



CAIK ELISIO TONELLI FARIA

**CARBONATAÇÃO EM ESCALA PILOTO DE TELHAS DE
CIMENTO REFORÇADAS COM FIBRAS CELULÓSICAS E
SINTÉTICAS**

**LAVRAS – MG
2022**

CAIK ELISIO TONELLI FARIA

**CARBONATAÇÃO EM ESCALA PILOTO DE TELHAS DE CIMENTO
REFORÇADAS COM FIBRAS CELULÓSICAS E SINTÉTICAS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração Biomateriais, para obtenção do título de mestre.

Prof. Dr. Gustavo Henrique Denzin Tonoli
Orientador

Prof. Dr. Holmer Savastano Junior
Coorientador

**LAVRAS – MG
2022**

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

Faria, Caik Elisio Tonelli.

Carbonatação em escala piloto de telhas de cimento reforçadas
com fibras celulósicas e sintéticas / Caik Elisio Tonelli Faria. -
2021.

65 p. : il.

Orientador(a): Gustavo Henrique Denzin Tonoli.

Coorientador(a): Holmer Savastano Junior.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de
Lavras, 2021.

Bibliografia.

1. Fibrocimento. 2. Polpa celulósica. 3. Fibras vegetais. I.
Tonoli, Gustavo Henrique. II. Júnior, Holmer Savastano. III. Título.

CAIK ELISIO TONELLI FARIA

**CARBONATAÇÃO EM ESCALA PILOTO DE TELHAS DE CIMENTO
REFORÇADAS COM FIBRAS CELULÓSICAS E SINTÉTICAS**

**PILOT SCALE CARBONATION OF CEMENT TILES REINFORCED WITH
CELLULOSIC AND SYNTHETIC FIBERS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração Biomateriais, para obtenção do título de mestre.

APROVADA em 22 de dezembro de 2021.

Dr. Gustavo Henrique Tonoli	UFLA
Dr. Danilo Wisky Silva	UFLA
Dr ^a Jenaina Ribeiro Soares	UFLA
Dr. Lucas Rosse Caldas	UFRJ

Prof. Dr. Gustavo Henrique Tonoli
Orientador

**LAVRAS – MG
2022**

RESUMO

O setor da construção civil tem passado por constantes evoluções, por melhores práticas e materiais sustentáveis, levando em pauta sempre a competitividade no mercado e o tema sustentabilidade. Um dos temas em pauta é a utilização de polpa celulósica na matriz de fibrocimento, que possui um empecilho por ser facilmente degradada devido à presença de hidróxido de cálcio - Ca(OH)_2 na matriz cimentícia. Buscando a viabilidade da utilização de fibras vegetais na matriz, tecnologias de carbonatação acelerada tem se mostrado eficiente na prolongação da durabilidade das fibras vegetais, com a redução do pH da matriz devido à transformação do hidróxido de cálcio em carbonato de cálcio (CaCO_3). O presente estudo tem o objetivo de avaliar durante a carbonatação acelerada a influência da pressão, volume de ocupação e umidade, tanto interna à câmara (umidade relativa) quanto à umidade inicial dos materiais de cimento reforçados com fibras. Foram realizadas 3 etapas, para se avaliar as variáveis propostas, sendo elas: I) avaliar a variação da pressão interna da câmara, II) avaliar a variação do volume de material de cimento inserido no processo de carbonatação e III) avaliar a variação da umidade relativa interna à câmara de carbonatação e umidade inicial do material na entrada do processo, avaliando os resultados mecânicos, físicos e químicos após as etapas experimentais, objetivando viabilizar o uso da metodologia em escala industrial. Na Etapa I foi realizado processo de carbonatação acelerada em escala piloto, utilizando-se como câmara a autoclave Fhaizer, com volume interno de 8m^3 , 6 horas de duração, saturado com CO_2 puro, com umidade relativa controlada e pressões de -0,5 bar, pressão atmosférica e +5 bar. Os melhores resultados físicos (até 8% a menos de teor de água e até 4% a mais de densidade aparente), mecânicos (até 15%, até 43% e até 22% superior aos demais quanto a MOR, LOP e Energia específica respectivamente) e químicos 2º maior grau de carbonatação foram encontrados nos corpos de prova carbonatados com sobre pressão de +5 bar. Na Etapa II, o processo de carbonatação acelerada foi realizado com redução do volume de ocupação da câmara de carbonatação em 75% que conseqüentemente permitiu um controle de umidade interna à câmara com maior eficiência (20% menor que na Etapa I), onde pode-se observar resultados mecânicos até 13% superiores comparados a Etapa I. Para os físicos obteve-se uma redução de até 24% da umidade das amostras e densificação da matriz em 8%, e químicos com incremento de 36% no grau de carbonatação, mostrando assim a efetividade da redução da umidade interna à autoclave no processo de carbonatação acelerada. Por fim na Etapa III, onde foi realizada a pré-secagem dos materiais de fibrocimento, obteve-se resultados potencializados quanto aos valores de grau de carbonatação e fixação de CO_2 com incrementos de 27% e 36% respectivamente. Os resultados mostram a grande influência da umidade inicial do material de fibrocimento no processo de carbonatação e evidenciam um caminho para metodologia ser aplicada em escala industrial, bem como, apresentam que o processo de carbonatação acelerada pode ser uma importante técnica e estratégia para realização do sequestro de CO_2 .

Palavras-chave: Fibrocimento. Polpa celulósica. Fibras vegetais. Carbonatação acelerada. Sequestro de CO_2 .

ABSTRACT

The civil construction sector has undergone constant evolution for best practices and sustainable materials, always considering market competitiveness and sustainability. One of the topics is the addition of cellulosic pulp in the fiber cement matrix which has an drawback because it is easily degraded due to calcium hydroxide - $\text{Ca}(\text{OH})_2$ in the cement matrix. Seeking the feasibility of using plant fibers in the matrix, accelerated carbonation technologies is efficient in terms of prolonging plant fibers' durability, with the reduction of matrix pH due to the transformation of calcium hydroxide into calcium carbonate (CaCO_3). The present study focus in the evaluation during carbonation, the influence of pressure, volume and relative humidity inside the chamber, and the humidity of fiber reinforced cement materials. Three steps were carried out to evaluate the proposed variables: I) evaluating the variation of the internal pressure of the chamber; II) evaluating the variation of the volume of cement material inserted in the carbonation process and III) evaluating the variation of humidity internal to the carbonation chamber and initial humidity of the material at the entrance of the process, evaluating the mechanical, physical and chemical results after the experimental steps, aiming to enable the use this methodology on an industrial scale. Stage I, accelerated carbonation process was carried out on a pilot scale, using the Fhaizer autoclave as a chamber, with a volume of 8m^3 , 6 hours of duration, saturated in CO_2 , with controlled humidity and pressures of -0.5 bar, atmospheric pressure and 5 bar. The best results are: physical (up to 8% drier and up to 4% more apparent density), mechanical (up to 15%, up to 43% and up to 22% higher than the others in terms of MOR, LOP and Specific Energy, respectively). Higher degree of carbonation was found in carbonated specimens with an overpressure of 5 bar. Stage II, the accelerated carbonation process was carried out with a reduction in the volume of occupation in the carbonation chamber by 75%, which consequently allowed a more efficient control of humidity (20% lower than in Stage I). Mechanical results up to 13% higher than Stage I, physical reduction of up to 24% of the moisture of the samples were obtained. Densification of the matrix by 8%, and an increase of 36% in the degree of carbonation were also observed. The evidence of effectiveness by reducing the internal relative humidity at the autoclave during the accelerated carbonation process were assessed. Finally, in Stage III, where the pre-drying of the fiber cement materials was carried out, results were potentiated in terms of carbonation degree values and CO_2 fixation with increments of 27% and 36% respectively. The results show the significant influence of the initial moisture of the fiber cement material in the carbonation process and offer a way to apply this methodology in an industrial scale, as well as showing that the accelerated carbonation process can be an essential technique and strategy for carrying out the sequestration of CO_2 .

Keywords: Fiber cement. Cellulosic pulp. Vegetable fibers. Accelerated carbonation. CO_2 sequestration.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Sistemas de produção de telhas.....	14
Figura 2 – Representação do processo Hatschek para produção de fibrocimentos.....	15
Figura 3 – Países com proibição parcial/integral o amianto.....	16
Figura 4 – Fibras de PP sintéticas para fibrocimento.	16
Figura 5 – Modelo simplificado do processo de carbonatação acelerada.	19
Figura 6 – Intervalo de melhor absorção de CO ₂ no processo de carbonatação acelerada.	21
Figura 7 – Esquemático da influência da temperatura no processo de carbonatação acelerada.	22
Figura 8 – Elevação dos resultados de resistência à compressão da matriz cimentícia carbonatada com o aumento da pressão interna na autoclave.	23
Figura 9 – Intervalo de umidade interna ao processo de carbonatação com maior penetração no fibrocimento.	24
Figura 10 – Absorção de CO ₂ e perda de água no processo de carbonatação com pré-secagem.	25
Figura 11 – Telhas preparadas para o processo de carbonatação em Autoclave com volume de ocupação estimado de 17%.....	28
Figura 12 – Processo de carbonatação acelerada em ambiente com saturação de CO ₂	29
Figura 13 – Autoclave utilizada para o processo de cura com saturação de CO ₂ para compósitos cimentícios reforçados com fibras.....	30
Figura 14 – Pilhas de 25 telhas inseridas no processo de carbonatação com volume de ocupação estimado de 17%.....	31
Figura 15 – Detalhamento das etapas do estudo para o processo de carbonatação em diferentes condições.	32
Figura 16 – Curvas típicas de termogravimetria TG (perda de massa) das telhas submetidas à carbonatação acelerada e DTG (primeira derivada).	35
Figura 17 – Etapa de cortes dos corpos de provas nas telhas onduladas.....	38
Figura 18 – <i>Setup</i> do ensaio mecânico de flexão com quatro pontos/cutelos.	38
Figura 19 – Esquema do processo de envelhecimento acelerado dos corpos de prova retirados das telhas.	39
Figura 20 – Esquema da Etapa I – Carbonatação acelerada com SUB (sub pressão), SOBRE (sobre pressão) e ATM (pressão atmosférica).....	40
Figura 21 – Análise de fenolftaleína após os experimentos de carbonatação.	41

Figura 22 – <i>Box-plot</i> dos ensaios físicos dos corpos-de-prova retirados das telhas.....	42
Figura 23 – Valores médios e de desvio-padrão do módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.....	43
Figura 24 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.....	43
Figura 25 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.....	44
Figura 26 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.....	45
Figura 27 – Esquema da Etapa I e II – Carbonatação acelerada com redução do volume de ocupação interno à câmara.	46
Figura 28 – Análise visual após aplicação de fenolftaleína nos experimentos de carbonatação.	47
Figura 29 – <i>Box-plot</i> dos ensaios físicos dos corpos-de-prova retirados das telhas.....	48
Figura 30 – Valores médios e de desvio-padrão do módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	49
Figura 31 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	49
Figura 32 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	50
Figura 33 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	50
Figura 34 – Esquema da Etapa III– Carbonatação acelerada com e sem pré-secagem.....	52
Figura 35 – Esquema da Etapa III– Carbonatação acelerada com pré-secagem.....	53
Figura 36 – <i>Box-plot</i> dos ensaios físicos (umidade e densidade aparente) dos corpos-de-prova retirados das telhas.....	53
Figura 37 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	55
Figura 38 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	55
Figura 39 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	56
Figura 40 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1– Formulação aproximada de matérias primas para fabricação das telhas da formulação comercial.	27
Tabela 2 – Parâmetros das curas com carbonatação acelerada.	29
Tabela 3 – Resultados de Grau de carbonatação e CO ₂ fixado estimado Etapa I com volume de ocupação estimado da autoclave de 68%.	41
Tabela 4 – Resultados de grau de carbonatação (GC) e CO ₂ fixado na telha estimado Etapa I com volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e Etapa II com volume de ocupação de 17%.	47
Tabela 5 – Valores de grau de carbonatação (GC) e CO ₂ fixado na telha na Etapa III.....	51

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
2	REFERENCIAL TEÓRICO	13
2.1	A origem do fibrocimento	13
2.2	Método Hatschek para produção de telhas de fibrocimento	14
2.3	Proibição do amianto no mundo	15
2.4	Fibras de polpa celulósica e sua potencialidade como solução à proibição do amianto	17
2.5	Processo de carbonatação acelerada	18
3	VARIÁVEIS DO PROCESSO DE CARBONATAÇÃO	21
3.1	Efeito da temperatura no processo	21
3.2	Efeito da pressão no processo de carbonatação acelerada.....	22
3.3	Efeito da umidade no processo	23
3.3.1	Umidade relativa interna à câmara de carbonatação	23
3.3.2	Umidade inicial da matriz no processo de carbonatação.....	24
4	OBJETIVOS	26
4.1	Objetivos gerais.....	26
4.2	Objetivos específicos	26
5	MATERIAL E MÉTODOS	27
5.1	Preparação das telhas de fibrocimento	27
5.2	Etapas do trabalho.....	28
5.2.1	Etapa I - Carbonatação com variação de pressão e controle de umidade relativa interna à câmara	28
5.2.2	Etapa II - Carbonatação com pressão e controle de umidade relativa interna à câmara realizando redução do volume de ocupação com telhas de fibrocimento	30
5.2.3	Etapa III - Carbonatação com variação da umidade inicial das telhas.....	31
6	ENSAIOS.....	33
6.1	Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC).....	33
6.2	Análise visual com fenolftaleína	37
6.3	Ensaio físico-mecânicos de corpos de prova retirados telhas.....	37
6.3.1	Envelhecimento acelerado (EA)	38
7	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
8	CONCLUSÕES.....	58
9	SUGESTÕES DE PRÓXIMOS ESTUDOS	60

REFERÊNCIAS.....	61
-------------------------	-----------

1 INTRODUÇÃO

No Brasil o mercado de fibrocimento corresponde a um volume financeiro de aproximadamente 2,5 bilhões de reais anuais, referente à produção anual de 3 milhões de toneladas de telhas onduladas, telhas estruturais, placas cimentícias e peças complementares; e gera mais de 70 mil empregos diretos e indiretos (FGV, 2008). O setor da indústria cimentícia, não diferente dos demais setores de produção, passou ao longo dos anos por diversas evoluções, desde seu método produtivo, passando pela proibição do amianto iniciada em meados da década de 90, com o banimento do amianto anfíbólio e crisótilo no Brasil, até as novas tecnologias (NT) para otimização da produção.

A importante evolução quanto aos materiais da indústria de fibrocimento reforçado com fibras se deu inicialmente com a substituição das fibras de amianto pelas fibras sintéticas (polipropileno – PP e polivinil-álcool – PVA, por exemplo, derivadas do petróleo), em um primeiro momento, representando em torno de 30 a 40% do custo da matéria-prima para produção do fibrocimento em sua totalidade (FGV, 2008). Devido ao alto valor para produção tornou o setor de materiais cimentícios reforçados menos competitivo comparado com as outras alternativas como materiais cerâmicos e de cimento sem reforços.

Buscando reverter essa situação novas pesquisas vêm sendo desenvolvidas para encontrar fibras de origem vegetal que possam ser utilizadas como reforço em produtos de fibrocimento, amplamente empregados na construção civil. A potencialização dos estudos utilizando polpas celulósicas é conveniente principalmente pelo Brasil ser o maior exportador e segundo maior produtor, de acordo com a SummitAgro (2019), atrás apenas dos EUA na produção de celulose no mundo. Sendo assim, um material que é renovável, biodegradável e tem sua produção já bem estruturada no País, apresenta também características físico-mecânicas que se faz criar uma enorme expectativa para solucionar a produção de cimentos reforçados (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Estudos para viabilizar a utilização adequada de fibras de celulose em substituição as fibras minerais e sintéticas, em maiores proporções, mas mantendo ainda uma porcentagem por desempenharem papel diferente das fibras vegetais, estão em evidência no mercado atual, principalmente por se tratarem de projetos inspirados no “*Triple Botton Line*”, baseados em 3 pilares: econômicos, sociais e ecológicos (GOH *et al.*, 2020; PAN *et al.* 2020). Os resultados dos estudos além de permitir a utilização de um material com característica renovável, permite a maior competitividade do setor de materiais cimentícios reforçados com fibras comparado

aos outros mercados, visando assim sua reconquista, ampliação e consequente geração de maior número de vagas no setor (NORMEN *et al.* 2004, GIMENEZ *et al.* 2012).

A Universidade Federal de Lavras (UFLA) em parceria com Universidade de São Paulo (USP) tem trabalhando nos últimos 15 anos em colaboração com as empresas Infibra S.A. e Imbralit Indústria e Comércio de Artefatos de Fibrocimento Ltda. no desenvolvimento e no aperfeiçoamento de sistemas de fibrocimento reforçado com fibras de celulose e poliméricas. Entre todas as soluções testadas até o momento pelos presentes propositores, a cura com carbonatação acelerada em ambiente saturado em CO₂, é a que alia um melhor resultado técnico com um maior potencial para implantação na indústria, como indicados nos trabalhos de (TONOLI *et al.*, 2019; FIORONI *et al.*, 2020).

Algumas variáveis do processo de cura em ambiente saturado com CO₂, agora em escala piloto, necessitam de maiores análises, para permitir assim que empresas utilizem a tecnologia em escala industrial para comercialização.

O objetivo desse trabalho é estudar os efeitos das variações de pressão e umidade relativa, medidas essas observadas internamente à câmara de carbonatação, bem como a umidade do próprio material cimentício reforçado com fibras (telhas onduladas) observada ao início e término do processo de carbonatação, buscando a potencialização do processo para geração de uma maior quantidade de telhas carbonatadas com excelência em um curto espaço de tempo após a sua fabricação industrial.

A obtenção de resultados de uma maior quantidade (pilhas de 100 telhas, conforme escala industrial) de telhas carbonatadas permitiriam trazer um processo da escala laboratorial para uma escala piloto. Esse será um grande passo na engenharia de materiais cimentícios reforçados com fibras celulósicas e sintéticas que contribuirá com informações úteis para o entendimento da metodologia nos compósitos de fibrocimento.

Sendo assim, o objetivo geral do presente estudo é aplicar uma nova tecnologia de cura acelerada em ambiente saturado de CO₂, em escala piloto, para produtos, como telhas onduladas de 5 mm de espessura de cimento reforçado com fibras de celulose, associadas às fibras sintéticas.

O principal produto a ser gerado com essa pesquisa é a viabilização da competitividade do material de cimento reforçado no mercado, bem como ressaltar a metodologia com uma técnica para o sequestro de dióxido de carbono, que é fixado no material após o processo de carbonatação, sendo assim uma possível técnica de combate ao aquecimento global e mudanças climáticas, que são uns dos principais desafios da humanidade, considerando que o CO₂ é um dos principais gases causadores do efeito estufa.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 A origem do fibrocimento

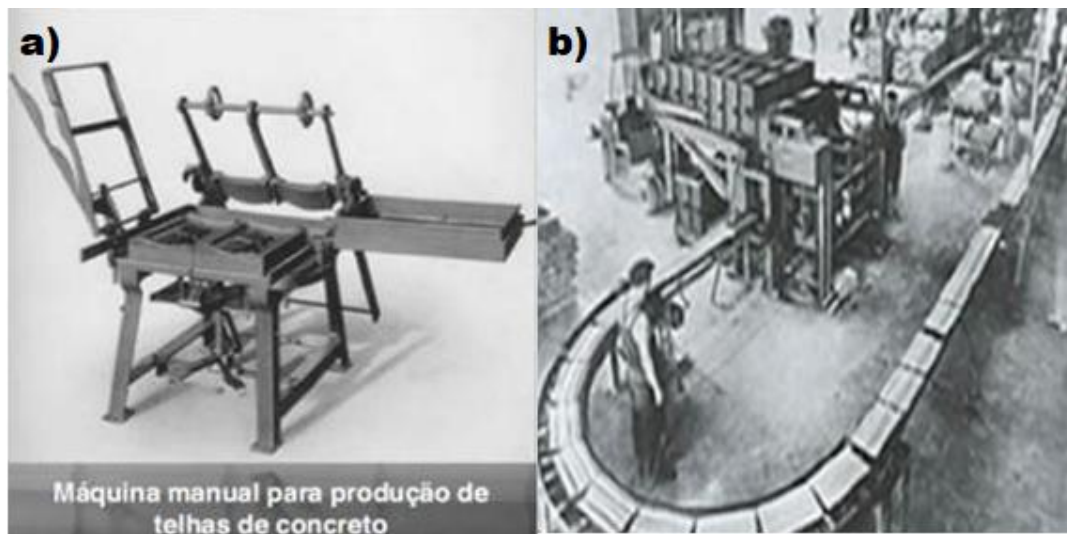
O material fibrocimento, é um produto à base de cimento e adições reforçados com fibras, sendo elas de origens diversas: mineral, vegetal ou polimérica, as quais dão a esse produto propriedades de sustentação mecânica devido a aderência das fibras na matriz. No mercado atual, o fibrocimento é encontrado em diversos produtos usados por inúmeras obras no setor de construção civil, desde telhas e postes à caixas d'água, que são consumidos em mais de 2,2 milhões de toneladas pelo setor (JANELA & PEREIRA, 2003; REZENDE, 2014).

