

**AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE ADITIVO BIOPOLIMÉRICO
EXTRAÍDO DO CACTO *OPUNTIA FICUS-INDICA* EM PASTAS E
MICROCONCRETOS DE CIMENTO PORTLAND**

GERALDO FÁBIO ALVES DE SOUZA

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

FACULDADE DE TECNOLOGIA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

**FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE ADITIVO BIOPOLIMÉRICO EXTRAÍDO
DO CACTO *OPUNTIA FICUS-INDICA* EM PASTAS E MICROCONCRETOS DE
CIMENTO PORTLAND**

GERALDO FÁBIO ALVES DE SOUZA

ORIENTADORA: Prof.^a VALDIRENE MARIA SILVA CAPUZZO, DSc

COORIENTADOR: Prof. FABRÍCIO MACHADO SILVA, DSc

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL

**PUBLICAÇÃO: E.DM – 1A/19
BRASÍLIA/DF: JANEIRO – 2019**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

**AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE ADITIVO BIOPOLIMÉRICO EXTRAÍDO
DO CACTO *OPUNTIA FICUS-INDICA* EM PASTAS E MICROCONCRETOS DE
CIMENTO PORTLAND**

GERALDO FÁBIO ALVES DE SOUZA

Dissertação submetida ao Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da Faculdade de Tecnologia da Universidade de Brasília como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de mestre em estruturas e construção civil.

APROVADA POR:

Prof.^a Valdirene Maria Silva Capuzzo, DSc. (PECC/UnB)
(Orientadora)

Prof. Fabricio Machado Silva, DSc. (IQ/UnB)
(Coorientador)

Prof. João Henrique da Silva Rêgo, DSc. (PECC/UnB)
(Examinador Interno)

Prof. Normando Barbosa Perazzo, DSc. (UFPB)
(Examinador Externo)

BRASÍLIA/DF, 29 DE JANEIRO DE 2019.

FICHA CATALOGRÁFICA

SOUZA, GERALDO FÁBIO ALVES DE

Avaliação da utilização de aditivo biopolimérico extraído do cacto *Opuntia ficus indica* em pastas e microconcretos de cimento Portland [Distrito Federal] 2019.

xvii, 108p., 210 x 297 mm (ENC/FT/UnB, Mestre, Estruturas e Construção Civil, 2019).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

1. Aditivo Biopolimérico

2. Aditivo natural

3. *Opuntia ficus-indica*

4. Cimento Portland

I. ENC/FT/UnB

II. Título (Mestre)

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

SOUZA, G. F. A. S. (2019). Avaliação da utilização de aditivo biopolimérico extraído do cacto *Opuntia ficus-indica* em pastas e microconcretos de cimento Portland, Publicação E.DM – 1A/19, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 125p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Geraldo Fábio Alves de Souza.

TÍTULO: Avaliação da utilização de aditivo biopolimérico extraído do cacto *Opuntia ficus-indica* em pastas e microconcretos de cimento Portland.

GRAU: Mestre

ANO: 2019

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Geraldo Fábio Alves de Souza
Sobradinho / Brasília – DF – Brasil
E-mail: fabiojf@gmail.com

À minha mãe, sempre dedicada e zelosa. Minhas irmãs, Claudia e Aline.

À minha família, especialmente Vó Rita e Vô Geraldo!

E aos Amigos e Companheiros dessa jornada!

AGRADECIMENTOS

A caminhada começa no primeiro passo! Difícil é precisar qual é o primeiro passo. Neste marco da caminhada acadêmica é fácil perceber que foram muitas as pessoas maravilhosas e generosas que cruzaram meu caminho, só tenho mesmo que agradecer.

Logo de cara a de ser reconhecer a importância do núcleo familiar. Mainha Dona Geralda, Aline, Claudia, Vó, Rodrigo, Ana, Alice, Ti@s e prim@s Afonso, Tonico, Zé, Dym, Eliane, Miguel, Cassio, Lia, Felipe, Julia, Wiliam, Camila, Cassia, Thiguaera, Leticia, Laura, Luiza, Gigi, enfim... Família Alves & Silva e seus desdobramentos. Gente pra chuchu!

Aos amigos, essenciais. De JF, da Universidade que me abriu as portas do conhecimento e expandiu a minha mente trago muitas lembranças e amigos sempre presentes. Do Circo, do Carnaval, das andanças, da Vida... Amigos de outrora, do presente e de sempre: Irmão Baleia, Carlos, Fernanda (ela vem chegando...), Alan, Fofão, Picacha, Bruno Cachaça, Marquin, Gutemberg, camarada Cássio, Thais, Ana, Lela, Pedrão e todo clã Oliveira Duarte! Antônio, Tuler, Ricardinho, Preá, Julio, Fabianny, Clarissa, Miguel, Miguel Mariano, Thales, Digo, Talita, Aline, Carlão, Sansão, Luiza, Baby, Mariana, Orlando, Caio, Bob Nelson, Nil, Gena, Jack, Junior, Pepe, Akiba, Lana, Claire, Mark, Lucas, Fernando, Fred, Marina, Olivia, Marcony, PH, Adans, Hermano, Geandra e mais um montão de gente bacana que me incentiva, me lapida e mostra que há motivos pra acreditar! Valeu, Galera!!!

Agradeço minha formação como Engenheiro Civil na Faculdade de Engenharia de Juiz de Fora! Quanta gente querida e essencial, profissionais, éticos, cidadãos, companheiros e mestres! Fui muito feliz na UFJF. Lembro os queridos e indispensáveis professores que me inspiram. Meu amigo e orientador Luiz Evaristo (com Z de Zoião), O Leal Fabiano Tosseti, Da boa prosa e do violão Mario Nalon. Muito obrigado a todos! Aos companheiros de trabalho. Agradecimento especial ao Marcelo e ao Gustavo. Salve Bento e Angélica! Na docência grandes amigos e experiencia! E seguimos aprendendo!

No PECC fui acolhido pela querida e sempre atenciosa Professora Valdirene, muito obrigado por tudo. Pela orientação e amparo na condução dos trabalhos e na escrita, mas também pelo apoio que sempre ultrapassou os limites da nossa pesquisa. As dicas e as trocas de experiência e o exemplo que seguem para toda vida. Obrigado de coração, minha Professora!

