
- [36] Gao, X.Y., Wang, L., Chen, Y.X., Zheng, Y.F., Chen, R.X., Huang, F., Zhang, Q.Q., Ji, M., Meng Z.Y. Geochemical evidence from coesite-bearing jadeite quartzites for large-scale flow of metamorphic fluids in a continental subduction channel. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 2019; 265:354–370.
- [37] Nie, F. J. Rare earth element geochemistry of the molybdenum-bearing granitoids in the Jinduicheng-Huanglongpu district, Shaanxi Province, northwest China. *Mineralium Deposita*. 1994; 29 488-498.
- [38] Santos, D.A., Gurgel, M.T., Mota, A.F., Gomes, P.F.Í. Quartzite mineral extraction and its applicability in civil construction in the city of Várzea – Pb. *Holos* 2014;4:89.
- [39] Pedergnana, A., Ollé, A. Monitoring and interpreting the use-wear formation processes on quartzite flakes through sequential experiments. *Quat Int* 2016.
- [40] Saeli, M., Senff, L., Tobaldi, D. M., Seabra, M. P., Labrincha, J. A. Novel biomass fly ash-based geopolymeric mortars using lime slaker grits as aggregate for applications in construction: Influence of granulometry and binder/aggregate ratio. *Construction and Building Materials* 2019; 227, 116643.
- [41] Philippidis, T.P., Aggelis, D.G. Experimental study of wave dispersion and attenuation in concrete, *Ultrasonics* 2005; 43:584–595.
- [42] Asadollahi, L., Khazanovich. Numerical investigation of the effect of heterogeneity on the attenuation of shear waves in concrete. *Ultrasonics* 2019; 91:34–44.
- [43] Nogueira, C.L., Rens KL. Ultrasonic wave propagation in EPS lightweight concrete and effective elastic properties. *Constr Build Mater* 2018; 184:634–642.

- [44] Neville, A. M. *Propriedades do Concreto*. 2. ed. São Paulo - SP: PINI, 1997.
- [45] Van Dam, J.E.G., Oever, M.J.A., Keijsers E.R.P., Putten J.C.V., Anayron C., Josol F., Peralta A. Process for production of high density/high performance binderless boards from whole coconut husk Part2: Coconut rusk morphology, composition and properties. *I. Crops and Products* 2006; 24:96-104.
- [46] Hachmi, M. H., Moslemi, M. A. Correlation between wood-cement compatibility and wood extractives. *F. Products Journal* 1989; 39:55-58.
- [47] Tonoli, G. H. D. et al. Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement based composites. *I. Crops and Products* 2010; 31:225-232.
- [48] Jiang, D., Cui, S., Xu, F., Tuo, T. Impact of leaf fibre modification methods on compatibility between leaf fibres and cement-based materials. *Construction and Building Materials* 94 (2015) 502–512.
- [49] Asasutjarit, C., Hirunlabh, J., Khedari, J., Charoenvai, S., Zeghmati, B., & Shin, U. C. Development of coconut coir-based lightweight cement board. *C. and Building Material* 2007; 21:277-288.
- [50] Khalil, H. S. A., Alwani, M. S., Omar, A. K. M. Chemical composition, anatomy, lignin distribution, and cell wall structure of Malaysian plant waste fibers. *BioResources* 200; 1:220-232.
- [51] Corradini, E., Rosa, M. D. F., De Macedo, B. P., Paladin, P. D., & Mattoso, L. H. C. *Composição química, propriedades mecânicas e térmicas da fibra de frutos de cultivares de coco verde*. Embrapa Agroindústria Tropical 2009.
- [52] Rajan, A., Senan C.R., Pavithran T.E., Biosoftening of coir fiber using selected microorganisms. *B. and Biosystems Engineering* 2005; 28:165-173.
- [53] Lertwattanaruk, P., Suntijitto, A. Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications. *C. and Building Material* 2015; 94:664-669.
- [54] Taylor, H.F.W. *Cement Chemistry*, 2nd ed., Telford, London, 1997.
- [55] Sutigno, P. Effect of aqueous extraction of wood-wool on the properties of wood-wool cement board manufactured from teak (*Tectona grandis*). *Proceedings* 2000; 107:24-28.
- [56] Vaickelionis, G., Vaickelioniene, R. Cement hydration in the presence of wood extractives and pozzolan mineral additives. *Ceramics* 2006; 50:115-122.
- [57] Ferraz, J. M., Del Menezzi, C. H., Souza, M. R., Okino, E. Y., & Martins, S. A. Compatibility of pretreated coir fibres (*Cocos nucifera* L.) with portland cement to produce mineral composites. *I. J. of Polymer Science* 2012; 2012:12-23.

[58] Bouharoun, S., Leklou, N., Mounanga, P. Use of asbestos-free fiber-cement waste as a partial substitute of Portland cement in mortar. *Materials and Structures* 2014. DOI 10.1617/s11527-014-0264-0

[59] Gupta, T., Chaudhary, S., Sharma, R.K. Mechanical and durability properties of waste rubber fiber concrete with and without silica fume. *J. Clean. Prod* 2016; 112:702–711

[60] Lv, J., Zhou, T., Du, Q., Wu, H. Effects of rubber particles on mechanical properties of lightweight aggregate concrete, *Constr. Build. Mater* 2015; 91 145–149

ARTIGO 2

EFEITO DO TEMPO DE CARBONATAÇÃO EM COMPÓSITOS DE FIBROCIMENTO EXTRUDADOS COM DIFERENTES PORCENTAGENS DE RESÍDUO DE QUARTZITO E FIBRAS DE COCO

RESUMO

O presente estudo teve por objetivo avaliar a incorporação de diferentes porcentagens de quartzito (0, 25, 50, 75 e 100%), em substituição ao calcário, na produção de fibrocimento reforçado com fibras de coco, bem como analisar como o tempo de carbonatação acelerada (0, 6, 12 e 24h) pode proporcionar melhores condições para a fibra vegetal e trazer ganhos nas propriedades físicas e mecânicas do compósito. As amostras de fibrocimento foram produzidas com cimento Portland CPV-ARI, resíduo de quartzito em substituição ao calcário agrícola, 2% (em massa) de fibras de *Cocos nucifera*, Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéster carboxílico (ADVA). A relação água: cimento (em massa) foi de aproximadamente 0,40. Os corpos de prova foram confeccionados pelo processo de extrusão e permaneceram 28 dias em processo de cura em ambiente saturado. Os fibrocimentos com 100% de quartzito foram submetidos ao processo de carbonatação acelerada por (0, 6, 12 e 24 horas). A termogravimetria foi realizada para monitorar a formação de carbonatos ao longo do processo de carbonatação acelerada. A microestrutura, as propriedades físicas e mecânicas também foram avaliadas. A adição do resíduo de quartzito diminuiu os valores da densidade aparente e porosidade aparente, levando a uma menor absorção de água do compósito para todos os tratamentos estudados, principalmente devido ao preenchimento dos poros pelo quartzito, como demonstrou as micrografias geradas no MEV. Como consequência, houve um incremento positivo no módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP) e tenacidade. Não houve diferença estatisticamente significativa na densidade aparente dos compósitos expostos a diferentes tempos de carbonatação. No entanto, ocorreu diminuição da porosidade aparente em até 6% em 12 horas de exposição. A absorção de água reduziu 8,74% em 6 horas de carbonatação. Em relação ao módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (MOE) e limite de proporcionalidade (LOP), não foi observada diferença estatística entre os compósitos não carbonatados (controle) e os que passaram pela carbonatação acelerada em diferentes tempos. Houve um incremento (69%) da tenacidade de 2,18 KJ/m² (testemunha) a 3,69 KJ/m² dos fibrocimentos expostos a 12 horas de carbonatação. Ou seja, foi observado um aumento de 69,26%. Em conclusão, este estudo demonstrou que a utilização de resíduos de quartzito e fibras de coco na produção de fibrocimento, bem como a carbonatação acelerada têm grande potencial para confecção de compósitos mais leves, resistentes e sustentáveis, podendo haver total substituição do calcário pelo resíduo de quartzito.

Palavras-chave: Material não convencional. Extrusão. Sílica. Resíduo. CO₂.

INTRODUÇÃO

A indústria de rochas ornamentais e de revestimento apresenta grande relevância econômica no país. O Brasil é o quarto maior produtor, antecedido por China, Índia e Turquia, respectivamente. Em 2019, o país produziu 9 milhões de toneladas de rochas e exportou 2 milhões de toneladas para 120 países (ABIROCHAS, 2019).

Em contrapartida, milhões de toneladas de resíduos de rochas ornamentais são produzidas anualmente no mundo, causando grandes impactos ambientais. Estima-se que em 2018 tenham sido produzidas 3,26 milhões de toneladas de resíduos de processamento (VAZZOLER *et al.*, 2018; CHIODI FILHO, 2019).

Estudos sobre o desempenho de argamassas incorporadas a resíduos de rochas ornamentais como matérias-primas alternativas têm sido destacados na literatura (GAMEIRO *et al.*, 2014; MARMOL *et al.*, 2010; RAMOS *et al.*, 2013; MARTINEZ *et al.*, 2013). No entanto, ainda não se têm pesquisas relacionadas à produção de fibrocimentos incorporados com resíduos de quartzito.

Materiais de origem cimentícia apresentam baixa tenacidade, o que resulta em fratura e/ou fissuras quando expostos à carga elevada (WEI; MEYER, 2015). Sendo assim, algumas alternativas foram avaliadas para contornar esse problema, sendo a adição de fibras como reforço aquela que apresentou melhores resultados, fornecendo melhoria na resistência à flexão, tenacidade e resistência ao impacto (SOROUSHIAH; WON; HASSAN, 2012).

Compostos de fibrocimento com fibras lignocelulósicas são aplicados na fabricação de telhas, chapas corrugadas e planas, painéis de vedação e outros materiais de construção, principalmente chapas finas não estruturais (ARDANUY, CLARAMUNT & TOLEDO FILHO, 2015; XIE *et al.*, 2015; FONSECA *et al.*, 2019).

Entretanto, são observados alguns inconvenientes na utilização de fibras vegetais como a mineralização na matriz cimentícia e a instabilidade dimensional do material. A mineralização ocorre porque o cimento Portland apresenta um pH alcalino e os produtos de sua hidratação se depositam no lúmen das fibras, fazendo com que fiquem endurecidas e percam a capacidade de reforço. A instabilidade dimensional é causada pela higroscopicidade do material, em que a perda e o ganho de umidade da fibra promovem modificações dimensionais, afetando a interface fibra-matriz (SAVASTANO JUNIOR; DANTAS; AGOPYAN, 1994).

Nesse contexto, o processo de carbonatação tem se tornado uma alternativa para aumentar a durabilidade das fibras vegetais associadas à matriz cimentícia. A principal

consequência é a diminuição no pH da matriz de 12,5 e 13,5 para um valor próximo de 8,3 nas zonas totalmente carbonatadas (SAETTA; SCHREFLER; VITALINI, 1993). Essa redução na alcalinidade torna o cimento menos agressivo às fibras e melhora a interface do compósito (TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; DOS SANTOS *et al.*, 2019). A reação do dióxido de carbono com óxido de cálcio em minerais de cimento facilita a formação da forma mais estável de carbonato de cálcio (SHAO, MIRZA & WU, 2006; KASHEF-HAGHIGHI & GHOSHAL, 2009; WANG *et al.*, 2019).

As reações de carbonatação na pasta de cimento podem ser divididas em três etapas: Primeiro ocorre a difusão de CO₂ na matriz, em seguida, o CO₂ é dissolvido na solução de poros e os íons Ca²⁺ são migrados das partículas de cimento. O terceiro passo é a formação de carbonato de cálcio. A reação de Ca²⁺ e CO₃²⁻ para gerar carbonato de cálcio ocorre de maneira rápida (TEIR, ELONEVA & ZEVENHOVEN, 2005; WANG, 2019). O processo de carbonatação estabiliza a estrutura mecânica do material devido à densificação da matriz cimentícia (PIZZOL *et al.*, 2014; TONOLI *et al.*, 2019), podendo ocorrer principalmente nas primeiras idades da hidratação.

A carbonatação acelerada de materiais à base de cimento é um dos métodos racionais e eficazes para preparar materiais de construção, sendo portanto, um procedimento de cura inovador para unidades de concreto pré-moldado, que resulta no sequestro do gás dióxido de carbono e sua conversão em produtos estáveis, reduzindo as emissões de CO₂ pela indústria da construção.

Portanto, o objetivo principal deste trabalho foi otimizar o processo de carbonatação acelerada, estudando a influência do tempo no progresso da carbonatação. A carbonatação acelerada também foi avaliada quanto às propriedades físico-mecânicas de compósitos de fibrocimento reforçados com fibra de coco e resíduo de quartzito.

MATERIAL E MÉTODOS

Material

As fibras de coco (*Cocos nucifera*) utilizadas neste estudo foram fornecidas pela empresa Vitaplan - Adubos e Fertilizantes de Cascavel - PR e não passaram por nenhum tratamento físico ou químico. As mesmas foram cortadas em comprimento de 10 cm e posteriormente moídas em um moinho Marconi MA-090CF (Piracicaba, Brasil), contendo uma peneira com abertura de 2 mm.

