ICAIC
International Conference for Academia and Industry Co-operation

20/11/2023 – 24/11/2023
São Luis - Maranhão - Brasil

IMMSEM
International Meeting in Materials Science and Engineering of Maranhão

INFLUÊNCIA DO INDICE DE CRISTALINIDADE NA FIBRA DE AÇAÍ COM O COMPATIBILIDADE DO CIMENTO

INFLUENCE OF CRYSTALLINITY INDEX IN AÇAÍ FIBER WITH CEMENT COMPATIBILITY

Ana C. N. Oliveira[1], Nayara L.R. Muniz[1], Graziela P. Freitas[2] e Antônio E. M. Paiva[1]

1 - Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais - PPGEM, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão (IFMA), São Luís, MA, Brasil.
2 – Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, PB.
caroline.neres@acad.ifma.edu.br

RESUMO

A utilização de fibras vegetais vem sendo investigado como reforço em materiais construtivos, o açaí é um fruto com bastante disponibilidade no estado do Maranhão. Esse artigo se limita em fazer o estudo das características físicas e químicas do açaí, visando uma relação entre o índice de cristalinidade e a compatibilidade entre o cimento e o açaí. Para realizar essa relação foram coletados caroços de açaí já descartados, em seguida foram lavados e secos em estuda a 90°C, logo em seguida foram triturados em moinho e separados por granulometria, em seguida foram feitos quatro tratamentos diferentes na fibra. Após o tratamento nas fibras foram analisados os índices de cristalinidade através da difração de raio x. Para a compatibilidade do cimento e fibra, foram utilizados os cimentos CPIV e CPV e testados com cada tratamento. Após os testes foi possível analisar que quanto menor o índice de cristalinidade da fibra, melhor será a compatibilidade do cimento com a fibra.

Palavras-chave: *compatibilidade, fibra de açaí, índice de cristalinidade, construção civil.*

ABSTRACT

The use of vegetable fibers has been investigated as reinforcement in construction materials, açaí is a fruit with enough availability in the state of Maranhaão. This article is limited to studying the physical and chemical characteristics of açaí, aiming at a relationship between the crystallinity index and the compatibility between cement and açaí. To perform this relationsship were collected already discarded açaí pits, then were washed and dried in study at 90ºC, then were crushed in a mill and separated by grain size, then were made four diferente treatments inthe fiber. After the treatment in the fibers, the crystallinity indexes were analyzed through x-ray diffraction. For the compatibility of cement and fiber the cements CP II, CP IV and CP V, were used and tested with each treatment. After the test it was possible to analyze that the lowe the crystallinity indez of the fiber, the better the compatibility of cement with the fiber.

Keywords: *compatibility, açaí fiber, crystallinity, construction.*

INTRODUÇÃO

As fibras vegetais são estudas para reforço ou insumo em materiais construtivos há bastante tempo, o interesse nas fibras vegetais é pelo fato de serem fontes de energia e biodegradáveis sendo possível encontrar em toda parte do Brasil, sendo geradas de forma natural ou como resíduo, sendo gerado por pequenos estabelecimentos, lixo orgânico ou indústrias. O açaí já é um fruto bastante consumido no Brasil todo, seu uso é utilizado para cosméticos, para área da saúde, para decoração, para adubo, e vem sendo estudada para uso de reforço construtivo.
O Maranhão é o terceiro maior produtor de açaí do Brasil segundo IBGE (2021) [1], com isso há uma geração de resíduo muito grande gerado por açaiterias locais espalhados por todo estado, o resíduo coletado para essa pesquisa foi na capital de São Luís.
A difração de raios-x (DRX) revela características únicas dos materiais cristalinos, como planos cristalinos e suas distâncias interplanares, bem como as densidades dos átomos ao longo de cada plano. Esses parâmetros geram um padrão difratométrico que permite a identificação do material por meio das posições angulares e intensidades relativas dos feixes difratados [2]. O índice de cristalinidade que representa a quantidade de celulose em estado cristalino, é um fator importante na determinação das propriedades mecânicas dos materiais lignocelulósico. Quanto mais cristalino o material, menos espaço vazio ele terá, o que indica maior densidade. O método desenvolvido por Segal et al. (1959) [3], é amplamente utilizado para medir o grau de cristalinidade de materiais lignocelulósico, esse método empírico utiliza técnicas de ajuste para medir a interferência no plano cristalino 0002 e espalhamento amorfo em 2θ = 18º.