A história dos compósitos teve seu início com a utilização do amianto pelos povos romanos e gregos na idade antiga, onde reforçavam os materiais principalmente de origem argilas com fibras de amianto para permitir a esses produtos uma maior durabilidade e resistência. Etimologicamente, a palavra amianto deriva da palavra grega “asbesto” que significa “indestrutível”.

Em meados do Século XVII o amianto teve sua comercialização se difundido por todo o mundo e, em 1900, o fibrocimento, uma mistura de cimento, amianto e água, teve sua patente executada pelo austríaco Ludwig Hatschek. Seu processo, anteriormente ao método Hatschek, era manual com auxílio de prensas (Figura 1a) e baixa escala (Figura 1b) para produção de telhas de cimento sem reforço, onde a partir da patente do fibrocimento e metodologia produtiva Hatschek permitiu uma produção em larga escala suportando a expansão da comercialização dos materiais de fibrocimento.

No Brasil, após a descoberta de uma mina de amianto em 1962, a produção de materiais cimentícios reforçados com fibras se deu no início de 1976 com fábricas no Estado de São Paulo e rapidamente se espalhou por todo o país, chegando a 50 fábricas distribuídas em todo seu território (Instituto Brasileiro do Crisotila).

Figura 1 – Sistemas de produção de telhas.



Legenda: a) Máquina manual de produção de telhas; b) Primeiro sistema produtivo industrial de telhas de cimento.

Fonte: Ziegel.com.br (2021).

O mercado de materiais de cimento reforçados com fibras ganhou logo expansão, principalmente por possuir valor de mercado inferior a outros materiais com mesma finalidade, por exemplo: telhas de cerâmica ou cimento para coberturas (representam 10 a 12% do valor total da obra), sendo uma economia além de possuir características como durabilidade, trabalhabilidade, variabilidade de dimensões e elevada resistência mecânica.

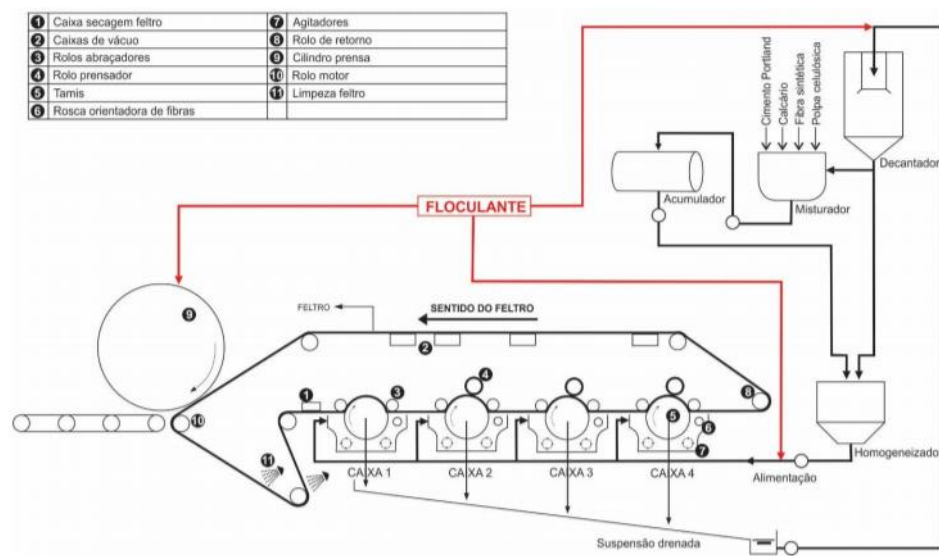
2.2 Método Hatschek para produção de telhas de fibrocimento

A metodologia produtiva utilizada largamente na indústria de compósitos cimentícios reforçado com fibras é conhecida como Metodologia Hatschek, que pode ser dividida basicamente em etapa de armazenamento das matérias primas, sendo elas Cimento Portland, calcário e fibras. Esses materiais ficam alocadas em reservatórios, os quais liberam em suas respectivas porcentagens (por peso) em um misturador, onde se adiciona água do processo, como apresentado por Oliveira (2010).

Em uma segunda etapa, essa mistura passa para um acumulador e posteriormente para um homogeneizador, Figura 2, para ser finalmente inserida no processo de rolagem, retirar o excesso de água e produzir as mantas, que irão tomar o formato de telhas onduladas após serem colocadas em moldes para cura.

Do momento da inserção da matriz de cimento já homogeneizada até a saída da manta pronta para ser colocada nas formas, sejam onduladas ou planas, a matriz passa por um ciclo de rolagem, com um mix entre rolos abraçadores e prensores, que por meio de sucção nos tamis são os responsáveis pela formação da manta junto ao feltro, que conduz a manta formada até a prensa cilíndrica final que leva a manta para a esteira rolante, onde é feita a sua colocação nas formas também com a utilização de sistema de sucção. Posterior a esse processo, com a manta já colocada nas formas, a manta passa por um processo de cura por temperatura por aproximadamente 22h, que permite seu manuseio e montagem das pilhas para comercialização.

Figura 2 – Representação do processo Hatschek para produção de fibrocimentos.



Fonte: Oliveira (2010).

Esse processo tem passado por evoluções ano após ano, buscando sempre a otimização para a indústria de matérias cimentícias reforçadas com fibras, com objetivos de aumentar produtividade e reduzir o desperdício de matéria prima (OLIVEIRA, 2010).

2.3 Proibição do amianto no mundo

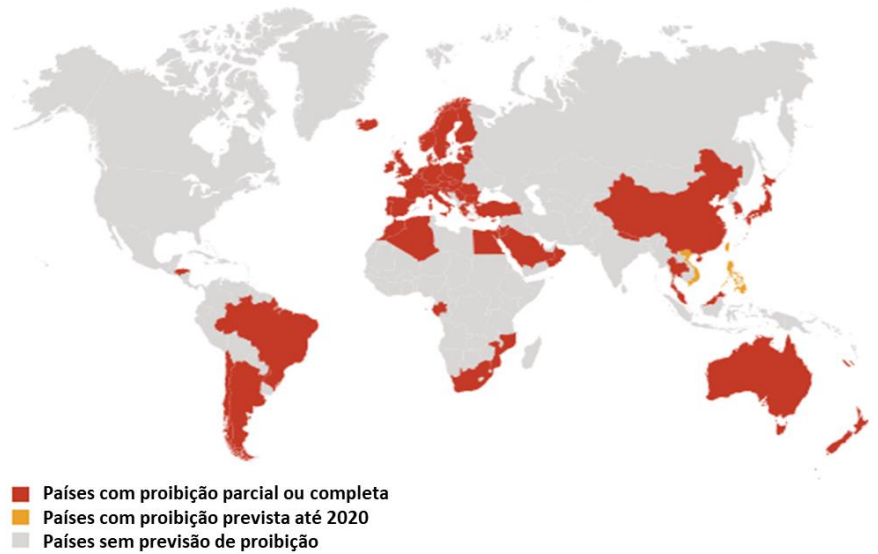
Juntamente com o crescimento exponencial de produção e utilização do fibrocimento reforçado com fibras de amianto, inúmeros estudos desde 1924 com Cooke até Karjalainen *et al.* (1997) apresentaram a correlação direta da inalação de fibras de amianto com problemas/doenças pulmonares extremamente graves.

Esses estudos permitiram a busca incansável da medicina pela proibição da utilização desse tipo de fibra, o que se iniciou em 2005 na União Europeia, em 2011 na Argentina e Chile

e, mais tardar, em 2017 no Brasil, com o artigo 2º da Lei Federal 9.055/90. Atualmente a plataforma Asbestoglobal permite observar quais países possuem ou projetam a proibição, seja ela parcial ou integral, e quais países não apresentam restrições para a utilização e produção do fibrocimento com fibras de amianto, Figura 3.

Figura 3 – Países com proibição parcial/integral o amianto.

Países com banimento da utilização do Asbesto



Fonte: asbestoglobal.org (2020).

A proibição trouxe desafios para as indústrias do setor de produtos cimentícios reforçados com fibras, que buscaram a substituição integral dessas fibras, que anteriormente eram de origem mineral, por fibras de origem polimérica como fibras de Poli Álcool Vinílico (PVA) e Polipropileno (PP) (Figura 4) as quais possuem altos valores, até 40% maiores do que as fibras de amianto. Isso tornou-se um empecilho para as indústrias na competição mercantil de coberturas residenciais, industriais e residenciais de larga escala.

Figura 4 – Fibras de PP sintéticas para fibrocimento.



Fonte: Focus Technology: Made-in-China.com (2021).

2.4 Fibras de polpa celulósica e sua potencialidade como solução à proibição do amianto

Estudos, principalmente na produção de telhas onduladas e placas para Steel Frame, vem sendo realizado por inúmeras equipes de pesquisa espalhadas pelo mundo com um objetivo comum em encontrar uma nova tecnologia para viabilizar a utilização de maiores porcentagens de fibras vegetais em substituição parcial de fibras sintéticas, com intenção de tornar o compósito cimentício competitivo no mercado e adequado para as novas condições (AGOPYAN *et al.*, 2005; JOHN *et al.*, 2005).

As fibras de origem vegetal, ou seja, polpa celulósicas, além de possuir um processo produtivo de grande escala e bem estruturado no Brasil, sendo esse o 2º produtor mundial de polpas (SUMMITAGRO, 2019), permite que custos sejam reduzidos na indústria de compostos cimentícios e que este torne-se um produto com viés sustentável, por ter maiores teores de fibras renováveis.

A utilização de menores teores de polpas celulósicas na produção de compósitos cimentícios reforçados com fibras se dá pelo pH da matriz, que é responsável por torna-la um local com alta alcalinidade (pH 13) (TOLÊDO FILHO *et al.*, 2000). Sendo assim, um ambiente extremamente degradante para as fibras de origem vegetal, devido a decomposição rápida da lignina, conforme abordado por Tonoli *et al.* (2012) e Tonoli *et al.* (2016), influencia diretamente na durabilidade dos produtos fabricados.

Ainda segundo Tonoli *et al.* (2012), outro prejuízo à durabilidade dos compósitos de cimento reforçados com fibras vegetais se dá pela grande variação dimensional que, uma vez submetidas a repetidos ciclos de molhagem e secagem, proporciona progressiva destruição da

aderência fibra-matriz, sendo um intensificador de fissuras que impossibilitam a comercialização do produto final.

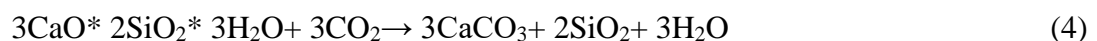
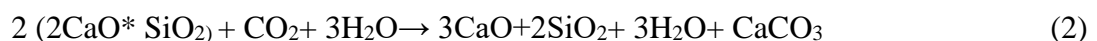
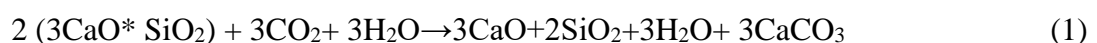
Várias alternativas vêm sendo estudadas com o passar dos anos para reduzir os impactos gerados pela matriz de cimento na utilização de fibras vegetais em compósitos cimentícios, buscando viabilizar a sua maior aplicação pelas indústrias.

Algumas metodologias apresentaram resultados técnico-mecânicos adequados para os produtos, como: o uso de resinas e óleos para proteção das fibras (MOTTA *et al.* 2010); adoção de processos impermeabilizantes superficiais com o uso de tintas poliméricas; matrizes de baixa alcalinidade (água interna $\text{pH} < 9$) como gipsita e cimento de escória de alto forno (SAVASTANO JR. *et al.*, 2002; TOLÊDO FILHO *et al.*, 2003) e carbonatação acelerada da matriz (ALMEIDA *et al.*, 2010; 2013; FIORONI *et al.*, 2020; PIZZOL *et al.*, 2014; SANTOS *et al.*, 2019; TONOLI *et al.*, 2010a; 2010b; 2016; 2019).

Esta última metodologia também é conhecida como processo de carbonatação acelerada, que apresenta resultados para o aumento da durabilidade desses compósitos, conforme comprovado por Almeida *et al.* (2010; 2013); Santos *et al.* (2019) e Tonoli *et al.* (2010a; 2010b; 2016; 2019); onde obtém-se uma redução do pH da matriz bem como ganhos nas propriedades mecânicas e físicas, devido ao aumento da aderência fibra-matriz, apresentando-se como um potencializador para sua utilização no setor industrial.

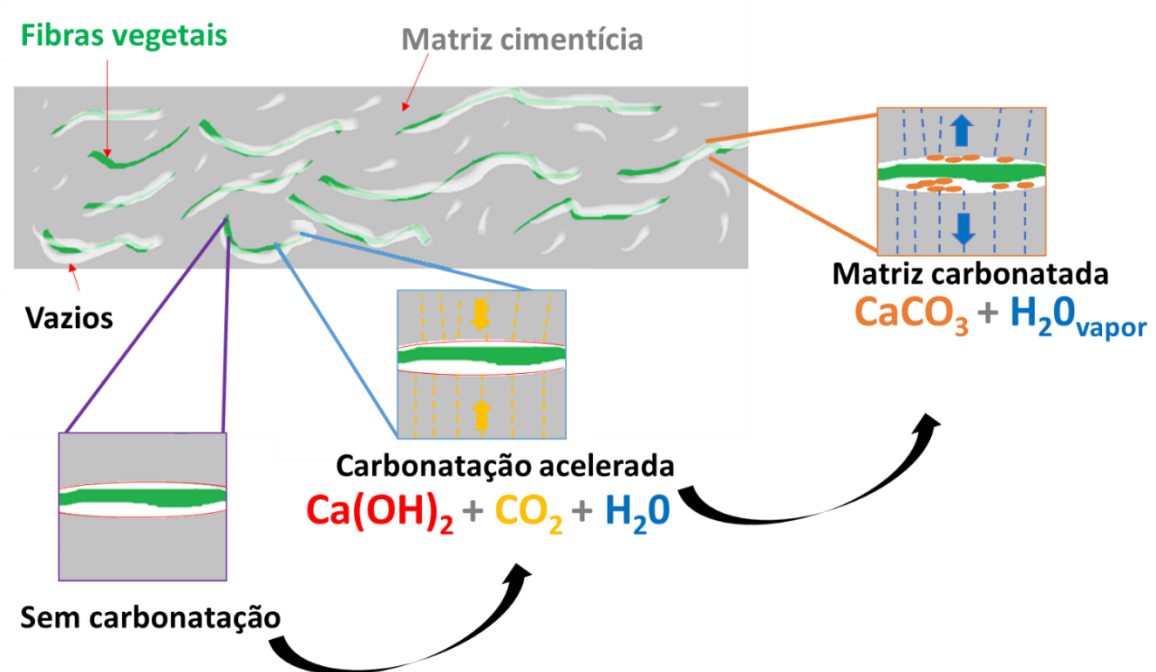
2.5 Processo de carbonatação acelerada

A carbonatação consiste em um processo de cura acelerada de materiais à base de cimento, que vem sendo estudada por diversas equipes de cientistas em parceria com grandes empresas do segmento, onde tem-se a geração de reações quando este material é inserido em ambientes saturados de CO_2 . As reações são, segundo Young; Berger; Breese (1974), descritas pelas Eqs. (1-4), onde Eqs. (1) e (2) se tem a reação do di-cálcio silicato (C2S) e silicato tri-cálcio (C3S) com CO_2 , e as duas últimas Eqs. (3) e (4) hidróxido de cálcio (CH) e Cálcio-silicato-hidratado (C-S-H), também com o CO_2 inserido no processo de carbonatação.



A proposta da metodologia é a substituição de hidróxido de cálcio (produto alcalino) da matriz cimentícia dos compósitos reforçados por componentes e substâncias menos degradantes para as fibras: carbonato de cálcio. Pode-se notar nas Eqs. (1-4) a substituição de hidróxido de cálcio e silicatos, materiais degradantes para as fibras, por Carbonato de cálcio (em forma de cristais) que, além de tornar o ambiente menos alcalino, preenchem os poros e faz com que a mesma matriz se densifique, Figura 5, obtendo melhores características físico-mecânicas, bem como maior estabilidade e durabilidade (ALMEIDA *et al.*, 2010; 2013; FIORONI *et al.*, 2020; PIZZOL *et al.* 2013; TONOLI *et al.*, 2010b).

Figura 5 – Modelo simplificado do processo de carbonatação acelerada.



Fonte: Do autor (2021).

Alguns projetos vêm sendo realizados pelo grupo propositor da Universidade Federal de São Paulo (USP/Pirassununga) para viabilizar e otimizar o uso de fibras de origem vegetal e sintéticas em substituição ao amianto, e têm alcançado resultados importantes para o setor de compósitos fibro-reforçados, que contribui com várias teses, dissertações com conclusões e soluções que vão desde a validação para aplicação de fibras de eucalipto para o processo de filtragem no modelo Hatschek de produção (TONOLI *et al.*, 2009b, 2010b), até otimização da composição da matriz cimentícia, com o objetivo de reduzir a sua alcalinidade (CORDEIRO *et al.*, 2009; FRÍAS *et al.*, 2011; OLIVEIRA *et al.*, 2012; TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; VILLAR COCIÑA *et al.*, 2009;), que já são aplicados pelas indústrias do setor.

Além disso, uma patente para produção de mantas compósitas com variação controlada de resistência foi submetida pelo presente grupo propositor, utilizando-se o princípio de FGM – *Functionally graded material*.

Algumas variáveis importantes do processo de carbonatação ainda estão sendo melhor estudadas para a aplicação real na indústria de compósitos cimentícios reforçados, como a umidade, temperatura e pressão, que possuem importância crucial para execução das reações do processo de carbonatação acelerada em ambiente saturado com CO₂.

Um novo projeto (2 anos) teve início para continuidade das pesquisas do grupo propositor com fibrocimento, o Projeto Embrapii MCE - Otimização de telhas de fibrocimento com reforço de fibras orgânicas produzidas por máquinas Hatschek, com o foco da pesquisa já em escala piloto na indústria.

3 VARIÁVEIS DO PROCESSO DE CARBONATAÇÃO

3.1 Efeito da temperatura no processo

A temperatura é uma das variáveis do processo de carbonatação que influencia diretamente o resultado final do processo. Segundo Drouet *et al.*(2019), a temperatura do processo pode ser avaliada correlacionando a quantidade de CO₂ absorvida durante o período que o compósito fica exposto em ambiente saturado com CO₂ e assim, representa uma variável importante para a eficiência do processo, pois ela acelera as reações que estão previstas para o processo de carbonatação acelerada; Ainda segundo Drouet *et al.*(2019), que avaliou o resultado final do processo com temperaturas desde 20 a 90°C, os melhores índices de absorção de CO₂ foram encontrados no intervalo de variação de temperatura de 50 a 70°C, que pode ser observado na Figura 6.

Figura 6 – Intervalo de melhor absorção de CO₂ no processo de carbonatação acelerada.

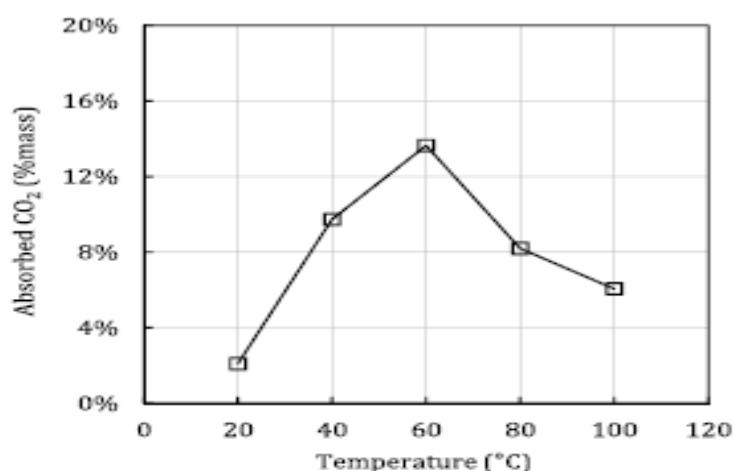


Fig. 2. impact of temperature on ALC compacts, redrawn after [41].