A matriz cimentícia utilizada neste estudo foi composta por cimento Portland CPV-ARI, normatizado pela NBR 5733 (ABNT, 1986). A escolha deste cimento se deve a sua alta resistência inicial. O quartzito, proveniente do processo de mineração da cidade de Luminárias – MG, foi utilizado para substituir parcialmente ou totalmente o calcário, com o objetivo de buscar uma forma de reinserir na cadeia produtiva os finos produzidos durante o processo de beneficiamento dessas rochas, contribuindo para a diminuição do impacto ambiental gerado pelo descarte incorreto desses resíduos. Para auxiliar no processo de extrusão, foram utilizados Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e poliéster carboxílico (ADVA) como modificadores reológicos. HPMC foi produzido pela Aditex Ltda. (Brasil), e apresenta uma viscosidade entre 60.000 e 70.000 cP. A ADVA foi fornecida pela Grace Brasil Ltda. e tem uma densidade de 1,1 g/cm³ e pH ± 3,4. Em todas as formulações, 1,0% de cada aditivo (ADVA e HPMC) foi utilizado em relação à massa de cimento, conforme descrito por Teixeira et al. (2012).

Produção dos compósitos

Os compósitos foram produzidos em escala laboratorial por procedimento de extrusão. A matriz cimentícia utilizada foi composta de cimento Portland CPV-ARI (NBR 5733) e o “*filler*” carbonático (calcário agrícola moído) que foi substituído gradativamente por quartzito (0, 25, 50, 75, 100%). A porcentagem de cada material empregado foi baseada em estudos anteriores (TEIXEIRA, 2010; TEIXEIRA *et al.*, 2012; TONOLI *et al.*, 2010; MENDES, 2014).

A massa cimentícia foi produzida em uma bateadeira planetária. O cimento, o quartzito e o HPMC foram misturados em uma rotação de 140 rpm por um período de 2 minutos. Em seguida, adicionou-se 2% da fibra de coco, ADVA e a água, permanecendo em rotação de 285 rpm por mais 5 minutos a fim de promover a distribuição homogênea da fibra e a reação dos modificadores reológicos (ADVA e HPMC) (Figura 1). Em todas as formulações, utilizou-se 1,0% de cada aditivo (ADVA e HPMC), em relação à massa de cimento, conforme descrito por Teixeira et al. (2012). A relação água/cimento foi próxima a 0,4.

Os compósitos foram fabricados em uma extrusora de parafuso único Verdés, modelo 51, com um parafuso com diâmetro de 100/130 mm, comprimento de 673 mm e velocidade do parafuso de 32 rpm. As amostras de fibrocimento foram produzidas com dimensões nominais de 28 mm de largura, 18 mm de espessura e 200 mm. Após a moldagem

por extrusão, os compósitos foram armazenados em um recipiente selado sob condição saturada e temperatura ambiente (25 °C) durante 28 dias para que ocorresse o processo de cura, para posteriormente, serem realizados os testes físicos e mecânicos.

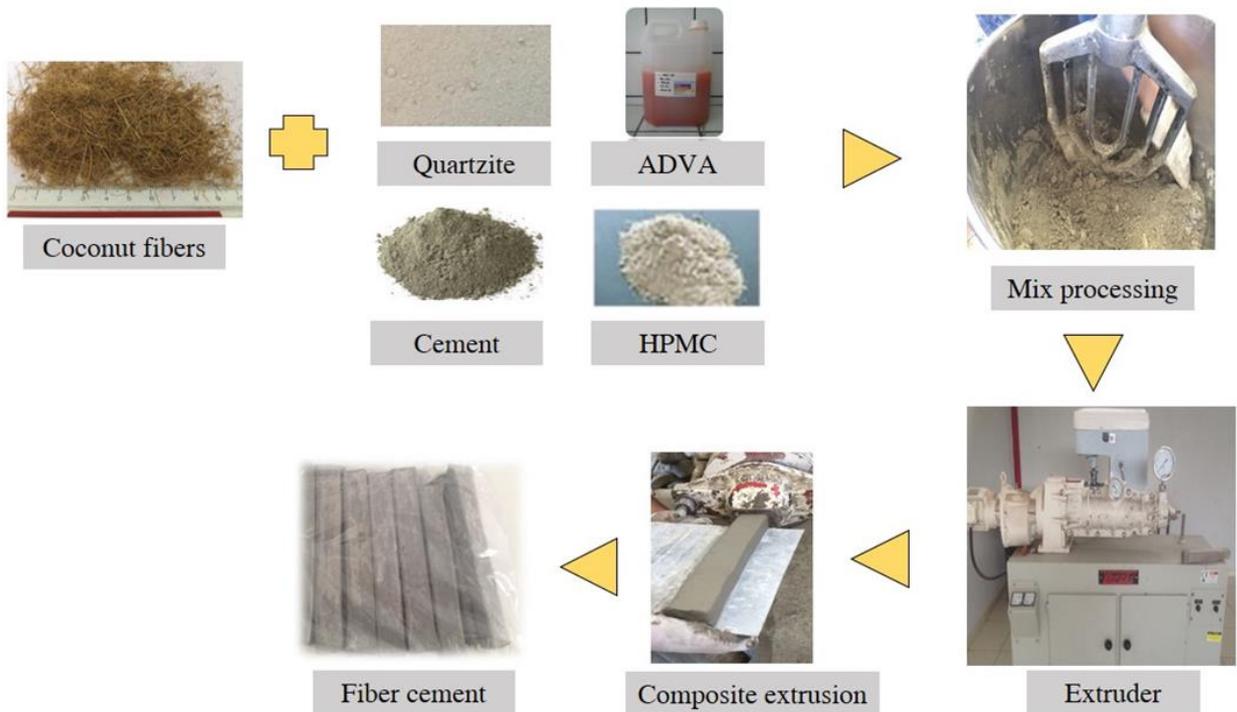


Figura 1 - Esquema do processo de fabricação do fibrocimento pelo processo de extrusão.

Em um segundo momento, foi realizada uma nova extrusão com os fibrocimentos que apresentaram melhor desempenho físico e mecânico com a introdução do resíduo de quartzito. Esses compósitos foram então submetidos à diferentes tempos de carbonatação acelerada (0, 6, 12 e 24h).

Carbonatação acelerada

Após o segundo processo de extrusão, os corpos de prova confeccionados com 100% de quartzito, foram armazenados em um recipiente selado sob condição saturada e temperatura ambiente (25 °C) durante três dias, período necessário para o pré-endurecimento.

Em seguida, a carbonatação acelerada foi realizada por metodologia própria em que a autoclave foi conectada por um mangote a um cilindro de CO₂ de grau industrial com pureza de 99% (Figura 2). Manteve-se pressão constante de 0,75 Kgf/cm² e não houve aplicação de temperatura. Os compósitos foram carbonatados durante 0, 6, 12 e 24 horas, sendo

posteriormente selados em condição saturada e temperatura de 25°C por mais vinte e cinco dias para completar o ciclo de cura (28 dias) e serem submetidos aos ensaios físicos e mecânicos.

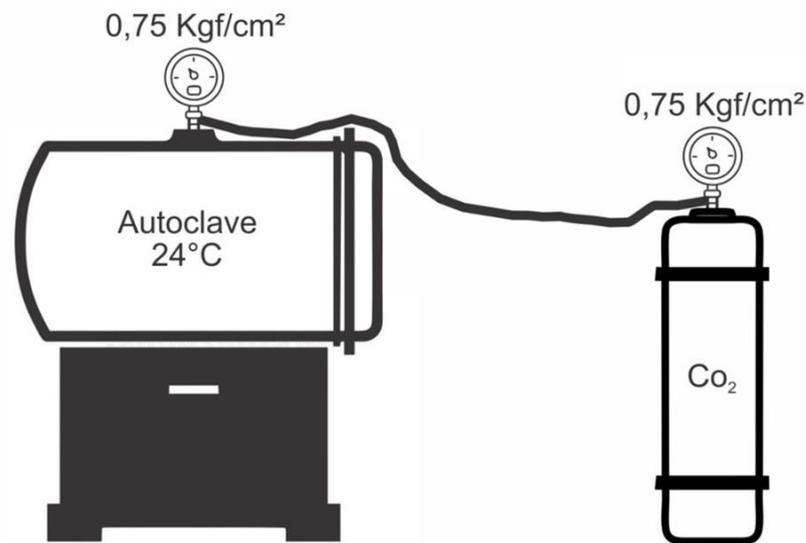


Figura 2 - Esquema para realização da carbonatação acelerada.

A ocorrência da carbonatação foi inicialmente avaliada por titulação com solução de fenolftaleína 2%, usualmente empregada para indicação de pH. Essa solução de fenolftaleína é aplicada à superfície da fratura do compósito e apresenta coloração violeta quando em contato com elementos básicos ($\text{pH} > 7$), como os produtos alcalinos de hidratação do cimento. Quando o pH é ácido ($\text{pH} < 7$), o material se torna incolor, evidenciando o processo de carbonatação.

Termogravimetria (TG)

Amostras das diferentes condições de carbonatação (0, 6, 12 e 24 h) foram imersas em álcool isopropílico durante 1 h, seguindo as recomendações descritas por Snellings *et al.* (2018). As amostras foram secas em estufa a 70 °C por 24 h e mantidas em sacos plásticos selados até os testes de caracterização. A análise termogravimétrica (TGA) foi registrada com um equipamento Netzsch com sistema de análise simultânea STA 409, utilizando uma corrente dinâmica de nitrogênio (vazão = 60 mL/min) a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min. As amostras foram moídas e subamostras com massa nominal de 1g foram utilizadas

no TGA, a fim de reduzir a influência da variação de massa ou eventuais heterogeneidades das amostras (MATSUSHITA *et al.*, 2000; TONOLI *et al.*, 2019).

Propriedades Físicas

O estudo das propriedades físicas dos compósitos foram realizados conforme a norma C 948-81 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM, 2001). Foram realizadas análises de densidade aparente (DA) (Equação 1), absorção de água (AA) (Equação 2) e porosidade aparente (PA) (Equação 3). Para a determinação das propriedades, os corpos de prova foram submersos em água por um período de 24 horas a temperatura ambiente e foram calculadas a massa úmida e imersa. Em seguida, permaneceram por 24 horas em estufa, a uma temperatura de 80°C para determinação da massa seca.

$$DA = \frac{Ms}{Mu - Mi} * pw \quad (1)$$

$$AA = \frac{Mu - Ms}{Ms} * 100 \quad (2)$$

$$PA = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} * 100 \quad (3)$$

Em que: Mu é a massa úmida, Mi é a massa imersa, Ms é a massa seca e pw é densidade do líquido em que as amostras foram imersas.

Propriedades mecânicas

Os testes de flexão estática foram realizados usando uma máquina de teste universal (TimeShijin, modelo WDW-20E) equipada com uma célula de carga de 20 kN. Utilizou-se uma configuração com três cutelos (vão inferior igual a 150 mm) na determinação dos valores médios de módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo de elasticidade (MOE) e tenacidade dos compósitos quando submetidos ao ensaio de flexão estática. A configuração e determinações seguem os procedimentos sugeridos em Rilem (1984) (Métodos de Teste para Compósitos à base de cimento reforçado com fibra) e são descritos em detalhes em estudos anteriores (TONOLLI *et al.*, 2010; TONOLLI *et al.*, 2011). Para cada formulação, sete amostras foram analisadas após a exposição a diferentes tempos do processo de carbonatação.

Caracterização Microestrutural

As micrografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram obtidas por um microscópio eletrônico de varredura modelo JMS 6510 (JEOL®) com uma voltagem de 10kV.

As análises foram realizadas na superfície de ruptura das placas que foram ensaiadas por flexão estática. Essa observação teve por objetivo avaliar o efeito do pó de quartzito nas propriedades físico-mecânicas do fibrocimento e a influência na interface fibra/matriz.

Análise dos resultados

Para análise dos dados, foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado. Na primeira etapa, para avaliação das propriedades físico-mecânicas dos fibrocimentos produzidos com diferentes porcentagens de quartzito, realizou-se uma análise de variância e análise de regressão, ambas a 5% de significância. Para a análise do processo de carbonatação, os resultados obtidos para as propriedades físico-mecânicas dos compósitos foram submetidos à análise de variância e teste de média de Scott-Knott a 5% de significância.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Densidade aparente dos compósitos

Houve efeito significativo da adição de resíduo de quartzito sobre a densidade aparente dos fibrocimentos (Figura 3). É possível notar uma tendência de redução dessa propriedade com o acréscimo da quantidade de resíduo, que, de certa forma, possibilita a produção de materiais mais leves. A densidade do quartzito foi de 1,35 g/cm³, próxima à encontrada no estudo realizado por Barros et. al (2016) (1,49 g/cm³), sendo portanto, menor que a densidade do calcário dolomítico (2,75 g/cm³), material substituído na presente pesquisa (SAMPAIO; ALMEIDA, 2005; FILOMENO *et al.*, 2020). Justifica-se assim, a redução da densidade do compósito com o acréscimo do resíduo.