E nesse capítulo foram importantes os amigos e companheiros de combate no PECC. Sem dúvida imprescindíveis! Cada um ao seu modo, mais ou menos intensamente, agradeço a convivência e amizade. Listo com receio do esquecimento, mas não posso deixar de citar os companheiros que foram necessários. Na *Repartição*: Antonildo, Alexandre, Iarly, Mauricio, Thiarley, Renam (meu corretor, Muito Obrigado!), Pedro Thiago Mohamed, Cassia, Divino, Yuri, Carla, Patricia, Augusto do chá Pipi, Isabel, Gabriel, Wilson, Maria, Javier, Karine, Lulu, Renk, Nezin... enfim! Os colegas que ainda que poucas vezes proporcionaram momentos de descontração, debates, festas, polêmicas e tudo mais que fez da minha passagem pelo PECC uma história que vou gostar de lembrar! E claro! Os que estão por vir: Calebe e Jhonata (“#OCalaébão!”, Anota aí!). Aqui entra também o mestre da secretária: Valeu, Ricardão!

Na busca por um tema que preenchesse um pouco a ânsia de sair do lugar comum e tentar fazer algo para contribuir com a melhoria do nosso mundo, entre idas e vindas e muitos encontros, alguns inusitados, tive a felicidade de encontrar o Professor Jaime Almeida da FAU/UnB. Obrigado pelas conversas e pela proposta de trabalho com o Cacto.

Já que eu tinha um tema, precisava de material para tocar a pesquisa. E o Universo não tardou em revelar o mapa do tesouro da minha pesquisa. O achado num dia inesperado, por assim dizer, o Jardim do Sr. Jaime. Sempre generosamente proveu as cactáceas para desenvolver meu trabalho. Muito grato!

Na sequência, ele também se fez presente para dá o apoio que faltava! Professor Fabricio Machado IQ/UnB. Pessoa especial e generosa que prontamente acolheu nossa proposta e abriu as portas do seu laboratório sempre disposto a contribuir e ajudar no desenvolvimento do trabalho. Muito feliz pelo acolhimento e recepção de toda a equipe do LDPQ. Bons momentos que levo. Agradeço aos amigos queridos que tão bem me receberam Gabriel, Mari, Mr. Robson, Erislene, Alan, Thayse, Weslany, Menino Aruan, Professora Simone e todos os outros.

Diz o provérbio africano: *é preciso uma aldeia para educar uma criança*. Assim também é para formar um mestre! Obrigado aos Professores do programa pela troca, pelo aprendizado e pela disposição em construir um país e uma sociedade melhor com a dedicação à docência e a Universidade pública. Professor João Henrique (grande carinho por este que me recepcionou e me acompanhou até a banca!), Professora Eugenia, Professor Claudio, Professor Bauer, Professora Rosa e todos os outros professores do programa. Há que se

destacar que o plural e o contraditório são essenciais à vida acadêmica. Se não há o questionamento a ciência não avança, a vida não avança. E tudo é experiência!

E teve ele que veio certificar o trabalho! Agradecimento especial ao professor Normando Perazzo que sempre generosamente acolheu o pedido de participar da banca e contribuir para melhorar o trabalho. Pessoa especial que há muito milita na engenharia social! Obrigado por tudo, Professor!

Para conseguir concluir o trabalho muita gente contribuiu. Cedeu tempo e atenção. O que me mostra que a solidariedade e fraternidade é o caminho. Meus agradecimentos à Professora Yovanca, aos técnicos da CAIQ/UnB (especialmente ela, minha amiga querida, Lenine!!), Vilson Dalas UnB - Gana, Geraldo Manjeron USP, Professor Nilson Geologia-UnB, e também as técnicas Isabela e Iris. Ao pessoal do SG 12, cito o sempre sorridente Romário no comando do Xerox, *Seu Oswaldo* e *Seu Zé* na guarnição, as tias da limpeza e os técnicos do laboratório. Obrigado UnB, CAPES e CNPQ e todos que acreditam, lutam e constroem a Universidade Pública Gratuita e referenciada na qualidade.

Os meus vizinhos que sempre presentes para um papo ou uma comidinha quebrando a rotina e revigorava a mente. Obrigado, Marisa, Mariana, Juliana e Jesio.

Enfim, a todos aqueles que de uma maneira ou de outra contribuíram para que este percurso pudesse ser concluído, meu sincero e fraterno MUITO OBRIGADO! E continuemos a caminhada com o olhar no horizonte! Como diz Galeano: “A utopia está lá no horizonte. Me aproximo dois passos, ela se afasta dois passos. Caminho dez passos e o horizonte corre dez passos. Por mais que eu caminhe, jamais alcançarei. Para que serve a utopia? Serve para isso: para que eu não deixe de caminhar.”

O medo dá origem ao mal
O homem coletivo sente a necessidade de lutar
O orgulho, a arrogância, a glória
Enche a imaginação de domínio
São demônios os que destroem o poder
Bravio da humanidade

Ô Josué eu nunca vi tamanha desgraça
Quanto mais miséria tem, mais urubu ameaça

Peguei um balaio fui na feira roubar tomate e cebola
la passando uma véia e pegou a minha cenoura
"Aê minha véia deixa a cenoura aqui
Com a barriga vazia eu não consigo dormir"
E com o bucho mais cheio comecei a pensar
Que eu me organizando posso desorganizar
Que eu desorganizando posso me organizar
Que eu me desorganizando posso me organizar.

Chico Science

RESUMO

AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE ADITIVO BIOPOLIMÉRICO EXTRAÍDO DO CACTO *OPUNTIA FICUS-INDICA* EM PASTAS E MICROCONCRETOS DE CIMENTO PORTLAND

Autor: Geraldo Fábio Alves de Souza

Orientador: Valdirene Maria Silva Capuzzo, DSc

Coorientador: Fabricio Machado Silva, DSc

Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil

Brasília, janeiro 2019

Os biopolímeros são parte da história da humanidade, há indícios do uso desde 400 a.C.. Os primeiros registros como materiais de construção são de Vitruvius no séc. I a.C, que em seus manuscritos indicava o uso destes materiais em situações especiais. Nas Américas, os povos pré-colombianos utilizaram o cacto *Opuntia ficus indica*, a palma forrageira, na construção de pirâmides que ainda resistem. No cenário atual os biopolímeros estão em franca ascensão no mercado mundial, como alternativa aos polímeros da indústria petroquímica. Neste trabalho a mucilagem da palma forrageira, coletada no Distrito Federal, foi avaliada como aditivo biopolimérico para pastas e microconcretos de cimento Portland, utilizando metodologia de produção simplificada e acessível. A extração da mucilagem foi a frio por imersão em água (1:3) e a concentração de sólidos fixada em 0,45%. Foi realizada a caracterização do aditivo e avaliados os efeitos em pastas e microconcretos com diferentes teores de substituição (0%, 10%, 20%, 40% e 100%) da água de amassamento pelo aditivo. A dosagem variou de 0,02 a 0,2 % da massa de cimento. Nos microconcretos foram avaliadas a consistência, resistência compressão (1, 3, 7, 28 e 180 dias) e a absorção de água por imersão e por capilaridade. Nas pastas de cimento as análises foram feitas a partir da porosimetria por intrusão de mercúrio, difração de raios x, espectroscopia de infravermelho e análise termogravimétrica. As amostras aditivadas tiveram aumento da viscosidade e da tensão de escoamento, no estado fresco. No estado endurecido, aos 28 dias, não houveram alterações significativas na porosidade. Contudo, os traços aditivados tiveram ganho de resistência de até 17% em relação a referência. Aparentemente, o aditivo influencia na formação de carbonato de cálcio. Aos 180 dias não foram identificados efeitos prejudiciais gerados pelo aditivo e a dosagem de 0,02% (10% da água de amassamento) teve aumento de 9% da resistência à compressão simples.

