

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

GISELLA FILLUS

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE DISPERSÃO DE
MICROCELULOSE CRISTALINA EM PASTAS CIMENTÍCIAS**

GUARAPUAVA

2023

GISELLA FILLUS

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE DISPERSÃO DE
MICROCELULOSE CRISTALINA EM PASTAS CIMENTÍCIAS**

**Evaluation of different methods for dispersion of microcrystalline cellulose in
cement pastes**

Trabalho de Conclusão de curso de graduação
apresentada como requisito para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Civil da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientador(a): Prof. Dr^a. Géssica Katalyne Bilcati

Coorientador(a): Prof. Dr^a. Laura Silvestro

GUARAPUAVA

2023



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

GISELLA FILLUS

**AVALIAÇÃO DE DIFERENTES MÉTODOS DE DISPERSÃO DE
MICROCELULOSE CRISTALINA EM PASTAS CIMENTÍCIAS**

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

Data de aprovação: 08/Dezembro/2023

Géssica Katalyne Bilcati

Doutorado em Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
Universidade Federal do Paraná

Laura Silvestro

Doutorado em Engenharia Civil na área de Construção Civil
Universidade Federal de Santa Catarina

Sarah Honorato Lopes da Silva Tamura

Doutorado em Engenharia Civil na área de Construção Civil
Universidade Federal do Paraná

Henrique Ajuz Holzmann

Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa

GUARAPUAVA

2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço inicialmente a minha irmã, Isabella Fillus, pelos conselhos ao longo dessa caminhada acadêmica.

Agradeço aos meus pais, Maria Luci Huzek Fillus e Ivo Fillus, por todo o apoio e incentivo para eu seguir meus sonhos.

A todos os amigos que estiveram comigo nessa caminhada, especialmente a Agnes Aparecida da Silva Rocha e Milena Alves Ferreira, que estão comigo desde o início da faculdade.

Agradeço às minhas orientadoras, Prof.^a Ma. Géssica Katalyne Bilcati e Prof.^a Dr.^a Laura Silvestro, pelos conselhos, paciência e por toda ajuda no desenvolvimento dessa pesquisa.

À técnica de laboratório Rafaella Salvador Paulino, por me ajudar com os ensaios experimentais.

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

Agradeço a Anton Paar pelo empréstimo do equipamento de reometria rotacional.

RESUMO

A presente pesquisa avaliou diferentes métodos de dispersão de microcelulose cristalina (MCC) em meio aquoso com o intuito de desenvolver pastas cimentícias. De acordo com relatos da literatura, a melhoria em propriedades de materiais à base de cimento incorporados com MCC nem sempre pode ser garantida, devido à sua difícil dispersão e tendência de aglomeração. A partir disso, neste trabalho foi realizada a análise das suspensões aquosas preparadas por dois métodos dispersivos, banho ultrassônico e agitação magnética, ambos por 5 min. Além disso, foi avaliado a variação de duas concentrações de MCC, sendo 0,6% e 0,8% em relação a massa de cimento. Com isso, os corpos de prova foram submetidos a ensaios no estado fresco e endurecido, aos 14 e 28 dias de hidratação. O ensaio de reometria rotacional indicou redução na fluidez das pastas cimentícias com a incorporação de microcelulose cristalina. Através dos ensaios resistência à tração na flexão e à compressão, foi possível concluir que o teor ótimo de microcelulose cristalina está condicionado ao método de dispersão. Notavelmente, a agitação magnética em 0,8% não apresentou melhoria nas propriedades mecânicas, diferentemente da agitação ultrassônica, aos 28 dias. A análise visual dos poros presentes nas amostras sugere que a adição de microcelulose cristalina aumenta consideravelmente a quantidade de poros, porém, as amostras submetidas ao método de agitação ultrassônica apresentam redução nos poros grandes e aumento nos poros menores, o que indica uma dispersão eficiente pela redução de aglomerados.

Palavras-chave: Microcelulose cristalina; banho ultrassônico; agitação magnética.

ABSTRACT

The present research assessed diverse methods for dispersing crystalline microcellulose (MCC) in an aqueous medium, aiming to formulate cementitious pastes. In accordance with the extant literature, the enhancement of properties in cement-based materials incorporating MCC is not universally guaranteed, owing to the challenges associated with its dispersion and proclivity for agglomeration. Consequently, this study conducted an analysis of aqueous suspensions prepared through two dispersive methods, namely ultrasonic bath and magnetic stirring, each applied for a duration of 5 minutes. Furthermore, two concentrations of MCC (0.6% and 0.8% relative to the mass of cement) were examined. Subsequently, the specimens underwent testing in both the fresh and hardened states at 14 and 28 days of hydration. Rotational rheometry tests revealed a reduction in the fluidity of cement pastes following the incorporation of crystalline microcellulose. Through flexural and compressive strength assessments, it was possible to deduce that the optimal concentration of crystalline microcellulose is contingent upon the dispersion method employed. Particularly noteworthy is the observation that magnetic stirring at a concentration of 0.8% did not yield improvements in mechanical properties, in contrast to ultrasonic agitation at the 28-day mark. Visual analysis of pores in the samples suggests that the introduction of crystalline microcellulose significantly increases pore quantity. However, samples subjected to the ultrasonic agitation method exhibited a reduction in larger pores and an augmentation in smaller pores, indicating efficient dispersion facilitated by the reduction of agglomerates.

Keywords: Crystalline microcellulose; ultrasonic bath; magnetic stirring.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Imagem das partículas de MCC	15
Figura 2 - Micrografias de suspensões com diferentes concentrações de MCC	17
Figura 3 - Fotografia ampliada de amostras de MCC	21
Figura 4 - Planejamento experimental	26
Figura 5 - Microcelulose cristalina.....	28
Figura 6 - Agitador magnético (amostra com 0,6% de MCC).....	29
Figura 7 - Banho ultrassônico	30
Figura 8 - Molde preenchido com pasta cimentícia	31
Figura 9 - Reômetro	32
Figura 10 - Scanner de ultrassom.....	34
Figura 11 - Tração na flexão	36
Figura 12 - Ensaio de resistência à compressão.....	37
Figura 13 – Amostras de MCC sedimentadas.....	38
Figura 14 - Fotografia das amostras.....	39
Figura 15 - (a) Curvas de fluxo e (b) Viscosidade vs. Taxa de cisalhamento.....	40
Figura 16 - Tensão de Escoamento das pastas de cimento com adição de microcelulose. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão. O valor do desvio padrão foi estimado com base no trabalho de Haist et al. (2020)	41
Figura 17 - Módulo de elasticidade dinâmica das pastas cimentícias aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão	42
Figura 18 - Diferença entre as médias significativas - Módulo	43
Figura 19 - (a) Resistência à tração na flexão aos 14 dias e (b) aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão	44
Figura 20 - Diferenças entre as médias significativas – Tração na flexão	45
Figura 21 - (a) Resistência à compressão aos 14 dias e (b) aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão	47
Figura 22 - Diferença entre as médias não significativas	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros de dispersão por agitação magnética da MCC	20
Tabela 2 - Parâmetros de dispersão por sonicação da MCC.....	25
Tabela 3 - Especificações técnicas do cimento CP V-ARI.....	27
Tabela 4 - Amostras	28
Tabela 5 - Coeficiente de Variação - Módulo.....	43
Tabela 6 - Coeficiente de variação - Tensão de flexão.....	46
Tabela 7 - Coeficiente de variação - Compressão	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
β	Beta
cm	Centímetro
CP	Cimento Portland
μ	Coeficiente de Poisson
SANEPAR	Companhia de saneamento de água
ρ	Densidade
DRX	Difração de Raio-X
K_{ic}	Fator de Intensificação de Tensões Crítico
g	Grama
°	Grau
kHz	Kilohertz
MPa	Megapascal
m ³	Metro cúbico
MCC	Microcelulose cristalina
μm	Micrômetro
μs	Microsegundo
mm	Milímetro
min	Minutos
N/s	Newton por segundo
NBR	Normas Brasileiras
MgO	Óxido de magnésio
Pa	Pascal
%	Porcentagem
kg	Quilograma
kN	Quilonewton
s	Segundo
γ	Taxa de cisalhamento
τ	Tensão de cisalhamento

SO₃ Trióxido do enxofre
UTFPR Universidade Tecnológica Federal do Paraná
W Watt

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
1.1	Objetivo geral.....	12
1.2	Objetivos específicos.....	12
2	REFERENCIAL TEÓRICO.....	14
2.1	Celulose	14
2.1.1	Microcelulose Cristalina.....	14
2.2	Microcelulose cristalina na construção civil	16
2.2.1	Avaliação dos teores de MCC em sistemas cimentícios	16
2.3	Processo de dispersão da microcelulose cristalina em matrizes cimentícias.....	18
2.3.1	Agitação magnética	19
2.3.2	Agitação ultrassônica	22
3	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	26
3.1	Materiais utilizados	27
3.2	Dispersão da microcelulose cristalina	28
3.2.1	Agitação magnética	29
3.2.2	Banho ultrassônico	29
3.2.3	Análise das dispersões.....	30
3.3	Formação da pasta cimentícia	30
3.4	Ensaio para caracterização das pastas cimentícias	32
3.4.1	Reometria rotacional	32
3.5	Caracterização mecânica.....	33
3.5.1	Módulo de elasticidade dinâmica.....	34
3.5.2	Tração na flexão.....	35
3.5.3	Resistência à compressão	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
4.1	Análise da dispersão de MCC	38
4.2	Reometria rotacional.....	40
4.3	Módulo de elasticidade dinâmico	42
4.4	Tração na flexão	44
4.5	Resistência à compressão	47
5	CONCLUSÃO	50
	REFERÊNCIAS.....	52

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cimentícios são utilizados em grande parte das aplicações na construção, e de modo geral, apresentam elevada fragilidade e baixa capacidade de deformação e resistência à tração. Dessa forma, é comum que ocorra o processo multiescala de falha em estruturas que utilizam materiais à base de cimento, especialmente em cargas relativamente baixas, o que compromete a durabilidade dessas estruturas. Entretanto, o reforço em microescala de compósitos cimentícios pode melhorar significativamente a tenacidade do material, controlando a propagação de trincas. (ALSHAGHEL *et al.*, 2018).

Neste contexto, o desenvolvimento de novos materiais cimentícios que apresentam propriedades mecânicas aprimoradas são considerados altamente vantajosos. A partir desta perspectiva, os materiais à base de celulose surgiram como uma opção promissora para modificar as propriedades dos produtos à base de cimento.

Parveen *et al.* (2018) apontam melhorias no módulo de flexão, resistência à flexão e à compressão de até 96%, 19,2% e 51,4%, respectivamente, quando produtos de celulose são adicionados em misturas à base de cimento, principalmente os materiais micro e nano celulósicos, que são considerados reforços para tais misturas.

A celulose é um material natural amplamente utilizado há milhares de anos. Atualmente é matéria-prima para fabricação de uma variedade de produtos, como papel e têxteis (SANTOS *et al.*, 2021). A extração de micro e nanopartículas é possível devido à estrutura hierárquica e natureza semicristalina, tal processo remove defeitos da estrutura, tornando-as produtos de alta qualidade (DUFRESNE, 2013).

A microcelulose cristalina (MCC) é originada da celulose, por meio de um processo de hidrólise ácida, e pode ser obtida em diferentes configurações, como em pó, coloidal ou em pasta. A MCC tem sido amplamente empregada nas indústrias de alimentos, cosméticos e medicamentos como estabilizadores de suspensões aquosas, agentes reguladores de fluxo e reforços no produto final (HOYOS, *et al.*, 2013). Dentro de matrizes cimentícias, as microfibras tem a vantagem de retardar trincas e preencher microfissuras (ALSHAGHEL, *et al.*, 2018).

A eficácia do sistema de reforço de micro ou nanoceluloses em sistemas cimentícios, depende alguns fatores, incluindo o aprimoramento das propriedades

mecânicas, avaliação da interface entre reforço e matriz, a dispersão das micro ou nanopartículas de celulose na matriz cimentícia e, principalmente, sua influência no comportamento de hidratação do cimento.

Com base no texto supracitado, a dispersão homogênea da MCC na matriz é um dos grandes obstáculos para incorporação de micro ou nanopartículas de celulose na matriz cimentícia, devido à tendência de aglomeração e conseqüentemente, aumento de poros, que afetam diretamente a resistência dos compósitos cimentícios. Portanto, é necessário um bom processo de dispersão para obter melhores resultados.

Os métodos de dispersão empregados em outros tipos de nanomateriais, como os nanotubos de carbono, tais como agitação mecânica e sonicação, também podem ser utilizados para a dispersão das microceluloses cristalinas (SILVESTRO; GLEIZE, 2020).