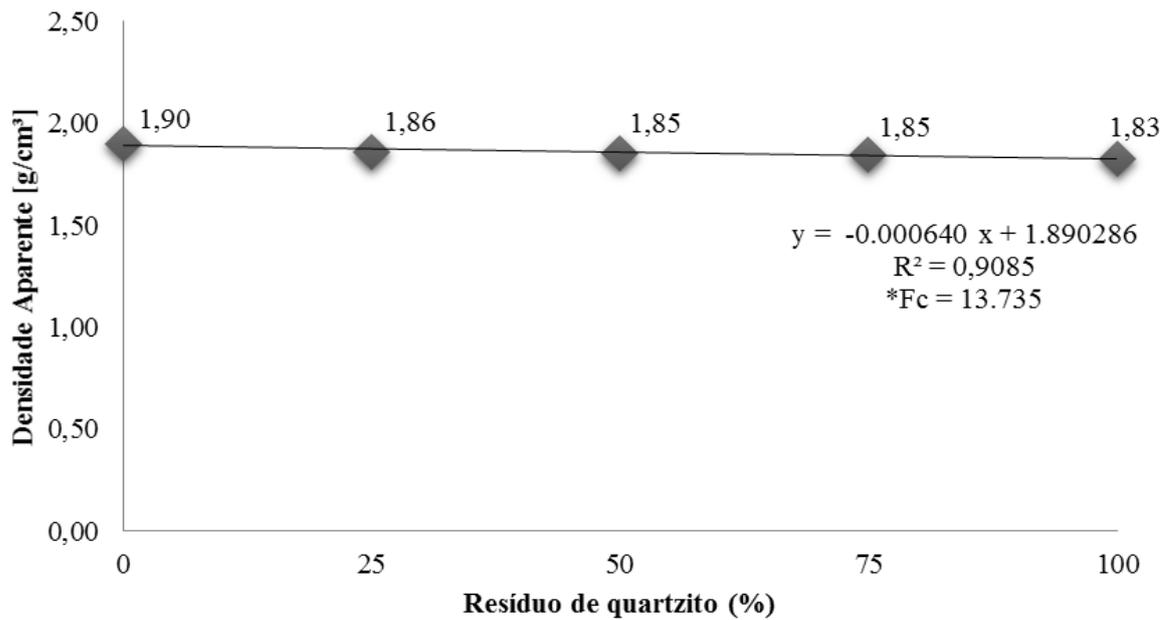


Figura 3 – Densidade aparente dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.

*Significativo à 5%

Porosidade Aparente e Absorção de Água

Houve efeito significativo da adição de resíduo de quartzito sobre a porosidade dos fibrocimentos (Figura 4). É possível notar uma tendência de redução dessa propriedade com o acréscimo da quantidade do quartzito. A redução da porosidade chega a 13,6% com a substituição de 100% do calcário comparado ao controle.

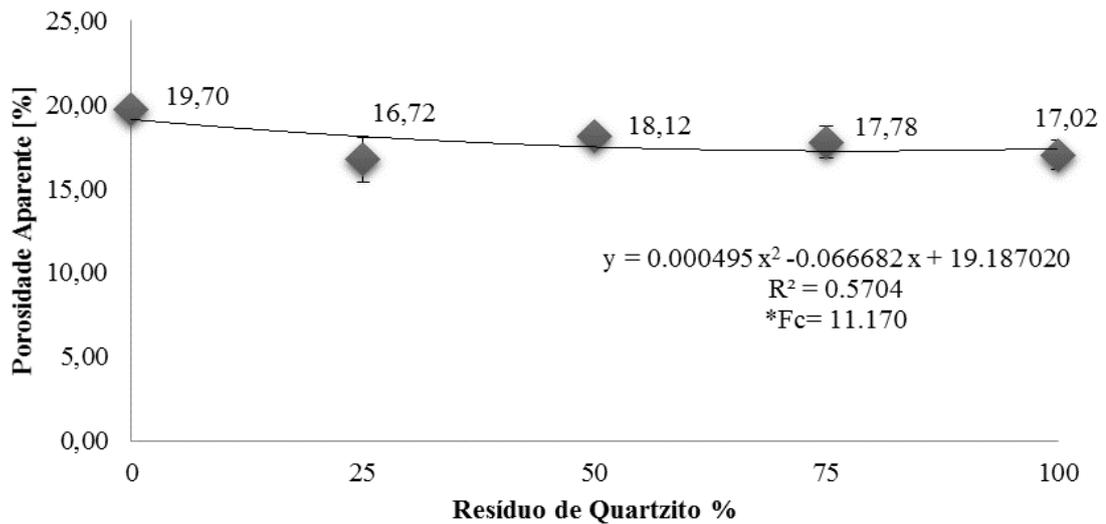


Figura 4 – Porosidade aparente dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.

*Análise de regressão significativa à nível de 0,05%

Esta diminuição na porosidade pode ser explicada como resultado do efeito de “filler” do pó de quartzito que irá preencher os poros e melhorar o empacotamento do compósito final. O efeito de enchimento do pó desse resíduo foi comprovado em trabalho semelhante realizado por Demirel (2010).

Lertwattanaruk e Suntijitto (2015), estudando fibrocimento produzido com pó de coco e fibras de palmeira, encontram valores entre 8,75 e 16,47 % para a porosidade aparente.

A quantidade e as características dos poros da pasta de cimento e agregados influenciam as propriedades mais importantes do concreto endurecido. Dada a influência que o tamanho dos poros dos agregados têm sobre essa propriedade, Basheer *et al.* (2001) observaram que o aumento da proporção de agregados graúdos aumenta a permeabilidade do concreto. Tal observação, reforça que o pó de quartzito, por ter sido classificado como agregado miúdo, proporciona uma menor absorção de água e decréscimo na porosidade a medida que se aumenta sua concentração em substituição ao calcário na produção de fibrocimento (PEREIRA *et al.*, 2020).

A redução da porosidade e da densidade com o aumento da concentração do resíduo está associada com uma menor absorção de água pelo compósito como pode ser confirmado pela Figura 5.

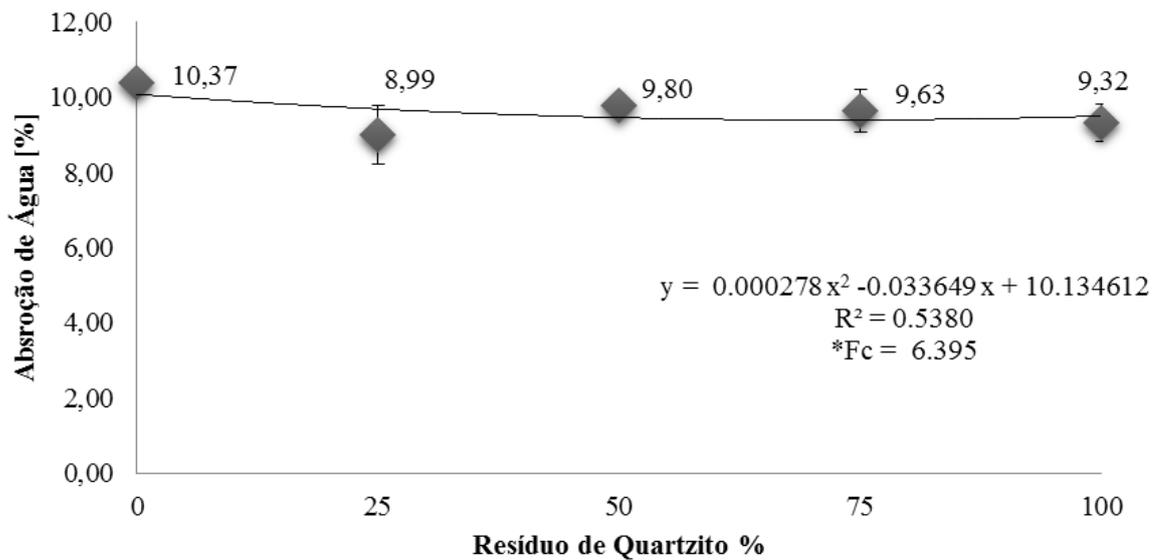


Figura 5– Absorção de água dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.

*Análise de regressão significativa à nível de 0,05%

Em estudo realizado por Bacarji *et al.* (2013), a adição de resíduos de mármore e granito em matriz cimentícia elevou a absorção de água do compósito. No entanto, o contrário foi observado na presente pesquisa. Com o incremento da quantidade de resíduo houve uma tendência de redução dos valores de absorção de água, chegando a 10% com a substituição de 100% do calcário pelo quartzito comparado ao controle.

De maneira geral os resultados obtidos para as propriedades físicas foram satisfatórios e coerentes segundo critérios da norma NBR 12800 (ABNT, 1993) que estabelece que os fibrocimentos utilizados nas telhas livres de amianto não podem ter absorção de água acima de 37%. Sendo assim, todos os tratamentos atendem ao requisito estabelecido pela norma.

Propriedades mecânicas

É notável um efeito positivo da adição de resíduo de quartzito sobre o módulo de ruptura (MOR) dos fibrocimentos (Figura 6). Houve uma tendência de incremento dessa propriedade, principalmente com 25% de quartzito em que o MOR foi de 11,63 Mpa, através do teste de flexão estática. Todos os tratamentos foram classificados como de categoria 3 pela norma NBR 15498 (ABNT, 2007), que considera para essa categoria fibrocimentos com MOR entre 7 a 13 MPa.

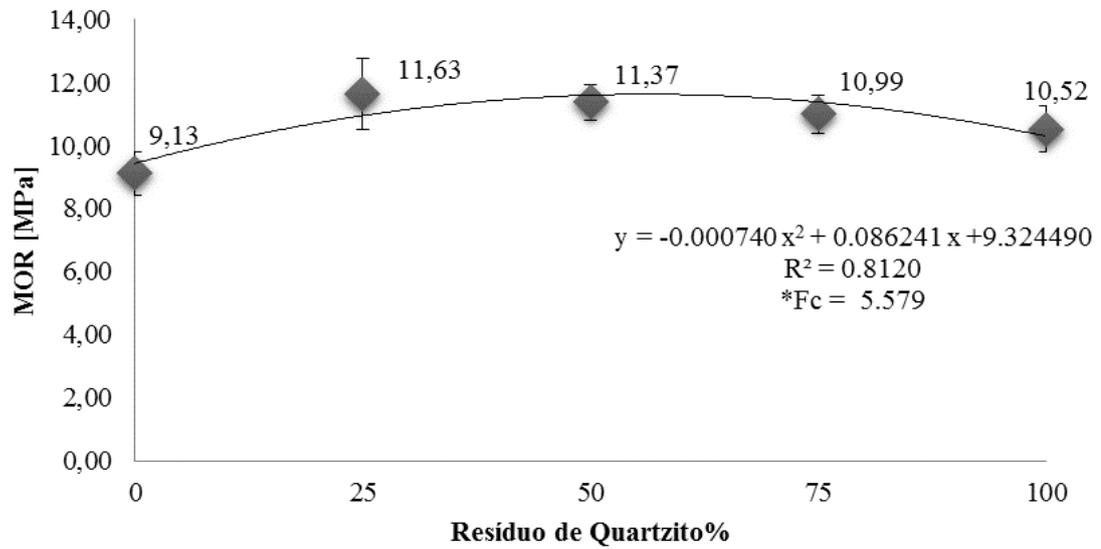


Figura 6 – Módulo de ruptura dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário pelo teste de flexão estática.

*Análise de regressão significativa à nível de 0,05%

Este aumento nos valores de módulo de ruptura podem estar associados principalmente à granulação mais fina do resíduo, que proporciona uma interação mais eficiente com a matriz cimentícia quando comparado ao controle que só possui calcário, como demonstra as micrografias obtidas pelo MEV (Figura 7, a,c). Pode-se relacionar também a queda da porosidade e o ganho de resistência do compósito a medida em que se aumenta a concentração do pó de quartzito (100%) e o mesmo preenche os poros do compósito, aproximando as fibras e como consequência melhora essa interface fibra-matriz (Figura 7, b, d).

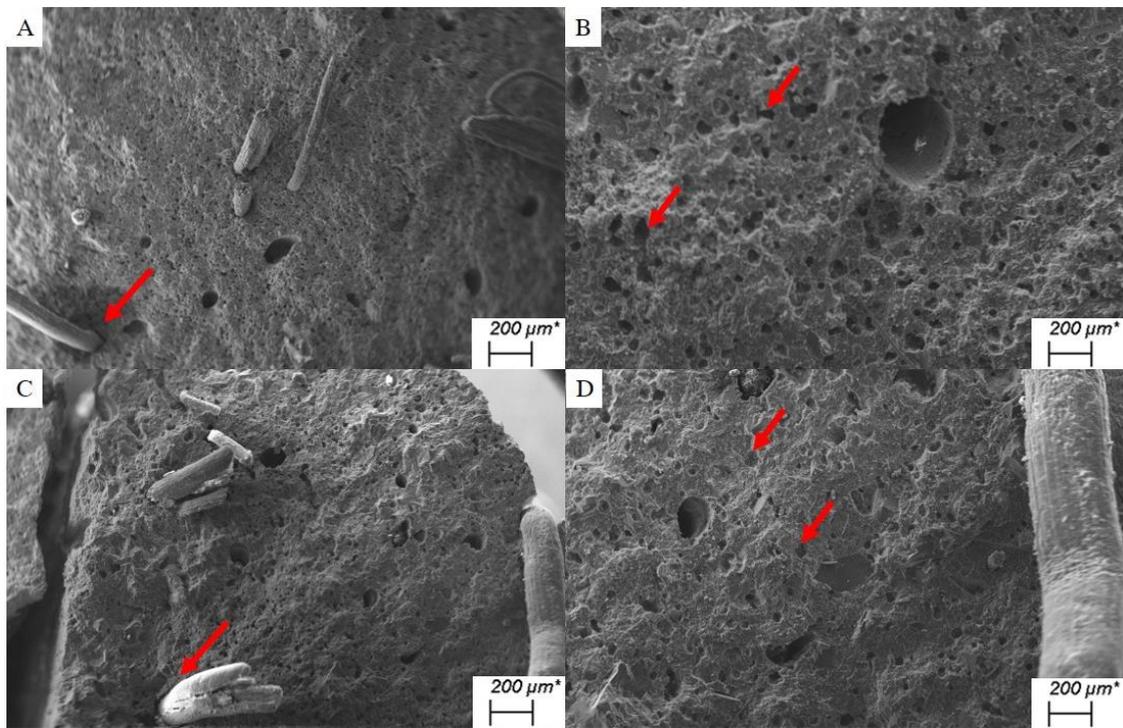


Figura 7 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do fibrocimento: a) controle (sem resíduo de quartzito); b) destaque para os poros no fibrocimento sem adição do resíduo (controle) c) 100% de quartzito, destaque para melhor interação fibra-matriz; d) destaque para o fechamento dos poros na matriz.