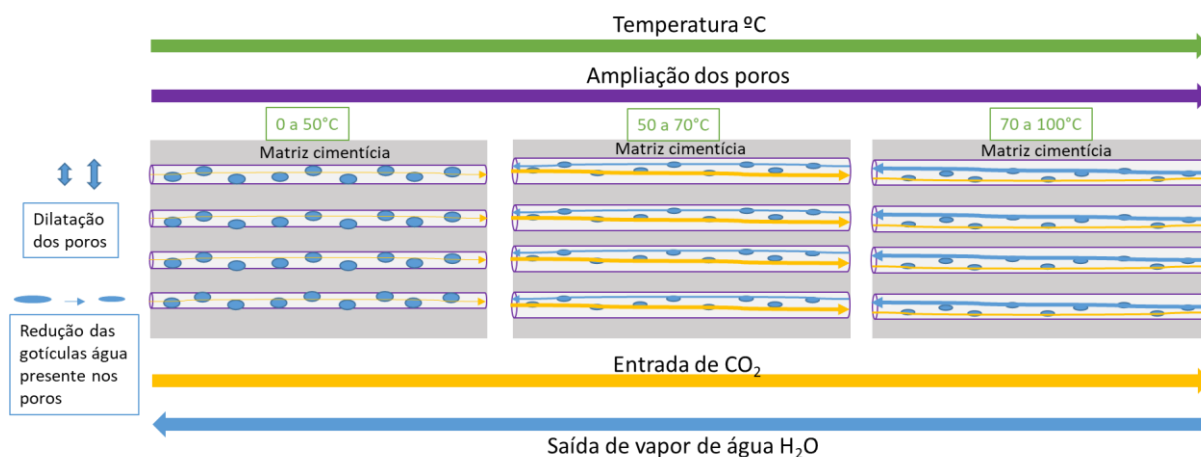
Fonte: Drouet *et al.*, (2019).

Pode-se observar a influência da temperatura no processo de carbonatação devido ao impacto na dilatação dos poros, bem como no fluxo de evaporação de vapor de água presente nos mesmos. Na Figura 7, observa-se os poros menos dilatados, com grande presença de água nos poros, o que dificulta a penetração do CO₂ para gerar as reações esperadas com o processo de carbonatação acelerada.

No outro extremo, em grandes temperaturas, temos poros mais dilatados, mas com grande fluxo de saída de vapor de água que, além de prejudicar a penetração do CO₂, dificulta

as reações de carbonatação, pois há necessidade de H_2O nos poros. Sendo assim uma temperatura entre $50^{\circ}C$ e $70^{\circ}C$ é ideal para realização da carbonatação acelerada.

Figura 7 – Esquemático da influência da temperatura no processo de carbonatação acelerada.



Fonte: Do autor (2021).

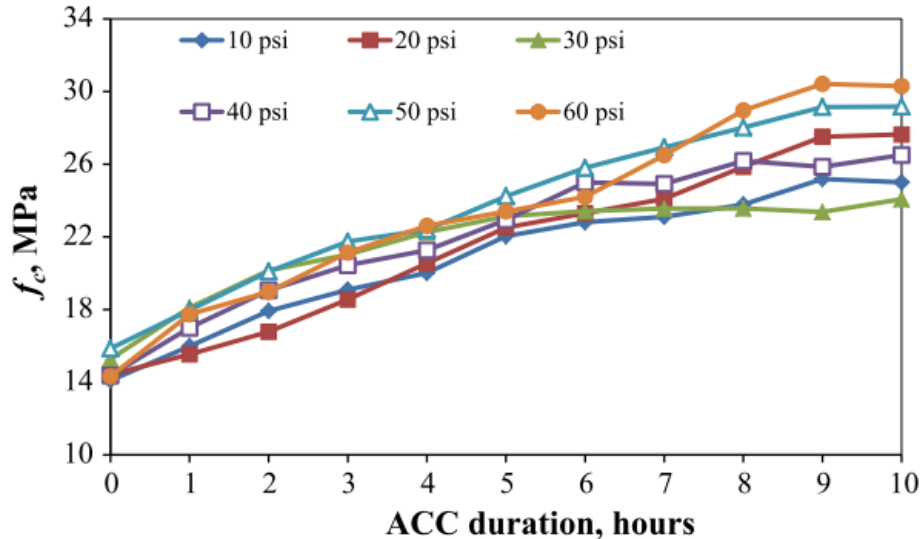
3.2 Efeito da pressão no processo de carbonatação acelerada

Outra variável importante do processo é a pressão interna no ambiente onde corre a carbonatação acelerada, podendo ser atmosférica, sobre pressões ou sub pressões, que influenciam a capacidade do processo para promover as reações químicas. Essa variável já possui inúmeros trabalhos laboratoriais comprovando que os resultados com pressão acima da atmosférica permitem maior quantidade de reações e, conseqüentemente, aumentam a eficiência do processo de carbonatação.

Segundo artigos publicados pela equipe de pesquisa do Projeto Embrapii MCE supracitado, como trabalhos de TONOLI *et al.*, 2019; FIORONI *et al.*, 2020, bem como de outros autores, como Ahmad *et al.* (2017), os processos de carbonatação apresentaram os melhores resultados quando são realizados utilizando valores de pressão interna à câmara acima da pressão 60psi (ou 4,2Mpa) (Figura 8) para que se alcance maior formação de carbonatos de cálcio (em % ou grau de carbonatação) e, conseqüentemente, maior eficiência do processo, bem como melhores resultados físico-mecânicos e químicos.

Em seu trabalho, Ahmad *et al.* (2017), avaliou os resultados mecânicos de compressão nos corpos de prova dos materiais de cimento reforçados que passaram pelo processo de carbonatação com pressões acima da atmosférica, obtendo-se os melhores resultados com a pressão interna à 60 psi (4,2 MPa), Figura 8.

Figura 8 – Elevação dos resultados de resistência à compressão da matriz cimentícia carbonatada com o aumento da pressão interna na autoclave.



Fonte: Ahmad *et al.* (2017).

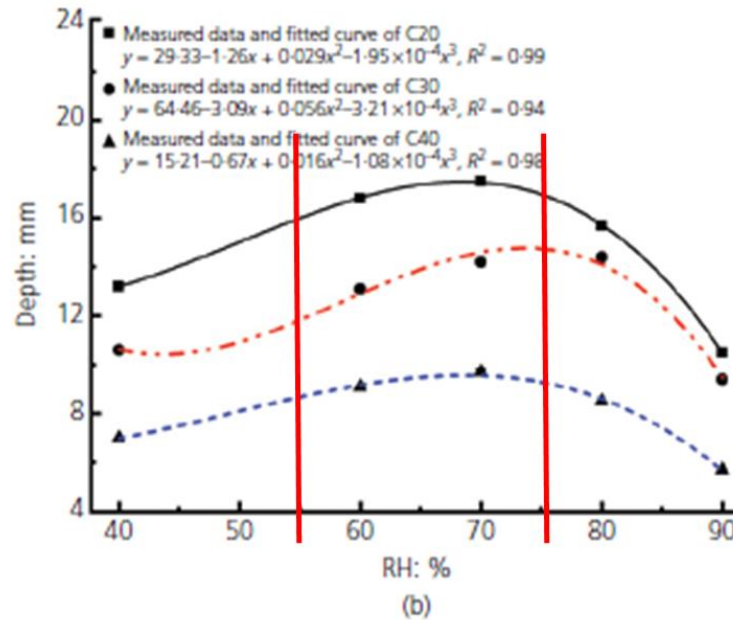
3.3 Efeito da umidade no processo

3.3.1 Umidade relativa interna à câmara de carbonatação

Por fim a umidade relativa, que pode ser encontrada de diversas formas no processo de carbonatação acelerada, está presente desde a cura da pasta de cimento (Cimento Portland + água, que gera as propriedades de resistência da matriz) até o final do processo de carbonatação, onde ela é gerada em forma de vapor d'água após a reação do hidróxido de cálcio com o CO₂ puro inserido na câmara de carbonatação (DHEILLY *et al.*, 2002; LÓPEZ-ARCE *et al.*, 2010).

Segundo Steiner *et al.* (2020) e Liu *et al.* (2019) os valores ideais de umidade interna à câmara de carbonatação acelerada deve estar entre 50-80% UR, Figura 9, independente da variação de água/ligante (C20, C30, C40, onde os números indicam a porcentagem de água no ligante), permitindo que, simultaneamente, ocorra a cura do cimento e a carbonatação acelerada, sem impacto negativo em qualquer um dos dois processos.

Figura 9 – Intervalo de umidade interna ao processo de carbonatação com maior penetração no fibrocimento.



Fonte: Liu *et al.*, (2019)

3.3.2 Umidade inicial da matriz no processo de carbonatação

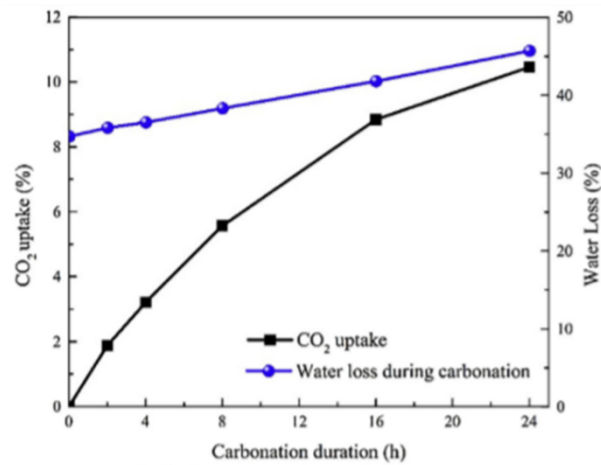
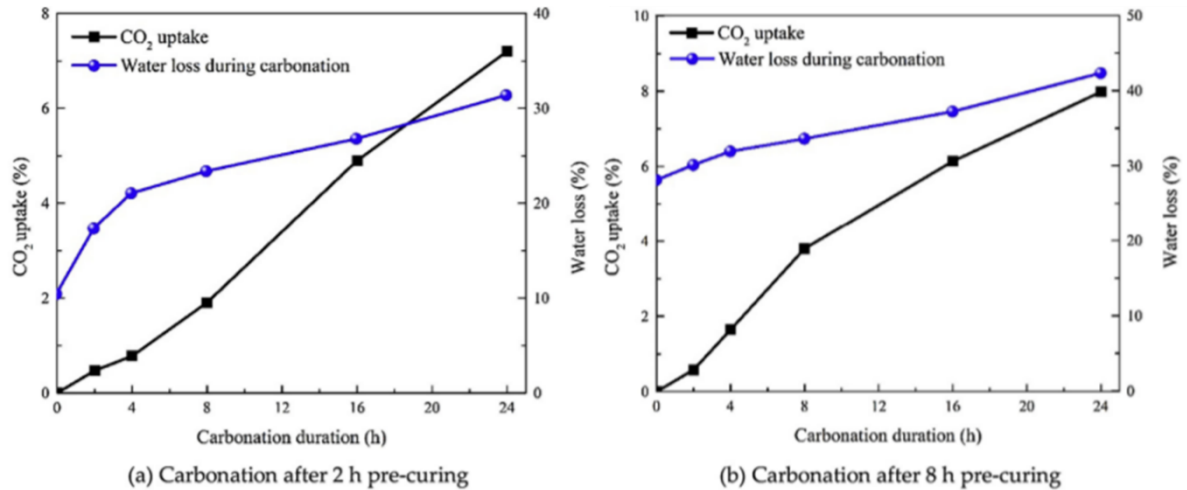
A umidade inicial das matrizes de cimento no processo de carbonatação, é uma importante variável para análise do processo. Chen e Gao (2019) e Tonoli *et al.* (2019), apresentaram a variável da umidade de entrada das telhas (ou seja, umidade presente na microestrutura das telhas) no processo de carbonatação, sendo responsável pela potencialização dos resultados no processo.

Secagens anteriores ao processo de carbonatação de 2 h e 16 h foram realizadas pelos autores supracitados, potencializando os resultados de Grau de Carbonatação (transformação de hidróxido de cálcio em carbonato de cálcio em %) alcançando patamares de 44% do hidróxido de cálcio, sendo transformado em carbonato de cálcio, tornando o ambiente da matriz cimentícia um local menos alcalino e degradante para as fibras.

Segundo Chen e Gao (2019), Figura 10, o processo de pré-secagem realizado anteriormente à carbonatação permite que o CO₂ injetado no ambiente saturado seja penetrado e fixado, ou “consumido”, pela matriz de cimento sem a alta competição do fluxo nos poros

entre a saída de vapor de água eliminada na reação química que origina o CaCO_3 e a entrada de CO_2 nos poros da matriz, facilitando assim a carbonatação das partes mais internas das telhas.

Figura 10 – Absorção de CO_2 e perda de água no processo de carbonatação com pré-secagem.



(c) Carbonation after 16 h pre-curing

Fonte: Chen e Gao (2019).

4 OBJETIVOS

4.1 Objetivos gerais

O presente trabalho tem como objetivo geral realizar o processo de carbonatação em escala piloto de compósitos à base de cimento reforçados com fibras de celulose e sintéticas, com a pretensão de viabilizar tecnicamente e industrialmente o processo de carbonatação acelerada por meio da análise dos seus resultados mecânicos, físicos e químicos obtidos nas etapas da presente pesquisa.

4.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do presente projeto são:

- Avaliar a influência da umidade, pressão, volume ocupado no grau de carbonatação atingido.
- Avaliar a influência da umidade, pressão, volume ocupado nas propriedades físicas da matriz de cimento reforçado antes e após envelhecimento acelerado.
- Avaliar a influência da umidade, pressão, volume ocupado nas propriedades mecânicas da matriz de cimento reforçado antes e após envelhecimento acelerado.

5 MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo, foram utilizadas telhas de fibrocimento reforçadas com fibras (poliméricas + vegetais) com 5 da massa seca total do compósito. As telhas são provenientes da indústria parceira (Infibra S.A.) e moldadas pelo processo industrial Hatschek. As porcentagens das matérias primas no estado sólido utilizadas na composição das telhas (antes da mistura em meio aquoso) comerciais, estão apresentadas na **Erro! Fonte de referência não encontrada.1.**

Tabela 1– Formulação aproximada de matérias primas para fabricação das telhas da formulação comercial.

Matéria prima	Formulação comercial (%)
Cimento Portland	60%
Calcário e adições	35%
Fibras de reforço¹	5%

¹Poliméricas e vegetais

Fonte: Do autor (2021).

5.1 Preparação das telhas de fibrocimento

As telhas foram produzidas pelo processo industrial Hatschek em uma mesma máquina da empresa Infibra SA, utilizando as matérias primas de uma mesma rodada de produção. As telhas foram produzidas com as seguintes medidas: 1.220 mm de comprimento, 920 mm de largura e 5 mm de espessura. Posteriormente, passaram pelo processo de cura inicial em túnel de cura com temperatura média de 65 °C na indústria por aproximadamente 22 h em um processo contínuo de fabricação.

Em seguida, as telhas foram embaladas em filme de polietileno para preservação da umidade (Figura 11) e permaneceram assim até completarem 5-7 dias de idade. Após esse período as telhas foram desembaladas e submetidas à carbonatação acelerada em autoclave cilíndrica horizontal Fhaizer em condições de saturação de CO₂.

A autoclave utilizada para a realização do experimento foi produzida pela empresa Fhaizer Autoclaves, com as seguintes especificações:

- Volume 8m³;
- Controle de umidade e temperatura, feitos por troca de ar com o ambiente;
- Construção com base em Normas de Vasos de Pressão: Código ASME e NR-13;

- Bomba de Vácuo;
- Filtro esterilizador de líquidos e Ar;
- Painel de Acionamento;
- Conjunto de Válvulas e Tubulações;
- Sistema de eletroválvulas;
- Cestos e Trilhos para movimentação.
- Pacote de tecnologia de gerenciamento 4.0 compreendido por CLP programável, painel Touch screen.

Figura 11 – Telhas preparadas para o processo de carbonatação em Autoclave com volume de ocupação estimado de 17%.



Fonte: Do autor (2021).

5.2 Etapas do trabalho

5.2.1 Etapa I - Carbonatação com variação de pressão e controle de umidade relativa interna à câmara

Após 8 dias embaladas em papel filme, as telhas foram submetidas ao processo de carbonatação acelerada, seguindo os parâmetros já bem estudados pela equipe em trabalhos

anteriormente realizados em escala laboratorial, sendo assim adotou-se para esta primeira etapa os parâmetros descritos na Tabela 2.

Tabela 2 – Parâmetros das curas com carbonatação acelerada.

Tempo de carbonatação	Temperatura interna	Umidade interna controlada	Pressões internas à câmara utilizadas	Volume de ocupação estimado
6 horas	~60°C	~60% até 80% UR	0 bar (Atm) 5bar (Sobrepessão) -0,5bar (Subpressão)	200 telhas (68% de ocupação) 50 telhas (17% de ocupação)

Fonte: Do autor (2021).

Para esta etapa do processo de carbonatação acelerada em ambiente com saturação de CO₂, este é inserido por meio de tubulações conectadas à 3 cilindros acoplados à autoclave Fhaizer (Figura 12-a), onde foram inseridas duas pilhas de 100 telhas (totalizando 200 telhas) (Figura 12-b). Houve variação da pressão interna para cada ensaio de carbonatação.

A autoclave utilizada para o processo de cura com saturação de CO₂ para compósitos cimentícios reforçados com fibras possui um sistema de monitoramento de pressão, umidade e temperatura acoplados, para ajustes dos parâmetros do processo (Figura 13 a-b).

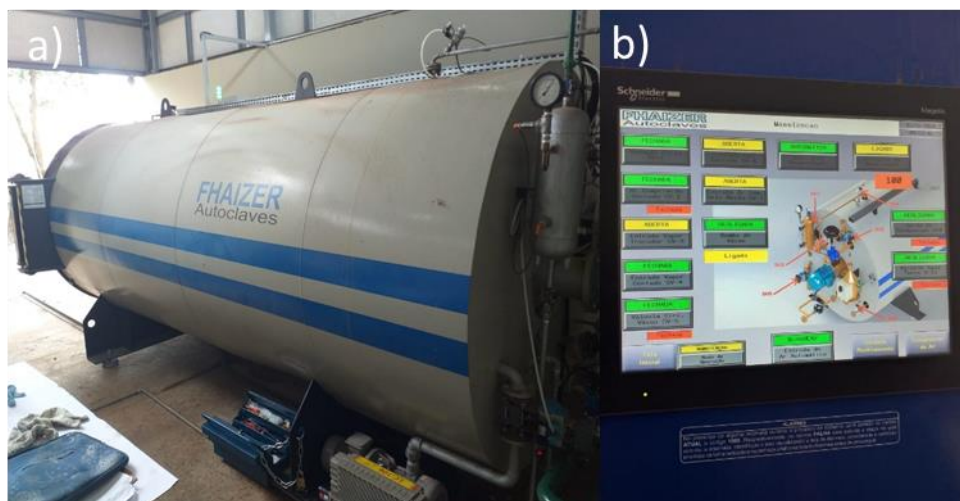
Figura 12 – Processo de carbonatação acelerada em ambiente com saturação de CO₂.



Legenda: a) Cilindros de CO₂ puro conectados a autoclave; b) Pilhas com 100 telhas no interior da autoclave com volume de ocupação estimado de 68%

Fonte: Do autor (2021).

Figura 13 – Autoclave utilizada para o processo de cura com saturação de CO₂ para compósitos cimentícios reforçados com fibras.



Legenda: a) Autoclave Fhaizer; b) Tela de monitoramento.

Fonte: Do autor (2021).

Após o processo de carbonatação as telhas ficaram embaladas em plástico filme por 7 (após produção: 8 dias, após carbonatação 7 dias), para evitar troca de umidade com o ambiente, para que após esse período, os ensaios mecânicos foram realizados.

5.2.2 Etapa II - Carbonatação com pressão e controle de umidade relativa interna à câmara realizando redução do volume de ocupação com telhas de fibrocimento

Na segunda etapa do estudo, foram adotados os mesmos parâmetros de carbonatação utilizados na primeira etapa, conforme Tabela 2. A alteração dessa etapa se deu com a realização do processo de carbonatação com o melhor resultado da primeira etapa. Além disso, foram inseridas na autoclave para a cura em ambiente saturado uma menor quantidade de telhas para maior eficiência do resultado do processo de carbonatação.

Foram inseridas 50 telhas divididas em 2 pilhas de 25 telhas (ocupação de 17%, em contraste com 68% na primeira etapa), Figura 14, ou seja, $\frac{1}{4}$ do que foi inserido para realização da primeira etapa do estudo, com o objetivo de avaliar a influência da quantidade de telhas e da umidade interna à câmara de carbonatação nos resultados físico-mecânicos, bem como nos resultados de grau de carbonatação, utilizado para verificar a eficiência do processo.

Figura 14 – Pilhas de 25 telhas inseridas no processo de carbonatação com volume de ocupação estimado de 17%.



Fonte: Do autor (2021).

Após o processo de carbonatação, as telhas ficaram embaladas em plástico filme por 7 dias para evitar troca de umidade com o ambiente. Após esse período, elas foram amostradas (retirada dos corpos-de-prova dos flancos) e, posteriormente, realizados os ensaios físico-mecânicos.