MATERIAIS E MÉTODO

Materiais

Os materiais utilizados foram resíduos do açaí e cimento Portland CP IV – 32 e CP V ARI. A fibra de açaí foi escolhida por sua disponibilidade no estado do Maranhão e por ser uma fibra pouco estudada em compósitos cimentícios, assim ajuda a literatura apoiando o uso de fibras vegetais.

Métodos

Coleta e tratamento do resíduo do açaí

O resíduo foi obtido de vários estabelecimentos comerciais na cidade de São Luís-MA, após o despolpamento do fruto do açaí e descartado, o material foi lavado em água corrente, armazenado em saco plástico e seco a uma temperatura de 90ºC por 24 horas. Os resíduos serão processados em moinho de facas com intuito de separar as fibras superficiais das sementes. Em seguida, o material será peneirado com o auxílio de um agitador de peneiras, no qual será posicionada uma peneira de 4 mesh para retenção de sementes inteiras sobre uma peneira de 10 mesh para coleta de pedaços quebrados de sementes e, por baixo desta, será posicionada a base das peneiras (fundo sem abertura) para coleta das fibras, como é demonstrado na figura 1.



a.



b.

Figure 1: a. Resíduo do açaí descartado sem tratamento e b. Fibra de açaí após ser triturado.

Após a separação, as fibras passaram por quatro tratamentos, com o intuito de melhorar a interação da fibra com cimento. Os tratamentos foram:

1. Tratamentos térmicos: fibras mantidas em mufla a 200ºC por 20 min após a temperatura máxima ser atingida.
2. Fibra imersa em água fria por 24 horas: as fibras foram mantidas a uma temperatura de 21ºC posterior lavagem contínua até observação de água sem coloração.
3. Fibra imersa em água fervente: as fibras foram imersas em água fervente a 90ºC por 2 horas até atingir a temperatura posterior lavagem em água continua até observação da água sem coloração.
4. Tratamento alcalino: fibras imersas em solução de NaOH a 5% na proporção de 40g/600ml por 1 h sob agitação mecânica constante e temperatura de 80 °C. Ao final do as fibras foram constantemente lavadas até pH constante. Esse procedimento será realizado duas vezes, após o procedimento a fibra secou em estufa a 50ºC por 24 horas e peneirados com peneira 4 mesh.

Caracterização das fibras in natura e modificadas

As fibras foram analisadas por meio de difração de raios-X (DRX), para realizar a análise os difratogramas foram capturados em um difratômetro operando em 30 kv, 10 mA e radiação CuKa (λ = 1,54 Ă). As fibras serão compactadas nos sulcos de porta amostras de acrílico. O escaneamento foi realizado com ângulo de varredura variando entre 5º e 80 º. O índice de cristalinidade foi calculado a partir da intensidade máxima (I002) do pico localizado a 2θ = 22,6 obtida no pico de cristalinidade principal no difratogramas e intensidade mínima (Iam) localizada entre dois picos cristalinos a 2θ=16,5 e 2θ=22,6 pela equação 1 sugerida por Segal et al. (1959) [3].

$$Ic = \frac{(I002 - Iam)}{I002}\ x\ 100 \quad (1)$$

Compatibilidade entre cimento e fibras do açaí por meio da técnica de calorimetria