Em relação ao módulo de elasticidade (MOE), não houve diferença significativa entre os tratamentos (Figura 8). Ou seja, a inserção do resíduo de quartzito (0, 25, 50, 75 e 100%) não influenciou nessa propriedade, não alterando portanto, a rigidez do material.

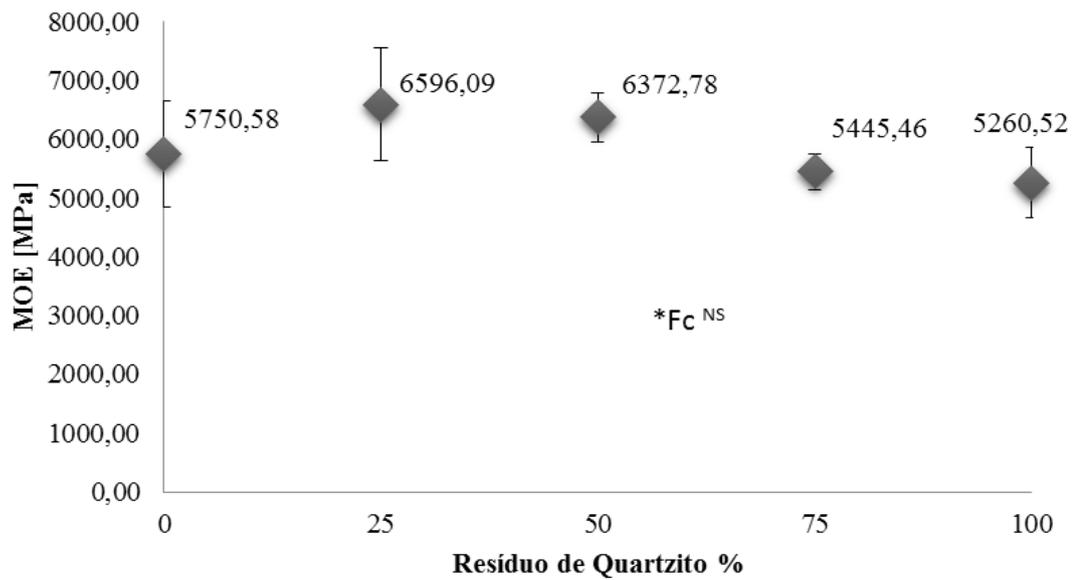


Figura 8 – Módulo de elasticidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.

*Não significativo a 5%.

Em estudos realizados por Bacarji *et al.* (2013), observou-se a redução do MOE para todos os concretos com uma certa fração de cimento substituída por resíduos de mármore e granito. Com o aumento da porcentagem de substituição, houve uma redução significativa, isto é, de 5% para 20%, o módulo de elasticidade reduziu de 24,3 GPa para 14,6 GPa, uma redução de cerca de 40%, portanto, houve uma redução significativa da rigidez ao incrementar estes resíduos na matriz cimentícia.

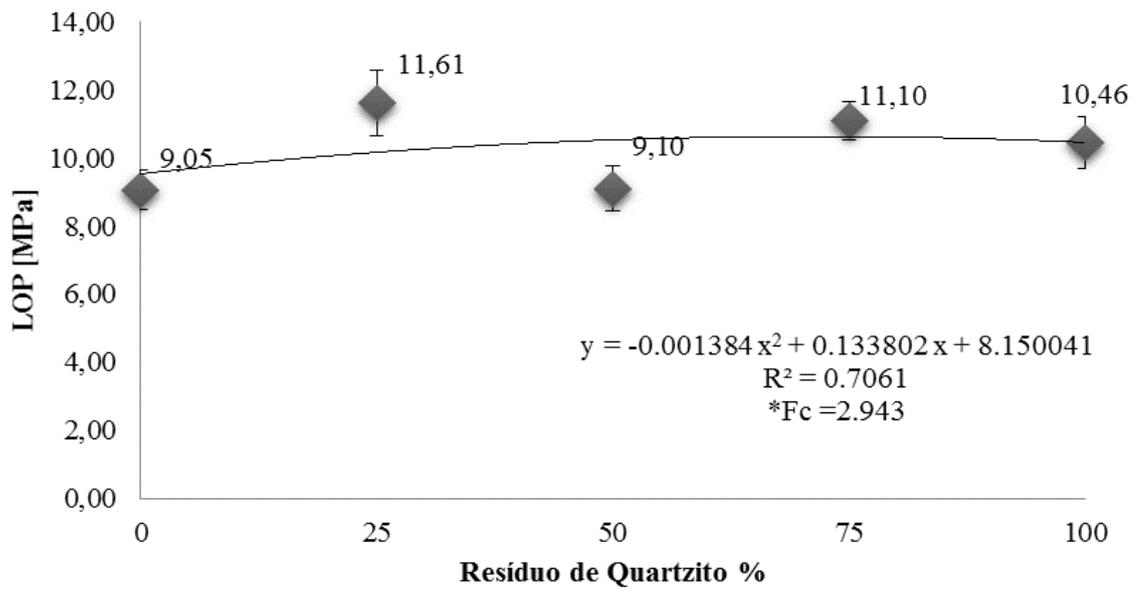


Figura 9 – Limite de proporcionalidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.
 *Análise de regressão significativa à nível de 0,05%

Segundo Tonoli *et al.* (2013), maiores valores de LOP são uma evidência da melhoria da aderência fibra-matriz. Todos os tratamentos estudados apresentaram valores de LOP superiores ao controle (Figura 9), destacando-se a potencialidade do resíduo de quartzito como “filler” no fibrocimento.

Com a substituição total do calcário pelo resíduo de quartzito, houve um incremento de 13% no LOP em relação ao controle.

Em relação à tenacidade (Figura 10), houve efeito significativo da porcentagem de substituição de calcário pelo quartzito sobre essa propriedade dos compósitos. A medida que foi substituindo o calcário pelo quartzito, houve um aumento na tenacidade que variou de 1,06 a 1,50 KJ/m².

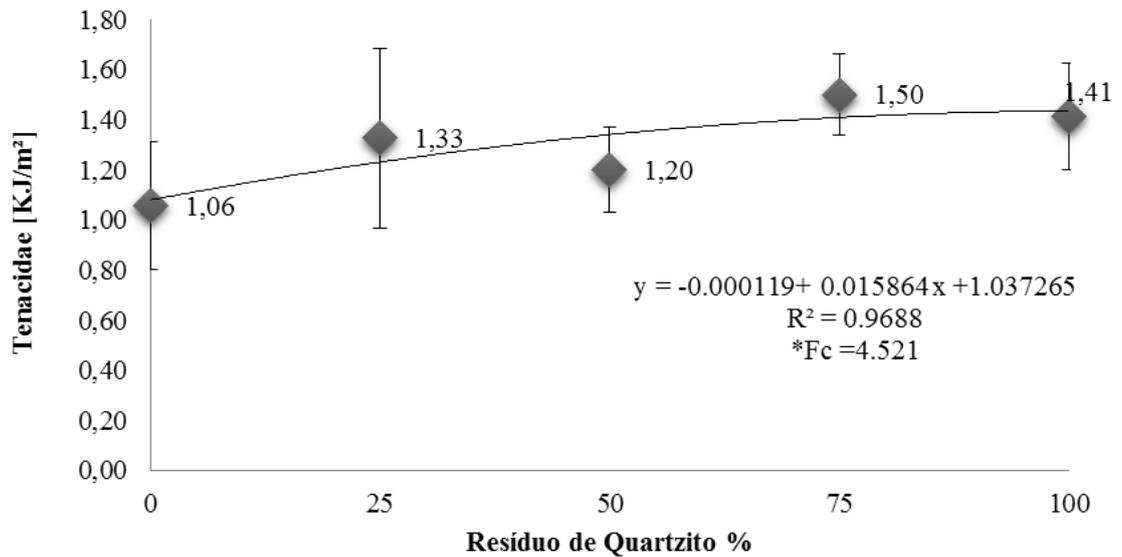


Figura 10 – Tenacidade dos fibrocimentos produzidos com resíduo de quartzito em diferentes porcentagens de substituição ao calcário.

*Significativo à 5%

Maiores valores de tenacidade indicam que o pó de quartzito contribuiu para retardar o início da propagação das trincas e aumentando a absorção de energia pelo compósito (FONSECA *et al.*, 2016).

Em todos os tratamentos estudados, o incremento do resíduo de quartzito em substituição ao calcário afetou significativamente de forma positiva as propriedades físicas e mecânicas do compósito. Nesse sentido, afim de se aproveitar mais este resíduo no processo produtivo, optou-se por realizar a investigação do processo de carbonatação acelerada em compósitos com 100% de quartzito em substituição ao calcário, visto os resultados obtidos.

Efeito do tempo de carbonatação acelerada nas propriedades químicas do fibrocimento

Para avaliação qualitativa de pH é indicado solução de *fenolftaleína* a 2%. Quando há o contato com elementos básicos ($\text{pH} > 7$), como os produtos alcalinos de hidratação do cimento, a solução de *fenolftaleína* torna-se violeta e incolor quando o pH é ácido ($\text{pH} < 7$). Com o aumento do tempo de exposição à carbonatação a coloração violeta ficou sutilmente menos intensa, principalmente nas bordas onde a carbonatação foi mais efetiva, indicando portanto, que houve redução de alcalinidade. Na Figura 11 estão ilustradas as amostras após aplicação da solução de *fenolftaleína*. Nota-se uma alteração da cor violeta intenso (controle)

para os demais tratamentos que passaram pelo processo de carbonatação durante 6, 12 e 24 horas.

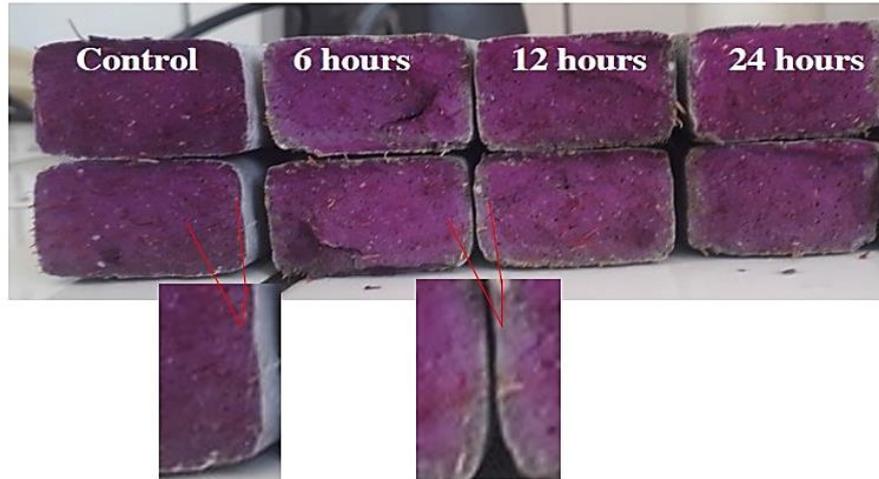


Figura 11 - Aplicação de fenolftaleína na superfície das amostras sem carbonatação e expostas a diferentes tempos (6, 12 e 24 horas) de carbonatação acelerada.

O valor do pH dos poros da matriz é muito alcalino, normalmente maior que 13. Esta alta alcalinidade ocorre devido a formação do hidróxido de cálcio Ca(OH)_2 , durante o processo de hidratação do cimento. No entanto, este hidróxido de cálcio pode combinar com o dióxido de carbono (CO_2) formando carbonato de cálcio (CaCO_3), fenômeno conhecido como carbonatação (PIZZOL *et al.*, 2014; DOS SANTOS *et al.*, 2019). Dessa forma, a matriz se torna menos alcalina com redução do valor do pH, justificando-se a coloração menos intensa dos tratamentos que foram submetidos a diferentes tempos de carbonatação em relação ao controle.

Fengel e Wegener (1984) relatam que quanto mais íons das fases cimentícias são reprecipitados nas paredes das fibras e dentro das cavidades internas das mesmas (lúmens), maior será o processo de degradação da estrutura do material lignocelulósico pela quebra de ligações intermoleculares. Esse processo é denominado como mineralização das fibras, sendo portanto, prejudicial às propriedades da matriz (MOHR, BIERNACKI, KURTIS, 2007; TONOLI *et al.*, 2019).