Palavras chaves: Aditivo Biopolimérico, Biopolímero, *Opuntia ficus-indica*, Microconcreto

ABSTRACT

EVALUATION OF THE USE OF BIOPOLYMER ADMIXTURE EXTRACTED FROM CACTUS *OPUNTIA FICUS-INDICA* IN PORTLAND CEMENT PASTES AND MICROCONCRETES

Author: Geraldo Fábio Alves de Souza

Advisor: Valdirene Maria Silva Capuzzo, DSc

Coadvisor: Fabricio Machado Silva, DSc

Postgraduate Program in Structures and Civil Construction

Brasília, January 2019

Biopolymers are part of the history of humanity, there are indications of its use since 400 b.C. The earliest records as building materials are from Vitruvius in the century I a.C, who in his manuscripts indicated the use of these materials in special situations. In the Americas, pre-Columbian folks used the cactus *Opuntia ficus indica*, the forage palm, in the construction of pyramids that still resist. In the current scenario biopolymers are on the rise in the world market, as an alternative to polymers of petrochemical industry. In this work the forage palm mucilage, collected in the Federal District, was evaluated as a biopolymer additive for Portland cement pastes and microconcretes using a simplified and accessible production methodology. The extraction of the mucilage was cold by immersion in water (1:3) and the solids concentration set at 0.45%. It was carried out the characterization of the additive and evaluated the effects in pastes and microconcretes with different levels of substitution (0%, 10%, 20%, 40% and 100%) of the mixture water by the additive. The dosage ranged from 0.02 to 0.2% of the cement mass. In the microconcretes, the consistency, compressive strength (1, 3, 7, 28 and 180 days) and the absorption of water by immersion and by capillarity were evaluated. In the cement pastes the analysis were made from the porosimetry by mercury intrusion, x-ray diffraction, infrared spectroscopy and thermogravimetric analysis. The additive samples had an increase in viscosity and yield stress in the fresh state. In the hardened state, at 28 days, there were no significant changes in porosity. However, the additive traits had resistance gain of up to 17% relative to the reference. Apparently, the additive influences the formation of calcium carbonate. At 180 days no harmful effects from the additive were identified and the 0.02% (10% of the mixture water) dosage had a 9% increase in simple compressive strength.

Keywords: Biopolymer Admixture, Natural admixture, *Opuntia ficus-indica*, Cement Portland.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Modelo de desnaturação de proteínas (CHANDRA; AAVIK, 1987).....	12
Figura 2 - mecanismos de adsorção biopolímeros na hidratação do cimento (NGUYEN et al., 2014).....	12
Figura 3- Cacto <i>Opuntia ficus-indica</i>	14
Figura 4 – (a) Cladódios (fonte: autor) e (b) frutos do <i>Opuntia ficus-indica</i>	15
Figura 5 - Cochonilha do Carmim.	16
Figura 6 – Partículas da mucilagem em estado sólido (BOUAOUINE et al., 2018).....	22
Figura 7 – Estrutura típica dos tecidos das plantas (SMITH; PEYRATOUT, 2014).....	24
Figura 8 – Propostas de representação da pectina e suas cadeias (CANTERI <i>et al.</i> , 2012)	25
Figura 9 – Estrutura química da pectina, um dos principais constituintes da mucilagem MOFI e seus grupos funcionais	26
Figura 10 - Modelo caixa de ovo (SMITH; PEYRATOUT, 2014).....	27
Figura 11 – Teotihuacán – México. Fonte:	30
Figura 12 – Alterações na formação de cristais de Ca (OH) ₂ pela presença da mucilagem de cacto. (A) e (B) sem o uso do aditivo e (C) e (D) com o uso do aditivo (RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017).....	36
Figura 13 – Utilização de aditivos biopoliméricos como aditivos modificadores de viscosidade para concreto auto adensáveis. (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014).	40
Figura 14 – Organograma do procedimento experimental.....	50
Figura 15 - Estudo piloto para a otimização da extração da mucilagem do cacto OFI.	52
Figura 16 – Etapas da obtenção do aditivo MOFI.....	53
Figura 17– Processo de redução do aditivo MOFI a pó.....	56
Figura 18 - Ensaio de índice consistência – Flow table.....	61
Figura 19- preparação de amostra de pastas: (a) Preparação de amostra de pasta para o ensaio de porosimetria (b) Adequação das amostras no equipamento Politriz.....	64
Figura 20- Aspecto viscoso do Aditivo MOFI.....	67
Figura 21 – Espectro vibracional na região do infravermelho para as amostras do aditivo MOFI em pó, obtido pelos processos de evaporação e precipitação em álcool.	69
Figura 22 - Espectro UV-Vis para o aditivo MOFI.	71
Figura 23 – Difratograma de raios X da amostra do aditivo MOFI.	72
Figura 24 – Análise termogravimétrica do aditivo MOFI.	74
Figura 25 – Evolução da resistência à compressão simples do cimento CP V	75