O aglomerante utilizado foi o cimento CP IV e CP V, contemplado pela norma NBR 5733 (ABNT, 1991) [4], onde a compatibilidade foi medida pela técnica de calorimetria.
Para a utilização dessa técnica foi utilizada uma caixa térmica de 60 L, 12 compartimento térmico isolados com PVC de 1 L, termopares e um sistema de aquisição de dados que será conectado a um microcomputador. Foram preparados 4 copos plásticos descartáveis de 80 ml medindo (5,5 x 5 cm) por análise contendo 80 g de cimento Portland, 7% g de fibra tratada e não tratadas. Para cada amostra foram adicionados 0,36 ml de água e misturados até sua homogeneização. Foram realizados a compatibilidade entre o cimento e fibra trada e não-tratada, para cada tipo de tratamento foram realizados 4 corpos de provas. Logo após um termopar foi inserido em cada copo plástico em contato com a mistura cimento-fibra-água, utilizado para a captura da temperatura e tempo da reação de hidratação por um tempo de 24 horas e intervalo de 15 segundos, esse teste foi feito para avaliar a influência que fibras tratadas e in natura na hidratação do cimento.
Após o ensaio de calorimetria foi calculado o índice de inibição segundo a metodologia preconizada por Hofstrand et al. (1984) [5], cuja fórmula é apresentada na equação (2) a seguir:

$$\mathrm{I}\ (\%) = \frac{(Tcim - Tm)}{Tcim}\ x\ \frac{Hm - Hcim}{Hcim}\ x\ \frac{Scim - Sm}{Scim} \tag{2}$$

Onde,
Tcim= Temperatura máxima da mistura cimento e água (°C);
Tm= Temperatura máxima da mistura cimento, água e fibra de açaí (°C);
Hcim= Tempo para atingir a temperatura máxima de hidratação do cimento na mistura cimento e água (h).
Scim= Variação máxima de temperatura da curva na mistura cimento/água (°C/h)
Sm= Variação máxima de temperatura da curva na mistura cimento/água/fibra (°C/h)

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O índice de cristalinidade da fibra de açaí indica o potencial da fibra como reforço no cimento. A fibra in natura apresenta um índice de cristalinidade de 15,53%, após o tratamento com água fervente a 90ºC o índice aumentou em 2,26%, o tratamento com fibra imersa em água fria por 24 horas teve comportamento semelhante com aumento de 1,71%, já a fibra mantida em mufla a 200ºC por 20 minutos diminui em 1,7% esse comportamento se deve a possível desgaste na fibra, comportamento que ocorre com fibras naturais após serem expostas a 200ºC (YOSOMIYA et al., 1989) [7]. A fibra com tratamento alcalino com solução NaOH a 5%, apresentou um aumento relevante em 9,26% fato que acontece devido a solução retirar parte do material amorfo, o que resulta a um aumento da cristalinidade, como mostra o gráfico 1. Todas as fibras tratadas foram comparadas com a fibra in natura, de acordo com os índices o melhor resultado são as fibras com tratamento alcalino. Os picos mostrados no gráfico após $2\theta = 40$ são referentes ao cadinho onde foram feitos os ensaios.