Desse forma, a carbonatação acelerada, mostra-se como uma alternativa eficaz para tornar esse ambiente menos agressivo à fibra vegetal pela redução da alcalinidade da matriz cimentícia. Alguns estudos até sugeriram que a cura por carbonatação poderia substituir a

cura a vapor e a autoclave em condições ambientais aplicáveis (PANG *et al.*, 2015; WANG *et al.*, 2019).

A análise com fenolftaleína é qualitativa (visual) e para comprovar que realmente ocorreu o processo de carbonatação foi realizada a análise termogravimétrica. A Figura 12 descreve a perda de massa (TG) – pontilhado - e a perda de peso diferencial (DTG) – linha contínua - dos compósitos nas diferentes condições de carbonatação. A perda acentuada de massa entre 105°C e 150°C evidente na curva indica a desidratação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e de sulfoaluminatos de cálcio promovidos pela carbonatação acelerada com a adsorção do CO₂ pela matriz cimentícia sob diferentes condições de cura (ROSTAMI *et al.*, 2012; ALMEIDA *et al.*, 2013).

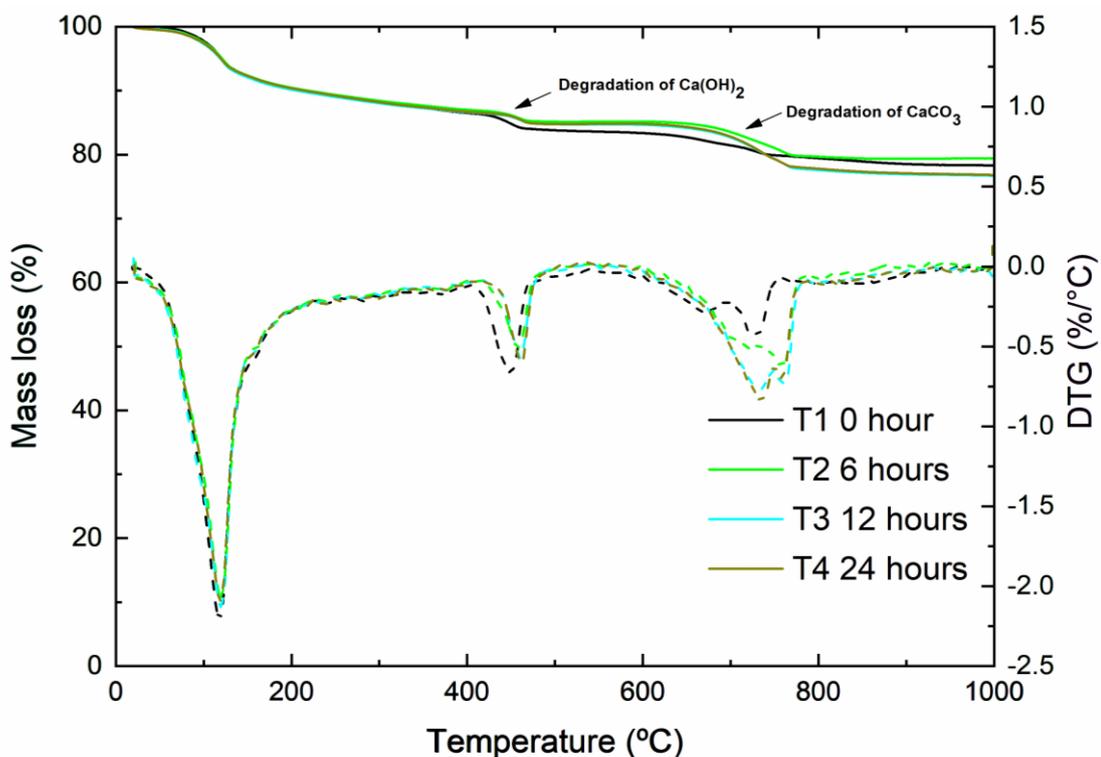


Figura 12- Resultados TG (pontilhado) e DTG (traço contínuo) dos compósitos de fibrocimento em diferentes momentos da exposição à carbonatação acelerada.

A faixa de temperatura entre 295 e 370° C corresponde à degradação das fibras de celulose e não foram observadas alterações entre as condições testadas já que a concentração de fibras foi de 2% para todas as amostras.

É possível notar alterações nos picos endotérmicos nas faixas de temperatura de 450 a 500°C os quais estão relacionando à decomposição do Ca (CO)₂. A perda de massa diminui comparando o controle com as amostras que passaram pelo processo de carbonatação

acelerada (HIDALGO *et al.*, 2008; PIZZOL *et al.*, 2014, WANG *et al.*, 2019). Sendo assim, apesar da carbonatação ocorrer de maneira natural em matérias à base de cimento, é possível diminuir prematuramente a alcalinidade dessa matriz (que causa degradação do material lignocelulósico), quando a carbonatação acelerada é aplicada no fibrocimento.

A carbonatação acelerada aumentou a perda de massa entre 650 e 750 °C relacionados à decomposição do CaCO_3 mal cristalizado e na faixa entre 750 e 850 °C relacionados à decomposição do CaCO_3 bem cristalizado, como também relatado por Rostami *et al.* (2012). É notório que esse perda de massa do CaCO_3 bem cristalizado se acentua a medida que se aumenta o tempo de exposição à carbonatação. Evidenciando-se portanto, uma maior concentração desse composto nos tratamentos que passaram por 24 horas de carbonatação.

Neste procedimento de cura, o CO_2 é propositalmente produzido para reagir com os compostos de cimento não hidratados (principalmente C_3S e C_2S) ou com produtos hidratados (principalmente gel C-S-H e $\text{Ca}(\text{OH})_2$). Ambas reações ajudam na conversão de CO_2 gasoso em gel C-S-H estável ou carbonato de cálcio (ROSTAMI *et al.*, 2012; SHARMA & GOYAL 2018).

A Figura 13 representa a reação do dióxido de carbono com os produtos da reação de hidratação, as quais ocasionam a conversão de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ instável em CaCO_3 estável, bem como, o grau de carbonatação (DC%) o qual expressa o máximo teórico (34,40%) de carbonatação possível dos produtos hidratados com o cimento CPV-ARI usado no processo de extrusão do fibrocimento.

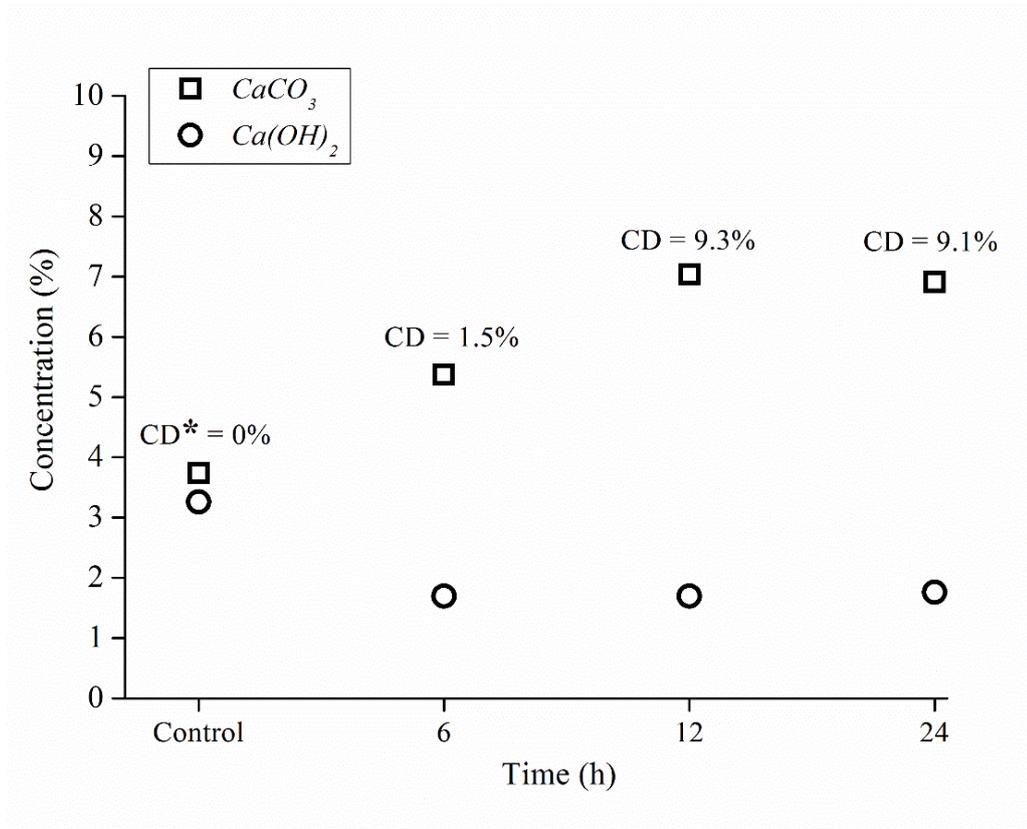


Figura 13 - Conversão de Ca(OH)_2 instável em CaCO_3 estável nas diferentes condições de cura e grau de carbonatação (DC%).

Quando a mistura é submetida à carbonatação acelerada, parte do hidróxido de cálcio presente é consumida em reação aos produtos de hidratação. Portanto, a medida que aumenta o tempo de carbonatação, maior é a concentração de carbonato de cálcio e em consequência o grau de carbonatação. Nota-se um aumento de 84% na concentração de CaCO_3 nas amostras que passaram pelo processo de carbonatação durante 24 horas comparado ao controle.

Esses resultados reforçam que houve o processo de carbonatação acelerada e que o gel C-S-H é progressivamente descalcificado, sendo convertido em CaCO_3 e S-H (hidratos de silicato) (FERNÁNDEZ-BERTOS et al., 2004).

Levando em consideração estudos anteriores (PU et al., 2012; SOROUSHIAN et al., 2012; PIZZOL et al., 2014), sabe-se que a formação de carbonato leva à diminuição da alcalinidade da matriz, proporcionando um ambiente menos agressivo para as fibras de coco. A estabilidade química dos carbonatados produzidos pelo processo de hidratação também é uma vantagem relevante.

Propriedades Físicas dos Compósitos

Densidade Aparente (DA)

Nos gráficos abaixo, estão descritos os resultados das propriedades físicas dos compósitos. A densidade aparente dos fibrocimentos (Figura 14) teve um aumento de 1,78 para 1,79 g/cm³ a medida que se aumentou o tempo de exposição a carbonatação acelerada (Figura 13), no entanto, não proporcionou diferença estatística entre os tratamentos pelo teste de média de Scott-Knott a 5% de significância.

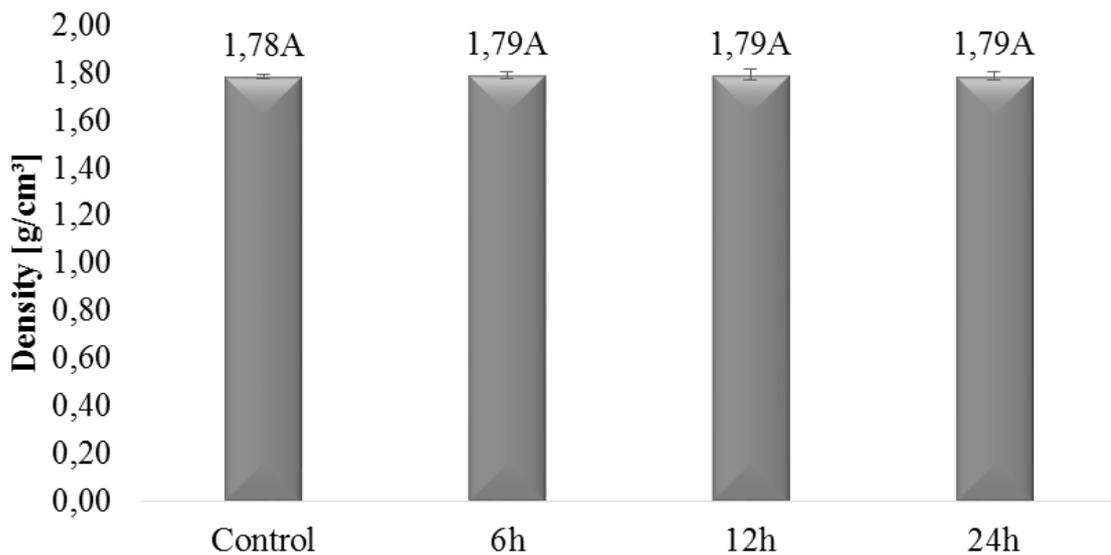


Figura 14 - Densidade Aparente dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.

Em estudos anteriores conduzidos por Pizzol *et al.* (2014); Férnnades-Bertos *et al.* (2004); Tonoli *et al.* (2010), os autores obtiveram maiores valores de densidade aparente para os compósitos cimentícios que ficaram submetidos a maiores tempos de carbonatação acelerada respectivamente (2, 6, 8 e 10 h). O processo de carbonatação estabiliza a estrutura mecânica do material, devido à densificação da matriz (TONOLI *et al.*, 2019).

O aumento dessa propriedade está diretamente relacionado a formação de carbonato de cálcio (CaCO₃) o qual é mais denso que o Ca(OH)₂. Conforme pode ser observado pela análise termogravimétrica (Figura 12), houve o processo de carbonatação acelerada. No entanto, a concentração de CaCO₃ formado (Figura 13) não foi o suficiente para alterar de forma significativa os valores da densidade aparente para que haja a carbonatação, pois o

material não pode ser muito denso, tem que haver poros para que o CO₂ possa penetrar (FILOMENO *et al.*, 2020).