Em conformidade com Parveen *et al.* (2018) e Long *et al.* (2019), as resistências à compressão e flexão de compósitos cimentícios aumentam gradualmente em concentrações de até 1% de MCC em relação a quantidade de cimento, porém tais fatores são reduzidos em cargas superiores, pois, de acordo com Lisboa *et al.* (2021), altas concentrações resultam em maior formação de poros.

Silva (2017) estudou as taxas de 0,2%, 0,4%, 0,6% e 0,8% de MCC em sistemas cimentícios e teve como resultado que conforme são aumentadas as porcentagens de taxa de MCC, piores são as resistências adquiridas.

Com o intuito de alcançar melhorias nas propriedades reológicas e mecânicas de sistemas cimentícios, este trabalho tem o intuito de analisar a influência da adição de MCC como reforço em pastas cimentícias e comparar métodos de dispersão de MCC em meio aquoso.

1.1 Objetivo geral

Investigar a influência de diferentes métodos de dispersão da microcelulose cristalina nas propriedades de pastas cimentícias.

1.2 Objetivos específicos

Para alcançar o objetivo geral, foram considerados os seguintes objetivos:

- Avaliar a viabilidade de empregar altos teores de microcelulose cristalina em sistemas cimentícios através de dois diferentes métodos de dispersão;
- Analisar a influência de dois diferentes métodos dispersão de microcelulose cristalina nas propriedades reológicas das pastas cimentícias;
- Identificar os fenômenos mecânicos relevantes em diferentes idades de hidratação das pastas cimentícias com adição de microcelulose cristalina através de dois diferentes métodos de dispersão;

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Celulose

A celulose é um componente orgânico pertencente às fibras vegetais naturais. Juntamente com hemicelulose e lignina, formam uma microestrutura hierárquica, onde a celulose é principalmente responsável pela rigidez das plantas (DUFRESNE, 2013).

A celulose é um material natural utilizado pela sociedade há milhares de anos e atualmente, é amplamente utilizada como matéria-prima para a fabricação de uma variedade de produtos florestais, incluindo papel, têxteis e muitos outros. Com a crescente demanda por materiais de alto desempenho, a extração de celulose em escala nanométrica tornou-se uma prática comum. Este processo permite a remoção de defeitos associados à sua estrutura hierárquica, resultando em produtos finais de alta qualidade (SANTOS *et al.*, 2021).

A partir da celulose existe uma gama de materiais derivados, como a celulose nanocristalina, celulose nanofibrilada, celulose microfibrilada e celulose microcristalina. As propriedades e morfologias dependem da produção, método e fonte (SOUZA *et al.*, 2022). Nesse contexto, as microfibras são definidas como fibras de diâmetro inferior a 50 μm , e tem a vantagem de preencher microfissuras, retardando as trincas dentro da matriz cimentícia, já as nanofibras, possuem diâmetros nanométricos e são usadas para colmatar fissuras em nanoescala (ALSHAGHEL *et al.*, 2018).

2.1.1 Microcelulose Cristalina

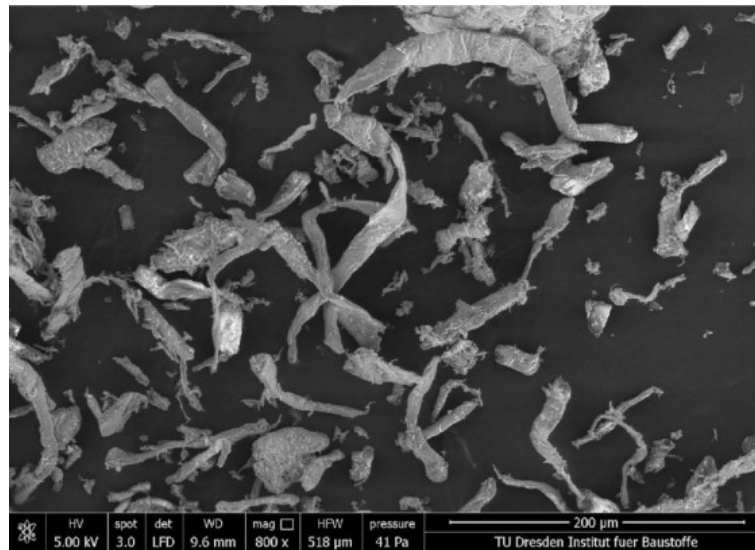
A microcelulose cristalina (MCC) é derivada da celulose por hidrólise ácida seguida de homogeneização, que resulta em uma estrutura cristalina com diâmetro e comprimento com cerca de 1 μm e proporção aproximadamente 1 (PARVEEN *et al.*, 2017). Ademais, as celulosas microcristalinas são descritas como partículas de celulose purificadas e despolimerizadas, que quando dispersas em água, produzem suspensões coloidais (REBOUILLAT; PLA, 2013).

A MCC é amplamente empregada em diferentes setores industriais, tais como os de alimentos, cosméticos e medicamentos, atuando como estabilizador em suspensões aquosas, controlador de fluxo e reforço do produto final. Suas propriedades físico-químicas únicas, como alta área superficial, baixa densidade

aparente e alta capacidade de retenção de água, proporcionam vantagens significativas em relação a outras matérias-primas utilizadas para esses fins. Devido a essas características, a MCC tem se mostrado uma alternativa promissora em aplicações que demandam elevado desempenho e qualidade (HOYOS *et al.*, 2013).

A Figura 1 apresenta uma imagem de microscopia eletrônica de varredura de MCC seca, que indica que a morfologia do material não é uniforme, variando de longas hastes fibrosas e diversas formas curtas e irregulares (SOUZA *et al.*, 2022).

Figura 1 - Imagem das partículas de MCC



Fonte: Souza et al. (2022)

York *et al.* (1990) exploraram a relação entre K_{Ic} (Fator de Intensificação de Tensões Crítico ou Tenacidade à Fratura) e a porosidade de MCC, onde constataram que à medida que a porosidade diminui, K_{Ic} aumenta, indicando maior resistência à propagação de fissuras em menores porosidades.

De acordo com Parveen *et al.* (2018), produtos de celulose adicionados em misturas à base de cimento alteram as propriedades em estado fresco e endurecido. Principalmente os materiais micro e nano celulósicos denotam altas propriedades mecânicas, sendo considerados reforços para tais misturas. Contudo, salienta-se que a capacidade de reforço da MCC está relacionada com a sua dispersão na matriz cimentícia, desta forma ressalta-se a importância e relevância da avaliação de diferentes métodos de dispersão da MCC para potencializar os incrementos das propriedades mecânicas dos compósitos com a incorporação deste tipo de material.

2.2 Microcelulose cristalina na construção civil

A MCC possui alto potencial para melhorar resistência e módulo de compósitos cimentícios, tanto em pré-fissuração (módulo de elasticidade e resistência), quanto em pós-fissuração que é a energia de fratura (ALSHAGHEL *et al.*, 2018). A efetividade desse tipo de reforço está condicionada por diversos fatores, tais como as características mecânicas de cada fase, a orientação e a dispersão das partículas, a interface entre o reforço e a matriz, e, sobretudo, sua influência no comportamento da hidratação do sistema cimentício (LISBOA *et al.*, 2021).

De acordo com o estudo de Parveen *et al.* (2017) a adição de MCC à compósitos cimentícios implica na redução do tamanho dos poros do sistema e acarreta em melhoria significativa no módulo de elasticidade, assim como, máxima melhoria no módulo de flexão e também, a redução na tensão de ruptura.

Além disso, a MCC controla o processo de hidratação em compósitos cimentícios, retendo água e liberando-a vagarosamente à medida que a hidratação avança, acarretando em um melhor processo de hidratação, como uma auto-cura do material (ALSHAGHEL *et al.*, 2018). Devido à maior capacidade de retenção de água, a MCC adicionada em sistemas cimentícios leva a um maior grau de hidratação, o que resulta em melhores desempenhos mecânicos (PARVEEN *et al.*, 2017).

2.2.1 Avaliação dos teores de MCC em sistemas cimentícios

A trabalhabilidade é um parâmetro essencial pois avalia a facilidade de transporte, de manuseio e de aplicação dos compósitos no estado fresco. A partir disso, estudos apontam que a adição de MCC nos sistemas cimentícios altera a reologia do compósito, diminuindo a sua trabalhabilidade, devido à sua grande área superficial e, conseqüentemente, à maior capacidade de absorver água rapidamente (ALSHAGHEL *et al.*, 2018; SOUZA FILHO, 2020; SILVA *et al.*, 2018; HOYOS *et al.*, 2013).

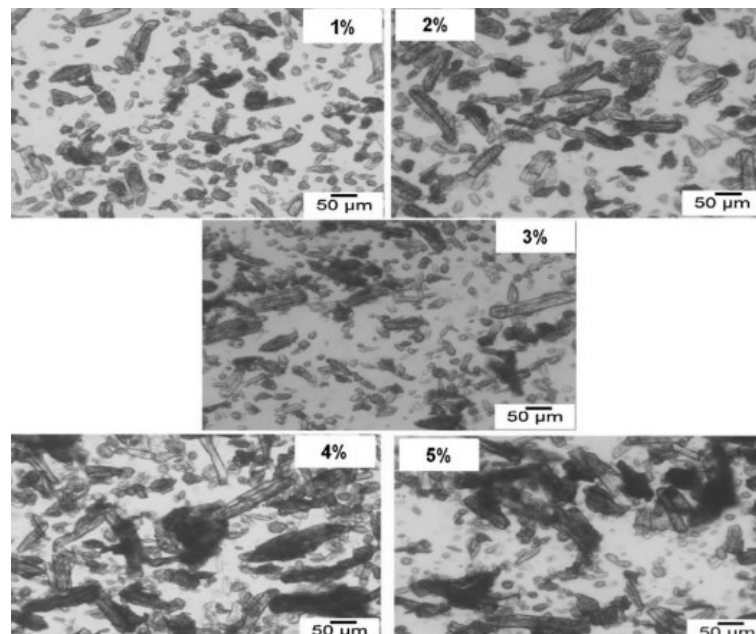
Long *et al.* (2019) e Parveen *et al.* (2018) realizaram estudos que constataam a redução da fluidez da pasta de cimento quando a MCC é adicionada. No entanto, em concentrações de MCC inferiores a 1% em peso em relação à água, ambos os estudos relataram que a fluidez do sistema cimentício não é alterada significativamente e pode se manter em nível satisfatório, garantindo um bom

desempenho mecânico, e elevando o módulo de flexão, resistência à flexão e tração. A concentração de 1% de MCC também pode resultar em um aumento significativo na tensão de escoamento e na viscosidade plástica, esse aumento é atribuído ao tamanho micro dos cristais de celulose, que podem preencher e reduzir os poros do compósito.

Parveen *et al.* (2018) e Long *et al.* (2019) verificaram que o módulo de flexão, resistência à compressão e resistência à flexão aumentaram gradualmente em concentrações de até 1% de MCC, já em teores mais altas, os fatores reduzem progressivamente. Ademais, Lisboa *et al.* (2021) constataram que altas concentrações de MCC contribuem para maior formação de poros e conseqüentemente menor resistência à flexão. A partir disso, Souza *et al.* (2022) verificaram que a melhor concentração dentro de 1% de MCC é 0,75%, pois apresenta melhor resistência à flexão e módulo.

A Figura 2 apresenta micrografias das suspensões de MMC, onde concentrações de 4% e 5%, possuem cristais altamente aglomerados, ou seja, conforme a concentração de MCC aumenta, ocorre maior aglomeração de cristais (PARVEEN *et al.*, 2018).

Figura 2 - Micrografias de suspensões com diferentes concentrações de MCC



Fonte: Parveen et al. (2018)

Hoyos *et al.* (2013) analisaram que 3% de MCC diminuiu as propriedades mecânicas do compósito de cimento em 13,5% no módulo de compressão e 26,3%

em resistência à flexão. Analogamente, Paeveen *et al.* (2017) notaram redução na tensão de ruptura e energia de fratura quando utilizado 5% de MCC.

Concentrações altas de MCC, como as representadas na Figura 2, acarretam em maiores índices de volume de poros, diminuindo o desempenho à flexão e reduzindo o grau de hidratação. Estes efeitos ocorrem devido a uma má dispersão e/ou a não utilização de nenhum produto químico como estabilizador ou superplastificante (LISBOA *et al.*, 2021).

Silva *et al.* (2018) e Silva (2017) determinaram que o teor 'ótimo' em relação à resistência à compressão ocorre com 0,2% de concentração de MCC, já em resistência à flexão, em 0,6%, com pico máximo de 7,67 MPa. Contudo, em concentrações maiores, ambas as resistências diminuem. Os estudos mostram também que as idades de 7 e 28 dias possuem maior ganho de resistência com a adição de MCC se comparado com idades de 3 e 56 dias.