5.2.3 Etapa III - Carbonatação com variação da umidade inicial das telhas

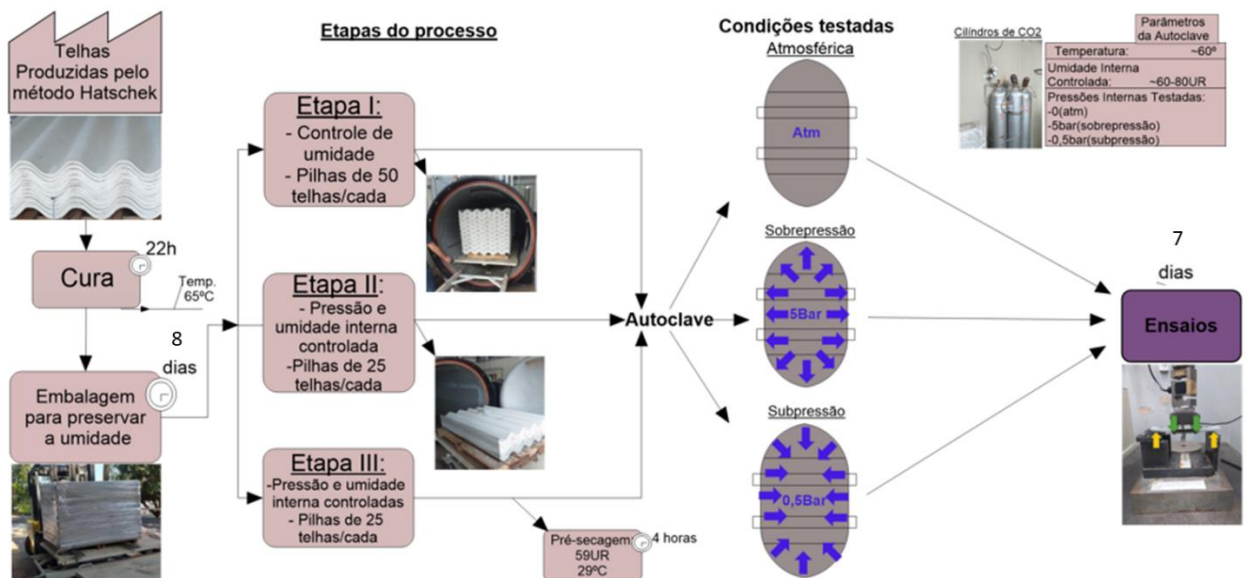
Na última etapa do trabalho busca-se avaliar a real influência da umidade inicial das telhas ao processo de carbonatação, ou seja, a umidade das próprias telhas anteriormente ao processo de carbonatação.

Foram utilizados os mesmos parâmetros já apresentados pela Tabela 2 aplicados nas etapas anteriores do estudo. A Etapa III do presente estudo tem como objetivo avaliar a influência da umidade inicial (antes do processo de carbonatação das telhas), aplicando para realização da análise uma pré-secagem das telhas, em condições de temperatura e umidade ambientes (59% UR e 28 °C) sem contato direto com irradiação solar com objetivo de evitar a

secagem em excesso e alteração química antes do processo de carbonatação acelerada. O processo de pré-secagem se deu por um período de 4h anteriormente ao processo de carbonatação.

Após o processo de carbonatação acelerada, as telhas ficaram embaladas em plástico filme por 7 dias para evitar troca de umidade com o ambiente. Após esse período, as mesmas foram amostradas (retirada de corpos-de-prova) e realizados posteriormente os ensaios físico-mecânicos.

Figura 15 – Detalhamento das etapas do estudo para o processo de carbonatação em diferentes condições.



Fonte: Do autor (2021).

6 ENSAIOS

6.1 Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC)

Para avaliação da efetividade da carbonatação e determinação do grau de carbonatação (GC), foram realizadas as avaliações termogravimétricas para determinação do conteúdo de CO₂ absorvido e do grau de carbonatação. O grau de carbonatação mede a quantidade de compostos contendo cálcio que reagem com o CO₂ para formar carbonatos em relação ao teor total teórico desses compostos disponíveis para essa reação (FIORONI, 2019).

Foram retiradas amostras de várias partes das telhas, sendo estas moídas e avaliadas em uma balança termogravimétrica TG/DSC STA449 F3 Netzch thermal Analyzer, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de N₂ (60 mL/min). Os valores de CO₂ absorvido foram determinados pela avaliação da perda de massa em TG na faixa entre aproximadamente 550 °C a 1000 °C, descontando-se a quantidade de carbonatos já presentes nos compósitos sem exposição ao CO₂ (FIORONI, 2020).

Como exemplificação da metodologia, conforme abordado por Fioroni (2019) em seu trabalho de dissertação de mestrado, sobre o processo do cálculo do grau de carbonatação das amostras temos a Figura 16 abaixo que apresenta a curva de perda de massa (TG) e sua derivada (DTG) para dois tipos de amostras: TPP que é um fibrocimento não carbonatado e TPPC um fibrocimento carbonatado. Fioroni (2019) cita que as ocorrências de eventos endotérmicos são observados na faixa de temperatura entre 50 e 250 °C que correspondem às fases hidratadas do cimento (C-S-H, etringita, monosulfoaluminato, monocarboaluminato).

Devido a descalcificação do C-S-H, esta fase é progressivamente convertida em CaCO₃ e sílica hidratada (S-H) (BERTOS *et al.*, 2004; FRÍAS e GOÑI, 2013; TONOLI *et al.*, 2019). Observa-se também a perda de massa em temperaturas de 325 a 370 °C devido às fibras de celulose presentes na composição da telha que se degradam nessa temperatura. Os picos nas curvas DTG correlacionados com a celulose encontram-se deslocados entre TPP e TPPC.

A celulose do fibrocimento não-carbonatado decompõe-se em temperaturas mais baixas devido à presença de etringita e monossulfatos em seu lúmen. Já a celulose do fibrocimento, que passou pelo processo de carbonatação, possui elevados graus de temperatura de decomposição devido ao CaCO₃ produzido no processo e precipitado no lúmen da celulose (MORANDEAU *et al.*, 2013).

Ainda baseado em Fioroni (2019), pode-se observar alguns picos na Figura 16 próximos a temperatura de 450 °C, que representam a decomposição das fibras poliméricas presentes no

fibrocimento (PETERSON; VYAZOVKIN; WIGHT, 2001). Logo após este, encontram-se picos nas temperaturas entre 470 °C e 500 °C que corresponde a decomposição do Ca(OH)_2 que está mais presente na amostra TPP que não passou pelo processo de carbonatação. Contrariamente, possui menores picos na amostra carbonatada devido ao consumo do Ca(OH)_2 na reação da formação de CaCO_3 , onde sobram resquícios do Ca(OH)_2 devido à inacessibilidade durante a quebra do cálcio (TONOLI *et al.*, 2019).

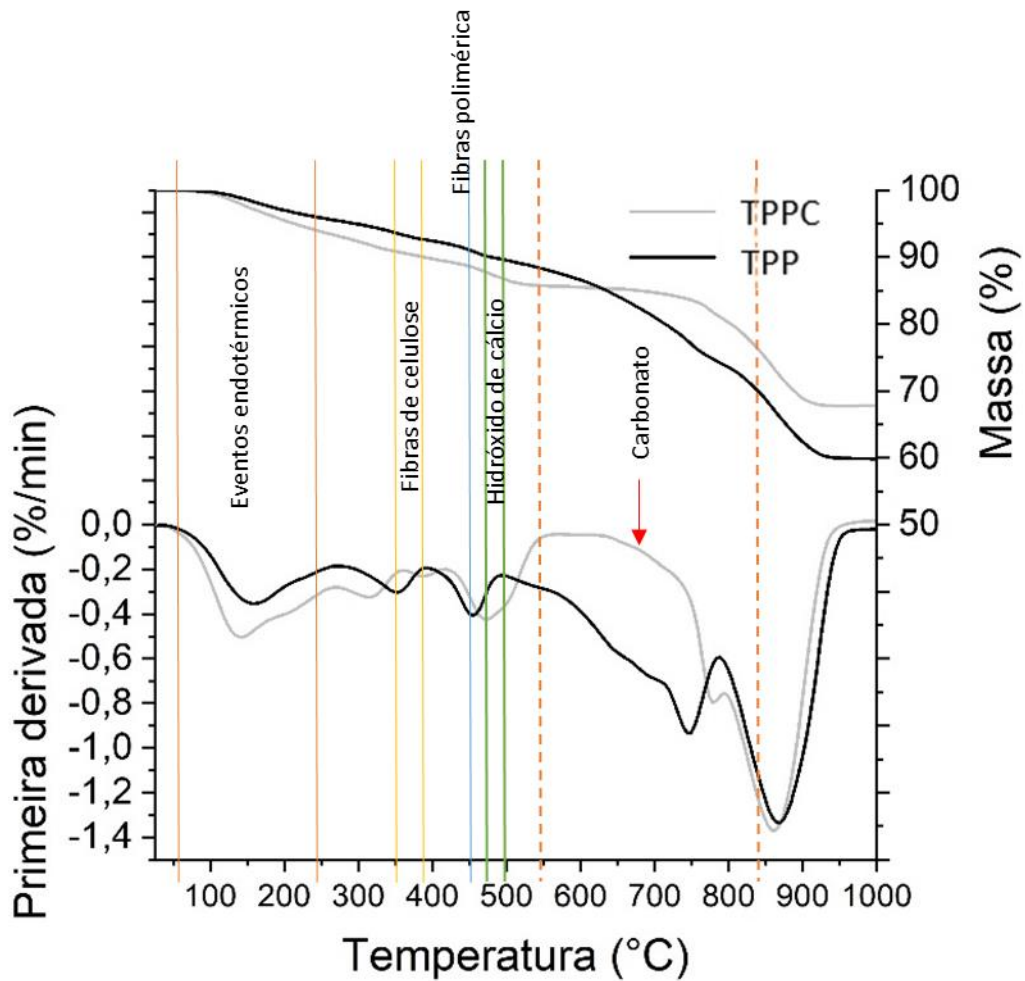
A perda de massa observada na faixa de temperatura de 550 °C a 850 °C corresponde a decomposição térmica do carbonato (TONOLI *et al.*, 2019), onde a amostra que passou pelo processo de carbonatação teve sua faixa no gráfico potencializada devido a diferentes carbonatos polimorfos e pouco cristalizados presente no fibrocimento (THIERY *et al.*, 2007).

Conforme discutido em sua dissertação, Fioroni (2019), comenta sobre os picos de decomposição em temperaturas em torno de 750°C podem ser explicados pela presença da fase vaterita do CaCO_3 (KIM *et al.*, 2013; TONOLI *et al.*, 2019). O pico de perda de massa em torno de 790 °C observado na curva DTG em TPP está relacionado à dolomita (QINFANG; HONGWEI; YING, 2010), que provém do calcário utilizado com “filler” na formulação do fibrocimento.

Em relação à fase calcita do CaCO_3 , que se decompõe na faixa de 680°C a 760°C, percebe-se maior quantidade de perda de massa para TPPC em comparação com TPP. A fase aragonita do CaCO_3 se decompõe nas mesmas temperaturas da calcita (LI; CAO; YIN, 2019), porém pode ocorrer em menor quantidade em relação a calcita.

A fase aragonita requer temperaturas mais altas do que a vaterita e a calcita para sua precipitação durante a carbonatação (POPESCU *et al.*, 2014; TONOLI *et al.*, 2016). Os carbonatos mais cristalizados se decompõem em temperaturas entre 750°C a 950 °C (KIM *et al.*, 2013; TONOLI *et al.*, 2019). Picos similares são observados para amostras TPP e TPPC, devido ao CaCO_3 proveniente do fíler de calcário utilizado como matéria prima para fabricação das telhas de fibrocimento.

Figura 16 – Curvas típicas de termogravimetria TG (perda de massa) das telhas submetidas à carbonatação acelerada e DTG (primeira derivada).



Legenda: TPP são as telhas que não passaram pelo processo de carbonatação acelerada e TPPC telhas que passaram pelo processo de carbonatação.

Fonte: Adaptado FIORONI *et al.*, 2020

As equações demonstradas em sequência representam o “passo a passo” da metodologia para determinação do grau de carbonatação conforme metodologia supracitada apresentando em primeiro momento o cálculo de “ $c_{máx}$ ”, Equação 5, (HUNTZINGER *et al.*, 2009); em um segundo momento, Equação 6, à determinação do Grau de Carbonatação (GC) (MATSUSHITA; AONO; SHIBATA, 2000) e, por fim, Equação 7 e 8, o CO_2 fixado estimado na telha.

$$cm_{\text{máx}} (\%) = 0,785 \times (\text{CaO} - 0,56 \times \text{CaCO}_3 - 0,7 \times \text{SO}_3) + 1,091 \times \text{MgO} + 0,71 \times \text{Na}_2\text{O} + 0,468 \times \text{K}_2\text{O} \text{ eq (5)}$$

Onde: $cm_{\text{máx}}$ é a quantidade estequiométrica de CO_2 necessária para reagir com todo a cal livre (CaO) no cimento e formar CaCO_3 (carbonato de cálcio); Variáveis da composição do cimento: CaO = cal livre; CaCO_3 = carbonato de cálcio; SO_3 = Trióxido de Enxofre; MgO = Óxido de Magnésio; Na_2O = Óxido de Sódio; K_2O = Óxido de Potássio.

$$\text{GC} (\%) = [(c - c_0) / (cm_{\text{máx}} - c_0)] \times 100 \text{ eq (6)}$$

Onde: c é a quantidade de CO_2 na amostra carbonatada; c_0 a quantidade de CO_2 na amostra não carbonatada; $cm_{\text{máx}}$ obtido pelo primeiro passo para determinação do grau de carbonatação.

A partir dos valores alcançados para grau de carbonatação, umidade referência, umidade após o processo de carbonatação, pode-se fazer uma estimativa dos valores de CO_2 fixado na telha, seguindo a seguintes fórmulas:

$$\text{CO}_2\text{necessário} = (\text{Mt} \times \text{Uent} \times \% \text{Cimento}^2 / 100) / 100 \text{ eq (7)}$$

Onde: $\text{CO}_2\text{necessário}$ = é o CO_2 necessário para carbonatar todo o CaO (kg) do processo; Mt = Massa de telha inserida no processo de carbonatação (cada telha possui 12 kg); Uent = umidade de entrada das telhas onduladas para o processo de carbonatação (%); $\% \text{Cimento}$ = representatividade da massa de cimento na matriz cimentícia:

$$\text{CO}_2\text{fixado} = \text{CO}_2\text{necessário} \times \text{GC} / \text{QT} \text{ eq (8)}$$

Onde: CO_2fixado = kg CO_2 /Kg de telha; GC = Grau de carbonatação encontrado após o processo; QT = Kg de telha inserida no processo de carbonatação (cada telha possui 12 kg).

A partir das fórmulas supracitadas pode-se estimar a quantidade de CO_2 fixado nas telhas que passaram pelo processo de carbonatação, sendo um importante índice do processo além de uma importante variável para o mercado e posteriores pesquisas.

6.2 Análise visual com fenolftaleína

A análise por fenolftaleína é utilizada como um indicador visual de fácil aplicação para verificação da ocorrência da carbonatação pela sua coloração púrpura em contato com meios altamente alcalinos. Seu ponto de viragem é em torno do pH 8,2 e 10,0. A matriz cimentícia apresenta um pH em torno de 13,0, pela presença do Ca(OH)_2 , porém ao acontecer a carbonatação, o Ca(OH)_2 reage com o H_2CO_3 formando CaCO_3 , conseqüentemente o pH da matriz diminui.

A aplicação de solução de 2% (m/m) de fenolftaleína em álcool etílico P.A. foi feita por meio de um borrifador em pequenos retalhos fraturados das telhas. Os retalhos foram fraturados manualmente para evitar que a seção transversal fraturada fosse contaminada e ocorrer influências no teste.

6.3 Ensaios físico-mecânicos de corpos de prova retirados telhas

A densidade aparente, a porosidade aparente e a umidade dos corpos-de-prova retirados dos flancos das telhas onduladas dos diferentes experimentos e condições após o processo de carbonatação, sempre mantendo uma referência (sem passar pelo processo de carbonatação) para controle do experimento, foram determinadas utilizando os procedimentos descritos na norma ASTM C-948-81 (1981).

As propriedades mecânicas (módulo de ruptura – MOR, limite de proporcionalidade – LOP, módulo elástico – MOE e energia específica – EE), foram avaliadas por meio de ensaio de tração na flexão com quatro pontos/cutelos, em máquina universal de ensaios EMIC DL 30.000 (FIORONI, 2019).

Como descrito por Fioroni (2019):

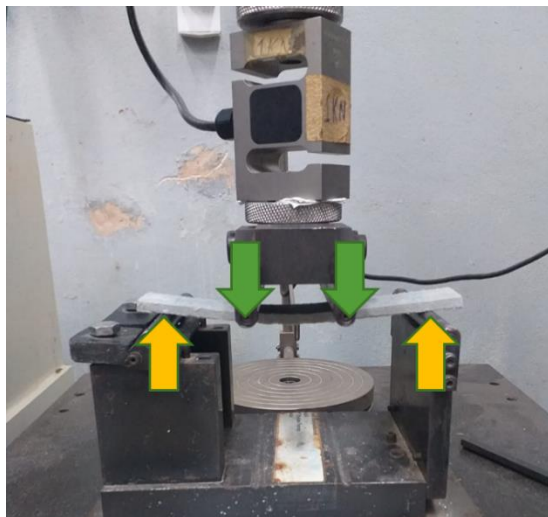
“Corpos de prova retirados dos flancos das telhas de fibrocimento nas diferentes condições com as dimensões nominais de 165 mm x 40 mm x 5 mm foram submetidos ao ensaio de tração na flexão com quatro pontos/cutelos, com vão inferior igual a 135 mm, vão superior igual a 45 mm e velocidade de deslocamento de 5 mm/min, baseado nas recomendações da RILEM (Testing Methods for Fibre Reinforced Cement-Based Composites). São retirados das telhas na seção onde a telha se encontra “retilínea”, ou seja, entre os vales e cristas da telha para permitir assim que se tenha valores dos ensaios sem influência do perfil “curvilíneo” da telha ondulada”.

Figura 17 – Etapa de cortes dos corpos de provas nas telhas onduladas.



Fonte: Do autor (2021).

Figura 18 – *Setup* do ensaio mecânico de flexão com quatro pontos/cutelos.



Fonte: Do autor (2021).

6.3.1 Envelhecimento acelerado (EA)

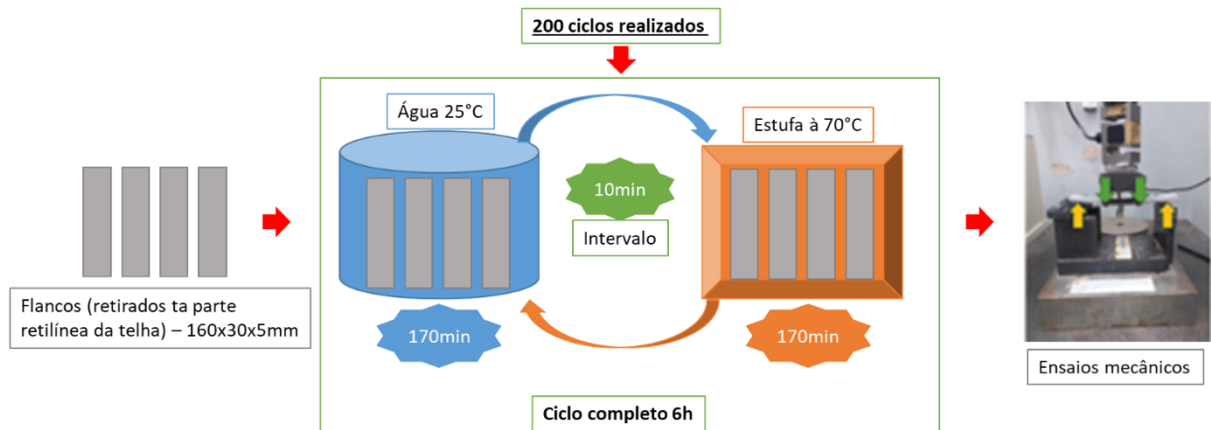
O envelhecimento acelerado (EA) é uma metodologia que permite a avaliação quanto a durabilidade das telhas, trazendo uma simulação do seu envelhecimento pela exposição a intempéries no local da sua instalação real. A metodologia avalia o desempenho físico e mecânico das amostras após a submissão à ciclos contínuos de imersão-secagem, cuja finalidade é a degradação do material, simulando assim seu envelhecimento natural.

Foi adaptada a norma EN 494 (1994), onde foi utilizada uma câmara ou equipamento automático da marca Marconi, modelo MA 035 para realização do processo de envelhecimento

acelerado. Após a finalização dos 200 ciclos propostos foi realizada a caracterização mecânica avaliadas seguindo a NBR supracitada no item 6.3 do presente estudo.