Porosidade e Absorção de Água (AA)

Em compósitos reforçados com fibras vegetais, a carbonatação da matriz é potencializada em relação a outros materiais, devido a sua alta porosidade. Dessa forma, facilita a penetração do CO₂, permitindo, dependendo do cimento, formação de carbonato de cálcio no interior do material. A precipitação do carbonato de cálcio durante a carbonatação é formada preferencialmente na interface agregado-matriz, uma vez que essa região é geralmente a zona mais porosa (FARAHÍ *et al.*, 2013).

Quando a porosidade do fibrocimento é suficientemente alta para permitir a difusão constante de CO₂, o Ca (OH)₂ é ainda mais reduzido e o cálcio de C-S-H também reage com dióxido de carbono (FERNÁNDEZ-BERTOS *et al.*, 2004).

A Figura 15 mostra que a carbonatação acelerada contribuiu para a diminuição da porosidade aparente em até 6% (12 horas). Em estudo anterior, Pizzol *et al.* (2014), conseguiram uma redução de 12,7% dessa propriedade com uma carbonatação de 10 horas do fibrocimento.

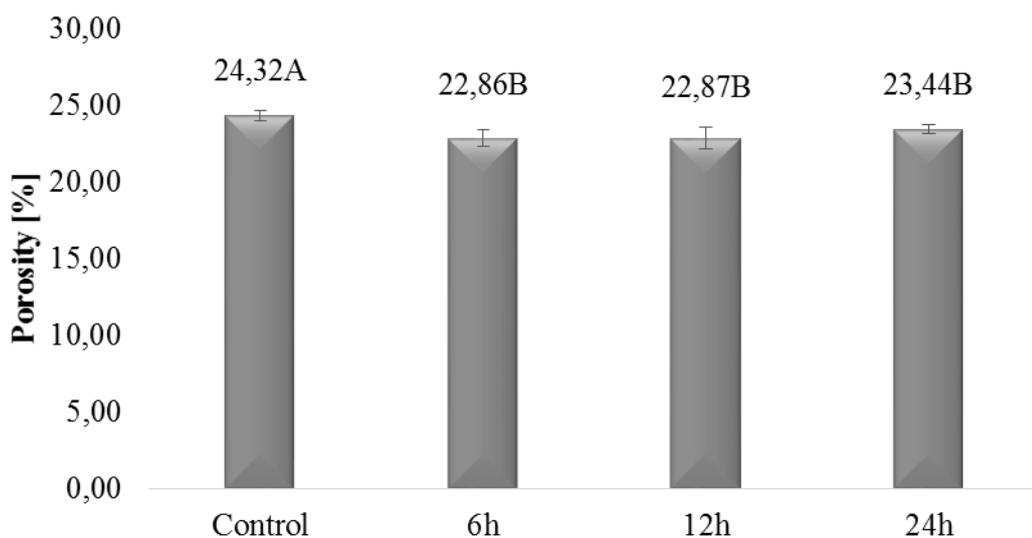


Figura 15 - Porosidade dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.

É provável que, à medida que ocorreu a reação de carbonatação, os minerais da camada superficial foram carbonatados primeiro, e o carbonato de cálcio foi gerado e preencheu a porosidade e, assim, dificultou a difusão do CO₂. O processo enfraqueceu a reação de carbonatação com o aumento da profundidade (WANG *et al.*, 2019). Não há, portanto, efeito significativo do tempo de carbonatação acelerado por mais de 6h na taxa de carbonatação de pastas endurecidas, pois a geração de carbonato de cálcio e a otimização da estrutura dos poros impediram a difusão do CO₂.

Rostami *et al.* (2012) verificaram que os concretos carbonatados exibem menor porosidade porque os poros do concreto ficam menos conectados e não permitem facilmente o movimento de íons no concreto.

É provável que o CaCO₃ produzido após a reação de carbonatação crie um efeito micro agregado no concreto, diminuindo consideravelmente a porosidade do material (LIU *et al.*, 2016).

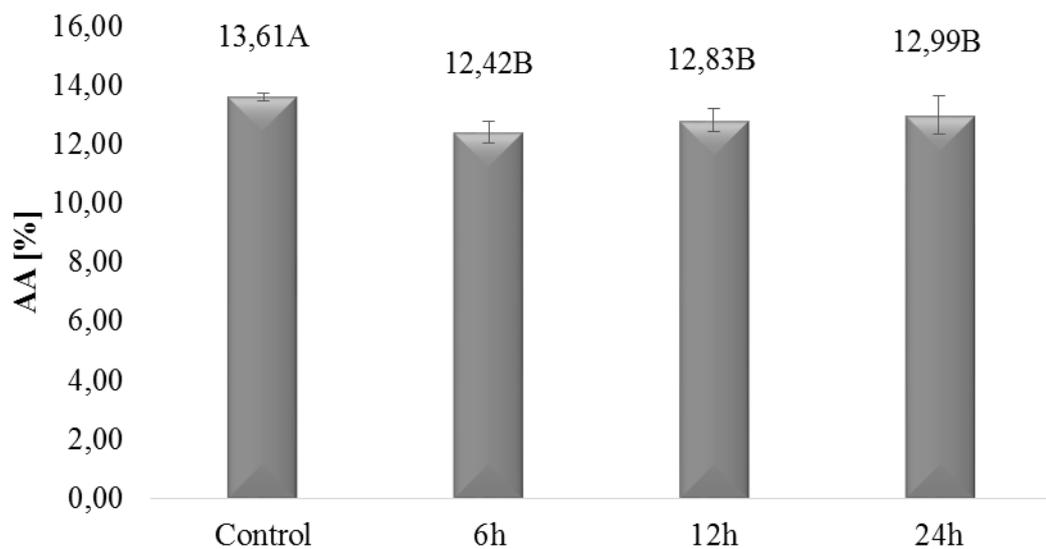


Figura 16 - Absorção de água dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.

A densificação dos compósitos contribuiu para a redução da absorção de água (Figura 16), pois minimizou as vias de migração higroscópica devido ao preenchimento dos poros. A carbonatação reduziu a porosidade e a área de superfície do sistema e, em seguida, menos água é adsorvida em equilíbrio. Dessa forma, chegou a reduzir 8,74% de absorção de água do fibrocimento exposto a 6 horas de carbonatação acelerada, justificada pelo maior número de reações que ocorrem para a formação de CaCO₃ nessa fase inicial (FILOMENO, 2020).

O CaCO_3 é precipitado na estrutura de poros da matriz, preenchendo os vazios e, assim, bloqueando a absorção de água devido à diminuição do tamanho dos poros (HYVERT *et al.*, 2010).

As propriedades físicas estão correlacionadas, pois quanto maior a densificação do material, percebe-se menor volume aparente dos poros e menor valor de água livre nos compósitos, pois a matriz cimentícia encontra-se com menos espaços vazios para acomodar as moléculas de água.

Na avaliação do efeito da carbonatação sobre os compósitos de fibrocimento, percebe-se um comportamento muito similar nos trabalhos realizados por Almeida *et al.* (2013), Pizzol *et al.* (2013), Tonoli *et al.* (2019) e Wang (2019). Nestes trabalhos, os autores observaram que os compósitos a base de fibras vegetais proporcionaram melhores condições para a ocorrência da carbonatação que, como resultado, melhorou as características físicas dos materiais carbonatados.

Propriedades Mecânicas dos Compósitos

Aos 28 dias de cura das reações de hidratação do cimento Portland atingem aproximadamente 70% dos produtos de reação estabilizados (SANTRA, 2009). Dessa forma, os testes mecânicos (MOE, MOR, LOP e Tenacidade) foram realizados nos compósitos cimentícios após esse período para analisar como os distintos tempos de carbonatação influenciam essas propriedades.

Em relação ao módulo de elasticidade (MOE) (Figura 17), módulo de ruptura (MOR) (Figura 18) e limite de proporcionalidade (LOP) (Figura 19), não foi observada diferença estatística entre os compósitos não carbonatados (controle) e os que passaram pela carbonatação acelerada por diferentes períodos de tempo (6, 12 e 24 h).

Sabe-se que o módulo de ruptura está associado à carga máxima resistida pelo material antes de se fraturar. Neste caso, os diferentes tempos de exposição à carbonatação não influenciou de forma significativa essa propriedade.

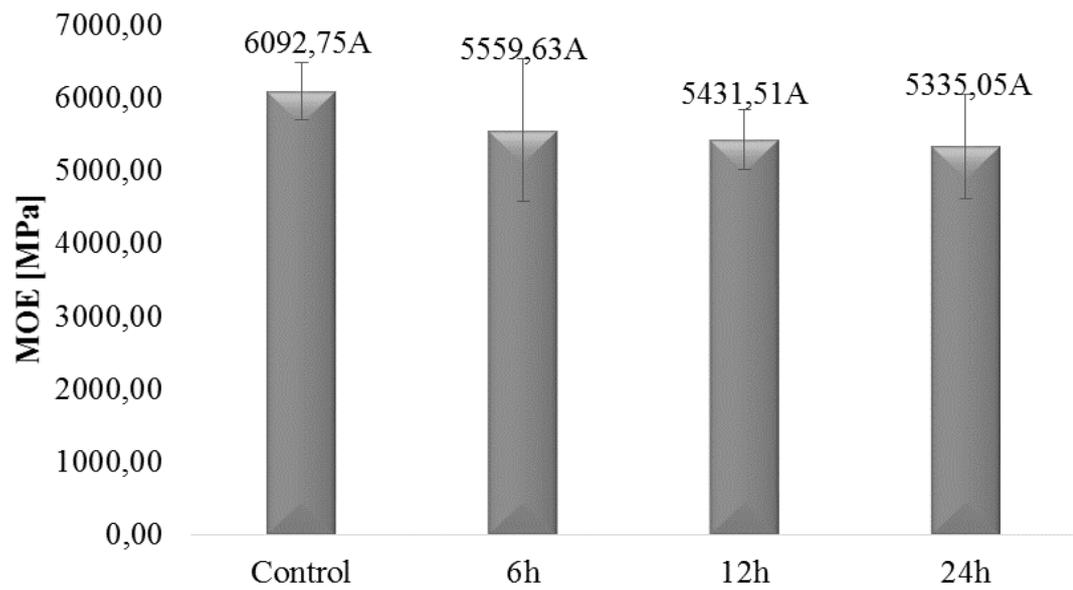


Figura 17 - Módulo de Elasticidade (MOE) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.

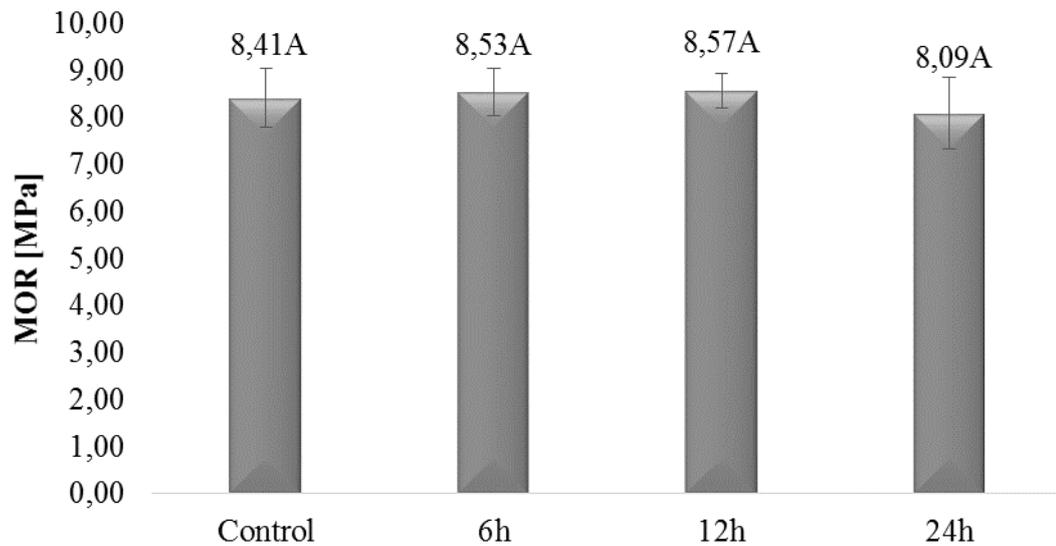


Figura 18 - Módulo de Ruptura (MOR) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.

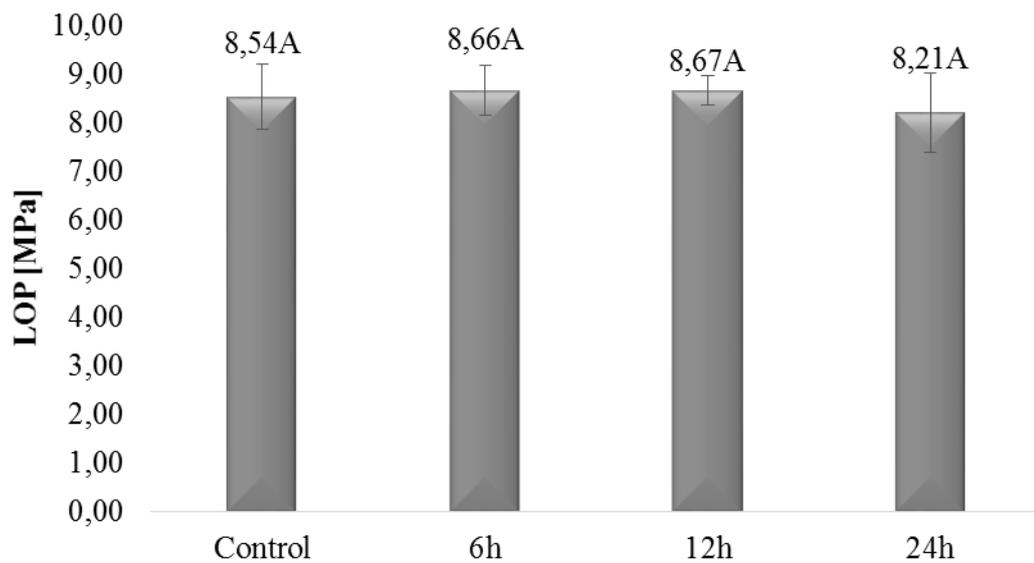


Figura 19 - Limite de proporcionalidade (LOP) dos compósitos submetidos a diferentes tempos de carbonatação.