De acordo com Long *et al.* (2019), a viscosidade plástica e a tensão de escoamento aumentam gradualmente com a quantidade de MCC e ao comparar com o homólogo, a análise revelou aumento de 20,9% e 190%, respectivamente, em adições de 1% de MCC.

A melhora no desempenho mecânico dos compósitos com MCC é atribuída à melhor hidratação, ou seja, redução no tamanho dos poros. No entanto, a tensão de ruptura diminui devido à formação de cristais maiores e microestrutura mais densa (PARVEEN *et al.*, 2018). A resistência à compressão em sistemas com adição de MCC possuem um padrão onde conforme a idade aumenta, a resistência aumenta (MORAES *et al.*, 2018). A melhora no desempenho à flexão é atribuída à microestrutura menos porosa dos sistemas cimentícios e a boa interação entre matriz e reforço (SOUZA *et al.*, 2022). A MCC torna compósitos à base de cimento menos propensos a deformar devido à capacidade de aumentar a densidade da pasta cimentícia e também contribui para melhor coesão (LONG *et al.*, 2019).

2.3 Processo de dispersão da microcelulose cristalina em matrizes cimentícias

A adição de micro e nanoceluloses à matriz pode resultar em aglomerações devido às forças e interações entre as partículas. Esses aglomerados atuam como defeitos ou concentradores de tensão, o que pode limitar o potencial de reforço mecânico da matriz. Esse fenômeno é ampliado com a diminuição do tamanho das

partículas (SOUZA *et al.*, 2022). De maneira análoga, a morfologia longa, ondulada e agrupada dos nanotubos de carbono também indica a presença de grandes aglomerados (GONG *et al.*, 2000). Outrossim, o excesso da dosagem de celulose nanofibrilada acarreta em aglomeração prejudicial à compósitos a base de cimento, pois aglomerados criam poros que configuram áreas de fragilidade (SANTOS *et al.*, 2021).

Na maior parte dos casos, a microcelulose é dispersa em água e assim misturada em outros componentes da matriz cimentícia, algumas das abordagens mecânicas utilizadas incluem ultrassonicação, agitação magnética ou mecânica (SOUZA *et al.*, 2022).

Os mecanismos de dispersão de agitação magnética e mecânica são semelhantes, onde a dispersão é promovida pela agitação de pás, porém há uma diferença na energia transmitida e na velocidade de rotação, tal como a geometria do misturador e do recipiente. Já a ultrassonicação, consiste em um mecanismo muito diferente, onde a dispersão é promovida por cavitação, ou seja, as bolhas são formadas em regiões de baixa pressão e colapsam causando alta deformação no fluido (HUANG, TARENTJEV, 2012).

2.3.1 Agitação magnética

O processo de mistura pode ser interpretado como a liberação de energia mecânica na solução para separar os agregados. Como resposta a rotação da lâmina do misturador, o fluxo gera tensões de cisalhamento que são responsáveis pela dispersão (HUANG, TARENTJEV, 2012).

De acordo com a pesquisa de Parveen *et al.* (2017), a agitação magnética resulta em menor desempenho mecânico devido à menor capacidade de dispersão comparado com a agitação ultrassônica. Com isso, constataram que a razão de 1:5 de MCC apresenta dispersão homogênea, sem aglomeração e sedimentação. Porém, acima de 0,6%, ocorre uma aglomeração significativa com sedimentação e redução considerável na concentração de MCC em solução.

A Tabela 1 apresenta os principais parâmetros de dispersão por agitação magnética empregados em estudos prévios. Verifica-se que, cada análise possui fatores diferentes de MCC e de tempo de dispersão. No geral, o teor de MCC

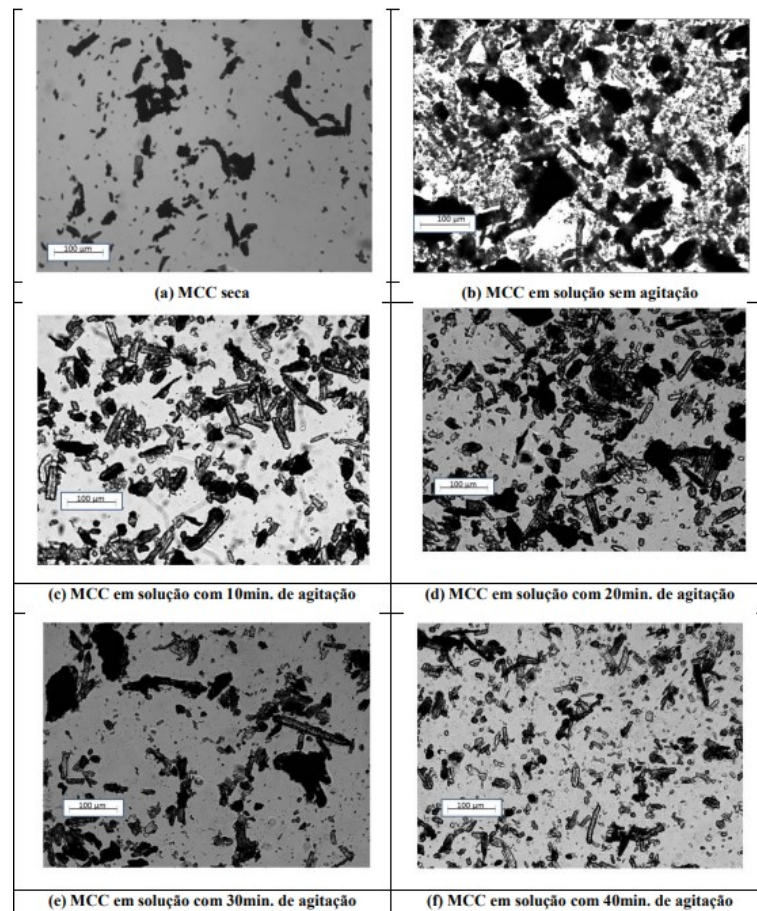
analisado é de até 1,0% e os intervalos de dispersão avaliados nas pesquisas foram de 30 a 60 min.

Tabela 1 - Parâmetros de dispersão por agitação magnética da MCC			
% de MCC	Tempo de dispersão	Principais descobertas	Referência
0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0	40 min	Maior resistência à compressão foi encontrado com 0,2% de MCC e maior resistência à flexão, em 0,6%	(SILVA, 2017)
	45 min	Maior energia de fratura foi encontrada com 0,2% de MCC	(SILVA <i>et al.</i> , 2018)
	45 min	Maior resistência à compressão foi encontrada com 0,2% de MCC e maior resistência à flexão, em 0,6% de MCC	(MORAES <i>et al.</i> , 2018)
0,1; 0,2; 0,5; 0,7; 1,0	30 min	Maior resistência à ruptura encontrada com 0,2% de MCC	(LISBOA <i>et al.</i> , 2021)
0,5; 0,75; 1,0	1 hora	Teor ótimo de MCC é 0,75%	(SOUZA, 2022)

As pesquisas da Tabela 1, mesmo que com singularidades, mostraram resultados parecidos, onde 0,2% de MCC em matrizes cimentícias apresenta maior resistência à compressão e conseqüentemente maior resistência à ruptura, e o teor de 0,6% denota maior resistência à flexão.

Na pesquisa de Silva *et al.* (2017), a solução de MCC foi agitada por 45 min através de um agitador magnético, onde amostras foram coletadas a cada 10 min para análise microscópica, dispostas na Figura 3.

Figura 3 - Fotografia ampliada de amostras de MCC



Legenda: (a) MCC em pó (b) MCC em solução sem agitação magnética (c) MCC em solução agitada em 10 minutos (d) MCC em solução agitada em 20 minutos (e) MCC em solução agitada em 30 minutos (f) MCC em solução agitada em 40 minutos [ampliação de 10x]

Fonte: Silva et al. (2017)

A Figura 3 retrata diferentes tipos de interação entre os cristais de celulose com o decorrer do tempo, indica um inchaço dos cristais consequente de aumento da superfície. Como principais indicadores, a Figura 3 (b) apresenta MCC sem agitação, onde aglomerações são vistas com facilidade. Já com 10 min de procedimento, na Figura 3 (c) há uma boa dispersão dos aglomerados. Com 20 min de agitação a Figura 3 (d) ainda indica aglomerações de MCC. O tempo de agitação está diretamente relacionado com o desempenho da matriz, onde quanto menor a quantidade de aglomeração, menos poros serão formados no sistema cimentício e consequentemente, o desempenho será mais eficiente (SILVA *et al.*, 2017).

Silva *et al.* (2017) constataram que o processo de agitação magnética empregado na sua pesquisa por 45 min garante a dispersão de baixas concentrações,

porém acima de 1% ocorrem aglomerações significativas, acarretando em menor trabalhabilidade e fluidez.

Silva *et al.* (2018) otimizaram o tempo de agitação magnética a partir de um estudo preliminar que analisou agitação de suspensões a cada 15 min, até 60 min. A qualidade da dispersão melhorou com o aumento do tempo de agitação magnética até 45 min e posteriormente, as suspensões exibiram aumento de aglomeração.

2.3.2 Agitação ultrassônica

A agitação ultrassônica é um método que utiliza forças hidrodinâmicas, que são geradas pela energia das ondas ultrassônicas para criar bolhas que se expandem em implosão, acarretando na separação dos materiais (SZAFRANIEC *et al.*, 2022).

O método de agitação ultrassônica tem um impacto significativo no comportamento das pastas de cimento, indicando eficiência em dispersar as partículas. Este método de agitação também possui capacidade em quebrar possíveis aglomerações de MCC, o que reflete em aumento na resistência à compressão, à flexão e também no módulo de flexão (SOUZA *et al.*, 2022).

De acordo com Silvestro, *et al.* (2020) o método de dispersão mais utilizado em pesquisas é a combinação de ultrassom com dispersante, pois enquanto a ultrassonicação promove uma dispersão temporária, os dispersantes atuam impedindo aglomerações e garantindo a estabilidade da solução.

Souza *et al.* (2022) pesquisaram pasta cimentícia adicionada de MCC disperso com agitação ultrassônica por 30 min. A cada 10 min o processo foi interrompido para o resfriamento do recipiente. Após a dispersão, a suspensão demorou cerca de 1 hora para atingir a temperatura ambiente. A partir disso, concluíram que o método ultrassônico é o mais adequado entre os investigados (agitação mecânica e magnética, ultrassonicação e métodos químicos) para dispersar teores pequenos de MCC, como 0,05%. Conquanto o teor de 0,75% de MCC na pasta cimentícia excede a capacidade do método quando realizado individualmente, não mostrando boa dispersão.

Parveen *et al.* (2018) prepararam suspensões de MCC com concentrações variadas de 1% a 5% em peso em relação à água. A agitação ultrassônica foi realizada com diferentes períodos de tempo, com 15 min, 30 min, 45 min e 60 min, para investigar a influência do tempo na qualidade da dispersão, e a quantidade de

superplastificante foi aumentada paralelamente com a concentração de MCC para garantir a fluidez necessária. O tempo de ultrassom não apresentou influência significativa na quantidade de aglomerados em até 2% de MCC, contudo, em concentrações mais altas houve diminuição nos aglomerados em até 30 min de ultrassom e em maiores durações, a área aglomerada volta a aumentar. Por conseguinte, foi atribuído ao fato de que o tratamento no ultrassom em até 30 min pode ser útil para dispersar MCC, porém, em maior tempo há uma tendência de reaglomeração devido ao aumento de energia e temperatura.

A ultrassonicação por 15 min de suspensões com ou sem agentes dispersantes mostra maior homogeneidade e menor sedimentação se comparado com suspensões sem ultrassonicação (SOUZA FILHO, 2020).

Silva *et al.*, (2018) constataram que a melhoria na resistência à compressão foi atingida com a adição de 0,2% de MCC utilizando a dispersão magnética. A partir disto, Souza (2020) optou por agitação ultrassônica e atribuiu melhores resistências em 0,1% de MCC. Ao comparar ambas pesquisas, Souza Filho (2020) afirma que tal melhoria se dá à melhor dispersão.

Parveen *et al.* (2017) utilizaram um método de mistura com o surfactante não iônico Pluronic F-127, pois acarreta em melhorias no desempenho mecânico e na ductilidade dos materiais a base de cimento, com grande potencial para a aplicação prática (PARVEEN *et al.*, 2015). Primeiramente, a MCC foi dispersa em água com agitação magnética por 10 min, então a suspensão foi armazenada por 2 dias e posteriormente o Pluronic F-127 foi adicionado por meio de agitação magnética por 5 min e com isso, a suspensão foi mantida em banho ultrassônico por 15 min. A partir disso, constataram que o desenvolvimento de compósitos cimentícios de alto desempenho são possíveis através da dispersão homogênea de MCC com adição de surfactante e os resultados são altamente úteis para aplicações na construção.