Figura 26 - Curva Granulométrica – Agregado miúdo	76
Figura 27 – Determinação do índice de consistência para as amostras de microconcreto ..	77
Figura 28 – Resistência à compressão simples dos microconcretos.....	79
Figura 29 – Percentual da resistência final e ganho percentual por idade verificada.	80
Figura 30 – Ensaio de absorção de água por imersão.....	83
Figura 31 - Ensaio de absorção de água por capilaridade – Absorção de água e altura de ascensão capilar.	84
Figura 32 - Ensaio de absorção de água por capilaridade - Corpos de prova rompidos a tração por compressão diametral para visualizar a altura de ascensão capilar.	85
Figura 33 – Porosimetria por intrusão de mercúrio nas pastas estudadas – distribuição de poros.....	87
Figura 34 - Volume acumulado de poros nas amostras	87
Figura 35 – difratogramas de raios x para as pastas – 28 dias de idade	90
Figura 36 – Espectro vibracional na região do infravermelho das pastas de cimento.....	91
Figura 37 Curva TG para as pastas com variação do aditivo MOFI;	93
Figura 38 – DTG Pastas de cimento.	94
Figura 39 – Composição das pastas x Resistência à compressão (28 dias) dos microconcretos.....	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química dos cladódios do OFI.....	18
Tabela 2 – Elementos químicos presentes nos cladódios do OFI.....	19
Tabela 3 – Composição da mucilagem do cacto OFI.	21
Tabela 4 - Ocorrências de compostos em análises de DRX.....	23
Tabela 5 – Trabalhos sobre o uso do OFI como aditivo para materiais cimentícios.....	44
Tabela 6 Variáveis dependentes e independentes.....	51
Tabela 7 Ensaio de caracterização do aglomerante – CPV – ARI.....	59
Tabela 8 - Ensaio de caracterização dos agregados.	59
Tabela 9 - Composição dos traços dos microconcretos estudados.....	60
Tabela 10– Sequência de mistura dos microconcretos.....	60
Tabela 11 – Traços das pastas estudadas	62
Tabela 12 - Sequência de mistura das pastas.....	62
Tabela 13 - Valores de pH para a mucilagem do cacto <i>Opuntia</i>	67
Tabela 14- Principais bandas de absorção obtidas nos espectros FTIR relativas às amostras de MOFI e suas atribuições vibracionais.	70
Tabela 15 – Análise do espectro UV-Vis do aditivo MOFI.....	72
Tabela 16 - Resultado da análise de EDX para o aditivo MOFI em pó.....	73
Tabela 17 – Propriedades do cimento CP V utilizado neste trabalho.....	75
Tabela 18 - Resultados dos ensaios de caracterização do cimento Portland utilizado: Fluorescência de raios X e resistência à compressão simples.....	75
Tabela 19 – Resultado dos ensaios de caracterização do agregado miúdo.....	76
Tabela 20 – Análise de variância (ANOVA) para a resistência à compressão dos microconcretos.....	79
Tabela 21 – Teste Duncan – Resistência à compressão aos 28 dias.....	79
Tabela 22- Resultados do ensaio de absorção de água por imersão.....	83
Tabela 23 – Resultado ANOVA para verificação da influência do aditivo MOFI no ensaio de absorção por imersão.....	83
Tabela 24 – Resultados da análise de variância (ANOVA) para avaliar a influência do aditivo MOFI na absorção por capilaridade.....	85
Tabela 25 - Teste de Duncan – Absorção por capilaridade.....	85

Tabela 26- Distribuição dos poros por faixa de diâmetro e as influencias sob as propriedades das pastas cimentícios (MINDESS; YOUNG; DARWIN, 2002) com adaptações de (MANZANO, 2016).....	86
Tabela 27 – Dados da porosimetria por intrusão de mercúrio das pastas com 28 dias de idade, com paralisação da hidratação.....	88
Tabela 28 – Analise dos produtos de hidratação a partir dos resultados do TG-DTG	94
Tabela 29 – Perda ao fogo das amostras.....	96

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	Motivação e importância do tema.....	4
1.2	Objetivo geral.....	5
1.3	Objetivos específicos.....	6
2	REFERENCIAL TEÓRICO.....	7
2.1	Biopolímeros.....	7
2.1.1	Uso dos biopolímeros na Construção Civil.....	7
2.1.2	Biopolímeros como aditivos para materiais cimentícios.....	10
2.2	O cacto <i>Opuntia ficus-indica</i>	14
2.2.1	Propriedades físico-químicas do cacto <i>Opuntia ficus-indica</i>	17
2.2.2	A mucilagem do cacto <i>Opuntia ficus-indica</i>	19
2.2.3	Pectina – Um biopolímero de destaque da mucilagem.....	24
2.3	O uso da mucilagem do cacto <i>Opuntia ficus-indica</i> como aditivo.....	29
2.3.1	Mucilagem como aditivo na construção civil.....	30
2.3.2	Uso como aditivo em adobes e bloco de terra compactado (BTC).....	32
2.3.3	Uso como aditivo para cal e gesso.....	34
2.4	Uso da mucilagem do cacto <i>Opuntia ficus-indica</i> como aditivo para materiais cimentícios.....	38
3	METODOLOGIA.....	48
3.1	Obtenção do aditivo MOFI.....	51
3.2	Caracterização dos Materiais.....	55
3.2.1	Aditivo biopolimérico – MOFI.....	55
3.2.2	Aglomerante.....	59
3.2.3	Agregados.....	59
3.3	Estudo dos microconcretos.....	59
3.3.1	Ensaio índice de consistência.....	60
3.3.2	Resistência à compressão simples.....	61
3.3.3	Absorção de água por imersão.....	61
3.3.4	Absorção de água por capilaridade.....	61
3.4	Estudo em pastas.....	62

3.4.1	Porosimetria por intrusão de mercúrio	63
3.4.2	Difração de Raios X	64
3.4.3	Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) - Pastas .	64
3.4.4	Análise Termogravimétricas (TG / DTG).....	65
4	ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	66
4.1	Caracterização dos materiais.....	66
4.1.1	Aditivo MOFI	66
4.1.2	Aglomerante – Cimento Portland - CP V ARI.....	75
4.1.3	Agregado miúdo	76
4.2	Estudo dos microconcretos.....	77
4.2.1	Determinação do índice de Consistência – Flow table	77
4.2.2	Resistência à compressão simples.....	78
4.2.3	Absorção de água por imersão.....	82
4.2.4	Absorção de água por capilaridade	84
4.3	Estudo das pastas	86
4.3.1	Porosimetria por intrusão de mercúrio	86
4.3.2	Difratometria de raios X (DRX)	89
4.3.3	Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) - Pastas .	91
4.3.4	Análises Termogravimétricas – TG e DTG	93
4.4	Discussão geral dos resultados	96
5	CONCLUSÕES	99
5.1	Sugestões de trabalhos futuros	101
6	BIBLIOGRAFIA	102

1 INTRODUÇÃO

A história das construções está relacionada com a história da humanidade. Os materiais de construção utilizados têm sido essenciais para a evolução humana e nossos padrões de vida. As mudanças de hábitos e muitas das transformações sociais ocorreram pelos avanços na forma de construir. O surgimento de novos materiais trouxe mudanças nas formas de construir e organizar as cidades e conseqüências nas dinâmicas das sociedades. Permitiu a adaptação à uma grande variedade de climas e assim se tornar uma espécie global. Os abrigos humanos eram, a princípio, muito simples e talvez durassem apenas alguns dias ou meses. Com o tempo, no entanto, as estruturas temporárias evoluíram para formas altamente refinadas e gradualmente mais duráveis (CHANG, PAO-CHI; SWENSON, 2017).

A noção de temporalidade é crucial no desenvolvimento da espécie humana. A transição da vida nômade para a rotina de permanência em um local incide na preocupação com a durabilidade das construções. Só pode haver o desenvolvimento da sociedade se as edificações tiverem um mínimo de vida útil permitindo a dedicação a outras atividades (RABINOVICH, 1992). A importância da solidez das obras, sobretudo das habitações, pode ser contextualizada em muitos aspectos da humanidade. Estão presentes desde as estórias infantis, como os três porquinhos, até as enigmáticas e imperiosas civilizações antigas como os Asteca, os Maia e os Egípcios.