O processo de cura por carbonatação ajuda a melhorar a durabilidade da mistura de concreto, diminuindo a porosidade, deixando-o menos susceptível a trincas e fissuras. Devido a menor chance de aparecimento dessas falhas no material, é possível se obter compósitos com melhor desempenho mecânico. A eficiência similar da cura por carbonatação na melhoria da resistência à flexão da mistura não foi observada. Isso pode ser devido ao fato de que a cura por carbonatação é um fenômeno superficial e, portanto, afeta as propriedades da superfície como porosidade em maior extensão.

Por outro lado, a carbonatação acelerada melhorou a tenacidade dos compósitos em todos os tratamentos estudados, dando diferença estatística entre o controle e os fibrocimentos que passaram por carbonatação. Houve um incremento dessa propriedade de 2,18 KJ/m² (testemunha) a 3,69 KJ/m² dos fibrocimentos expostos a 12 horas de carbonatação. Ou seja, foi observado um aumento de 69,26% (Figura 20).

Por estar intimamente relacionada com a tenacificação dos compósitos de fibrocimento, a tenacidade representa a qualidade de adesão da fibra à matriz cimentícia. Assim, os mecanismos associados à tenacidade do fibrocimento podem atuar no material por diferentes formas como, por exemplo, arrancamento, desprendimento, pontes e fratura das fibras. Uma hipótese para este desempenho dos compósitos pode ser a fratura das fibras utilizadas, tendo em vista melhor interface entre fibra-matriz ocasionada pelo efeito da carbonatação acelerada que protege as fibras.

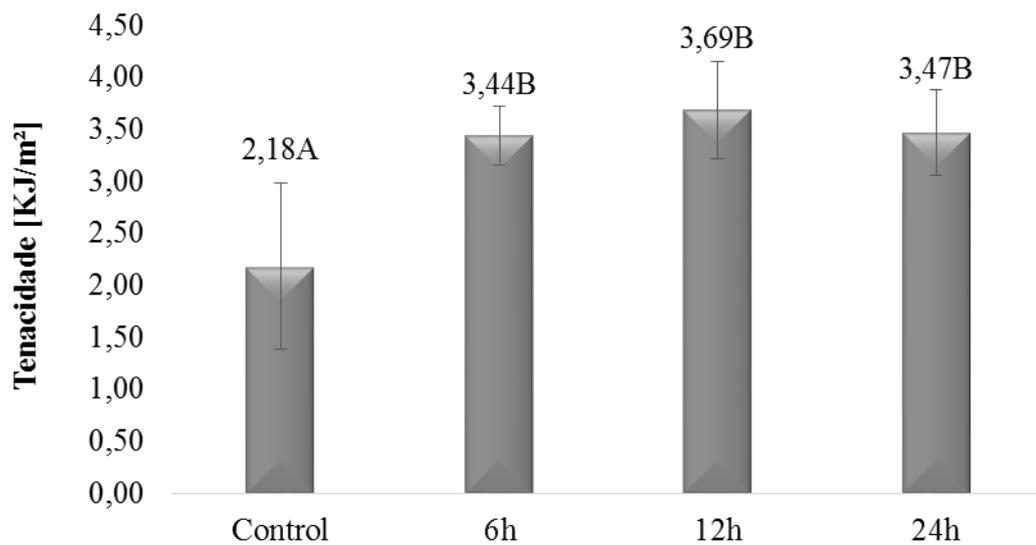


Figura 20 - Tenacidade dos compósitos expostos a diferentes tempos de carbonatação acelerada.

Os fibrocimentos que passaram pela carbonatação acelerada, tiveram maiores valores de tenacidade, isso indica que o processo minimizou a degradação da fibra de coco e melhorou a sua interface com a matriz de cimento.

A formação do carbonato de cálcio ao longo do processo permite a formação de um material com menos espaços vazios, logo, um ambiente menos propício para que houvesse o arrancamento das fibras durante os ensaios mecânicos.

CONCLUSÃO

Compósitos cimentícios foram produzidos com uso do resíduo de quartzito e fibras de coco em substituição ao calcário e foram avaliados por suas propriedades físicas e mecânicas. A densidade aparente dos compósitos diminuiu significativamente com o aumento da porcentagem de resíduo de quartzito (de 1,90 para 1,83 g/cm³). Houve tendência de leve diminuição dos valores de porosidade aparente para os compósitos cimentícios. As imagens de MEV comprovaram os resultados de porosidade aparente, mostrando que houve “preenchimento dos poros com maior adição de quartzito, ressaltando a característica de material “filler” na matriz cimentícia. A absorção de água diminuiu do tratamento controle – sem resíduo de quartzito - (10,37%) para o tratamento com 100% de quartzito (9,32%). Não houve diferenças significativas para os valores de MOE com a inserção do quartzito, porém houve leve melhoria para os valores de MOR. Houve melhoria significativa para as propriedades de tenacidade (de 1,06 para 1,41 KJ/m²) e LOP (de 9,05 para 10,46 MPa) com

maiores incrementos de resíduos de quartzito. De forma geral, em todos os tratamentos estudados, o incremento do resíduo de quartzito em substituição ao calcário afetou significativamente de forma positiva as propriedades físicas e mecânicas do compósito.

Em relação ao processo de carbonatação acelerada, o tempo de exposição ao CO₂ interferiu de forma significativa tanto propriedades físicas quanto mecânicas. Comprovado tanto pelo teste de fenolftaleína quanto pela termogravimetria (TG).

Não houve efeito significativo do tempo de carbonatação para a densidade, módulo de elasticidade, módulo de ruptura e limite de proporcionalidade, pois a geração de carbonato de cálcio e a otimização da estrutura dos poros impediram a difusão do CO₂.

Os fibrocimentos expostos a 12 horas de carbonatação tiveram a porosidade aparente reduzida em 6% e aqueles expostos a 6 horas reduziram a absorção de água em 8,7%. A tenacidade teve um ganho de 69% para os compósitos expostos a 12 horas de carbonatação, indicando portanto, que o processo minimizou a degradação da fibra e melhorou a sua interface com a matriz cimentícia.

REFERÊNCIAS

- ABIROCHAS – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS. **Balço das Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais** em 2019.
- ALMEIDA, A. E. F. D. S., TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F. D., & SAVASTANO JR, H.. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, v. 42, p.49-58, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 948-81**: test method for dry and wet bulk density, water absorption, and apparent porosity of thin sections of glass-fiber reinforced concrete. West Conshohocken, 2p., 2001.
- ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R.. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. **Construction and building materials**, v. 79, p. 115-128, 2015.
- ASASUTJARIT, C., HIRUNLABH, J., KHEDARI, J., CHAROENVAI, S., ZEGHMATI, B., & SHIN, U. C. Development of coconut coir-based lightweight cement board. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 21(2), p. 277-288, 2007.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11941-02** - Determinação da densidade básica em madeira. Rio de Janeiro, 6p., 2003.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653**: Materiais Pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12800**: telha de fibrocimento, tipo pequenas ondas; especificação. Rio de Janeiro, 3p., 1993.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13999**: Papel, cartão, pastas celulósicas e madeira: determinação do resíduo (cinza) após a incineração a 525°C. Rio de Janeiro, 2003b.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14853**: Madeira: determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona. Rio de Janeiro, 2010.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15498**: placa plana cimentícia sem amianto – requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 26 p., 2007.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5733**: cimento Portland de alta resistência inicial, especificação. Rio de Janeiro, Brasil, 5p., 1983.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5752**: Materiais pozolânicos – Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, ABNT, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211**: Agregados para concreto: Especificação. 3 ed. Rio de Janeiro. 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**: Cimento Portland - determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 1996.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7989**: Pasta celulósica e madeira: determinação de lignina insolúvel em ácido. Rio de Janeiro, 2010.

BACARJI, E.; TOLEDO RD.; FILHO, E.A.B.KOENDERS, E.P. FIGUEIREDO, J.L.M.P. LOPES **Sustainability perspective of marble and granite residues as concrete fillers** Constr. Build. Mater., v. 45, pp. 1-10 2013.

BARROS, S. V. A., MARCIANO, J. E. A., FERREIRA, H. C., MENEZES, R. R., & DE ARAÚJO NEVES, G.. Addition of quartzite residues on mortars: Analysis of the alkali aggregate reaction and the mechanical behavior. **Construction and Building Materials**, v.118, p.344-351, 2016.

BASHEER, L.; KROPP, J.; CLELAND, J. Assessment of the durability of concrete from its permeation properties: a review. **Construction and building materials**, v. 15, n. 2-3, p. 93-103, 2001.

BRIGOLINI, G. J. S. **Estudo da Atividade Pozolânica do Resíduo de Polimento de Porcelanato**. Tese de doutorado. UFMG/CEPGEM. Belo Horizonte, 2011.

BROWNING, B. L. **The chemistry of wood**. New York: Interscience, 1963.

CHIODI FILHO, C. Balanço das exportações, importações e consumo interno brasileiro de rochas ornamentais em 2018. **Brasília: ABIROCHAS, 2019. (Informe n. 01/2019)**, 2019.

CORINALDESI, V.; MORICONI, G.; NAIK, T. R. Characterization of marble powder for its use in mortar and concrete. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 113-117, 2010.

CORRADINI, E., ROSA, M. D. F., DE MACEDO, B. P., PALADIN, P. D., & MATTOSO, L. H. C. Composição química, propriedades mecânicas e térmicas da fibra de frutos de cultivares de coco verde. **Embrapa Agroindústria Tropical-Artigo em periódico indexado (ALICE)**. (2009)

COUTTS, R. S. P. A review of Australian research into natural fibre cement composites. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 27, n. 5, p. 518- 526, May 2005.

DEFÁVERI, K. C.S. **Avaliação da Atividade Pozolânica dos Resíduos de Lã de rocha, Fibra de vidro e Lã de vidro**. Dissertação (Mestrado). Curso de Pós-Graduação em Construção Metálica. PROPEC. Escola de Minas da UFOP. Ouro Preto, 2016.

DEMIREL, Bahar. The effect of the using waste marble dust as fine sand on the mechanical properties of the concrete. **International journal of physical sciences**, v. 5, n. 9, p. 1372-1380, 2010.

DOS SANTOS, V., TONOLI, G. H. D., MÁRMOL, G., & SAVASTANO JR, H.. Fiber-cement composites hydrated with carbonated water: Effect on physical-mechanical properties. **Cement and Concrete Research**, v. 124, 105812, 2019.

FAO 2014. **World Production**. Disponível em: Acesso em: 20 mai. 2018.

FARAH, ELHAM; PURNELL, PHIL; SHORT, NEIL R. Supercritical carbonation of calcareous composites: influence of mix design. **Cement and Concrete Composites**, v. 43, p. 12-19.

FENGEL, D.; WEGENER, G. Wood: chemistry, ultrastructure, reactions. New York: **Walter de Gruyter**, p.613;1984.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F. The alkali-silica reaction in alkali-activated granulated slag mortars with reactive aggregate. **Cement and concrete research**, v. 32, n. 7, p. 1019-1024, 2002.

FERRAZ, J. M., DEL MENEZZI, C. H., SOUZA, M. R., OKINO, E. Y., & MARTINS, S. A. (2012). Compatibility of pretreated coir fibres (*Cocos nucifera* L.) with portland cement to produce mineral composites. **International Journal of Polymer Science**, v.2012, n. 2012.

FILOMENO, R. H., RODIER, L. B., BALLESTEROS, J. E. M., ROSSIGNOLO, J. A., & SAVASTANO JR, H. Optimizing the modified atmosphere parameters in the carbonation process for improved fiber-cement performance. **Journal of Building Engineering**, V. 32, P.101-676, 2020.

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

FONSECA, C., FERREIRA DA SILVA, T., SILVA, M. F., RODRIGUES DE CAMPOS OLIVEIRA, I., FARINASSI MENDES, R., GHERARDI HEIN, P. R., ... & DENZIN TONOLI, G. H. Micro/nanofibrilas celulósicas de eucalyptus em fibrocimentos extrudados. *Cerne*, Lavras, v.22, 2016.

GALETAKIS, MICHAEL; SOULTANA, ATHANASIA. A review on the utilisation of quarry and ornamental stone industry fine by-products in the construction sector. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 102, p. 769-781, 2016.

GAMEIRO, F.; DE BRITO, J.; DA SILVA, D. Durability performance of structural concrete containing fine aggregates from waste generated by marble quarrying industry. **Engineering Structures**, v. 59, p. 654-662, 2014.