Alshaghel *et al.* (2018) realizaram o mesmo processo de dispersão que Parveen *et al.* (2017), porém, o tempo final de ultrassonificação foi aumentado para 1 hora. Tanto Parveen *et al.* (2017) quanto Alshaghel *et al.* (2018) constataram que 0,5% de MCC apresentou maior resistência à flexão e à compressão. Portanto, o método de mistura parecido, variando apenas o tempo de ultrassonificação mostrou o mesmo resultado.

A Tabela 2 foi realizada a partir da análise de diversos estudos anteriores para fins comparativos.

Os resultados experimentais de Parveen *et al.* (2018) sugeriram que a agitação ultrassônica de 30 min pode garantir boa dispersão de MCC e pequenas áreas aglomeradas, atingindo quase 100% de dispersão quando utilizado até 1% de MCC em peso em relação a água. Outrossim, Silva *et al.* (2018) relatou que há um aumento de aglomerações quando o tempo de agitação ultrassônica excede 30 min.

A proporção ideal de MCC é 0,75% em peso em relação a água, pois acima de 1% os fatores de resistência diminuem gradativamente, devido a reaglomeração das partículas (LONG *et al.*, 2019; PARVEEN *et al.*, 2017; PARVEEN *et al.*, 2018; SOUZA *et al.*, 2022).

Tabela 2 - Parâmetros de dispersão por sonicação da MCC

Teor de MCC (%)	Duração de ultrassom (min)	Tipo de ultrassom	Amplitude (kHz)/	Energia aplicada (W)	Superplastificante	Principais descobertas	Referência
0,2, 0,4, 0,5 e 1,0	60	banho	40	180	sim	O desempenho dos compósitos foi fortemente influenciado pela adição de superplastificante	(ALSHAGHEL <i>et al.</i> , 2018)
0,4, 0,5, 0,6, 0,8, 1,0, 1,5	15	banho	45	80	sim	A dispersão homogênea ocorre até 0,6% de MCC, em teores maiores ocorre aglomerações significativas	(PARVEEN <i>et al.</i> , 2017)
0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 4,0, 5,0	15, 30, 45 e 60	banho	45	80	não	O melhor tempo de tratamento foi de 30 min; Até 1,0% de MCC as características mecânicas aumentam, e em cargas maiores, os fatores diminuem	(PARVEEN <i>et al.</i> , 2018)
0,5, 0,75, 1,0.	30	ponteira	não informado	não informado	não	O teor ótimo de MCC é 0,75%	(SOUZA <i>et al.</i> , 2022)
0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 1,2, 1,5, 1,6, 2,0 e 3,0	15	banho	40	180	sim	Suspensões ficam mais homogêneas com a adição de superplastificante	(SOUZA FILHO, 2020)

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

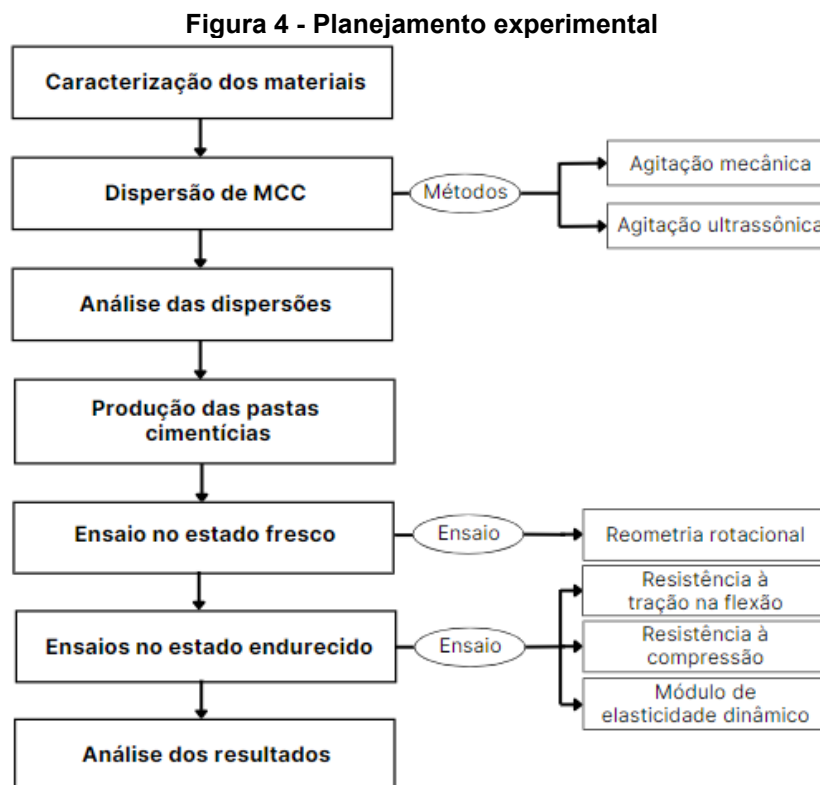
O propósito deste programa experimental foi analisar o comportamento da adição de microcelulose cristalina nas propriedades reológicas e mecânicas das pastas cimentícias. Para isso, foram determinadas algumas variáveis escolhidas de acordo com os estudos já existentes:

- 0,6% e 0,8% de MCC em relação a massa de cimento; o alto teor de microcelulose cristalina é justificado para avaliação da eficácia dos métodos de dispersão para viabilizar a incorporação desses percentuais de microcelulose cristalina;
- Dispersão por agitação magnética e banho ultrassônico;

A condição fixa adotada foi:

- Relação água/cimento de 0,45.

A Figura 4 apresenta um resumo do planejamento e programação da pesquisa.



Fonte: Autoria própria (2023)

Todos os ensaios foram realizados nos laboratórios de Materiais de Construção Civil da UTFPR-Guarapuava.

3.1 Materiais utilizados

Os materiais empregados na pesquisa foram água, cimento e microcelulose cristalina em pó, caracterizados com o propósito de verificar sua composição e avaliar as interações entre eles.

A água utilizada no estudo foi da rede pública de abastecimento (SANEPAR) do município de Guarapuava – Paraná e todos os materiais utilizados para a realização dos ensaios foram cedidos pela própria universidade.

Dentre diversos tipos de cimento, existe o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI), que possui a capacidade de alcançar resistência elevada nos estágios iniciais de cura. Isso se deve à combinação de calcário e argila na produção do clínquer, bem como à moagem mais fina do cimento, que ao entrar em contato com a água, desenvolve elevadas resistências de forma rápida (KELM *et al.*, 2011).

Sendo assim, o cimento empregado na pesquisa é o CP V ARI, justificado por não apresentar interferência física e química das adições minerais e assim não influenciar nos resultados do desempenho das celulosas FC-MCC na produção das pastas de cimento Portland. Na Tabela 3 estão apresentadas as especificações técnicas do CP V-ARI fornecidas pelo fabricante.

Tabela 3 - Especificações técnicas do cimento CP V-ARI

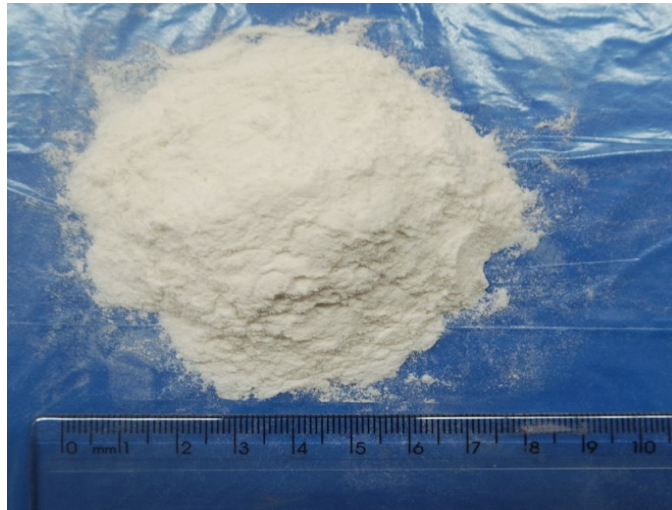
Parâmetros	
Tempo de início de pega (horas)	≥1
MgO (%)	≤6,5
Perda ao fogo (%)	≤6,5
Resíduo insolúvel (%)	≤3,5
SO ₃ (%)	≤4,5
Resistência à compressão (MPa)	
1 dia	≥14
3 dias	≥24
7 dias	≥34
28 dias	-
Adições permitidas (%)	
Escória	0
Fíler calcário	0 a 10
Material pozolânico	0

Fonte: Itambé (2023)

A MCC utilizada nesta pesquisa foi a VIAPUR 301, ilustrada na Figura 5, caracterizada por sua granulometria fina, apropriada para processos de granulação úmida. Foi obtida através da fibra de celulose purificada submetida à hidrólise ácida

sob condições controladas. Na primeira fase a polpa da fibra de celulose foi tratada com solução ácida diluída. Durante a hidrólise, as moléculas ácidas atuaram nas regiões amorfas e romperam as ligações β . Os oligossacarídeos celulósicos hidrossolúveis resultantes e glicoses foram removidos no processo seguinte. Posteriormente, a pasta passou por uma lavagem, filtração ou moagem, para obtenção da partícula.

Figura 5 - Microcelulose cristalina



Fonte: Autoria própria (2023)

3.2 Dispersão da microcelulose cristalina

A dispersão da MCC em água foi investigada a partir de duas técnicas de dispersão mecânica (magnética e ultrassônica) e duas dosagens, 0,6% e 0,8%. Cada amostra está representada na Tabela 4, com 100 gramas de cimento para fins comparativos. Foram realizados 6 corpos de prova de cada amostra para cada ensaio, em cada idade de hidratação.

Tabela 4 - Amostras

Nome da amostra	Método de dispersão	Cimento (g)	Água (g)	MCC (g)
M - 0,6%	Magnético	100	45	0,6
U - 0,6%	Ultrassônico	100	45	0,6
M - 0,8%	Magnético	100	45	0,8
U - 0,8%	Ultrassônico	100	45	0,8
REF	-	100	45	-

Fonte: Autoria própria (2023)

As amostras de microcelulose cristalina foram adicionadas em água, em seguida a solução foi armazenada por 6 horas para hidratação das micropartículas.

Posteriormente, as soluções aquosas foram dispersas em duas formas de agitação e adicionadas ao cimento para produção das pastas cimentícias.

3.2.1 Agitação magnética

A dispersão da MCC em água das amostras M - 0,6% e M - 0,8% foi realizada por meio de agitação magnética, durante 5 min. Para essa finalidade, foi empregado o agitador modelo AA-1030B da marca WEA, como ilustrado na Figura 6, operando em sua velocidade máxima.

Figura 6 - Agitador magnético (amostra com 0,6% de MCC)



Fonte: Autoria própria (2023)

Antes e posteriormente ao processo de agitação magnética, uma agitação manual foi executada para assegurar a dispersão adequada do pó de MCC.

3.2.2 Banho ultrassônico

A dispersão das amostras U - 0,6% e U - 0,8% foi conduzida por meio de um banho ultrassônico na cuba de ultrassom, com duração de 5 min. O aparelho utiliza a cavitação originada pela alternância de ondas de pressão altas e baixas, geradas pelo ultrassom, para promover a dispersão das partículas.

Deste modo, empregou-se o banho ultrassônico conjugado da marca Solid Steel, representado na Figura 7.

Figura 7 - Banho ultrassônico

Fonte: Autoria própria (2023)

Antes e após o processo de ultrassom, foi realizada uma agitação manual para assegurar a dispersão das partículas.

3.2.3 Análise das dispersões

A análise do processo de dispersão da solução aquosa água/microcelulose cristalina foi realizada através de duas análises. A primeira consiste em verificar o tempo em que as partículas permanecem dispersas, ou seja, após cessada a agitação, quanto tempo essa solução se manteve dispersa. Para essa análise foram mantidos os frascos com as amostras em repouso e foi verificado o período em que a microcelulose cristalina sedimenta ao fundo do frasco.

A segunda análise ocorre após os ensaios destrutivos, onde foi coletado um fragmento de corpo de prova de todas as amostras para a análise visual da quantidade de vazios, a fim de observar a diferença entre os métodos de agitação e fatores de MCC empregados na pesquisa.

3.3 Formação da pasta cimentícia

Logo após as dispersões da MCC em água, foi realizado o preparo das pastas cimentícias, que teve como base a norma ABNT NBR 16541:2016. A padronização do procedimento de mistura se deu conforme os seguintes passos:

- Mistura mecânica por 60 segundos do cimento com a solução da MCC dispersa em água;

- O equipamento é desligado para que seja feita a raspagem da cuba com o auxílio de uma espátula;
- Mistura lenta para homogeneização por mais 60 segundos.