As técnicas construtivas evoluíram, constrói-se com grande velocidade e usando uma variedade de materiais muito superior aos nossos ancestrais. Atualmente as construções envolvem um sistema diversificado e complexo definido como indústria da construção.

Por outro lado, também surgiram preocupações com relação ao estilo de vida que, por vezes, parece ser insustentável, especialmente pelo impacto ambiental e social. Visível sobretudo nas grandes cidades dos países mais desiguais (ou em desenvolvimento como costumam ser referidos). Antagonicamente, materiais com alta tecnologia muitas vezes, na vida prática, se revelam com baixa durabilidade. As patologias surgem nas primeiras idades e imponentes edifícios ou suas partes, não raro, apresentam desempenho inadequado e uma vida útil limitada. A inclusão de grande parcela da população sem acesso a moradia ou em condições precárias também é um problema relacionado à construção moderna. Ou seja, o desafio é o mesmo do passado, como tornar as construções mais duráveis e funcionais, mas agora também há preocupações com os impactos ambientais e sociais.

E se hoje há um grande empenho na busca de soluções para a questão da durabilidade e desempenho das construções, parece razoável se inspirar nas maravilhosas obras que avançam no tempo e rompem milhares de anos de existência. Das grandes obras consideradas patrimônio mundial da humanidade grande parte foram construídas com recursos naturais locais de baixa tecnologia. Sem nenhum material sintético, os insumos se resumem, em geral, a terra, aditivos orgânicos, fibras vegetais e cal, as vezes adições minerais (SMITH; PEYRATOUT, 2014). Os biopolímeros têm destaques nas obras históricas. O betume usado na Babilônia (4000 a.C.), a argamassa betuminosa em Mohenjodaro e Harappa (3000 a. C.) e também em Tigris (1300 a.C.) são alguns exemplos. A Grande Muralha da China (século II a.C.) foi construída com materiais biopoliméricos como albumina, sangue e pasta de arroz (SUSILORINI et al., 2014).

Na América central, no México, os povos pré-colombianos, construíram a cidade dos Deuses, Teotihuacán, com gigantescas pirâmides. A pirâmide do sol por exemplo, mede cerca de 65 m de altura e se aproxima dos dois mil anos de existência. Os materiais utilizados foram areia vulcânica local, cal, fibras de algodão, pedra e um biopolímero, a mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* (OFI) (MONTES et al., 2004).

O interesse por materiais biosustentáveis e naturais têm sido ampliado. As construções ecoeficientes e sustentáveis ganham destaque por todo mundo. Com o crescimento da bioconstrução têm surgido novas tecnologias para otimizar os processos de construção naturais dos mais tradicionais aos mais alternativos (FABBRI; MOREL, 2016).

Uma outra vertente que cresce é tornar materiais industrializados convencionais menos agressivos ao meio ambiente, como acontece com os materiais cimentícios. Sendo o material de construção industrial mais utilizado em todo mundo, incorporar materiais naturais em sua formulação para reduzir impactos ambientais é uma proposta valiosa (PACHECO-TORGAL et al., 2013). Os biopolímeros estão em ascensão neste cenário e são considerados uma opção promissora.

A matéria-prima principal para manufatura dos biopolímeros é uma fonte de carbono renovável, geralmente um carboidrato derivado de plantios comerciais de larga escala (PRADELLA, 2006). Materiais constituídos de proteínas, polissacarídeos, ácidos graxos e outros podem ser usados como aditivos naturais. O uso destes materiais em argamassas é antigo e tradicional e continuam sendo usados até os dias atuais em países latinos. Têm a

vantagem adicional do menor custo e mínimos impactos ambientais para sintetização (VENTOL et al. 2011).

São produtos que habitualmente aumentam a durabilidade dos materiais contribuindo assim para a redução do consumo de recursos e geração de resíduos em função do aumento da vida útil das edificações. Outra vantagem é a possibilidade de desenvolvimento de tecnologias de fácil acesso com processos simplificados. Tudo isso favorece a popularização dessas tecnologias, fator de suma importância para a redução do consumo de materiais em uma perspectiva global.

A utilização de aditivos orgânicos biopoliméricos em materiais cimentícios não é recente e já se consolidou como uma opção viável para a redução dos impactos ambientais (PACHECO-TORGAL; IVANOV; KARAK, 2016). Na construção civil, o principal consumo dos aditivos biopoliméricos é em materiais cimentícios. O crescimento do setor tem sido observado nas últimas décadas, há uma tendência mundial. No ano 2000 já representava 15 % do mercado mundial de aditivos para concreto. (PLANK, 2005). No Brasil, essas também são propostas de políticas públicas para a construção sustentável (CBCS; MMA; PNUMA, 2014).

Muito popular no México, o cacto *Opuntia* spp. tem aplicação desde a alimentação de pessoas e animais até usos variados na indústria e também na construção civil. Do cacto *Opuntia* spp. se extrai a mucilagem, um biopolímero de larga aplicação, usado há milhares de anos (SÁENZ et al., 2013). A mucilagem do *Opuntia ficus-indica* é um composto de complexos polissacarídeos, capazes de absorver grandes quantidades de água, dissolvendo-se e dispersando-se para formar coloides viscosos ou gelatinosos (SEPÚLVEDA et al., 2007). Os índios mexicanos utilizaram nas construções em Teotihuacán, em argamassas ou estuques a base de cal para melhorar o desempenho, trabalhabilidade e durabilidade (RODRIGUEZ-NAVARRO et al., 2017). No Brasil o *Opuntia indica* spp. é bastante conhecido como palma forrageira.

Diversos pesquisadores têm estudado a influência da mucilagem do *Opuntia ficus-indica* em materiais cimentícios. Torres-Acosta e Martínez (2005), Ramírez-Arellanes et al. (2012), León-Martínez et al. (2014) e Martínez-Molina et al. (2015) destacam os seguintes resultados: modificação da viscosidade no estado fresco, aumento do tempo de pega, inibição da corrosão do aço de armadura, redução das retrações por secagem e autógena, aumento das propriedades mecânicas, redução da porosidade e consequente redução na

absorção e permeabilidade à água. Estes resultados podem melhorar a durabilidade e desempenho do material.

A planta é de cultivo fácil, tem grande popularidade em regiões como o semiárido brasileiro. No mundo, o Brasil tem evidência no cultivo da palma forrageira, com área estimada em 600 mil ha, sendo predominante a espécie *Opuntia ficus-indica* (SILVA, 2012). Há inúmeros usos industriais da planta que estão em franco desenvolvimento. Um levantamento sobre os usos e pesquisas no Brasil e no mundo mostra a importância da planta (VILA NOVA, 2018).