GESOĞLU, M., GÜNEYISI, E., KOCABAĞ, M. E., BAYRAM, V., & MERMERDAŞ, K. Fresh and hardened characteristics of self compacting concretes made with combined use of marble powder, limestone filler, and fly ash. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 37, p.160-170, 2012.

GONÇALVES, J. P. **Utilização do resíduo de corte de granito (RCG) como adição para produção de concretos**. Dissertação (Mestrado). Curso de PósGraduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2000.

HIDALGO, A., DOMINGO, C., GARCIA, C., PETIT, S., ANDRADE, C., & ALONSO, C. Microstructural changes induced in Portland cement-based materials due to natural and supercritical carbonation. **Journal of Materials Science**, v. 43, n°9, p.3101–3111, 2008.

HOFSTRAND, A. D.; MOLESMI, A. A.; GARCIA, J. F. Curing characteristics of particles from nine northern Rocky Mountain species mixed with portland cement. **Forest Products Journal**, Madison, v. 34, n. 2, p. 57-61, Feb. 1984.

HYVERT, N., SELIER, A., DUPRAT, F., ROUGEAU, P., & FRANCISCO, P. Dependency of C–S–H carbonation rate on CO₂ pressure to explain transition from accelerated tests to natural carbonation. **Cement and Concrete Research**, v. 40, p. 1582-1589, 2010.

KASHEF-HAGHIGHI, S., & GHOSHAL, S. CO₂ sequestration in concrete through accelerated carbonation curing in a flow-through reactor. **Industrial & engineering chemistry research**, v. 49, p. 1143-1149.

KENNEDY, F.; PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, E. P. A. Wood and celluloses: industrial utilization, biotechnology, structure and properties, ellishorwood. Chichester: E. **Horwood**, 1987.

KHALIL, HP S. A.; ALWANI, M. S.; OMAR, A. K. M.. Chemical composition, anatomy, lignin distribution, and cell wall structure of Malaysian plant waste fibers. **BioResources**, v. 1, n. 2, p. 220-232, 2007.

KUDER, K. G.; SHAH, S. P. Processing of high-performance fiber-reinforced cement-based composites. **Construction and Building Materials**, Guildford. v. 24, n. 2, p. 181–186, Feb. 2010.

LATORRACA, J. V. de F. Eucalyptus spp. na produção de painéis de cimento-madeira. 191f. Tese (Doutorado em Ciências Florestais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba. 2000.

LERTWATTANARUK, P.; SUNTIJITTO, A. Properties of natural fiber cement materials containing coconut coir and oil palm fibers for residential building applications. **Construction and Building Materials**, v. 94, p. 664-669, 2015.

LIU, Qian; LIU, Jiaxiang; QI, Liqian. Effects of temperature and carbonation curing on the mechanical properties of steel slag-cement binding materials. **Construction and Building Materials**, v. 124, p. 999-1006, 2016.

LOPES, Y. L. V. **Utilização da madeira e cascas de Eucalyptus grandis Hill ex Maiden na produção de painéis cimento-madeira**. 2004. 60f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2004.

LOPES, Y.L.V.; MORI, F.A.; MENDES, L.M.; LATORRACA, J.V.F.; TRUGILHO, P.F.; SILVA, G.C. Avaliação do potencial técnico da madeira e cascas de Eucalyptus grandis Hill ex Maiden na produção de painéis cimento-madeira. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n.67, p.111-122, 2005.

LU, Z., ZHANG, J., SUN, G., XU, B., LI, Z., & GONG, C. Effects of the form-stable expanded perlite/paraffin composite on cement manufactured by extrusion technique. **Energy**, Aalborg, v. 82, n. 1, p. 43-53, Mar. 2015.

MARMOL, I., BALLESTER, P., CERRO, S., MONRÓS, G., MORALES, J., & SÁNCHEZ, L. Use of granite sludge wastes for the production of coloured cement-based mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, p. 617-622, 2010.

MARTINEZ, I., ETXEBERRIA, M., PAVÓN, E., & DÍAZ, N. A comparative analysis of the properties of recycled and natural aggregate in masonry mortars. **Construction and Building Materials**, Guildford ,v. 49, p. 384-392, 2013.

MATSUSHITA, FUMIAKI; AONO, YOSHIMICHI; SHIBATA, SUMIO. Carbonation degree of autoclaved aerated concrete. *Cement and concrete research*, v. 30 p.1741-1745, 2000.

MENDES, R. F. Desempenho de fibrocimentos extrudados produzidos com polpas celulósicas modificadas com silanos. 2014. 159 p. **Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia da Madeira)** – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

MOHR, B. J.; BIERNACKI, J. J.; KURTIS, K. E. Supplementary cementitious materials for mitigating degradation of kraft pulp fiber-cement composites. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 37, p. 1531-1543, 2007.

NEVILLE, A. M. *Propriedades do Concreto*. 2. ed. São Paulo - **SP: PINI**, 1997.

OKINO, E. Y. A.; SOUZA, M. R. de; SANTANA, M. A. E. et al. Cement-bonded wood particleboard with a mixture of eucalypt and rubberwood. **Cement & Concrete Composites**, p.1-6, Jan., 2003.

PANG, BO; ZHOU, ZONGHUI; XU, HONGXIN. Utilization of carbonated and granulated steel slag aggregate in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 84, p. 454-467, 2015.

PEREIRA, T. G. T., SILVA, D. W., EUGÊNIO, T. M. C., SCATOLINO, M. V., DE CARVALHO TERRA, I. C., FONSECA, C. S., ... & MENDES, L. M. Coconut fibers and quartzite wastes for fiber-cement production by extrusion. **Materials Today: Proceedings**, 2020.

PIZZOL, V. D., MENDES, L. M., FREZZATTI, L., SAVASTANO JR, H., & TONOLI, G. H. D. Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p. 101-106, 2014.

PU, Q., JIANG, L., XU, J., CHU, H., XU, Y., & ZHANG, Y.. Evolution of pH and chemical composition of pore solution in carbonated concrete. **Construction and Building materials**, v. 28, n°1, p. 519-524,, 2012.

QIAN, X., ZHOU, X., MU, B., & LI, Z. . Fibre alignment and property direction dependency of FRC extrudate. **Cement and Concrete Research** . Elmsford, v.33, n.10, p. 1575-1581, 2003.

RAJAN, A., SENAN C.R., PAVITHRAN T.E., Biosoftening of coir fiber using selected microorganisms. **Bioprocess and Biosystems Engineering**. v. 28, p. 165-173, 2005.

RAMOS, T., MATOS, A. M., SCHMIDT, B., RIO, J., & SOUSA-COUTINHO, J. Granitic quarry sludge waste in mortar: Effect on strength and durability. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 47, p.1001-1009, 2013.

RILEM technical committee 49 TFR: testing methods for fibre reinforced cement-based composites. **Materials and Structures, London**, v. 17, n. 102, p. 441-456, 1984.

ROSTAMI, V., SHAO, Y., BOYD, A. J., & HE, Z.. Microstructure of cement paste subject to early carbonation curing. **Cement and Concrete Research**, v. 42, n°1, p.186-193, 2012.

SAETTA, A. V.; SCHEREFLE, B. A.; VITALIANI, R. The carbonation of concrete and the mechanism of moisture, heat, and carbon dioxide flow through porous materials. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 23, n. 4, p. 761-772, July 1993.

SAMPAIO, J. A., & ALMEIDA, S. L. M. D. Calcário e dolomito. CETEM/MCT. (2005).

SANTRA, A. K., REDDY, B. R., LIANG, F., & FITZGERALD, R. Reaction of CO₂ with Portland cement at Downhole Conditions and the Role of Pozzolanic Supplements. In: **SPE International Symposium on Oilfield Chemistry. Society of Petroleum Engineers**. 2009.

SAVASTANO JUNIOR, H.; DANTAS, F. A. Z.; AGOPYAN, V. Materiais reforçados com fibras: correlação entre a zona de transição fibra-matriz e as propriedades mecânicas. **São Paulo: IPT/Pini**, v.67; p. 56; 1994.

SHAO, Y., MIRZA, M. S., & WU, X. . CO₂ sequestration using calcium-silicate concrete. **Canadian Journal of Civil Engineering**, v. 33, p. 776-784, 2006.

SHARMA, D., & GOYAL, S.. Accelerated carbonation curing of cement mortars containing cement kiln dust: An effective way of CO₂ sequestration and carbon footprint reduction. **Journal of Cleaner Production**, v. 192, p. 844–854, 2018.

SILVA, D. W. et al. Cementitious composites reinforced with Kraft pulping waste. **Key Engineering Materials**, Arlington, v. 668, n. 89, p. 390-398, Aug. 2016.

SNELLINGS, R., CHWAST, J., CIZER, Ö., DE BELIE, N., DHANDAPANI, Y., DURDZINSKI, P., ... & SANTHANAM, M. RILEM TC-238 SCM recommendation on hydration stoppage by solvent exchange for the study of hydrate assemblages. **Materials and Structures**, v. 51 n. 6 p.172., 2018.

SOROUSHIAN, P., WON, J. P., & HASSAN, M.. Durability characteristics of CO₂-cured cellulose fiber reinforced cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 34, p. 44-53, 2012.

SUTIGNO, P. Effect of aqueous extraction of wood-wool on the properties of wood-wool cement board manufactured from teak (*Tectona grandis*). In: **WOOD–CEMENT COMPOSITES IN THE ASIA–PACIFIC REGION. Proceedings**. n. 107. Canberra, Australia. p. 24-28, 2000.

TEIR, S., ELONEVA, S., & ZEVENHOVEN, R. Production of precipitated calcium carbonate from calcium silicates and carbon dioxide. **Energy Conversion and Management**, v. 46(18-19), p.2954-2979, 2005.

TEIXEIRA, R. S. Utilização de resíduos sucro-alcooleiros na fabricação de fibrocimento pelo processo de extrusão. 2010. 135p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, **Instituto de Química de São Carlos** da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

TEIXEIRA, R. S., TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F., FIORELLI, J., SAVASTANO, H., & LAHR, F. A. Extruded cement based composites reinforced with sugar cane bagasse fibres. In **Key Engineering Materials**, v. 517, p. 450-457, 2012.

TOLEDO FILHO, R. D. et al. Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 25, n. 2, p. 185–196, Feb. 2003.

TONOLI, G. H. D. et al. Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement based composites. **Industrial Crops and Products**. v. 31, n.2, p. 225-232, 2010.

TONOLI, G. H. D. et al. Isocyanate-treated cellulose pulp and its effect on the alkali resistance and performance of fiber cement composites. **Holzforschung, Berlin**, v. 67, n. 8, p. 853-861, Dec. 2013.

TONOLI, G. H. D., CARMELLO, G. F., FIORONI, C. A., DE LIMA PEREIRA, T., ROCHA, G., DE SOUZA, R. B., ... & SAVASTANO JR, H. Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. p. 215, 22-29, 2019.

TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F. D., JOAQUIM, A. P., & SAVASTANO JR, H.. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building materials**, v. 24, n°2, p. 193-201, 2010.

TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F., SAVASTANO JR, H., DELVASTO, S., DE GUTIÉRREZ, R. M., & DE MURPHY, M. D. M. L.. Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n° 2, p. 225-232, 2011.

VAICKELIONIS, G.; VAICKELIONIENE, R. Cement hydration in the presence of wood extractives and pozzolan mineral additives. **Ceramics – Silikáty** v. 50, n.2, p. 115-122, 2006.

VALE, A. T.; BARROSO, R. A.; QUIRINO, W. F. Caracterização da biomassa e do carvão vegetal do coco da bahia (*Cocos nucifera* L.) para uso energético. **Biomassa & Energia**, v. 1, n. 4, p.365-370. 2004.

VAN DAM, J.E.G.; OEVER, M.J.A.; KEIJSERS E.R.P.; PUTTEN J.C.V.; ANAYRON C.; JOSOL F.; PERALTA A.. Process for production or high density/high performance binderless boards from whole coconut husk Part2: Coconut rusk morphology, composition and properties. **Industrial Crops and Products**, 24, 96-104. 2006.

VAZZOLER, J., VIEIRA, G. L., TELES, C. R., DEGEN, M. K., & TEIXEIRA, R. A. Investigation of the potential use of waste from ornamental stone processing after heat

treatment for the production of cement-based paste. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 177, p. 314-321, 2018.

WANG, J., XU, H., XU, D., DU, P., ZHOU, Z., YUAN, L., & CHENG, X. Accelerated carbonation of hardened cement pastes: Influence of porosity. **Construction and Building Materials**, v. 225, p.159–169, 2019.

WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 73, n. 4, p. 1-16, July 2015.

XIE, X., ZHOU, Z., JIANG, M., XU, X., WANG, Z., & HUI, D. Cellulosic fibers from rice straw and bamboo used as reinforcement of cement-based composites for remarkably improving mechanical properties. **Composites Part B: Engineering**, v. 78, p. 153-161, 2015.

YAMAMOTO, J.; KIHARA, Y.; COIMBRA, A.; MONTANHEIRO, T. Environmental Impact Reduction on the Production of Blended Portland Cement in Brazil. **Environmental Geosciences**. V 4, p. 192-206. 1997.

ZHOU, X.; LI, Z.. Light –weight wood –magnesium oxychloride cement composite building products made by extrusion. **Construction and Building Material**, Guildford, v.27, p. 382-389, 2012.