Para cada composição, foram desenvolvidos 12 corpos de prova prismáticos com dimensões de 4 cm x 4 cm x 16 cm, totalizando 60 corpos de prova. Antes do preenchimento dos moldes, uma fina camada de desmoldante foi aplicada para facilitar o desmolde.

Imediatamente após o preparo da pasta cimentícia, o preenchimento dos moldes foi realizado com o auxílio de uma espátula em três camadas iguais e uniformes. Cada camada foi compactada com 30 golpes homogeneamente distribuídos, aplicados com um soquete. A Figura 8 representa um molde já preenchido. Após a última camada, os corpos de prova foram rasados com uma régua metálica e cobertos com plástico filme.

Figura 8 - Molde preenchido com pasta cimentícia



Fonte: Autoria própria (2023)

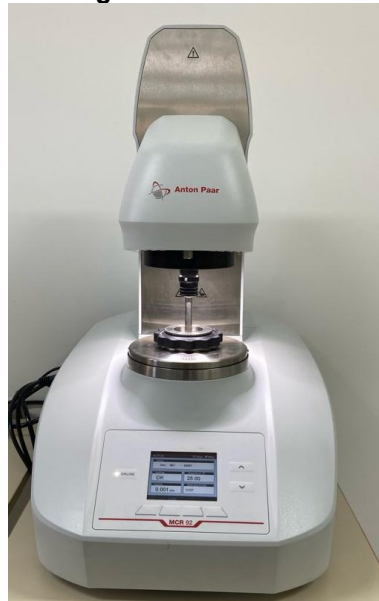
Os corpos de prova permaneceram nos moldes por um período de 24 horas e após a remoção das formas, foram armazenados para cura ambiente. Ao final do período de cura dos corpos de prova de 14 e 28 dias, foram realizados dos ensaios e a determinação das propriedades mecânicas.

3.4 Ensaios para caracterização das pastas cimentícias

3.4.1 Reometria rotacional

Para o ensaio de reometria rotacional, foi utilizado o reômetro MCR92, fabricado pela Anton Paar, retratado na Figura 9, para a obtenção das curvas de fluxo da pasta em estado fresco. Nos ensaios foi empregada a geometria de cilindros concêntricos, mantendo-se um gap de 5 mm entre a geometria e o fundo do container para inserção da amostra.

Figura 9 - Reômetro



Fonte: Autoria própria (2023)

A reologia é a ciência do fluxo e da deformação dos materiais, pode descrever a relação entre tensão, taxa de cisalhamento e tempo (LONG *et al.*, 2019).

Embora não haja uma norma brasileira que estabelece os parâmetros específicos para essa análise, na literatura, a reometria rotacional é empregada na caracterização das pastas cimentícias, pois é uma alternativa de aferir a capacidade do material fluir e se deformar.

O ensaio teve início após um período de 6 minutos a partir da preparação da pasta (contato das partículas de cimento e água), a fim de manter um protocolo padrão. Nesse contexto, o material é colocado em um compartimento cilíndrico, e o aparelho é mantido a uma temperatura constante de 25°C. O início do ensaio ocorre a partir de um pré-cisalhamento de 60 s a uma taxa de 100 s⁻¹. Logo após, as curvas reológicas foram determinadas ao variar a taxa de cisalhamento de 0,1 a 100 s⁻¹ em 10 pontos distribuídos em escala logarítmica. Posteriormente, a taxa de cisalhamento

foi reduzida de 100 s^{-1} para $0,1 \text{ s}^{-1}$ nos mesmos pontos da curva anterior. Em cada ponto de medição, a taxa de cisalhamento foi mantida por 10 s para assegurar um fluxo estacionário. Essa abordagem foi empregada em estudos prévios sobre o comportamento reológico de materiais cimentícios (AZEVEDO *et al.*, 2021; WALLEVIK *et al.*, 2015).

A tensão de escoamento dinâmica (τ_0) foi obtida por meio do ajuste da curva de fluxo descendente através da aplicação do modelo de Herschel-Bulkley, apresentada na Equação 1, de acordo com estudos anteriores (JIANG *et al.*, 2018).

$$\tau = \tau_0 + k * \gamma^n \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

τ é a tensão de cisalhamento (Pa);

γ é a taxa de cisalhamento (s^{-1});

k é o índice de consistência;

n é o índice de comportamento do modelo.

A tensão de escoamento é definida como a menor tensão de cisalhamento requerida para iniciar o fluxo e deformação de um material, sendo resultado das interações adesivas e friccionais entre suas partículas. Isso estabelece uma relação direta entre o valor da tensão de escoamento e a trabalhabilidade das pastas de cimentícias. Adicionalmente, a viscosidade plástica, também conhecida como resistência ao fluxo, desempenha um papel fundamental na determinação da velocidade de fluxo do fluido quando a tensão de cisalhamento excede o limiar de tensão de escoamento (JIANG *et al.*, 2018).

3.5 Caracterização mecânica

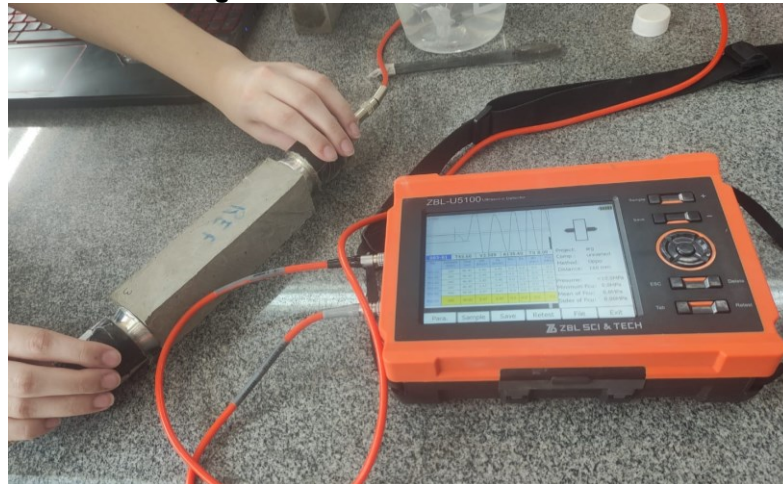
A variação na quantidade de microcelulose cristalina (0,6% e 0,8%) assim como a avaliação no método de dispersão (ultrassônico e magnético) foi avaliada por meio do desempenho à compressão e à tração na flexão dos sistemas cimentícios após 14 e 28 dias de hidratação. Além disso, o módulo de elasticidade dinâmica, que consistem em um ensaio não destrutivo, também foi avaliado aos 28 dias.

A máquina universal de ensaios utilizada é o modelo GR048 da marca EMIC, com capacidade máxima de 300 kN localizada no laboratório de prensas de engenharia civil da UTFPR.

3.5.1 Módulo de elasticidade dinâmica

O ensaio de módulo de elasticidade dinâmica foi conduzido de acordo com a norma NBR 15630:2008. A partir disso, foi utilizado o scanner ultrassônico ZBL – U5100, representado na Figura 10.

Figura 10 - Scanner de ultrassom



Fonte: Autoria própria (2023)

O módulo de elasticidade dinâmica é baseado na determinação longitudinal das características de propagação de um pulso ultrassônico através de um material. Se caracteriza em um ensaio não destrutivo usado na detecção de defeitos ou descontinuidades internas em diversos tipos de materiais (LORENZI, 2009).

Segundo Jones (1963), o principal objetivo deste ensaio em materiais cimentícios é avaliar a qualidade do material por meio de medições da velocidade de pulso ultrassônico.

O equipamento consiste em um gerador de pulsos que emite ondas ultrassônicas, as quais são transmitidas através do material sob análise. O resultado do ensaio inclui a medição do tempo que o pulso leva para percorrer através do material, a distância entre os transdutores emissor e receptor, e a velocidade de propagação de ondas ultrassônicas, no caso da transmissão direta ou semi-direta.

A velocidade de ondas ultrassônicas que atravessam um material sólido depende principalmente da densidade e das propriedades elásticas do meio de transmissão, como pode ser observado na Equação 2.

$$E_d = v^2 \rho \frac{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}{1 - \mu} \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

E_d é o módulo de elasticidade dinâmico, expresso em megapascal (MPa);

v é a viscosidade de propagação da onda ultrassônica, expressa em milímetros por micro segundos (mm/ μ s);

ρ é a densidade de massa aparente do corpo de prova, expressa em quilogramas por metro cúbico (kg/m³);

μ é o coeficiente de Poisson. Adota-se nesta equação o valor 0,2.

Para a densidade de cada CP, foi utilizada a relação massa sobre volume, onde a massa foi encontrada com o auxílio de uma balança e o volume foi calculado a partir da medição dos lados do corpo de prova.

3.5.2 Tração na flexão

O ensaio de tração na flexão é um ensaio destrutivo, realizado para a caracterização mecânica do material. Durante o teste, é possível extrair algumas informações, como o módulo de elasticidade, que descreve a rigidez do material; a resistência à flexão, que indica a carga máxima suportada pela amostra antes da ruptura; a deformação na ruptura que quantifica a deformação do material antes da falha.

A realização do ensaio de tração na flexão seguiu as especificações da norma ABNT NBR 13279:2005. Para estes fins, foi utilizado a prensa EMIC, com aplicação de carga até a ruptura do CP.

As barras prismáticas foram submetidas ao ensaio de flexão, com a aplicação de uma carga concentrada no centro da barra, que estava apoiada em ambos os lados com um vão de 10 cm, como mostrado na Figura 11.

Figura 11 - Tração na flexão

Fonte: Autoria própria (2023)

3.5.3 Resistência à compressão

De acordo com Vieira Filho (2007), a avaliação da qualidade de materiais cimentícios é predominantemente realizada por meio da análise de sua resistência mecânica, com enfoque na avaliação da resistência à compressão, que é um indicador da capacidade do material em suportar cargas. A resistência à compressão qualifica o material mecanicamente e possibilita a detecção de modificações na uniformidade e natureza dos materiais (PALACIOS, 2012).

O ensaio de resistência à compressão foi realizado de acordo com a norma ABNT NBR 13279:2005. Duas pastilhas metálicas foram posicionadas, uma acima e outra abaixo do material, para a aplicação da carga axial na prensa hidráulica EMIC, como ilustrado na Figura 12. O procedimento foi realizado com as duas seções de barra previamente rompidas no ensaio de tração na flexão.

Figura 12 - Ensaio de resistência à compressão



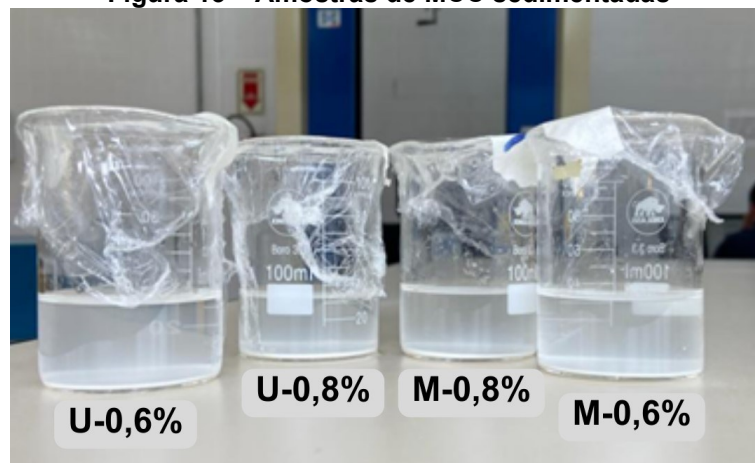
Fonte: Autoria própria (2023)

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Análise da dispersão de MCC

A MCC foi dispersa em água e as amostras foram deixadas em repouso para a análise da homogeneidade da solução aquosa. A partir deste experimento, constatou-se que, em todas as amostras, a microcelulose cristalina sedimentou de maneira uniforme após um período de repouso de 2 horas. Em outras palavras, tanto o método de dispersão quanto o fator de MCC não influenciaram no tempo em que a solução permaneceu dispersa. A Figura 13 ilustra as amostras após o período de 2 horas.