Foram realizados 200 ciclos de molhagem e secagem com os corpos de prova retirados dos flancos das telhas nas dimensões de (160 x 30 x 5mm). Os ciclos completos são formados por uma imersão-secagem, onde se tem uma imersão em água temperatura ambiente (~ 25°C) por um período de 170 min; um intervalo de 10min; em seguida, realiza-se a secagem com uma temperatura de aproximadamente 70°C por igual período de 170 min em uma estufa e por fim realiza-se um intervalo de 10 min para que se inicie um novo ciclo totalizando um período de 6 h para cada ciclo imersão-secagem; conforme sintetização na Figura 19.

Figura 19 – Esquema do processo de envelhecimento acelerado dos corpos de prova retirados das telhas.



Fonte: Do autor (2021).

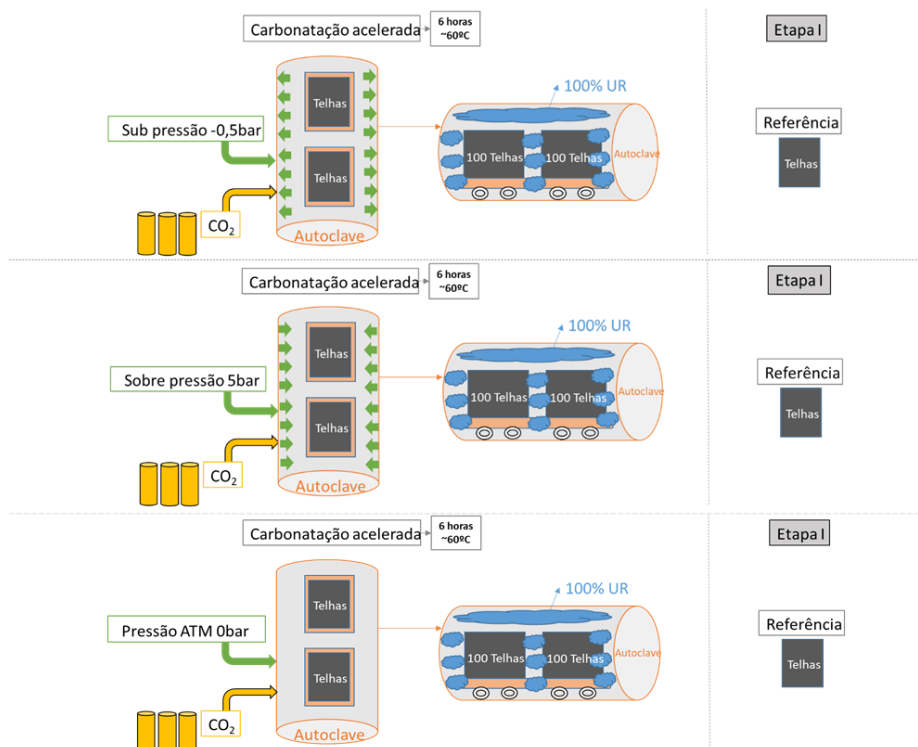
7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados do presente experimento são apresentados subsequentes a este item, etapa por etapa, onde pode-se analisar a influência das variáveis pressão, volume de ocupação e umidade, relativa e inicial da telha, no processo de carbonatação realizado não mais em escala laboratorial, mas sim em escala piloto, para viabilização da aplicação e utilização do mesmo pela indústria de materiais cimentícios reforçados com fibras.

A Etapa I do experimento deu-se pela análise da pressão proporcionou o melhor desempenho no processo de carbonatação em escala piloto utilizando a autoclave Fahizer, bem como a busca pela constância na umidade interna à câmara de carbonatação próxima a 60% UR, sendo essa a umidade “ótima” encontrada anteriormente nos ensaios realizados pelo mesmo time de pesquisa em escala laboratorial.

Durante a Etapa I não se conseguiu atingir um controle de umidade conforme ensaios anteriores realizados em escala laboratorial, sendo um ponto de atenção e de análise em próximas etapas do experimento. Sendo assim, a umidade interna à câmara foi de 100% UR, devido à grande quantidade de interações entre as telhas e o CO₂, gerando assim uma grande quantidade de umidade interna à câmara.

Figura 20 – Esquema da Etapa I – Carbonatação acelerada com SUB (sub pressão), SOBRE (sobre pressão) e ATM (pressão atmosférica).



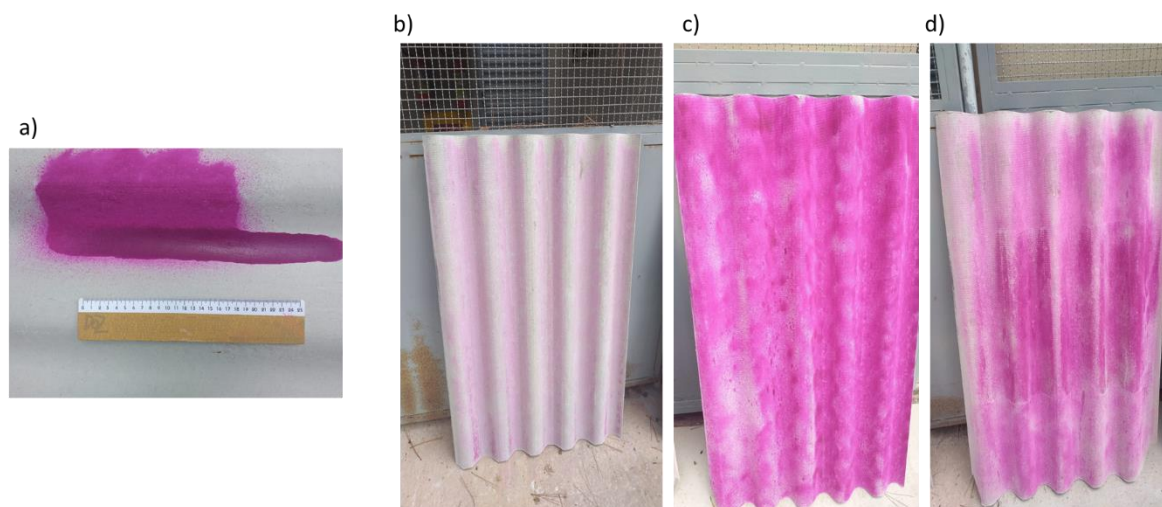
Fonte: Do autor (2021).

Resultados obtidos na Etapa I foram os da análise com fenolftaleína a partir da sua aspensão nas telhas onduladas referenciais e carbonatadas, Figura 21, e Grau de carbonatação, Tabela 3, obtido através dos ensaios de TG supracitados na seção 6.3 da presente pesquisa.

Pode-se observar que os melhores resultados quanto aos ensaios mencionados foram obtidos nas amostras que passaram por processo de carbonatação com sub pressão e sobre pressão, onde nota-se GC entre 36 e 37, respectivamente, além de telhas com baixa tonalidade rosada, mostrando que o hidróxido de cálcio passou pelas reações químicas com o CO₂ se transformando em carbonato de cálcio.

Outro ponto importante para continuidade do experimento é a quantidade de CO₂ fixado nas amostras, onde foram obtidos os maiores valores, 76 e 70 g de CO₂ fixados por kg de telha, no processo realizado com sub pressão e sobre pressão respectivamente.

Figura 21 – Análise de fenolftaleína após os experimentos de carbonatação.



Legenda: a) Análise visual com aplicação de fenolftaleína após os experimentos de carbonatação; a) Telha Referência sem carbonatação; b) Telha do ensaio de carbonatação com sub pressão; c) Telha do ensaio de carbonatação com pressão ATM e d) telha do ensaio de carbonatação com sobre pressão. A coloração púrpura revela matrizes com pH acima do ponto de viragem da fenolftaleína (entre 8,2 e 10,09)

Fonte: Do autor (2021).

Tabela 3 – Resultados de Grau de carbonatação e CO₂ fixado estimado Etapa I com volume de ocupação estimado da autoclave de 68%.

Tratamentos	GC (%)	CO ₂ FIXADO (g CO ₂ /kg telha)	Volume ocupado estimado da autoclave (%)
Referência Etapa I	0	0	
Sub pressão -0,5 Etapa I	36	76	68% (200 telhas)

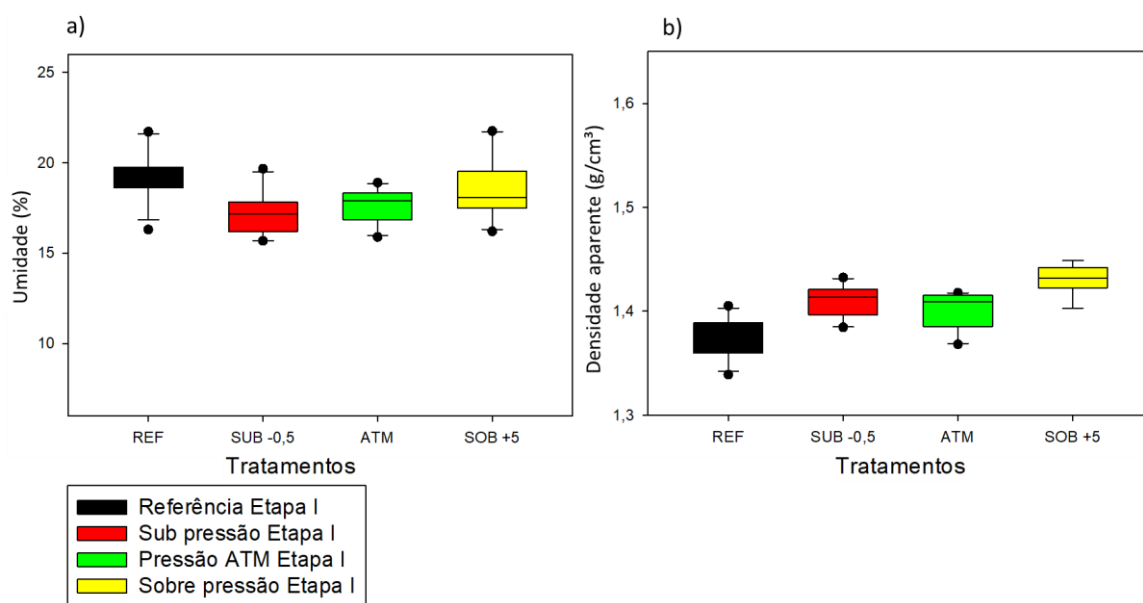
Pressão ATM Etapa I	29	61
Sobre pressão +5 Etapa I	34	70

Fonte: Do autor (2021).

Os ensaios físicos realizados com as amostras retiradas logo após o processo de carbonatação, apresentados na Figura 22, mostram que as amostras que passam pelo processo de carbonatação saem mais secas (redução do teor de água da telha em 6% a 11%) do processo e mais densas (aumento de 3% a 5%) do que as amostras referenciais que não passaram por nenhum processo.

Isso se dá principalmente durante o processo de carbonatação, com a transformação de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) em carbonato de cálcio (CaCO_3) + água, tornando assim as amostras mais secas com a liberação de água no processo além do preenchimento de vazios da matriz com cristais de carbonato de cálcio.

Figura 22 – *Box-plot* dos ensaios físicos dos corpos-de-prova retirados das telhas.



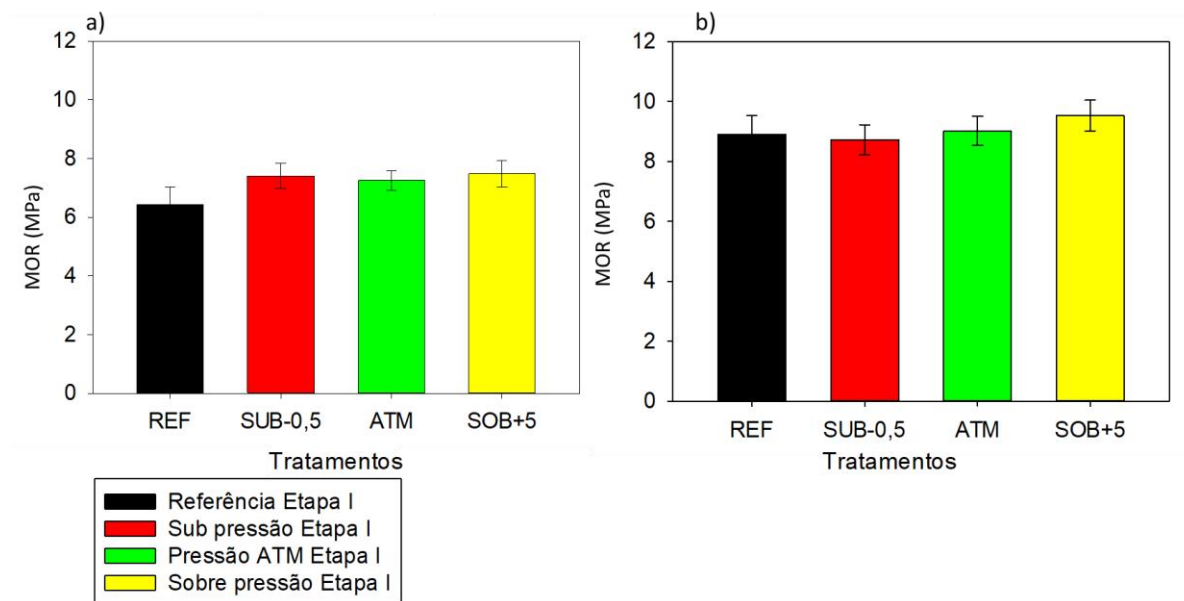
Legenda a) umidade; b) densidade aparente. Ambos dados após processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68%.

Fonte: Do autor (2021).

Os ensaios mecânicos para as etapas do experimento ocorreram em dois momentos após a realização do processo de carbonatação: após 7 dias e após os flancos passarem por um processo adicional de ciclagem, que simula as condições extremas que telhas passarão no período de sua utilização. São chamados de ciclos os extremos entre úmido (simulando chuvas no ambiente) e seco (simulando o período altas temperaturas no ambiente). A partir dos ensaios mecânicos com 4 pontos realizados com os flancos retirados das telhas onduladas foi possível

obter importantes propriedades mecânicas: módulo de ruptura, limite de proporcionalidade, módulo elástico e energia específica, os quais são apresentados nas Figuras 24 a 27.

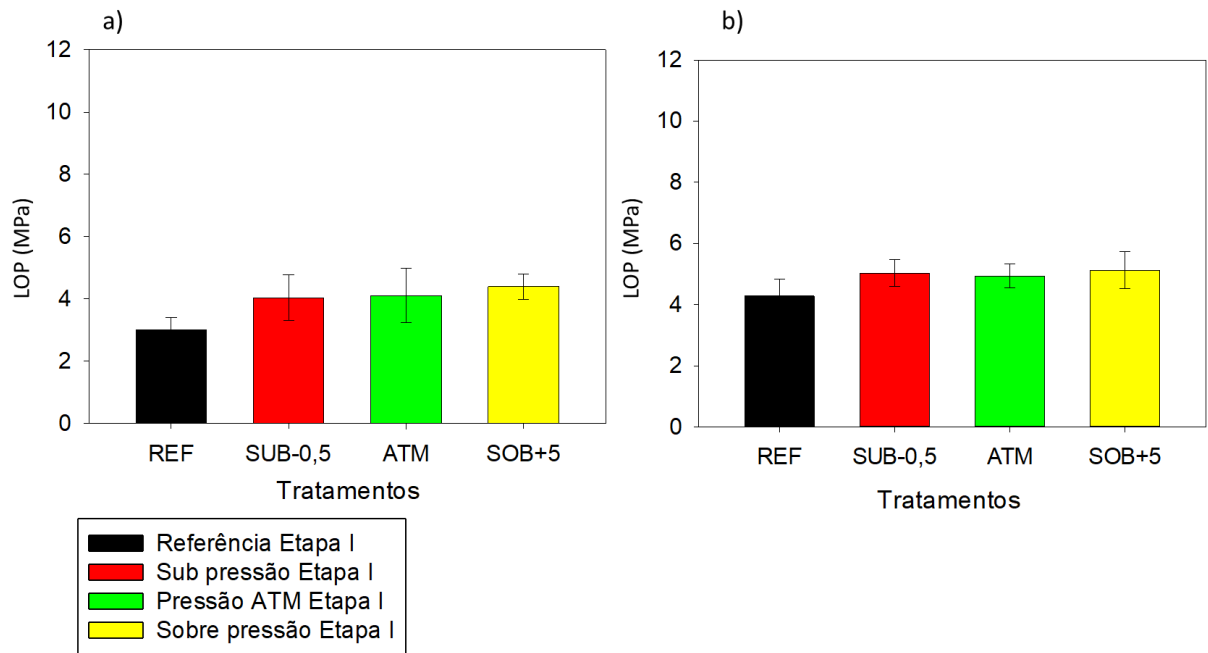
Figura 23 – Valores médios e de desvio-padrão do módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de molhagem e secagem (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68%

Fonte: Do autor (2021).

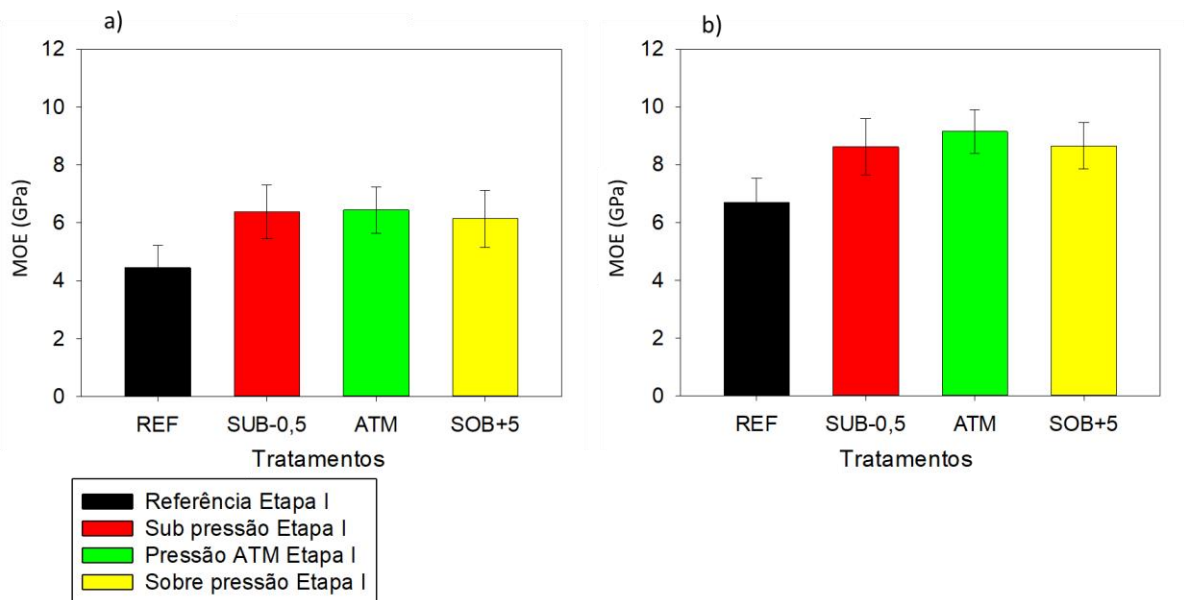
Figura 24 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de molhagem e secagem (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação acelerada. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68%

Fonte: Do autor (2021).

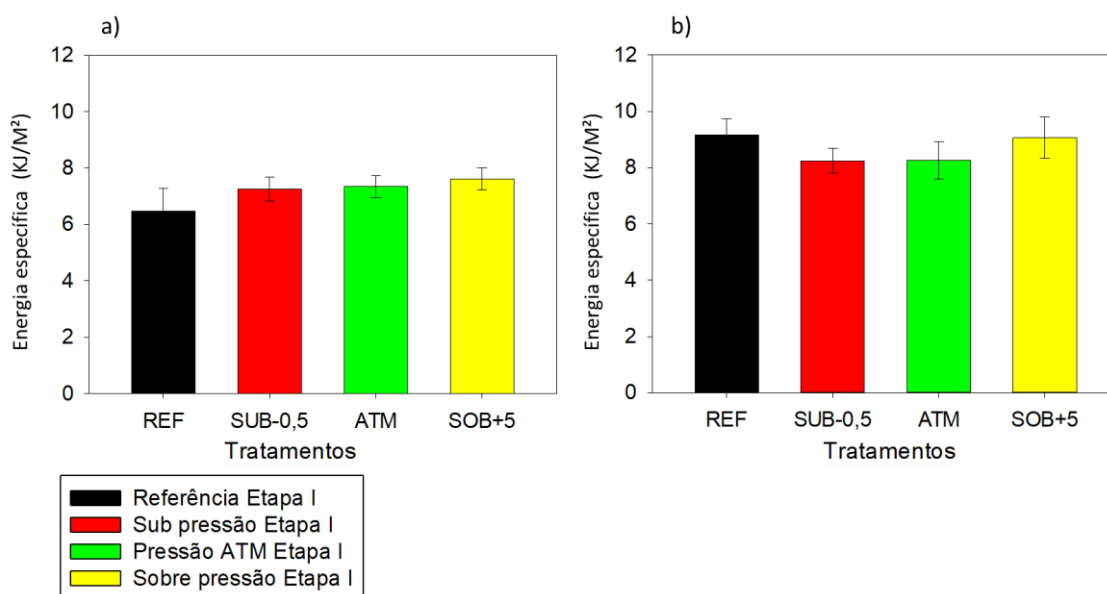
Figura 25 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.