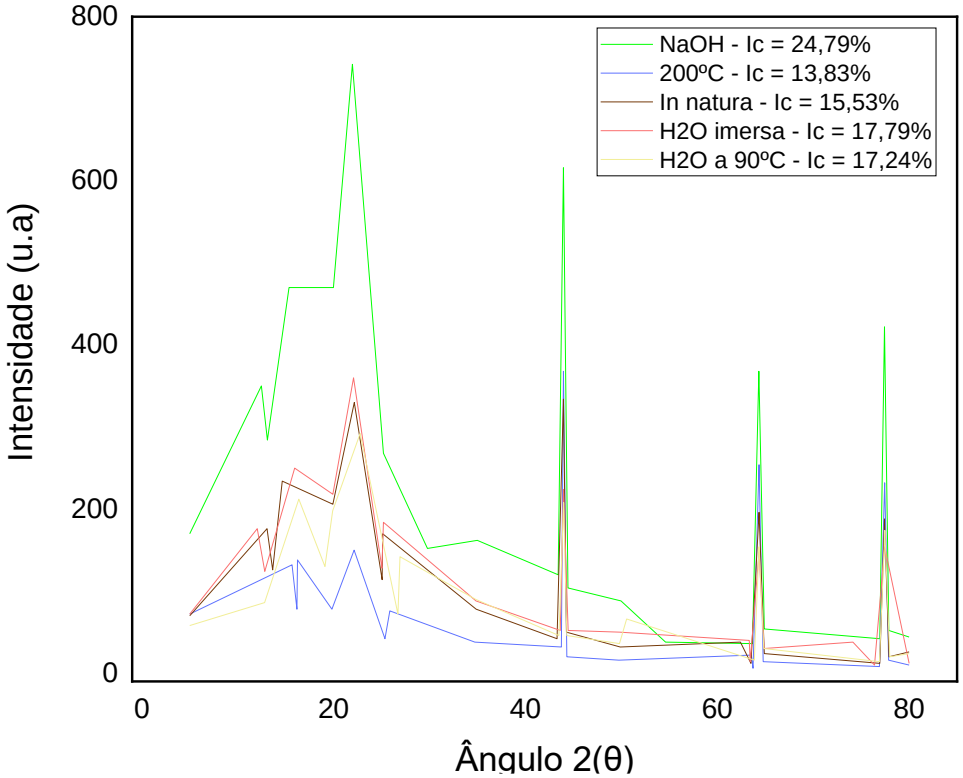


Gráfico 1: Difratogramas das fibras de açaí in natura e tratadas, Ic – índice de cristalinidade.

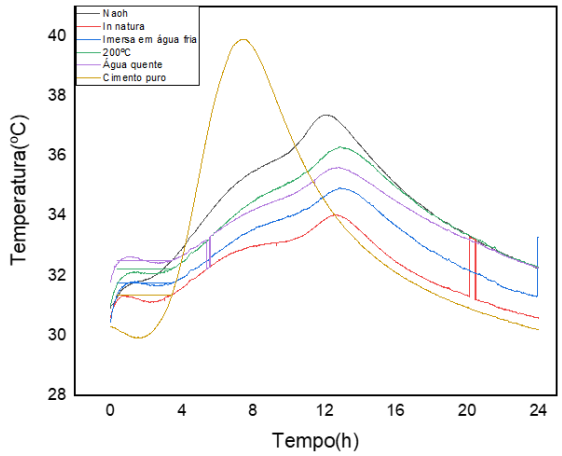


Gráfico 2: Curvas de calorimetria das fibras in natura e tratadas e cimento Portland CP IV – 32.

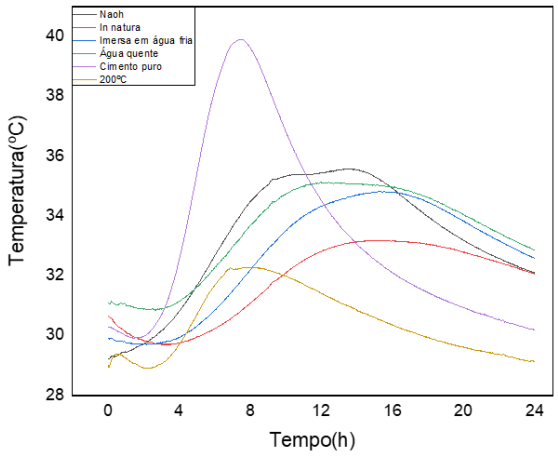


Gráfico 3: Curvas de calorimetria das fibras in natura e tratadas e cimento Portland CP V – ARI.

As fibras tratadas e in natura foram adicionadas ao cimento, formando uma pasta para analisar o calor de hidratação de cada uma, após análise dos gráficos 2 e 3 é possível perceber que os cimentos o quanto as fibras retardaram a hidratação do cimento. No cimento CP IV – 32 o tempo de retardo na hidratação do cimento para atingir temperatura máxima variou entre (11,99 e 12,99) horas, em relação ao tempo máximo de reação, as fibras tratadas comparadas a fibra in natura foram bem semelhantes. Em relação a temperatura máxima de reação o tratamento alcalino com NAOH a 5% foi o tratamento que teve maior temperatura com 37,36%. O cimento CP V – ARI obteve resultados semelhantes ao CP V – 32, com uma diferença na fibra tratada em mufla a 200 ºC, obteve um tempo máximo de hidratação de 9,01 horas, porém com uma temperatura de apenas 32,19 ºC obtendo a menor temperatura, como mostra a tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros das curvas de calorimetria.