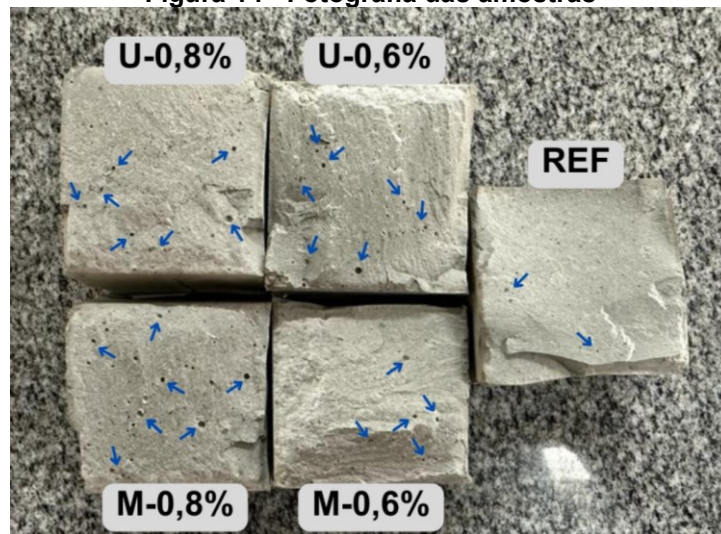
Figura 13 – Amostras de MCC sedimentadas



Fonte: Autoria própria (2023)

Após a realização de ensaios destrutivos no 28º dia de cura, uma imagem do interior das amostras foi capturada, como representado na Figura 14. Essa esquematização tem como objetivo a análise das características do índice de vazios, visando a comparação entre os métodos de agitação utilizados. As flechas em azul na imagem indicam a ocorrência de vazios visualmente identificáveis.

Figura 14 - Fotografia das amostras



Fonte: Autoria própria (2023)

O índice de vazios da amostra de referência é consideravelmente menor quando comparado às amostras com adição de microcelulose cristalina, o que pode indicar que o alto teor de microcelulose cristalina promoveu um aumento da porosidade do material. É possível destacar que a amostra M – 0,8% apresentou aumento de espaços vazios em comparação com as demais adições e métodos de dispersão, indicando a saturação da dispersão da MCC por agitação mecânica magnética.

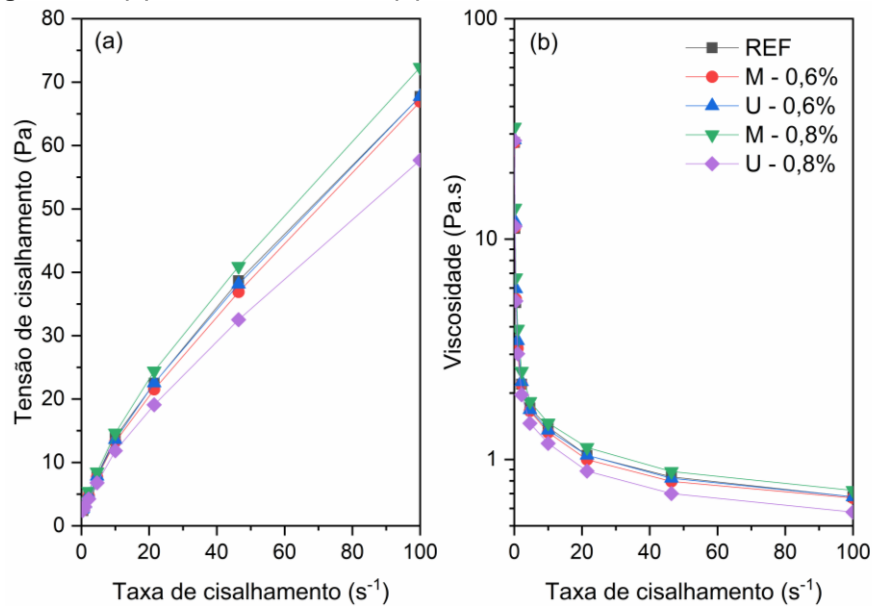
Parveen *et al.* (2017) também afirma que a adição de microcelulose cristalina influencia significativamente na porosidade dos compósitos cimentícios, a presença dos aglomerados de MCC aumenta ligeiramente a porosidade. A pesquisa de Silva (2017) apontou que conforme há o aumento das taxas de microcelulose cristalina nos compósitos cimentícios, maiores são os índices de vazios obtidos.

O estudo de Souza *et al.* (2022), aponta que as pastas de cimento reforçadas com MCC possuem maior número de poros visíveis, porém, quando submetidas ao processo de ultrassom, o número relativo de poros grandes diminui e dos pequenos aumenta. Esse efeito indica que uma dispersão eficiente foi alcançada pela distribuição mais uniforme das partículas de microcelulose cristalina dentro da matriz e pela redução de aglomeração.

4.2 Reometria rotacional

A Figura 15a apresenta as curvas de fluxo, enquanto a Figura 15b representa as curvas de viscosidade vs. taxa de cisalhamento das pastas cimentícias com a incorporação de microcelulose cristalina com diferentes tipos de dispersão.

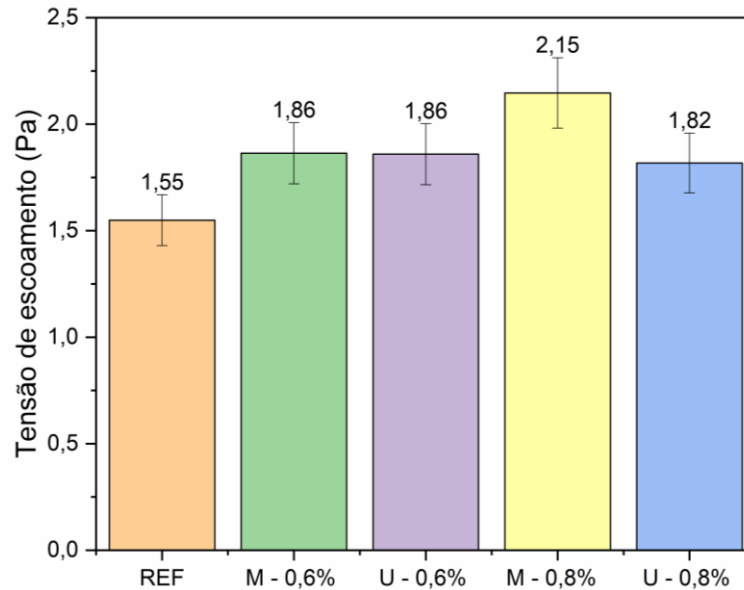
Figura 15 - (a) Curvas de fluxo e (b) Viscosidade vs. Taxa de cisalhamento



Fonte: Autoria própria (2023)

Destaca-se que todas as pastas de cimento avaliadas apresentaram o mesmo perfil de curva de fluxo, ou seja, um comportamento pseudoplástico (redução da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento aplicada). Desta forma, verifica-se que a incorporação da microcelulose cristalina não alterou o perfil de comportamento reológico das pastas. Contudo, de maneira geral, as adições de microcelulose cristalinas, independentemente do método de dispersão empregado, ocasionaram aumentos nos valores de tensão de cisalhamento e viscosidade das pastas em relação à mistura de referência. A mesma tendência se manteve para os valores de tensão de escoamento, conforme mostrado na Figura 16.

Figura 16 - Tensão de Escoamento das pastas de cimento com adição de microcelulose. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão. O valor do desvio padrão foi estimado com base no trabalho de Haist et al. (2020)



Fonte: Autoria própria (2023)

Quando comparados com a amostra de referência, as amostras com adição de microcelulose cristalina exibiram um aumento entre 17% (amostra U – 0,8%) e 39% (amostra M – 0,8%), estes resultados indicam que a incorporação de microcelulose cristalina pode resultar na redução da fluidez das pastas cimentícias. O aumento da tensão de escoamento com a incorporação de microcelulose cristalina pode ser decorrente do comportamento hidrofílico do material, que tende a absorver a água da mistura, bem como a forma de incorporação do mesmo, que foi realizada em adição à massa de cimento, reduzindo o espaço disponível entre as partículas e, desta forma, aumentando a probabilidade de colisão entre as mesmas, o que tem impacto direto na redução da fluidez dos materiais cimentícios (IZQUIERDO, 2011). Além disso, a tendência de aglomeração do material pode ocasionar o aprisionamento da água de mistura nos aglomerados, reduzindo a quantidade de água disponível para lubrificar o sistema.

No que diz respeito às amostras com a adição de 0,6% de MCC, a variação do método agitação não apresentou diferença significativa na tensão de escoamento do material. Isso mostra que o tipo de dispersão não influenciou no comportamento reológico das adições com 0,6%. No entanto, para as amostras com 0,8% de microcelulose cristalina, o método de agitação magnética revelou um aumento de 18% na tensão de escoamento em relação ao agitador ultrassônico, indicando que o método de dispersão influencia no comportamento reológico para adições com 0,8%.

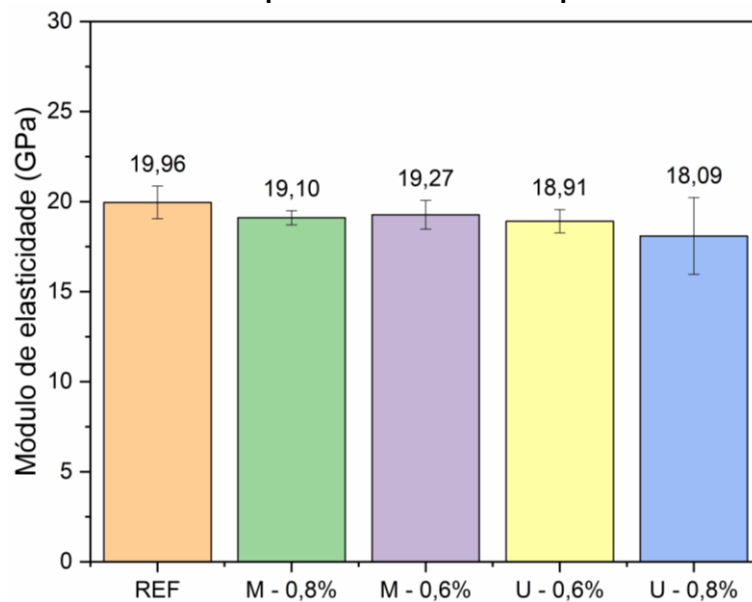
Estes resultados podem sugerir que o teor de microcelulose cristalina de 0,8% pode ser excessivo considerando a dispersão via agitação magnética aplicada neste estudo. Isto posto, sugere-se a avaliação de tempos maiores de agitação magnética para este teor de microcelulose em estudos futuros sobre o tema.

4.3 Módulo de elasticidade dinâmico

A

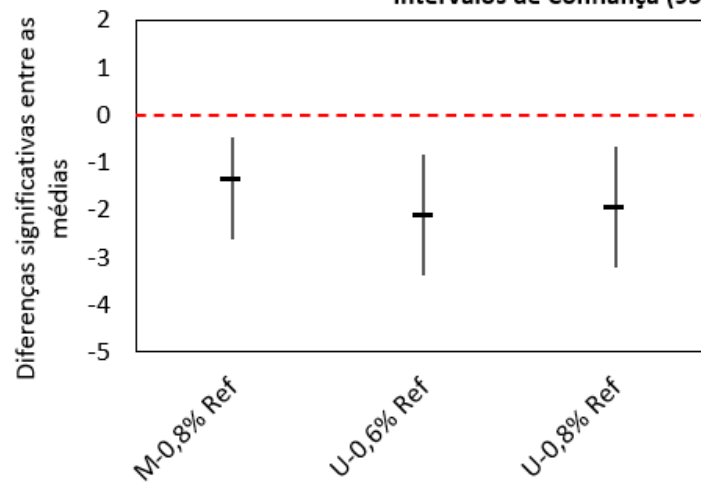
Figura 17 apresenta o módulo de elasticidade dinâmica das amostras após 28 dias de hidratação. Foi utilizado a análise de variância (ANOVA), com intervalo de confiança de 95%, e o teste de Tukey de comparação múltipla entre grupos para verificar a existência de diferença estatística entre os tratamentos. Esta análise referente ao módulo de elasticidade está apresentada na Figura 18.

Figura 17 - Módulo de elasticidade dinâmica das pastas cimentícias aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão



Fonte: Autoria própria (2023)

Figura 18 - Diferença entre as médias significativas - Módulo
Intervalos de Confiança (95%)



Fonte: Autoria própria (2023)

Todas as amostras com adição de microcelulose cristalina apresentaram valores médios do módulo de elasticidade dinâmico ligeiramente inferiores em comparação com a referência, registrando uma redução que variou entre 4% e 10%. No entanto, a amostra M – 0,6%, apresentou uma redução não significativa ao nível de 95% quando comparada com a referência.

Os teores de 0,6% e 0,8%, apresentaram módulo de elasticidade maior ao serem dispersados por agitação magnética, de 2% e 5%, respectivamente, ou seja, o tipo de agitação influenciou no módulo dos dois teores.

Os coeficientes de variação são obtidos através da relação entre o desvio padrão e a média dos resultados. A partir da classificação de Gomes (1985), são considerados como baixos quando inferiores a 10%, médios entre 10% e 20%, altos entre 20% e 30% e muito altos se superiores a 30%. Na Tabela 5 são mostrados os coeficientes de variação do módulo de elasticidade de cada amostra.