Legenda: a) ensaios mecânicos aos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68%

Fonte: Do autor (2021).

Figura 26 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições.



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação acelerada. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68%.

Fonte: Do autor (2021).

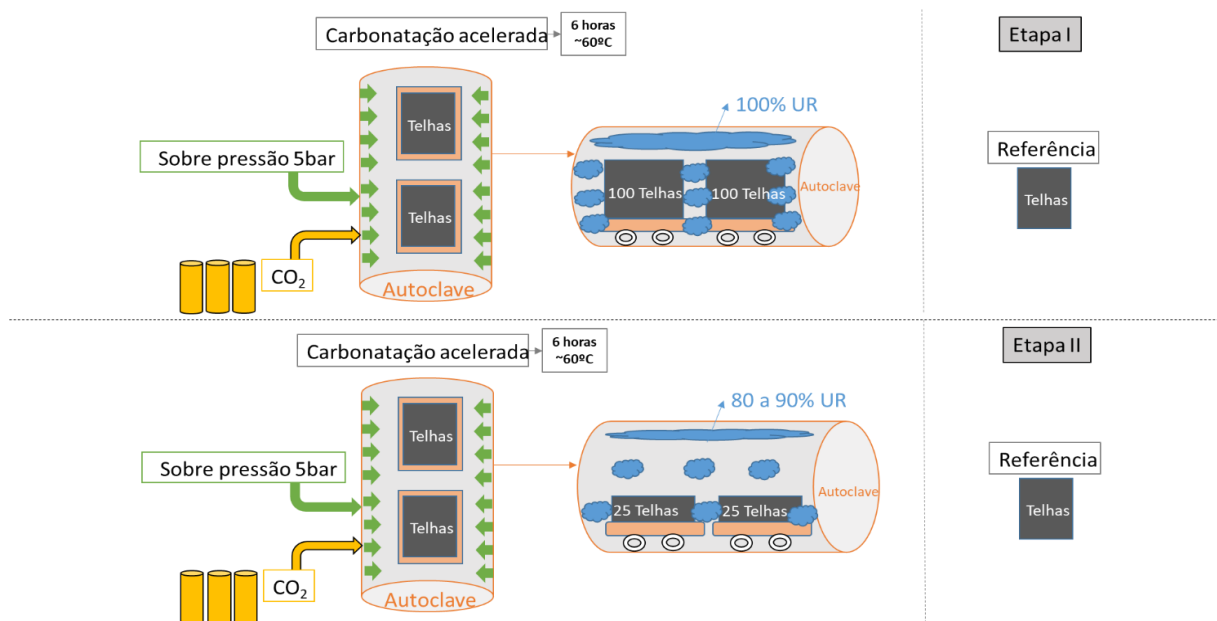
Como principais resultados da Etapa I do experimento, os valores obtidos com o processo de carbonatação sobre pressão (5 bar) alcançaram valores superiores, tanto comparados com os outros processos realizados, quanto com as amostras referência sem passagem por processo de carbonatação, em patamares de 15% e 11% no Módulo de ruptura; 43% e 16% no Limite de proporcionalidade; e 22% a -2% para a Energia específica, comparados à referência do estudo, após 15 dias (após produção: 8 dias, após carbonatação 7 dias) e 200 ciclos de envelhecimento acelerado respectivamente, comprovando os resultados obtidos por Ahmad *et al.* (2017), em escala laboratorial, onde quando se realiza o processo de carbonatação acelerada com valores de pressão superiores a atmosférica tem-se resultados mecânicos potencializados.

Na contramão desses valores, pode-se observar melhores resultados para o módulo elástico (34%) e para o processo de carbonatação em pressão ATM (38,46%), comparada às amostras referenciais, em 15 dias após produção e após 200 ciclos de envelhecimento acelerado, respectivamente.

Para continuidade da experimentação, na Etapa II os resultados obtidos na Etapa I foram assumidos como pressupostos para a escolha da pressão adotada nas etapas subsequentes da pesquisa, sendo esta a carbonatação sobre pressão (+5bar).

Na referida etapa do presente projeto, buscou-se viabilizar o maior controle de umidade interna à câmara de carbonatação. Para esse fim, reduziu-se a quantidade de telhas em 75%, passando de 200 telhas (68% de volume ocupado da câmara de carbonatação) para 50 telhas (17% de volume estimado ocupado da câmara de carbonatação). Entretanto, a umidade controlada durante o processo foi na faixa de 80 a 90% UR.

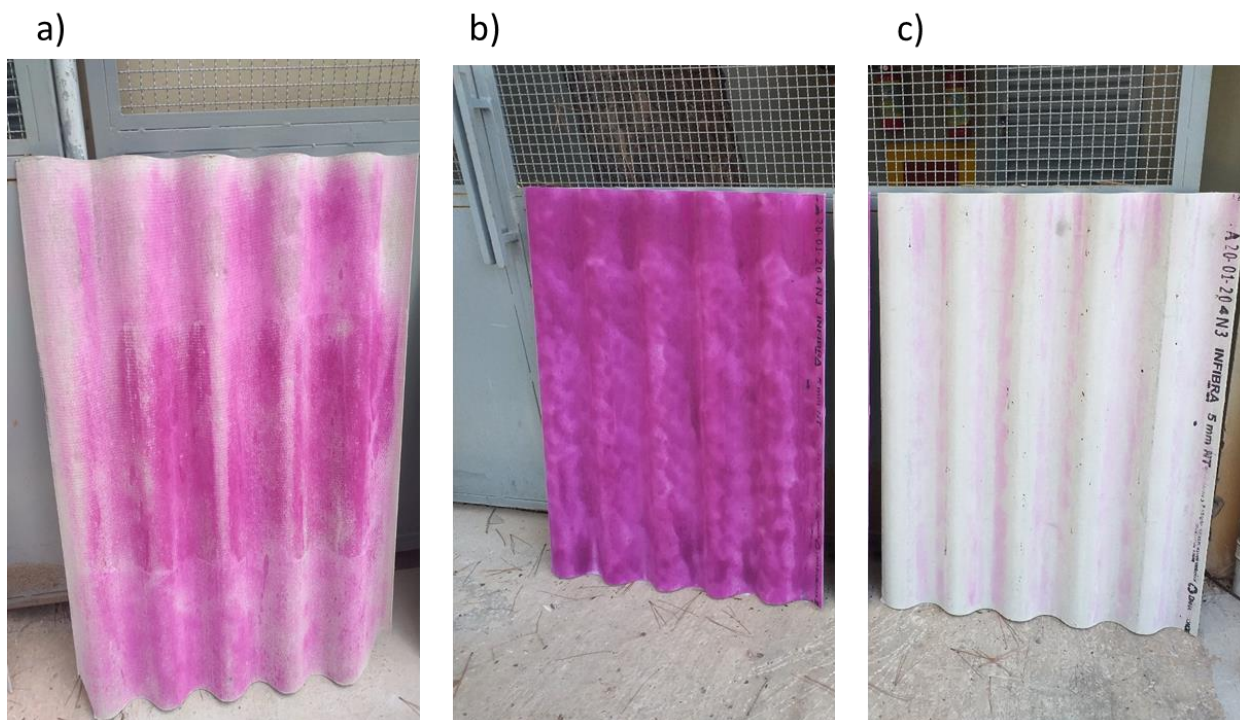
Figura 27 – Esquema da Etapa I e II – Carbonatação acelerada com redução do volume de ocupação interno à câmara.



Fonte: Do autor (2021).

A partir dos resultados obtidos na Etapa II do presente experimento, pode-se observar o aumento da reação do processo de carbonatação e, conseqüentemente, maior quantidade de hidróxido de cálcio sendo transformado em carbonato de cálcio. Esse processo pode ser visualizado pela menor quantidade de manchas rosadas na telha após a carbonatação e aspersão de fenolftaleína (Figura 28), bem como um incremento de 36 % do grau de carbonatação e 37% da fixação de CO₂ por kg de telha em relação a Etapa I, obtidos com o maior controle de umidade do experimento em escala piloto.

Figura 28 – Análise visual após aplicação de fenolftaleína nos experimentos de carbonatação.



Legenda: a) Ensaio de carbonatação usando sobre pressão Etapa I; b) Telha referência sem carbonatação e c) Ensaio de carbonatação com sobre pressão Etapa II. A coloração púrpura revela matrizes com pH acima do ponto de viragem da fenolftaleína (entre 8,2 e 10,0 pH), mostrando que a telha não está carbonatada.

Fonte: Do autor (2021).

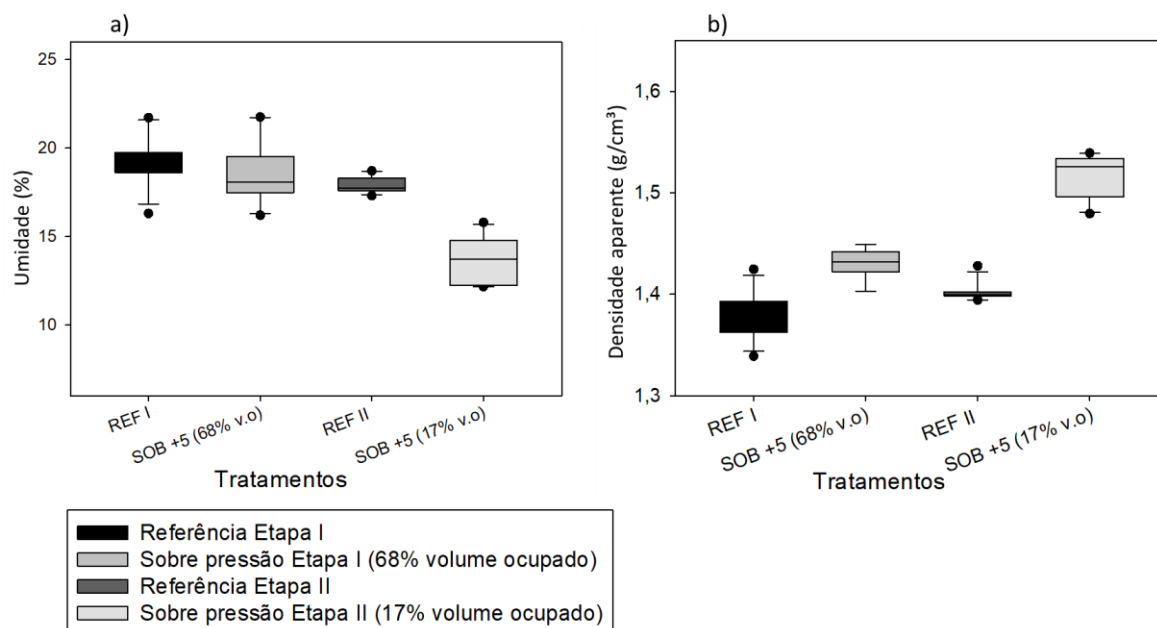
Tabela 4 – Resultados de grau de carbonatação (GC) e CO₂ fixado na telha estimado Etapa I com volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e Etapa II com volume de ocupação de 17%.

Tratamentos	GC (%)	CO₂ FIXADO (g CO₂/kg telha)	Volume ocupado estimado da autoclave (%)
Referência Etapa I	0	0	-
Sobre pressão +5 Etapa I	33,5	70	68% (200 telhas)
Referência Etapa II	0	0	-
Sobre pressão +5 Etapa II	45,6	96	17% (50 telhas)

Fonte: Do autor (2021).

Os resultados físicos obtidos da Etapa II demonstram a importância do controle e redução da umidade interna à câmara de carbonatação, o que caminha no sentido favorável dos experimentos anteriormente realizados apenas em escala laboratorial. Comparando-se os valores de umidade do processo de carbonatação da Etapa I com o da Etapa II, houve uma redução na umidade (UR) em 24% e densificação da matriz em 8%.

Figura 29 – Box-plot dos ensaios físicos dos corpos-de-prova retirados das telhas.



Legenda: a) umidade das telhas; b) densidade aparente das telhas. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e 17%

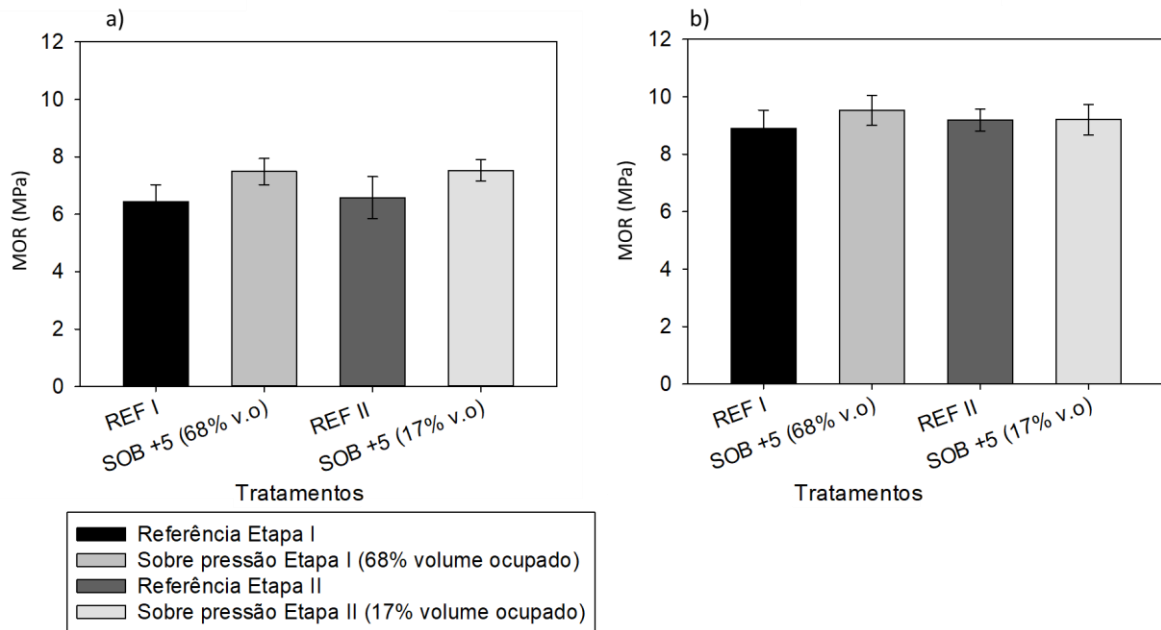
Fonte: Do autor (2021).

Os resultados mecânicos obtidos na Etapa I e II realizados após 7 dias do processo de carbonatação das telhas tiveram evoluções nos valores dos Limite de proporcionalidade (LOP), chegando a patamares de 9% e 13% de incremento, para os ensaios realizados após 15 dias (após produção: 8 dias, após carbonatação 7 dias) na Etapa I e na Etapa II e após 200 ciclos de envelhecimento acelerado respectivamente. Já para os valores de MOE e EE, obtivemos variações entre os resultados após 15 dias (após produção: 8 dias, após carbonatação 7 dias) e após 200 ciclos de envelhecimento acelerado, onde no primeiro caso se obteve variação positiva e em segundo momento uma redução dos valores.

Os resultados do módulo de ruptura (MOR) se mantiveram estáveis entre as amostras carbonatadas com sobre pressão (+5 bar) em ambas as Etapas do experimento, em média 15% e 11% maiores do que os resultados obtidos com as amostras referências (sem carbonatação).

Os resultados obtidos na Etapa II comprovam teorias abordadas por Steiner *et al.* (2020), Liu *et al.* (2019), López-Arce *et al.* (2010), Dheilily *et al.* (2002) em seus trabalhos, onde destacam a melhor faixa de umidade relativa (UR) interna à câmara de carbonatação para realização do processo. Para carbonatação acelerada a faixa entre 50% UR a 80% UR, representa a faixa com maior potencialização nos resultados de grau de carbonatação obtidos com o processo.

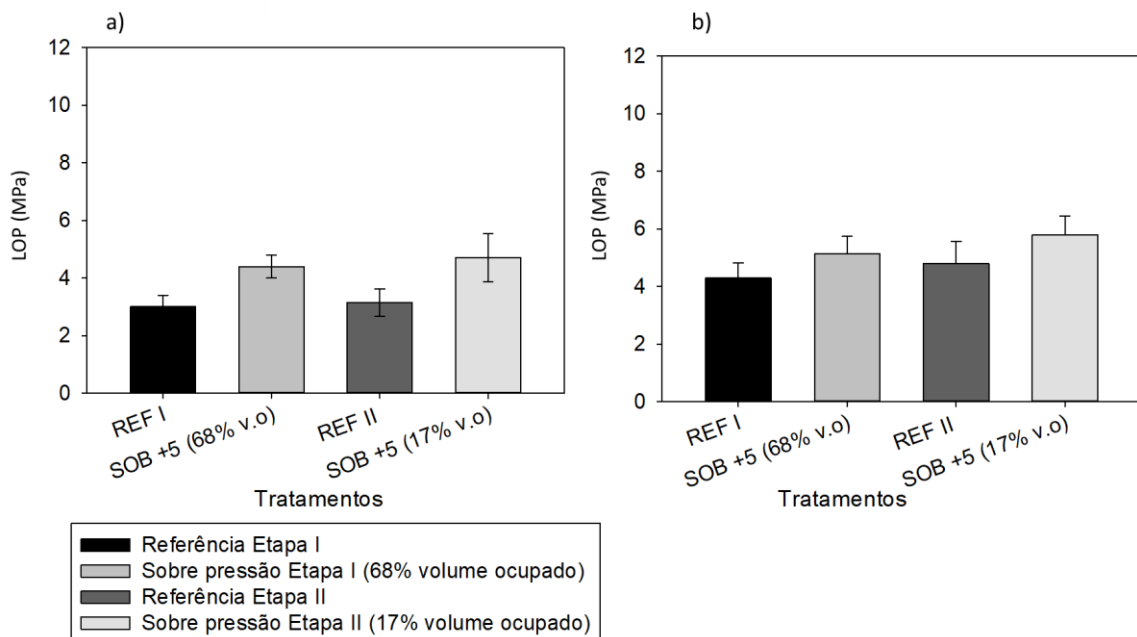
Figura 30 – Valores médios e de desvio-padrão do módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e 17%.

Fonte: Do autor (2021).

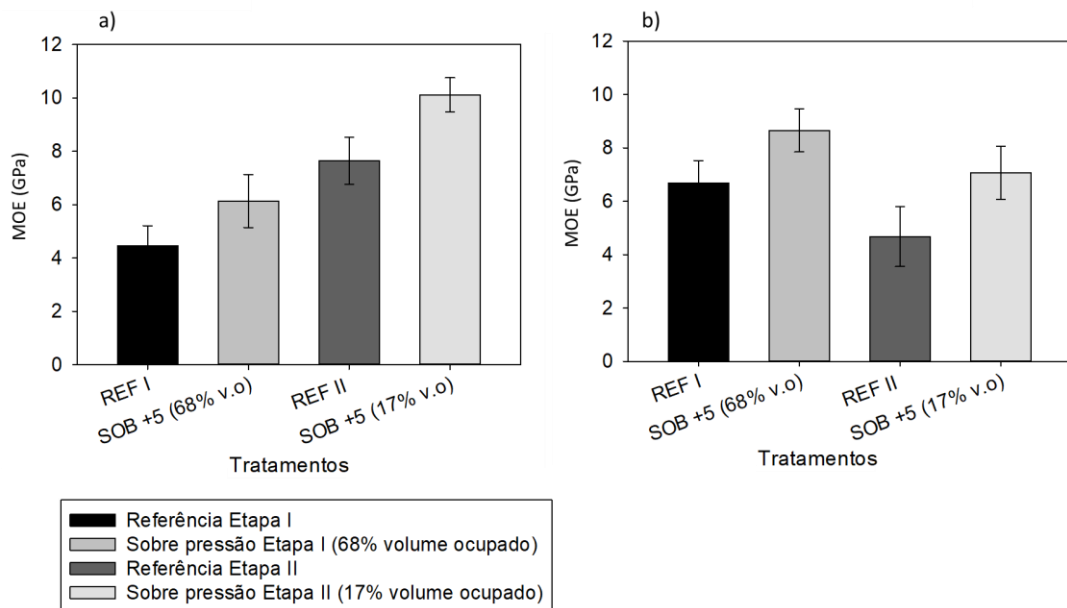
Figura 31 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e 17%.

Fonte: Do autor (2021).