Neste trabalho foi avaliado o uso da palma forrageira como aditivo natural para materiais cimentícios. Este trabalho comprova o potencial de uso da mucilagem do *Opuntia ficus-indica* como aditivo para materiais cimentícios, destacando a ação da pectina como principal componente e a importância da dosagem apropriada do aditivo para o fim esperado.

Além dos benefícios em termos da performance do material aditivado, há de se destacar os benefícios sociais e econômicos possíveis com este produto. A palma como aditivo pode ter um impacto social relevante, proporcionando um valor agregado e enriquecendo a cadeia produtiva.

1.1 Motivação e importância do tema

A professora Ermínia Maricato, na publicação “cidades sustentáveis” (2011) relembra que reiteradamente autores que estudaram a sociedade brasileira apontam uma tradição de dominação cultural, intelectual, científica e tecnológica que dificulta o acúmulo de conhecimento e a solução de problemas locais. Em sua busca para construir cidades verdadeiramente democráticas e sustentáveis, a professora arquiteta, com longa trajetória de militância nas áreas de habitação, saneamento e mobilidade urbana no Brasil, traz para o debate a necessidade de reorientar a formação dos engenheiros para um ensino científico e tecnológico mais engajado com a realidade brasileira. Muitos são os contrastes no nosso país. Enquanto ainda temos sérios problemas primários, como os ligados ao saneamento e as doenças tropicais, as Universidades buscam parcerias com pesquisadores e temas que interessam, na maioria das vezes, aos países desenvolvidos. A maior parte dos estudos financiados por recursos públicos se dá em países do capitalismo central em detrimento de parcerias com países de realidade mais próxima da nossa como a Índia ou a África do Sul.

O relatório “Aspectos da construção sustentável no Brasil e promoção de políticas públicas” (CBCS; MMA; PNUMA, 2014) aponta a necessidade de seguir a tendência internacional de

aceleração da inovação em materiais e produtos da construção, voltados para a sustentabilidade e reduzir a contribuição dos materiais de construção para as mudanças climáticas. Particularmente materiais produzidos em grande escala como o aço e o concreto. Também destaca a necessidade de maximização da vida útil de componentes e edifícios.

Por outro lado, a análise de publicações articuladas com a construção sustentável brasileira, mostrou que as ações sugeridas se abstêm de referências ao tema da inclusão social. A sustentabilidade passa a ser contraditória só com ambiental e excluindo o social. Na análise dos documentos que inserem o setor da construção civil brasileira nas preocupações e estratégias para a preservação dos recursos naturais estão ausentes discussões de programas de habitações para o público de baixa renda (BASSETTO, 2016).

Buscando contribuir com o cenário exposto, o presente trabalho apresenta a utilização da mucilagem do cacto *Opuntia* spp. como aditivo em materiais cimentícios. O aditivo proposto foi denominado MOFI para diferenciar de outras situações de uso da mucilagem uma vez que nesse trabalho privilegiou-se os processos mais simplificados e com reduzida energia envolvida na elaboração do aditivo. Na aplicação o aditivo não traz nenhuma complexidade à processos já consolidados.

A pesquisa aqui apresentada está inserida em uma perspectiva global que se observa nos últimos anos com aumento substancial de publicações na área de biopolímeros e também na redução de impactos ambientais. Como fonte de matéria prima o cacto é um cultivar de grande importância econômica e social no continente Americano. Com várias pesquisas em países como México e Chile. No Brasil a planta tem destaque especial para região nordeste. Para o programa de pós-graduação em estruturas e construção civil da UnB o tema contribui na área de materiais de construção na linha de pesquisa referente a Tecnologia, Processos, Componentes e Materiais de Construção:

1.2 Objetivo geral

Produção do aditivo MOFI, utilizando metodologia simplificada e acessível para a extração da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica*. Aplicação e avaliação do aditivo MOFI, em diferentes dosagens de microconcretos e pastas de cimento Portland.

1.3 Objetivos específicos

- I - Extração da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* e caracterização para uso como aditivo para pastas e microconcretos de cimento Portland;
- II - Avaliar o comportamento de microconcretos, no estado fresco, produzidos com diferentes teores do aditivo MOFI (0%, 10%, 20%, 40%, 100% de substituição da água de amassamento).
- III - Avaliar o comportamento de microconcretos, no estado endurecido, produzidos com diferentes teores do aditivo MOFI (0%, 10%, 20%, 40%, 100% de substituição da água de amassamento).
- IV - Avaliar o comportamento de pastas de cimento, no estado endurecido, produzidas com diferentes teores do aditivo MOFI (0%, 10%, 20%, 40%, 100% de substituição da água de amassamento).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Neste capítulo são abordados os conceitos pertinentes a utilização de biopolímeros na construção civil necessários ao entendimento deste trabalho. É apresentado o contexto mundial, histórico e atual, do uso de bioaditivos em construções. Com destaque na utilização da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica*, e um biopolímero em especial, presente na sua composição, a pectina. Por fim, foi feita revisão bibliográfica de aplicação da mucilagem em matérias de construção, especialmente em matrizes cimentícias.

2.1 Biopolímeros

Polímeros são macromoléculas com unidades de repetição menores, os monômeros. Estes compostos podem ser naturais ou sintéticos. As matérias primas utilizadas na produção de polímeros sintéticos são, em geral, de origem fóssil. Ou seja, fontes não renováveis, como petróleo, carvão mineral e gás natural. Os polímeros naturais podem ter origem biológica (vegetal e animal) ou mineral. Os biopolímeros são polímeros produzidos a partir de matérias-primas de fontes renováveis. As fontes renováveis são assim conhecidas por possuírem um ciclo de vida mais curto comparado com fontes fósseis. Os biopolímeros podem ter o processo de produção controlado industrialmente, por fermentação de bactérias e fungos, por exemplo (BRITO et al., 2011).

A maioria dos materiais formados na natureza, durante os ciclos de vida de plantas, animais, bactérias e fungos, são biopolímeros naturais ou compósitos com matriz polimérica. São classificados estruturalmente como polissacarídeos, poliésteres ou poliamidas. Comercialmente, a matéria-prima principal para manufatura dos biopolímeros é uma fonte de carbono renovável. Geralmente um carboidrato derivado de plantios comerciais de larga escala como cana-de-açúcar, milho, batata, trigo e beterraba; ou um óleo vegetal extraído de soja, girassol, palma ou outra planta oleaginosa (PRADELLA, 2006).