Tabela 5 - Coeficiente de Variação - Módulo

Amostra	Módulo de elasticidade (GPa)	Coef. De Variação (%)
REF	19,96	4,53
M - 0,8%	19,10	2,07
M - 0,6%	19,27	4,11
U - 0,6%	18,91	3,42
U - 0,8%	18,09	11,73

Fonte: Autoria própria (2023)

A amostra U – 0,8% apresentou a maior variação e menor módulo ao comparar com os demais tratamentos, o que indica a falta de homogeneização do

material, indicando que o tipo de agitação tem influência nas propriedades mecânicas do módulo de elasticidade para incorporação de microcelulose cristalina em 0,8% em sistemas cimentícios.

Em contrapartida, os resultados do módulo de elasticidade da pesquisa de Souza *et al.* (2022) apresentaram melhoria no módulo quando a microcelulose cristalina é adicionada à pasta cimentícia. O que pode ser justificado ao baixo teor de 0,05% e 0,5% de MCC.

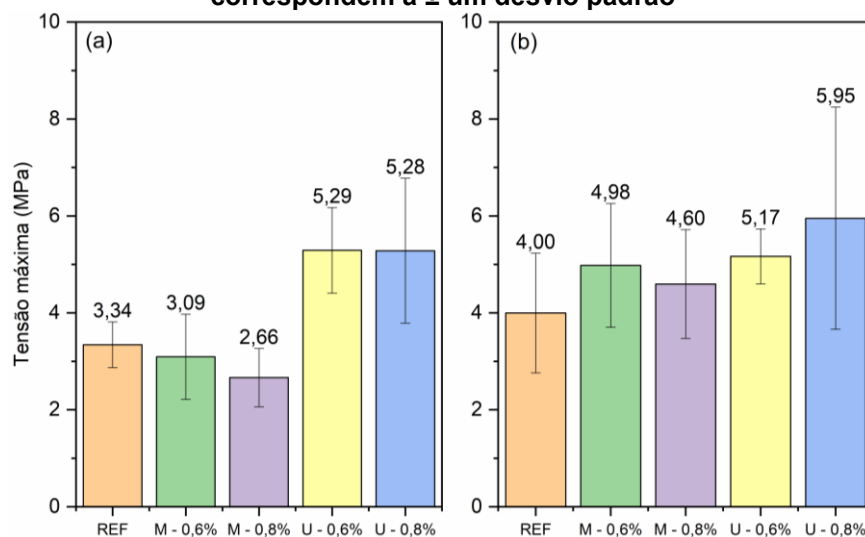
4.4 Tração na flexão

A

Figura 19a mostra os valores de resistência à tração na flexão das pastas cimentícias com a incorporação de dois teores de microcelulose cristalina e diferentes métodos de agitação aos 14 dias, enquanto a

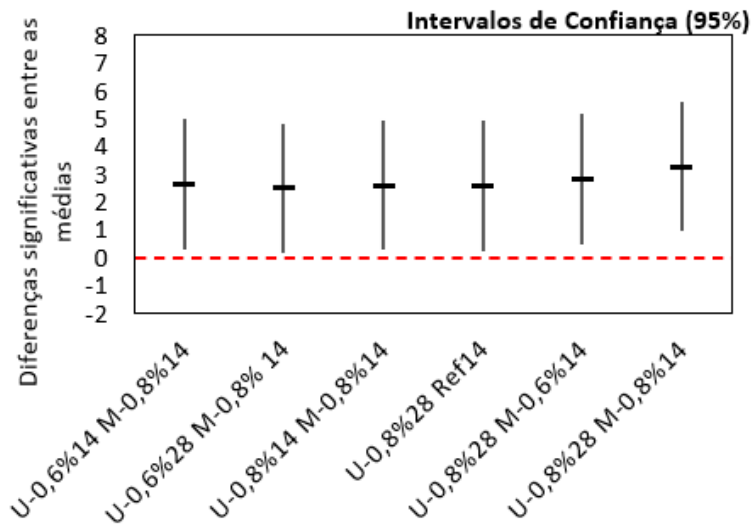
Figura 19b representa esses valores aos 28 dias de hidratação. A Figura 20 representa as diferenças entre as médias significativas, determinadas por meio da análise de variância (ANOVA), em intervalos de confiança de 95%.

Figura 19 - (a) Resistência à tração na flexão aos 14 dias e (b) aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão



Fonte: Autoria própria (2023)

Figura 20 - Diferenças entre as médias significativas – Tração na flexão



Fonte: Autoria própria (2023)

Os resultados indicam que, aos 28 dias de cura, todas as amostras apresentaram um aumento na resistência, variando de 15% a 49%, em relação à mistura de referência. Em contrapartida, aos 14 dias de hidratação, a amostra M – 0,8% apresentou uma redução de 20% na tensão em comparação com a referência.

No que diz respeito às dispersões, nas amostras com o teor de 0,6% de MCC, a agitação ultrassônica resultou em um aumento na resistência à tração na flexão ao comparar com a agitação magnética, de 71% aos 14 dias e 4% aos 28 dias de hidratação, embora esse aumento não foi sensível ao nível de 95%. Da mesma forma, aos 28 dias, o teor de 0,8% de MCC disperso por agitação ultrassônica apresentou um aumento não significativo de 30% ao comparar o método de agitação magnético.

Já aos 14 dias, o teor de 0,8% disperso por agitação ultrassônica acarretou em um aumento significativo de 98% ao comparar com a agitação magnética, o que indica que a agitação ultrassônica traz melhorias na dispersão das micro celuloses.

A amostra M – 0,8% apresentou a menor resistência em ambas as idades de hidratação, ao comparar com a amostra M - 0,6%, o que indica a saturação do método de dispersão magnético em teores mais altos. Estes resultados estão de acordo com o aumento da tensão de escoamento observada para essa composição (ver seção 4.2), também sugerindo problemas de dispersão para a combinação deste teor de 0,8% e método de dispersão via agitação magnética.

Silva (2017) analisou o efeito da microcelulose cristalina dispersa por agitação magnética, em sistemas cimentícios. Seus resultados demonstraram um aumento progressivo na resistência à tração na flexão, partindo da referência até a adição de

0,6% de MCC, que foi onde se registrou o pico máximo de resistência, de 7,67 MPa, 20% maior do que a resistência apresentada pela referência. A partir da adição de 0,8% de MCC verificou-se que a resistência reduziu, no entanto, ainda apresenta resistência mais elevada que a referência. Estes resultados estão em consonância com as pesquisas de Moraes *et al.* (2018) e Souza *et al.* (2022).

Silva *et al.* (2018) confirma em suas pesquisas que a resistência à flexão melhorou significativamente com o reforço de MCC, onde a melhoria máxima da resistência de 20,4% foi alcançada usando 0,6% de microcelulose cristalina, já e em teores maiores, a resistência tende a diminuir. Isto posto, os resultados obtidos nesta pesquisa e nos estudos reportados na literatura existente sugerem que o teor ótimo de microcelulose cristalina também está condicionado ao método de dispersão empregado, sendo este um parâmetro importante e significativo no que tange à dispersão e, conseqüentemente, efeito nas propriedades no estado fresco e endurecido de matrizes cimentícias.

A Tabela 6 apresenta o coeficiente de variação da tensão máxima de cada amostra estudada. Os valores em destaque apresentam as maiores variações.

Tabela 6 - Coeficiente de variação - Tensão de flexão		
14 DIAS		
Amostra	Tensão Máxima (MPa)	Coef. De Variação (%)
REF	3,34	14,12
M - 0,6%	3,09	28,30
M - 0,8%	2,66	22,57
U - 0,6%	5,29	16,68
U - 0,8%	5,28	28,31
28 DIAS		
Amostra	Tensão Máxima (MPa)	Coef. De Variação (%)
REF	4,00	30,86
M - 0,6%	4,98	25,66
M - 0,8%	4,60	24,44
U - 0,6%	5,17	10,94
U - 0,8%	5,95	38,51

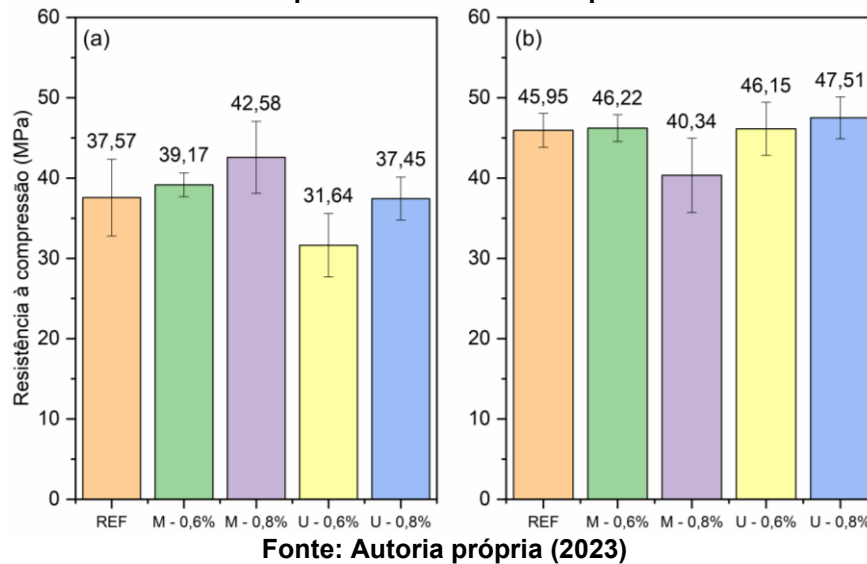
Fonte: Autoria própria (2023)

Assim como no módulo de elasticidade, a amostra U – 0,8% apresentou o maior coeficiente de variação em ambas as idades de hidratação, indicando que essas amostras não tiveram homogeneidade em sistemas cimentícios e conseqüentemente o método de dispersão ultrassônica não foi eficaz para 0,8% na resistência à tração na flexão.

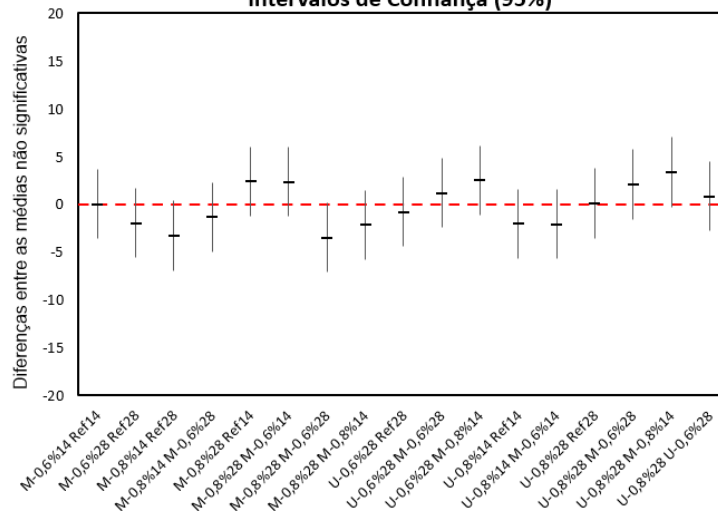
4.5 Resistência à compressão

Na Figura 21a são apresentados os valores de resistência à compressão, das pastas de cimento com 14 dias de cura, já na Figura 21b, aos 28 dias. Para uma melhor análise, a Figura 22 exhibe a diferença entre as médias não significativas.

Figura 21 - (a) Resistência à compressão aos 14 dias e (b) aos 28 dias. As barras de erro correspondem a \pm um desvio padrão



**Figura 22 - Diferença entre as médias não significativas
Intervalos de Confiança (95%)**



Com base na análise estatística a amostra U – 0,6% aos 28 dias de hidratação apresentou aumento significativo de 46% ao comparar com a mesma amostra aos 14 dias de cura. O mesmo ocorre com a amostra U – 0,8%, que apresenta um aumento de 27%. Desta forma, o método de agitação ultrassônica apresentou um aumento na evolução da hidratação na resistência à compressão.

Ao comparar as agitações, a agitação magnética apresenta resultados melhores quando se compara com a agitação ultrassônica em ambos os teores aos 14 dias. No teor de 0,6%, a agitação magnética apresentou um aumento de 24% em relação a agitação ultrassônica, e no teor de 0,8%, houve um aumento de 14%. Podendo concluir que a agitação magnética apresentou melhoria em relação a agitação ultrassônica.

Já aos 28 dias, o método de agitação ultrassônico apresentou melhores resultados no teor de 0,8%, com um aumento de 18% ao comparar com a dispersão magnética.