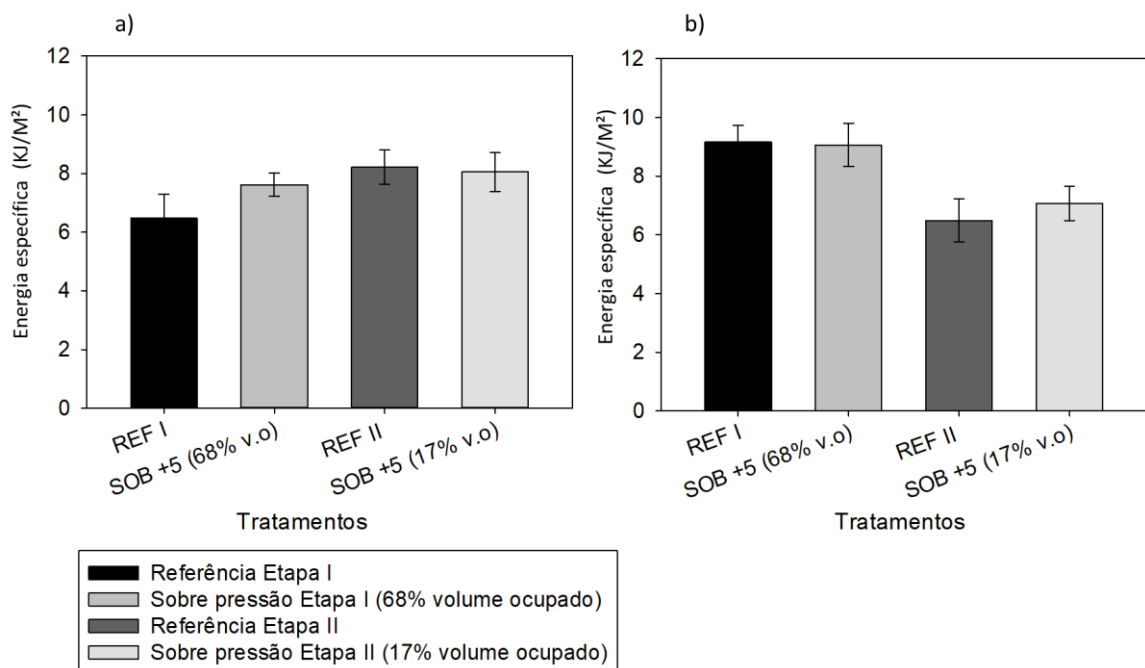
Figura 32 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação ; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e 17%.

Fonte: Do autor (2021).

Figura 33 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 68% e 17%

Na Etapa III do experimento, para análise do impacto da umidade, relativa interna à câmara e umidade inicial da matriz de cimento, na realização do processo de carbonatação, realizou-se um processo anterior ao mesmo, sendo ele uma secagem da telha em ambiente coberto com temperatura e umidade ambiente por um período de 4 horas.

Os valores de grau de carbonatação (GC) e CO₂ fixado foram incrementados em 14% e 15%, respectivamente, comparando-se as amostras da Etapa III, que passaram por um processo de pré-secagem anteriormente ao processo de carbonatação, com os valores alcançados com 50 telhas na Etapa II sem pré-secagem, mantendo-se o controle de umidade do processo de carbonatação nos mesmos patamares em ambas as Etapas II e III, sendo esse de 80 a 90% UR interna à câmara.

Comparando-se os valores da Etapa III para formulação comercial (formulação acompanhada desde o início do estudo), tem-se incrementos no GC de 27%, e CO₂ fixado na telha de 36% quando comparadas as amostras que passaram apenas pelo processo de carbonatação sem pré-secagem e as que passaram por um processo de pré-secagem. Isso demonstra que a potencialidade na utilização da secagem anteriormente ao processo de carbonatação quanto à fixação do CO₂ e conseqüente incrementos do grau de carbonatação (GC) torna a matriz cimentícia um ambiente menos degradante às fibras celulósicas.

Tabela 5 – Valores de grau de carbonatação (GC) e CO₂ fixado na telha na Etapa III.

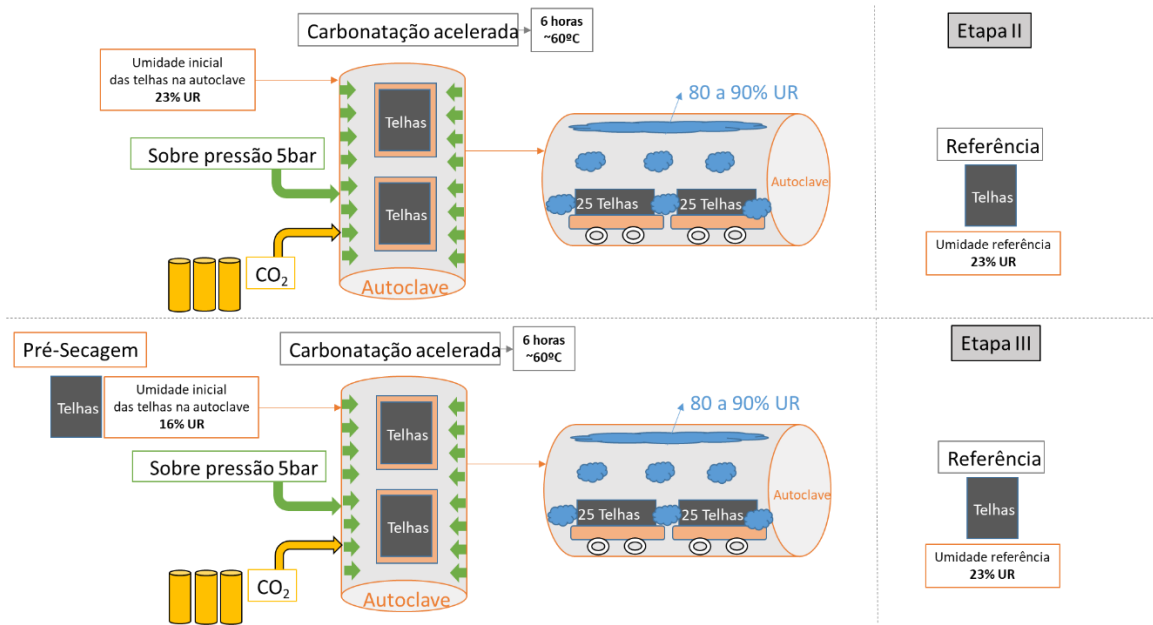
Tratamentos	GC (%)	CO₂ FIXADO (g CO₂/kg telha)	Volume Ocupado estimado da Autoclave (%)
Referência Etapa III –	0	0	-
Sobre pressão +5 Etapa III –	41	81	17% (50 telhas)
Sobre pressão +5 Etapa III Com secagem (4hs) –	52	110	17% (50 telhas)

Fonte: Do autor (2021).

A umidade inicial das telhas foi reduzida com o processo de pré-secagem, fazendo com que a densificação e secagem da matriz fosse potencializada no processo de carbonatação. Isso permitiu atingir patamares de redução umidade de 36% comparando-se o tratamento carbonatado com secagem e o tratamento sem secagem. Considerando a densidade, os

incrementos de valores chegaram a 9%, comparando o tratamento sobre pressão com pré-secagem e sem pré-secagem anterior ao processo de carbonatação acelerada.

Figura 34 – Esquema da Etapa III– Carbonatação acelerada com e sem pré-secagem.

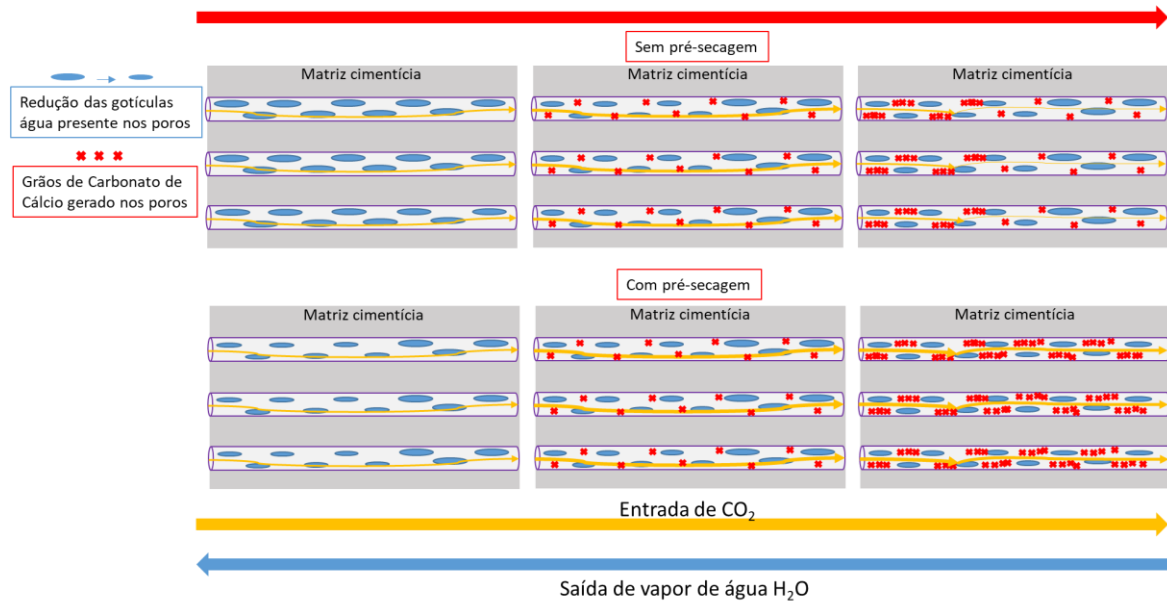


Fonte: Do autor (2021).

Na Etapa III do presente estudo, foi possível perceber a influência da umidade da matriz no momento da sua inserção na câmara de carbonatação para realização do processo. Com os resultados de grau de carbonatação elevados em 27%, evidenciou-se a maior facilidade de penetração do CO₂ pelos poros da matriz com a utilização da matriz mais seca para a carbonatação acelerada. Isso retrata um processo de carbonatação das partes mais internas para as externas, devido à facilitação do fluxo de penetração do CO₂ e fluxo de saída do vapor de água, que é eliminado do processo.

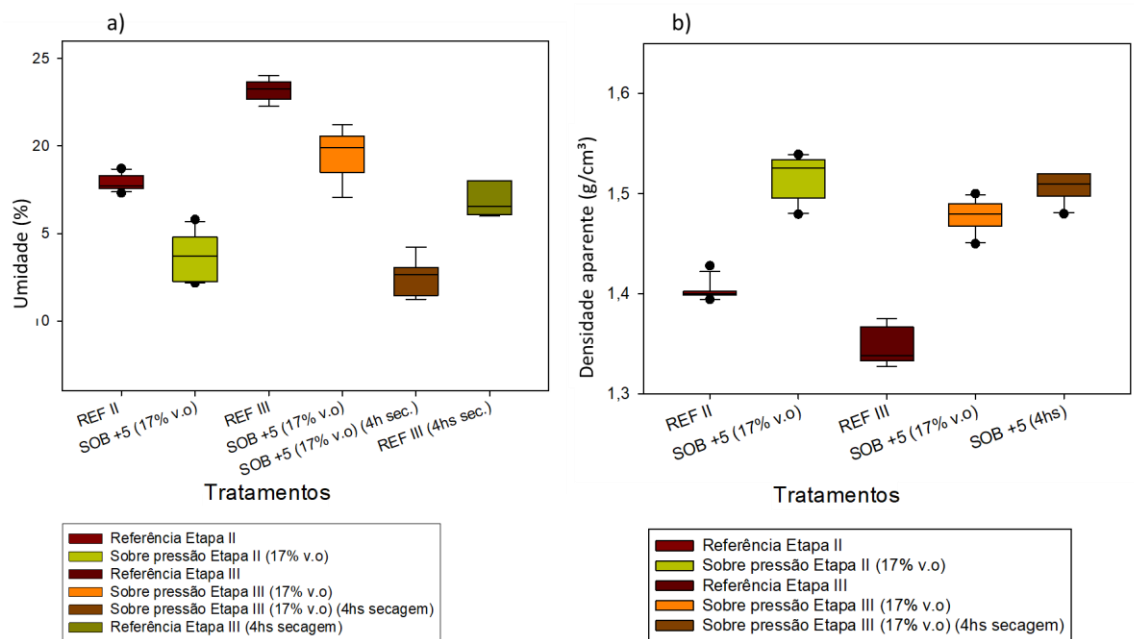
Resultados obtidos na Etapa III comprovam a teoria de Chen e Gao (2019) que apresentam em seu trabalho, a potencialização do processo de carbonatação quando a eficiência da fixação do CO₂, variando o tempo de pré-secagem realizado anteriormente ao processo de carbonatação acelerada. Destacam em seu trabalho que a potencialização das reações do processo de cura acelerada se deu principalmente devido à não competição entre o fluxo de vapor d'água que sai da reação com a entrada de CO₂ no processo e consequentemente atingimento de altos graus de carbonatação (transformação de Ca(OH)₂ em (CaCO₃)).

Figura 35 – Esquema da Etapa III– Carbonatação acelerada com pré-secagem.



Fonte: Do autor (2021).

Figura 36 – *Box-plot* dos ensaios físicos (umidade e densidade aparente) dos corpos-de-prova retirados das telhas.



Legenda: a) umidade das telhas; b) densidade das telhas. Volume de ocupação estimado da autoclave de 17%. Processo de carbonatação com e sem pré-secagem.

Fonte: Do autor (2021).

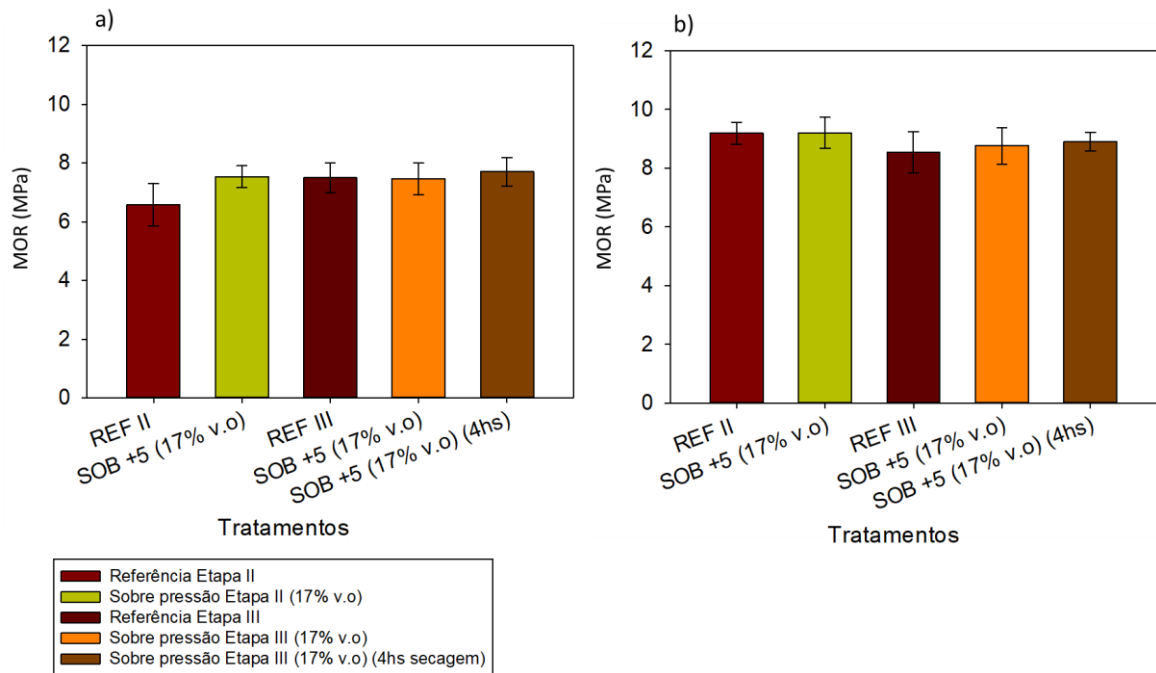
Os resultados mecânicos da Etapa III (sobre pressão com pré-secagem) do presente estudo foram realizados com 7 dias após o processo de carbonatação e pode-se observar o alcance de mesmos patamares obtidos com os resultados gerados pela Etapa II (sobre pressão).

Os valores encontrados para os ensaios mecânicos realizados 7 dias do processo de carbonatação acelerada foram similares para MOR e LOP, tanto comparando-se as duas últimas etapas supracitadas, quanto apenas na Etapa III (sobre pressão com e sem pré-secagem). Já para os valores de MOE e energia específica (EE), as amostras que passaram por um processo de pré-secagem apresentaram patamares similares para o comparativo apenas da Etapa III (sobre pressão com e sem pré-secagem), mas comparando-se com a Etapa II (sobre pressão) foram obtidas reduções de 30% e 19% respectivamente, principalmente devido a não homogeneidade da produção industrial.

A análise realizada após 200 ciclos de envelhecimento acelerada para avaliação da durabilidade do material cimentício reforçado com fibras, apresentou equivalência para os resultados obtidos. Valores de MOR, LOP e energia específica (EE), avaliados tanto realizando um comparativo entre as duas últimas Etapas do presente trabalho supramencionadas quanto avaliando apenas a Etapa III, com ou sem pré-secagem, se mantiveram com patamares similares.

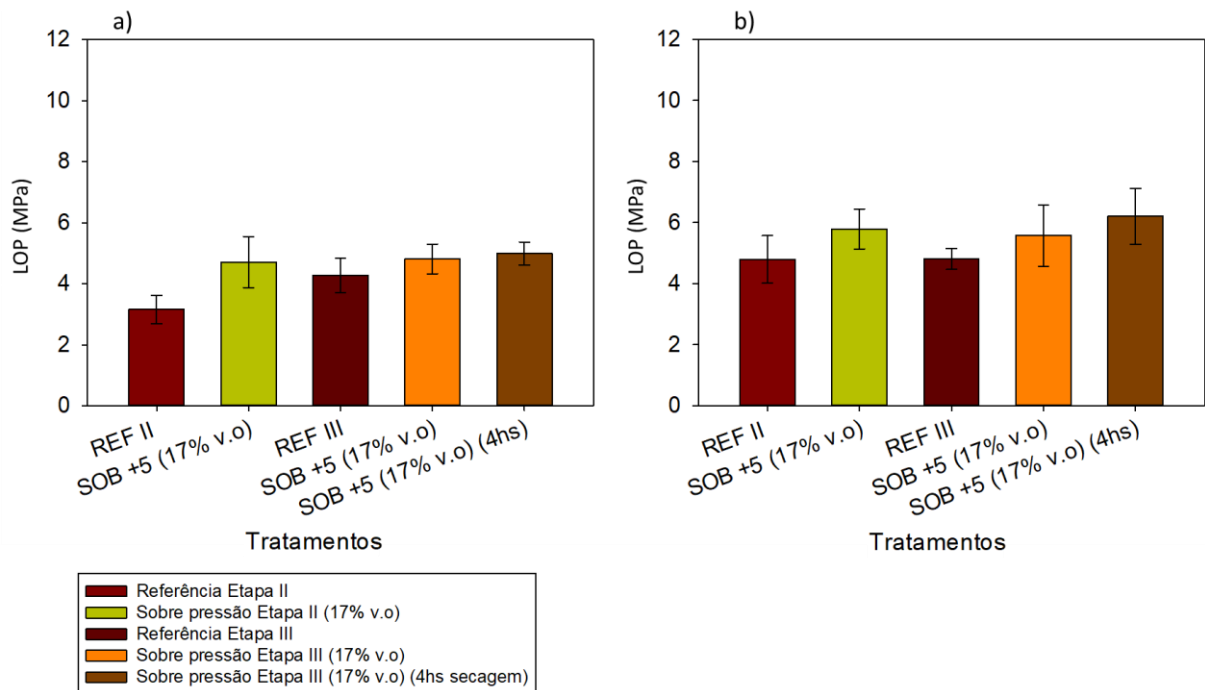
Os valores de MOE obtidos após o processo adicional de pré-secagem permitiu incrementos de 7% comparando-se apenas a Etapa III (sobre pressão com e sem pré-secagem) e incrementos 37% para avaliação entre as Etapas II e III (sobre pressão com e sem pré-secagem), apresentando uma rigidez aumentada.