2.1.1 Uso dos biopolímeros na Construção Civil

Os biopolímeros como aditivos têm papel fundamental nos materiais de construção. Devido a essas práticas ancestrais várias edificações se mantêm resistentes a ação do tempo por séculos e até milênios. Historicamente na construção civil há relatos de diversificados bioaditivos, por exemplo, massa de centeio, soro de leite ou caseína ou leite coalho, farinhas e amidos, mucilagem de cactos, óleos e ceras ou resinas de plantas, sangue e gorduras

animal. As aplicações objetivam endurecer e regular a qualidade de fixação dos materiais de construção (CHANDRA; AAVIK, 1987). Os famosos manuscritos de Vitruvius, datados do séc. I a.C., já relatavam o uso de biopolímeros na construção. A hidratação da cal virgem, para as juntas dos tubos de água e na aplicação de ladrilhos em pavimentos, era recomendada ser feita com a mistura de solo junto com óleos ou gorduras (EIRES; CAMÕES; JALALI, 2014).

Apesar de ser um conhecimento valioso capaz de melhorar o desempenho e aumentar a durabilidade das construções, muitas das técnicas foram ficando em desuso, certamente, pelo preconceito com produtos naturais, que muitas vezes são erroneamente associados a pobreza, a exemplo das obras de terra. Mas se os biopolímeros foram sendo deixados para trás, os polímeros sintéticos ganharam destaque. A pesquisa e o desenvolvimento de materiais poliméricos para utilização na construção ocorreram de maneira muito intensa.

Considerando os conhecimentos científico e os materiais modernos, o conceito de modificação dos materiais com polímeros também não é recente. O registro da primeira patente com o conceito atual de concreto modificado por polímero data de 1924. Com pesquisas consideráveis as modificações nos materiais são efetivas e profundas. Polímeros são empregados em materiais à base de cimento para melhorar propriedades como reologia impermeabilidade, durabilidade e capacidade de adesão em outros substratos (OHAMA, 1998).

Os polímeros são uma realidade em várias aplicações da indústria da construção civil. Cita-se o uso de polímeros para otimizar o desempenho de argamassas e concretos. O uso do látex polimérico, resinas solúveis em água e resinas epóxi teve um grande crescimento e aceitação em todo o mundo. Já na década de 90 países desenvolvidos tinham ampla adesão e dispunham de padronizações e normas para o uso de polímeros em materiais cimentícios. EUA, Japão, Reino Unido e Alemanha eram países que tinham normatizados métodos de ensaio e requisitos de qualidade, por exemplo (OHAMA; RAMACHANDRAN, 1996).

O fornecimento dos recursos para a indústria de polímeros sintéticos é primordialmente feito pela indústria petrolífera. Muitas questões envolvendo essa fonte de matéria prima se tornarão mais controversas e destacadas nos últimos tempos tornando-se barreiras à produção de polímeros derivados de fosséis. São temas como a escassez do petróleo no mundo, as guerras em torno da mais bélica das commodities. Julga-se que pelo menos um quarto de todos os conflitos no mundo envolve o petróleo. Os grandes desastres ambientais

também têm relevância incontestável e a migração da exploração petrolífera para águas mais profundas significa maiores riscos (PACHECO-TORGAL; IVANOV; KARAK, 2016)

Outro ponto sobre os polímeros sintético são os preços. Materiais derivados de fosséis não são acessíveis à grande maioria da população mundial. Biopolímeros com materiais regionais tendem a ser mais acessíveis (CHANG, ILHAN; JEON; CHO, 2015). A utilização de biopolímeros pode contribuir para a economia e desenvolvimento local, tanto no cultivo da matéria prima como na produção e uso do produto final.

Por questões como as anteriores, a busca por tecnologias biodegradáveis, com base em matéria prima renovável, consideradas “amigas do meio ambiente”, tem sido justificada. Os biopolímeros estão novamente retomando à cena. Ainda são uma fração pequena da indústria de polímeros, mas o crescimento da demanda tem sido estrondoso. No campo das pesquisas, o aumento no número de citações de publicações em polímeros de base biológica tem aumentado sobremaneira (PACHECO-TORGAL; IVANOV; KARAK, 2016)

A ampliação da demanda de utilização de biopolímeros, aliado ao aumento das regulamentações ambientais restritivas aos fosséis, tem permitido um desenvolvimento tecnológico com impacto no preço e na produção destes produtos. De 2009 a 2011, o mercado global de bioplásticos aumentou de 249.000 toneladas para 1.161.000 toneladas anuais (4,6 vezes). No início dos anos 2000 os biopolímeros eram 35 a 100 vezes mais caros do que os polímeros petroquímicos convencionais. A diferença de preços diminuiu para 2,5 a 7,5 vezes em 2007 (CHANG, ILHAN; JEON; CHO, 2015)

Os biopolímeros atualmente são aplicados em diversos campos, incluindo medicamentos, alimentos, cosméticos e agroquímicos, e seus mercados têm crescido mais de 23% ao ano desde 2010 (CHANG, ILHAN; JEON; CHO, 2015).

Atualmente, a produção de concretos e argamassas com cimento Portland, em geral, são formulados com aditivos, especialmente quando se requer alto desempenho. Os aditivos biopolímeros encontram aplicação e estão em ascensão. O mercado global de aditivos para concreto já no do no ano 2000 estava em torno de 13% com a participação de mais de 500 misturas biológicas e biodegradáveis diferentes (PLANK, 2004).

Na tecnologia de produção dos insumos para biopolímeros, o Brasil tem posição de destaque. Há grupos de pesquisas, que colocam o país na linha de frente do setor, especialmente os ligados às instituições públicas. O Brasil tem posição privilegiada, isto oferece a

oportunidade para tornar-se plataforma mundial produtora e exportadora de biopolímeros (PRADELLA, 2006).

A mucilagem extraída do cacto *Opuntia ficus indica* (OFI), no Brasil muito conhecido como palma forrageira, é um material biopolimérico que tem um potencial industrial que começa a ser descoberto (MARTINEZ-MOLINA et al., 2015). O cacto OFI está presente em quase todo o mundo. Na América Latina tem destaque o Brasil como produtor. Apresenta como seus principais atributos sua vasta disponibilidade, ausência de entressafra, baixa necessidade de tecnologia para cultivo, além de ser uma cultura bastante difundida, altamente resistente à seca e de fácil plantio (SOUZA FILHO, 2014).

2.1.2 Biopolímeros como aditivos para materiais cimentícios

A utilização dos biopolímeros como aditivos para materiais cimentícios é diversificada. Alguns biopolímeros têm propriedades de superfície ativa e são eficientes agentes incorporadores de ar em concreto ou argamassa (por exemplo, proteínas). Enquanto outros contendo grupos carboxílicos são poderosos retardadores de pega para cimento e gesso (por exemplo, ácido poli aspártico). Os efeitos de dispersão são tipicamente conseguidos por polímeros aniônicos quimicamente modificados com um peso molecular relativamente baixo (por exemplo, lignosulfonatos) (PLANK, 2005).