	CP IV-32				CP V- ARI			
Tratamento	Tempo para T máx.(h)	T máx. (°C)	Variação máx.(°C/h)	Inibição de cura (%)	Tempo para T máx.(h)	T máx. (°C)	Variação máx.(°C/h)	Inibição de cura (%)
Cimento Puro	9,07	39,88	4,40		7,55	40,01	5,30	
Cimento/Fibra In natura	12,62	33,98	2,69	2,24%	15,15	33,18	2,19	10,08%
Cimento/Fibra a 200 (°C)	12,99	36,27	2,79	1,43%	9,01	32,19	3,57	2,23%
Cimento/Fibra água quente	12,63	35,61	2,82	1,51%	12	34,92	2,91	3,38%
Cimento/Fibra imersa em água fria	12,9	34,91	2,71	2,02%	15,08	34,79	2,31	7,35%
Cimento/Fibra tratamento alcalino	11,99	37,36	3,12	0,59%	13,52	35,57	2,63	4,42%

Todas as fibras apresentam baixa inibição em pastas CP IV e CP V, com inibição de cura > 10, entre todos os tratamentos o que apresentou melhor inibição de cura foi o tratamento alcalino com pasta CP IV-32 de 0,59%.

CONCLUSÕES

Após análise dos difratogramas, os índices de cristalinidade sobem em relação a fibra in natura com exceção do tratamento em mufla a 200ºC onde teve uma queda de 1,7%, sendo o tratamento alcalino o que representa aumento significativo do índice de cristalinidade. Após a análise de compatibilidade por meio da técnica de calorimetria, nota-se que a fibra de açaí apresenta baixa inibição em todas as pastas testadas, porém o tratamento alcalino na pasta CP IV, foi o que apresentou a menor inibição de cura.
Portanto de acordo com tratamentos realizados nas fibras de açaí em relação a fibra in natura, o melhor tratamento para reação de hidratação entre cimento/fibra é o tratamento alcalino NAOH a 5%.

REFERÊNCIAS

[1] IBGE-INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATISTICA. Inovações e impactos nos sistemas de informações estatísticas e geográficas do Brasil. Rio de Janeiro: IBGE,2021.
[2] R. Guinebretière, X ray Diffraction by Polycrystalline Materials. London: ISTE Ltd, 2007.
[3] SEGAL, LGJMA et al. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. Textile research journal, v. 29, n. 10, p. 786-794, 1959.
[4] ABNT. Cimento Portland de alta resistência inicial, NBR 5733. Rio deJaneiro, 1991.

[5] HOFSTRAND, A. D.; MOSLEMI, A. A.; GARCIA, Jose F. Curing characteristics of wood particles from nine northern Rocky Mountain species mixed with Portland cement. Forest products journal, v. 34, n. 2, p. 57-61, 1984.
[6] SOUZA, M.R. Durability of cement bonded particle board made conventionally and carbon dioxide injection. 1994. 123f. Tese (Doctor of Philosophy). University of Idaho, Idaho, 1994.
[7] NESPĚŠNÝ, Ondřej et al. Determination of material and elasticity constants of cement fibre boards to extend field of application. Construction and Building Materials, v. 306, p. 124821,2021.
[8] THAKKER, Alka Madhukar; SUN, Danmei. Ecological application of natural biomaterial on natural fibres. Cleaner Materials, v. 3, p. 100038, 2022.
[9] KLYUEV, Sergey et al. Phase formation of mortar using technogenic fibrous materials. Case Studies in Construction Materials, v. 16, p.e01099, 2022.
[10] DE AZEVEDO, Afonso RG et al. Possibilities for the application of agroindustrial wastes in cementious materials: A brief review of the Brazil perspective, Cleaner MAterials, v. 3 p. 100040,2022.
[11] NGAYAKAMO, Blasius; BELLO, Abdulhakeem; ONWUALU, Azikiwe Peter. Valorization of granite waste powder as a secondary flux material for sustainable production of ceramic tiles. **Cleaner Materials**, v. 4, p.100055, 2022.
[12] VITRONE, Federica et al.Binderless fiberboards for sustainable construction. Materials, production methods andapplications. Journal of Building Engineering, v. 44, p. 102625, 2021.