Figura 37 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo de ruptura (MOR) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



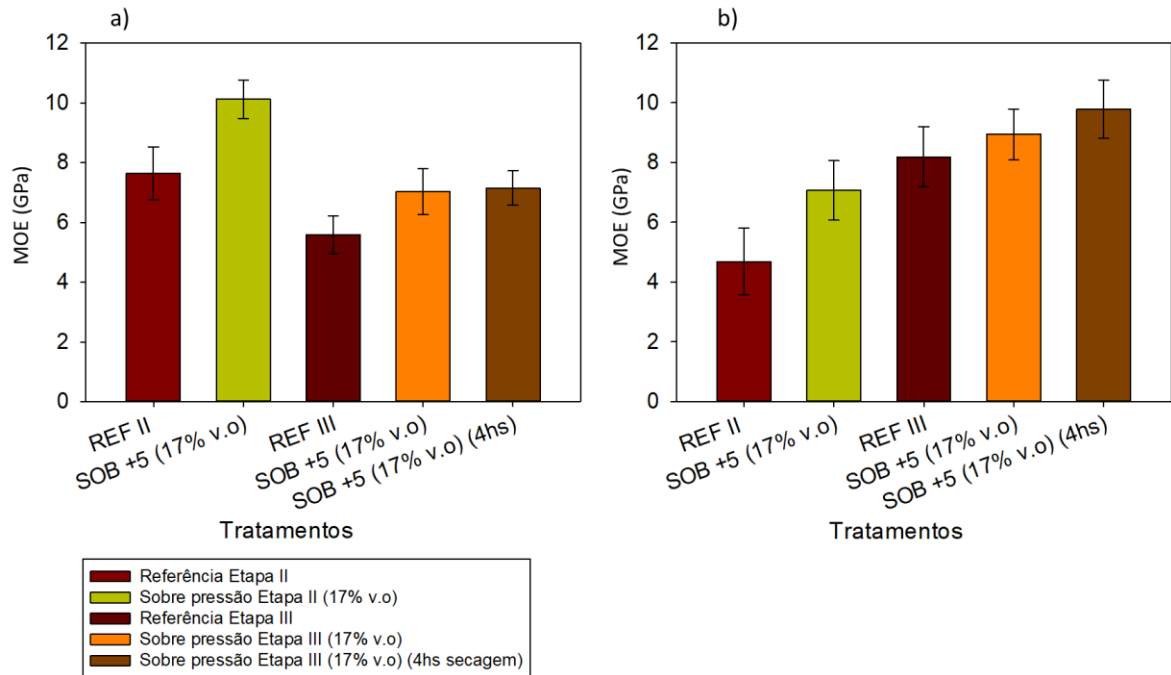
Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 17%. Processo de carbonatação com e sem pré-secagem.
Fonte: Do autor (2021).

Figura 38 – Valores médios e de desvio-padrão de limite de proporcionalidade (LOP) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



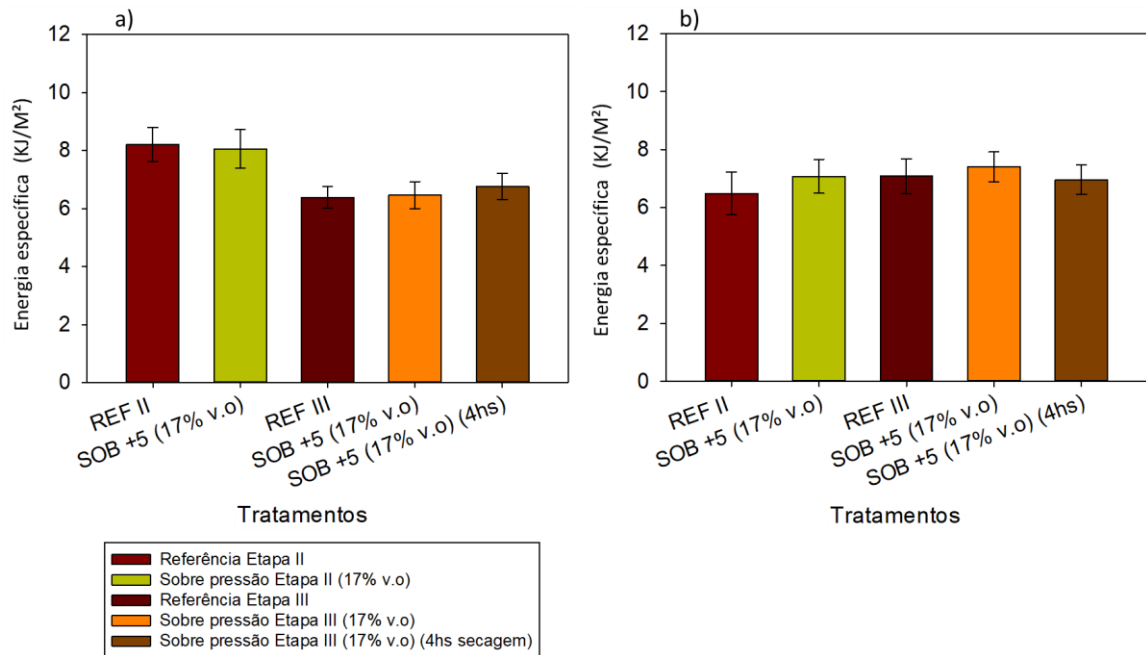
Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 17%. Processo de carbonatação com e sem pré-secagem.

Figura 39 – Valores médios e de desvio-padrão de módulo elástico (MOE) de flancos de telhas referência e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 17%. Processo de carbonatação com e sem pré-secagem.

Figura 40 – Valores médios e de desvio-padrão de energia específica (EE) de flancos de telhas referênciadas e carbonatadas em diferentes condições de sobre pressão (+5 bar).



Legenda: a) ensaios mecânicos 7 dias após o processo de carbonatação; b) ensaios mecânicos após 200 ciclos de envelhecimento acelerado (equipamento de ciclagem) após o processo de carbonatação. Volume de ocupação estimado da autoclave de 17%. Processo de carbonatação com e sem pré-secagem.

Fonte: Do autor (2021).

8 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos foi possível notar a importância das variáveis analisadas no presente trabalho para o processo de carbonatação acelerada em escala industrial, bem como a importância para potencialização de resultados com viés sustentável, tratado tanto pela utilização de fibras vegetais nas matrizes de cimento, quanto pela absorção de CO₂ ocasionada pelo processo de carbonatação.

Com a realização da pesquisa, realizada em três Etapas, notou-se a importância dos estudos das variáveis do processo bem como a busca pela potencialização dos resultados, agora não mais em escala laboratorial, mas sim em escala piloto, que se trata um degrau atrás para o processo em escala industrial.

Os principais resultados obtidos na presente pesquisa, podem ser divididos, abordados e analisados nos tópicos subsequentes:

- No processo de carbonatação realizado em escala piloto, em todas as pressões adotadas (-0,5bar, 0bar e 5bar), o processo acelerado foi evidenciado pela eficiência do processo para telhas onduladas de cimento reforçadas com fibras;
- Em escala piloto o processo de carbonatação com variação de pressão e a busca pelo controle de umidade, teve uma maior eficiência no processo com sobre pressão (+5 bar), além de ser a pressão mais eficiente no quesito operacional da autoclave, por permitir um controle mais estável da pressão durante as trocas de ar da autoclave;
- Na Etapa I observou-se que o controle de umidade não foi eficiente devido à grande quantidade de telhas inseridas no processo e conseqüentemente grande quantidade de reações que geraram altos teores de umidade dentro câmara de carbonatação, tornando o processo menos eficiente comparando-se com o da Etapa II, onde se teve um melhor controle da umidade interna;
- A redução do volume de ocupação permitiu que o processo de carbonatação fosse mais eficiente devido principalmente ao controle de umidade relativa interna à câmara, que foi mantido de 80% a 90%, possibilitando maior eficiência nas reações químicas e transformações de hidróxido de cálcio em carbonato de cálcio, atingindo incrementos de 37% a 36% para CO₂ fixado e Grau de Carbonatação, respectivamente, comparando-se a Etapa II com a Etapa I do experimento;
- O controle da umidade relativa (interna à câmara de carbonatação) da Etapa II potencializou os resultados dos experimentos com redução na umidade (UR) da amostra

em 24% e a densificação da matriz em 8%. Os patamares dos resultados mecânicos foram incrementados de 0 a 13%,

- Na Etapa III houve potencialização do processo de carbonatação com a redução da umidade inicial das telhas na entrada do processo, com um processo simples de pré-secagem em temperatura e umidade ambientes, em local coberto;
- As reduções da umidade de entrada (presente na microestrutura das telhas) foram de 30% e permitiram alcance de incrementos no GC de 27% e CO₂ fixado na telha 36%, possivelmente por permitir que a telha comece o seu processo de carbonatação de uma camada mais interna para camada mais externa, devido a facilidade na penetração da mesma nos poros, bem como a não competição dos fluxos de CO₂ e vapor d'água, potencializando o processo de carbonatação acelerada.

9 SUGESTÕES DE PRÓXIMOS ESTUDOS

Após análises dos resultados do presente estudo pode-se ter real quantificação da importância das análises das variáveis de entrada no processo de carbonatação para potencialização do mesmo. Algumas sugestões de novos trabalhos são apresentadas a seguir:

- Avaliação do processo de pré-secagem com pressões internas à câmara de carbonatação: ATM e sub pressão;
- Avaliação de uma secagem em ambiente controlado para telhas de dimensões comerciais;
- Estudos para avaliação do sequestro de carbono gerado pelo processo de carbonatação acelerada (estudo de avaliação do ciclo de vida ACV).

REFERÊNCIAS

- AGOPYAN, V.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Developments on vegetable fibre-cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. **Cem. Concr. Compos.** 27, p. 527-536, 2005.
- AHMAD, Shamsad *et al.* Effects of carbonation pressure and duration on strength evolution of concrete subjected to accelerated carbonation curing. **Construction And Building Materials**, Elsevier BV. v. 136, p.565-573, abr. 2017. 2017.
- ALMEIDA, A.E.F.S.; TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JR., H. Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas vegetais. **Amb. Constr. (Online)**, v.10, p. 233-246, 2010.
- ALMEIDA, A. *et al.* Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cem. Concr. Compos.** Kidlington, v. 42, p. 49-58, Sept. 2013.
- ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R. D. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. **Construction and Building Materials**, v. 79, p. 115-128, Mar. 2015
- ASBESTOSGLOBAL. Dados proibição mundial amianto, 2020. Disponível em: Asbestosglobal.org. Acesso em: 20 set. 2020.
- ASTM C 948-81(1981) - American Society for Testing and Materials [ASTM]. 1981.C 948-81: **Test Method for Dry and Wet Bulk Density, Water Absorption, and Apparent Porosity of Thin Sections of Glass-Fiber Reinforced Concrete**. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 1981.
- BERTOS, M. F. *et al.* A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO₂. **Journal of Hazardous Materials**, v. 112, p. 193–205, 2004.
- CHEN, T.; GAO, X. Effect of carbonation curing regime on strength and microstructure of Portland cement paste. **Journal Of Co₂ Utilization**, v. 34, p. 74-86, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcou.2019.05.034>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture. **Cem. Concr. Res.** 39, p. 110-115, 2009
- DHEILLY, R.M; TUDO, J; SEBAĎBI, Y; QUÉNEUDEC, M. Influence of storage conditions on the carbonation of powdered Ca(OH)₂. **Construction And Building Materials**, v. 16, n. 3, p. 155-161, abr. 2002. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0950-0618\(02\)00012-0](http://dx.doi.org/10.1016/s0950-0618(02)00012-0)
- DROUET, E. *et al.* Carbonation of hardened cement pastes: influence of temperature. **Cem. Concr. Compos.** v. 115, p. 445-459, jan. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.09.019>

Equipe de pesquisa PITE FAPESP. **Módulo I - Terceiro relatório PITE FAPESP 2019**. Material de apoio interno.

EUROPEAN STANDARD. **EN 494**: Fiber-cement profiled sheets and fittings for roofing – products specification and test methods. British Standards Institution, London, UK, 1994.

FERREIRA, S. R. *et al.* Effect of hornification on the structure, tensile behavior and fiber matrix bond of sisal, jute and curauá fiber cement based composite systems. **Construction and Building Materials**, v. 139, p. 551-561, May 2017.

FIORONI, Carlos Alexandre. **Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas**, [S.L.], 2019. Universidade de Sao Paulo, Agencia USP de Gestao da Informacao Academica (AGUIA). <http://dx.doi.org/10.11606/d.74.2019.tde-02122019-154302>.

FIORONI, C.A. *et al.* Cement-based corrugated sheets reinforced with polypropylene fibres subjected to a high-performance curing method. **Construction And Building Materials**, v. 262, p. 120791, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120791>.

FUNDAÇÃO GETÚLIO VARGAS. **O Papel dos Produtos de Amianto na Cadeia da Construção Civil – Dimensão Econômica e Efeitos Concorrenciais**. Rio de Janeiro, RJ, 2008. 30p.

FRÍAS, M.; VILLAR COCIÑA, E.; SAVASTANO JR., H. Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture. **Cem. Concr. Compos.** 33, p. 490-496, 2011.

FRÍAS, M.; GOÑI, S. Accelerated carbonation effect on behaviour of ternary Portland cements. **Composites Part B: Engineering**, v. 48, p. 122–128, 2013.

GIMENEZ, C.; SIERRA, V.; RODON, J. Sustainable operations: their impact on the triple bottom line. **International Journal Of Production Economics**, v. 140, n. 1, p. 149-159, nov. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpe.2012.01.035>

GOH, C.; CHONG, H-Y.; JACK, L.; FARIS, A.F.M. Revisiting triple bottom line within the context of sustainable construction: a systematic review. **Journal Of Cleaner Production**, v. 252, p. 1-18, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119884>

HUNTZINGER, D. N. *et al.* Carbon dioxide sequestration in cement kiln dust through mineral carbonation. **Environmental science & technology**, v. 43, p. 1986–1992, 2009.

INDUSTRYARC. Dados indústria de compósitos de cimento reforçados com fibras. 2017. Disponível em: <https://www.industryarc.com/> Acesso em: 20 set. 2020.

JANELA, J.M.E.M.; PEREIRA, P.J.S. História do amianto no mundo e em Portugal. **Rev Cultura, espaço e memória**. 7: 193-206. 2003

- JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A.; SJÖSTRÖM, C.; AGOPYAN, V.; OLIVEIRA, C. T. A. Durability of slag mortar reinforced with coconut fibre. **Cem. Concr. Compos.** 27(5), p. 517-624, 2005.
- KIM, M. S. *et al.* Use of CaO as an activator for producing a price-competitive non-cement structural binder using ground granulated blast furnace slag. **Cem. Concr. Compos.** v. 54, p. 208–214, 2013.
- LIU, P.; CHEN, Y.; YU, Z. Effects of temperature, relative humidity and CO₂ concentration on concrete carbonation. **Magazine Of Concrete Research**, p. 1-44, 12 mar. 2019.
- LÓPEZ-ARCE, P. *et al.* Influence of porosity and relative humidity on consolidation of dolostone with calcium hydroxide nanoparticles: effectiveness assessment with non-destructive techniques. **Materials Characterization**, v. 61, n. 2, p. 168-184, fev. 2010.
- MATSUSHITA, F.; AONO, Y.; SHIBATA, S. Carbonation degree of autoclaved aerated concrete. **Cem. Concr. Compos.** v. 30, p. 1741–1745, 2000.
- MOTTA, L.A.C.; JOHN, V.M.; AGOPYAN, V. Thermo-Mechanical Treatment to Improve Properties of Sisal Fibres for Composites. **Mater. Sci. Forum** 636-637, p. 253-259, 2010.
- NORMEN, W., & MACDONALD, C. Getting to the Bottom of "Triple Bottom Line". **Business Ethics Quarterly**, 14(2), 243-262. 2004
- OLIVEIRA, D.C.G. ; RODRIGUES, M.S. ; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H. Characterization and use of swine deep bedding ashes in cementitious composites. **Eng. Agrícola (Online)**, v. 32, p. 810-821, 2012.
- OLIVEIRA, Aline Basso de. **Melhoria do processo Hatschek, por meio de tratamento de dados históricos, para fabricação de telhas onduladas.** 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. doi:10.11606/D.3.2010.tde-17082010-105831. Acesso em: 2020-10-24.
- PAN, X.; SINHA, P.; CHEN, X. Corporate social responsibility and eco-innovation: the triple bottom line perspective. **Corporate Social Responsibility And Environmental Management**, p. 1-30, 7 set. 2020. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/csr.2043>
- PETERSON, J. D.; VYAZOVKIN, S.; WIGHT, C. A. Kinetics of the thermal and thermo-oxidative degradation of polystyrene, polyethylene and poly(propylene). **Macromolecular Chemistry and Physics**, v. 202, n. 6, p. 775–784, 2001.
- PIZZOL, V.D.; MENDES, L.M.; FREZZATTI, L.; SAVASTANO JR., H.; TONOLI, G.H.D. Impact of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. In: Nasser R., Santos R., Cizer O., Gerven T.V. (eds). **Proceeding of the 4th International Conference on Accelerated Carbonation for Environmental and Materials Engineering - ACEME 2013.** Leuven, Belgium. 465-474. 2013.
- PIZZOL, V.D.; MENDES, L.M.; FREZZATTI, L.; SAVASTANO JUNIOR, 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, maio 2014.

POPESCU, M. A. *et al.* Thermal decomposition of calcium carbonate polymorphs precipitated in the presence of ammonia and alkylamines. **Advanced Powder Technology**, v. 25, p. 500–507, 2014.

QINFANG, F.; HONGWEI, Z.; YING, G. Thermal Decomposition of Dolomite. **Advanced Material Research**, v. 177, p. 617–619, 2010.

REZENDE, M.M. **Crisotila-amianto**. Sumário Mineral. 2014: 1-2.

RILEM. Testing methods for fibre reinforced cement-based composites. (Rilem Draft Recommendations, Technical Committee 49 TFR) **Materiaux et Constructions**, v.17, n.102, p.441-56, 1984.

SANTOS, V.; TONOLI, G.H.D.; MÁRMOL, G.; SAVASTANO, H. Fiber-cement composites hydrated with carbonated water: effect on physical-mechanical properties. **Cem. Concr. Compos.** v. 124, p. 105812, out. 2019.

SAVASTANO JR., H.; JOHN, V. M.; AGOPYAN, V.; FERREIRA, O. P. Weathering of vegetable fibre-clinker free cement composites. **Mater. Struc.** 35(245), p. 64-68, 2002.

SILVA, E. J. *et al.* A new treatment for coconut fibers to improve the properties of cement-based composites – Combined effect of natural latex/pozzolanic materials. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 12, p. 44-51, July 2017.

STEINER, S. *et al.* Effect of relative humidity on the carbonation rate of portlandite, calcium silicate hydrates and ettringite. **Cem. Concr. Compos.**, [s.l.], v. 135, p. 106116, set. 2020.

SUMMITAGRO. Dados de exportação celulose. 2019. Disponível em: <https://summitagro.estadao.com.br/comercio-exterior/celulose-brasileira-exportacao-para-o-undo/#:~:text=O%20Brasil%20%C3%A9%20hoje%20o,o%20Jap%C3%A3o%20e%20a%20Europa>. Acesso em: 20 set. 2020.

THIERY, M. *et al.* Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics. **Cem. Concr. Compos.**, v. 37, p. 1047–1058, 2007.

TOLEDO FILHO, R. D.; GHAVAMI, K.; ENGLAND, G.L.; SCRINEVER, K. Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability. **Cem. Concr. Compos.** 25, 185-196, 2003.

TONOLI, G.H.D. *et al.* Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Constr. Build. Mater.** v. 215, p. 22-29, ago. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.159>.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Impact of bleaching pine fibre on the fibre/cement interface. **J. Mater. Sci.** 47, p.4167-4177, 2012.

TONOLI, G. H. D. **Fibras curtas de Eucalipto para novas tecnologias em fibrocimento**. 148p. Tese (Doutorado) – 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.

TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; JOAQUIM, A. P.; SAVASTANO JR., H. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Constr. Build. Mater.** 24, p.193-201, 2010a.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Fast carbonation as a route to sustainable and durable fibre-cement. In: International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference, 2010, Aalborg. **Proceedings of the 12th International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference.** Aalborg: Aalborg University, 2010b.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement-based composites. **Ind. Crops Prod.** 31, p. 225-232, 2010c.

TONOLI, G. H. D. *et al.* Effect of fibre morphology on flocculation of fibre-cement suspensions. **Cem. Concr. Res.** 39, p. 1017-1022, 2009b.

TONOLI, G.H.D. *et al.* Rationalizing the impact of aging on fiber–matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **J Mater Sci.** 51, 7929–7943 (2016). <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0060-z>

TONOLI, G.H.D. *et al.* Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Constr. Build. Mater.**, v. 215, p. 22-29, ago. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.159>.

VILLAR COCIÑA, E.; FRÍAS ROJAS, M. ; VALENCIA MORALES, E.; SAVASTANO JR., H. Study of the pozzolanic reaction kinetics in sugar cane bagasse-clay ash/calcium hydroxide system: kinetic parameters and pozzolanic activity. **Adv. Cem. Res.** 21, p. 23-30, 2009.

YOUNG, J. F.; BERGER, R. L.; BREESE, J. Accelerated Curing of Compacted Calcium Silicate Mortars on Exposure to CO₂. **Journal Of The American Ceramic Society**, v. 57, n. 9, p. 394-397, set. 1974.