Foi possível verificar um aumento da resistência mecânica à medida que aumenta o teor de microcelulose cristalina de 0,6% para 0,8%, aos 14 dias, nas amostras referentes a agitação magnética o aumento foi de 9% e nas amostras dispersas por agitação ultrassônica, de 18%. Contudo, para os 28 dias de idade, esse aumento só é verificado para a agitação ultrassônico, referente a 3%.

Em oposição aos resultados obtidos, na pesquisa de Souza *et al.* (2022), o método de agitação ultrassônica resultou em um aumento na resistência de compressão de 5% ao comparar com a referência, o que indica o reflexo da eficiência do método em quebrar as aglomerações de microcelulose cristalina.

De acordo com Parveen *et al.* (2017) e Silva *et al.* (2018) ao aumento da aglomeração de microcelulose cristalina acarreta a redução da resistência à compressão. Isto pode ser explicado pelo caráter hidrofílico da MCC, que absorve uma maior quantidade de água e leva a uma redução da hidratação do cimento, tornando o material mais seco, mais poroso, com maior número de vazios e com menor resistência (Izquierdo, 2011).

A Tabela 7 apresenta o coeficiente de variação das amostras analisadas na resistência à compressão.

Tabela 7 - Coeficiente de variação - Compressão

14 DIAS		
Amostra	Resistência à Compressão (MPa)	Coef. De Variação (%)
REF	37,57	16,37
M - 0,6%	39,17	18,04
M - 0,8%	42,58	10,51
U - 0,6%	31,64	12,46
U - 0,8%	37,45	18,85
28 DIAS		
Amostra	Resistência à Compressão (MPa)	Coef. De Variação (%)
REF	45,95	32,59
M - 0,6%	46,22	29,24
M - 0,8%	40,34	40,79
U - 0,6%	46,15	36,06
U - 0,8%	47,51	10,15

Fonte: Autoria própria (2023)

O coeficiente de variação da amostra U – 0,8% aos 28 dias de cura apresentou o menor coeficiente de variação em comparação com as demais amostras. Além disso, aos 14 dias de cura, todas as amostras apresentaram o coeficiente de variação médio, ou seja, entre 10% e 20%.

A amostra M – 0,8% possui a maior variação de resultados da compressão, o que indica que maiores quantidade de MCC não podem ser dispersas com eficiência.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho o buscou comparar os métodos de dispersão da microcelulose cristalina em pastas cimentícias por meio de ensaios no estado fresco e endurecido.

A análise de estabilidade das dispersões ao longo do tempo indicou que as composições avaliadas permaneceram homogêneas por um período de 2 horas, de forma que nem o método de dispersão e nem o teor de microcelulose cristalina influenciaram na sedimentação do material no período avaliado.

Em relação aos poros presentes nos corpos de prova após os 28 dias de cura, a adição de microcelulose cristalina acarreta em maior número de poros. O método de agitação ultrassônica apresenta melhor dispersão e conseqüentemente redução no tamanho dos poros, porém o método de agitação magnética aumentou o tamanho dos poros, principalmente no teor de 0,8%, que indica a saturação do método.

O comportamento reológico analisado através do ensaio de reometria rotacional indicou que a incorporação da microcelulose cristalina reduz a fluidez das pastas cimentícias. Referente as agitações, as amostras com o teor de 0,8% de MCC apresentaram maior tensão de escoamento com o método de agitação ultrassônico do que com o magnético. Já o teor de 0,6% não apresentou diferença significativa entre os métodos de dispersão.

Em relação ao ensaio de tração na flexão, as amostras com a incorporação de microcelulose cristalina apresentaram aumento na resistência. Em concordância com o ensaio anterior, o método de agitação ultrassônico acarretou em maiores resistências, ao comparar com a agitação magnética. O teor de 0,8% apresentou menores resistências quando comparado com o teor de 0,6%, essa redução se intensifica no método de agitação magnético, indicando a saturação no método.

A conclusão geral sobre o ensaio de módulo de elasticidade dinâmica se refere a redução do módulo nas amostras com a incorporação de microcelulose cristalina. O método de agitação influenciou nos dois teores, onde a agitação magnética apresentou melhores resultados.

Vale ressaltar que no módulo de elasticidade e na tração na flexão, a amostra com 0,8% de MCC dispersa por agitação ultrassônica apresentou a maior variação, ou seja, a dispersão não foi efetiva.

O ensaio de resistência à compressão apresentou resultados parecidos com o módulo de elasticidade, onde a agitação magnética resultou em melhores

resultados, porém, o método de agitação ultrassônica mostrou maior aumento da resistência com a evolução de hidratação. O teor de 0,8% de microcelulose cristalina apresentou menores resultados ao comparar com o menor teor.

A pesquisa, portanto, indica que o método de dispersão influencia diretamente nos resultados obtidos, no geral, a agitação ultrassônica apresenta melhores resultados para teores de microcelulose superiores (0,8%), indicando a melhor dispersão. O teor de MCC também influencia na eficiência do material, pois quantidades mais altas podem saturar a dispersão, influenciando de forma negativa nas resistências. Assim, a proposta para trabalhos futuros seria a melhoria da dispersão por meios químicos, como a adição de surfactantes ou aditivos superplastificantes, pois uma adequada dispersão da microcelulose cristalina pode resultar em incrementos mais significativos no desempenho mecânico dos compósitos cimentícios. Como complemento, uma análise mais precisa da porosidade por porosímetria por intrusão de mercúrio.

REFERÊNCIAS

ABNT, NBR. 16541; Argamassa Industrializada para Assentamento de Paredes e Revestimentos de Paredes e Tetos: Preparo da Mistura para Realização de Ensaio. **Associação Brasileira de Normas Técnicas: Rio de Janeiro, Brazil, 2016.**

ALSHAGHEL, Ahmad et al. Effect of multiscale reinforcement on the mechanical properties and microstructure of microcrystalline cellulose-carbon nanotube reinforced cementitious composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 149, p. 122-134, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13279. **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos– Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão**, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15630: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos: determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultrassônica**. 2008.

AZEVEDO, Afonso et al. Rheology, hydration, and microstructure of portland cement pastes produced with ground açai fibers. **Applied Sciences**, v. 11, n. 7, p. 3036, 2021.

BETIOLI, Andrea Murillo et al. Caracterização reológica de pasta cimentícia: associação de técnicas complementares. **Ambiente Construído**, v. 9, p. 37-48, 2021.

COSTA, Ana Rita Damasceno; SILVA, Francisco Gabriel Santos; SILVA, Vanessa Silveira. ESTUDO DOS PERFIS DE SOLICITAÇÃO E VELOCIDADES DE ENSAIO NA AVALIAÇÃO REOLÓGICA POR REOMETRIA ROTACIONAL. **ENCONTRO NACIONAL DE TECNOLOGIA DO AMBIENTE CONSTRUÍDO**, v. 17, n. 1, p. 57-65, 2018.

DE SOUZA, Letícia Oliveira et al. Investigation of dispersion methodologies of microcrystalline and nano-fibrillated cellulose on cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 126, p. 104351, 2022.

DUFRESNE, Alain. Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. **Materials today**, v. 16, n. 6, p. 220-227, 2013.

GONG, Xiaoyi et al. Surfactant-assisted processing of carbon nanotube/polymer composites. **Chemistry of materials**, v. 12, n. 4, p. 1049-1052, 2000.

HAIST, Michael et al. Interlaboratory study on rheological properties of cement pastes and reference substances: comparability of measurements performed with different rheometers and measurement geometries. **Materials and Structures**, v. 53, p. 1-26, 2020.

HOPPE FILHO, J. et al. Evaluation of sample drying methods to determine the apparent porosity and estimation of degree of hydration of portland cement pastes. **Journal of Building Pathology and Rehabilitation**, v. 6, p. 1-11, 2021.

HOYOS, Catalina Gómez; CRISTIA, Emilien; VÁZQUEZ, Analía. Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based composites. **Materials & Design**, v. 51, p. 810-818, 2013.

HUANG, Yan Yan; TARENTJEV, Eugene M. Dispersion of carbon nanotubes: mixing, sonication, stabilization, and composite properties. **Polymers**, v. 4, n. 1, p. 275-295, 2012.

IZQUIERDO, Indara Soto. **Uso de fibra natural de sisal em blocos de concreto para alvenaria estrutural**. 2011. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

JIANG, S.; SHAN, B.; OUYANG, J.; ZHANG, W.; YU, X.; LI, P.; HAN, B. Rheological properties of cementitious composites with nano/fiber fillers. **Construction and Building Materials**, v. 158, p. 786 – 800, 2018.

JONES, R., The Ultrasonic Testing of Concrete, **Ultrasonics**, [s.1.], v.1, n.2, p.78-82, 1963.

KELM, Tamile et al. ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DO CP V-ARI EM UMA DOSAGEM DE CONCRETO: RESISTÊNCIA E TRABALHABILIDADE. **Salão do Conhecimento**, 2011.

LISBOA, Pamela Sander Alves et al. The influence of microcrystalline cellulose on cement pastes early hydration modulus of rupture. **Materials Chemistry and Physics**, v. 270, p. 124769, 2021.

LONG, Wu-Jian et al. Rheology and buildability of sustainable cement-based composites containing micro-crystalline cellulose for 3D-printing. **Journal of Cleaner Production**, v. 239, p. 118054, 2019.

LORENZI, A. **Aplicação de redes neurais artificiais para estimativa da resistência à compressão do concreto a partir da velocidade de propagação de pulso ultrassônico**. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

MANCUZO, Veronica Liss Carvalho; OGATA, Eric Costa. **Estudo do desempenho mecânico de compósitos de cimento-microcelulose**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

MORAES, Katherine Kaneda et al. Avaliação das propriedades mecânicas de compósitos de matriz cimentícia com microcelulose cristalina. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 23, 2018.

PALACIOS, Maria del Pilar Guzman. **Emprego de ensaios não destrutivos e de extração de testemunhos na avaliação da resistência à compressão do concreto**. 2012. 165 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 2012. Cap. 5.

PARVEEN, Shama et al. A novel approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with enhanced microstructure and mechanical performance. **Cement and Concrete Composites**, v. 78, p. 146-161, 2017.

PARVEEN, Shama et al. Microstructure and mechanical properties of carbon nanotube reinforced cementitious composites developed using a novel dispersion technique. **Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 215-227, 2015.

PARVEEN, Shama et al. Ultrasonic dispersion of micro crystalline cellulose for developing cementitious composites with excellent strength and stiffness. **Industrial Crops and Products**, v. 122, p. 156-165, 2018.

PIMENTEL-GOMES, F. **Curso de Estatística Experimental**. 12. ed. Piracicaba: Livraria Nobel, 1985. 467p.

REBOUILLAT, Serge; PLA, Fernand. State of the art manufacturing and engineering of nanocellulose: a review of available data and industrial applications. 2013.

SANTOS, Rodrigo Felipe et al. Nanofibrillated cellulose and its applications in cement-based composites: A review. **Construction and Building Materials**, v. 288, p. 123122, 2021.

SILVA, Livia et al. A facile approach of developing micro crystalline cellulose reinforced cementitious composites with improved microstructure and mechanical performance. **Powder Technology**, v. 338, p. 654-663, 2018.

SILVA, Livia Fernanda et al. **Estudo do efeito da microcelulose sobre o desempenho de materiais compósitos de matriz cimentícia**. 2017. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Maringá.

SILVA, Rosiany da Paixão. **Argamassas com adição de fibras de polipropileno-estudo do comportamento reológico e mecânico**. 2006. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SILVESTRO, Laura et al. Incorporação de nanotubos de carbono funcionalizados com silano em pastas de cimento Portland. 2022.

SILVESTRO, Laura; GLEIZE, Philippe Jean Paul. Effect of carbon nanotubes on compressive, flexural and tensile strengths of Portland cement-based materials: A

systematic literature review. **Construction and Building Materials**, v. 264, p. 120237, 2020.

SOUZA FILHO, Aloysio Gomes de. **Estudo da influência da utilização de celulose microcristalina (MCC) e fibras de sisal como reforço multiescala de compósitos cimentícios**. 2020.

SZAFRANIEC, Małgorzata et al. A Critical Review on Modification Methods of Cement Composites with Nanocellulose and Reaction Conditions during Nanocellulose Production. **Materials**, v. 15, n. 21, p. 7706, 2022.

VIEIRA FILHO, José Orlando. **Avaliação da resistência à compressão do concreto através de testemunhos extraídos: contribuição à e**. 2007. 2 v. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil, Departamento de Engenharia de Construção Civil, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007. Cap. 5.

WALLEVIK, Olafur H. et al. Avoiding inaccurate interpretations of rheological measurements for cement-based materials. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 100-109, 2015.

YORK, P. et al. Fracture mechanics of microcrystalline cellulose powders. **International journal of pharmaceutics**, v. 66, n. 1-3, p. 143-148, 1990.