O uso de polissacarídeos como aditivo de materiais de construção é conhecido e frequente. Tanto os polissacáridos vegetais como os microbianos são muito utilizados em misturas com cimento e gipsita. Têm conhecidos efeitos sobre a hidratação das pastas de cimento. Os efeitos sobre a pega são notórios. Peschard et al. (2004) mostraram que os atrasos na hidratação dependem do tipo de cimento e há incremento com aumento da dosagem polissacarídeo/cimento, em peso.

Aditivos a base de éter-celulose são utilizados como retardadores da hidratação do cimento, agem sobre o tempo de pega e a curva de calor. Utilizando a dosagem de 0,5% a 2% em relação a massa de cimento a precipitação de CH é protelada. Uma variação de 0,25% para 0,5% na dosagem de aditivo a base de éster celulose aumentou o período de dormência de 210 para 285 minutos. Também reduziu o fluxo de calor e o pico de calor (NGUYEN et al., 2014).

Os biopolímeros, em sua grande maioria, possuem proteínas. A proteína é a mais importante das macromoléculas biológicas. Está presente em todo ser vivo e tem as mais variadas

funções. São formadas por aminoácidos, ou peptídeos, como também são chamados. Apesar de haver uma estrutura geral, a sequência de aminoácidos é única para cada proteína específica e é determinada pelos genes. Uma proteína é um grande polipeptídeo, ou seja, resíduos de aminoácidos ligados entre si por ligações peptídicas. A ligação peptídica é covalente e ocorre pela união entre o grupo carboxila de um aminoácido com o grupo amina de outro aminoácido, liberando água (COSTA, 2018).

As cadeias polipeptídicas são tão singulares aos compostos que Krizkova et al., (2014) propuseram a identificação de aditivos orgânicos usados em argamassas de edificações antigas, com séculos de vida, a partir do mapeamento dos peptídeos.

As proteínas têm a capacidade de formar ligações praticamente irreversíveis, por isso formam um adesivo poderoso. Existem vários efeitos que as proteínas naturais têm nas argamassas (entrada de ar, hidrofobicidade, aceleração de pega, etc.). Algumas propriedades dependem tanto da sequência dos aminoácidos quanto da forma da cadeia polipeptídica. Por seu caráter anfílico, as proteínas incorporam importantes mecanismos de ação aos aditivos orgânicos (FANG *et al.*, 2015).

A amilopectina presente no arroz controla o crescimento do carbonato de cálcio, produzindo uma microestrutura compacta que é provavelmente a razão para o bom desempenho da argamassa à base de cal, produzida pelos chineses (CENTAURO et al., 2017)

Chandra; Aavik (1987) buscaram elucidar os mecanismos de atuação das proteínas sobre a hidratação. As moléculas de proteína são desnaturadas devido ao pH elevado da mistura o que leva a abandonar a sua forma natural e expor as partes hidrofílicas e hidrófobas, Figura 1. Devido a hidrólise da cadeia proteica partes menores com menor peso molecular são formadas. A parte hidrofílica em contato com a fase aquosa da matriz cimentícia interage e reage com o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ produzindo complexos de cálcio. Enquanto a outra parte deixa a superfície hidrófoba em contato com o ar é responsável pelo aumento no tempo de pega.

Com o tempo, o desenrolar da cadeia aumenta produzindo uma superfície mais hidrofóbica e a parte hidrofílica produz mais ligações cruzadas e produz mais complexos Ca quando entra em contato com $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Assim, a propriedade hidrofóbica com adição de proteína aumenta com o decorrer do tempo (CENTAURO et al., 2017).



Figura 1 – Modelo de desnaturação de proteínas (CHANDRA; AAVIK, 1987).

Um mecanismo essencial relacionado aos biopolímeros é a adsorção que ocorre na superfície dos componentes do cimento hidratados ou não. Na revisão sobre o impacto de ésteres de celulose (CEs) solúveis em água nas argamassas, feita por Nguyen et al. (2014), são discutido algumas propostas usuais para explicação dos mecanismos de adsorção de biopolímeros no cimento, Figura 2.

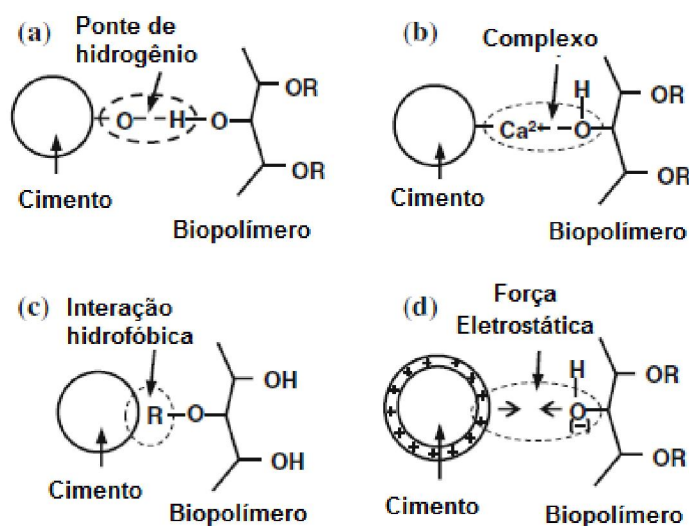


Figura 2 - mecanismos de adsorção biopolímeros na hidratação do cimento (NGUYEN et al., 2014).

Os biopolímeros podem ser adsorvidos em cimento não hidratado e nos produtos de hidratação por meio da formação de pontes de hidrogênio entre grupos ($-OH$), nas cadeias do biopolímero, e o oxigênio na superfície do cimento anidro e dos hidratos, Figura 2(a). Adsorção dos biopolímero pode ocorrer através da formação de complexos entre ($-OH$), da estrutura do biopolímero, e íons metálicos (como cálcio, alumínio e íons de ferro) na superfície do cimento anidro e dos hidratos Figura 2(b). Outra possibilidade são as interações entre os grupos hidrofóbicos do biopolímero (por exemplo: $-CH_3$) e a superfície do cimento anidro e dos hidratos Figura 2(c). A adsorção do CE pode ocorrer pela formação de forças

eletrostáticas (forças atrativas) que são induzidas pelas superfícies carregadas de cimento anidro e dos hidratos e grupos polares ($-OH$) do biopolímero, Figura 2(d) (NGUYEN et al., 2014).

A adsorção de biopolímeros no cimento é considerada crítica para compreensão de sua influência na hidratação. É necessária para determinar a dosagem limite para ser usada evitando a formação de película sob os componentes do cimento. Podendo assim ser aplicada em condições de cura seca na mitigação da perda de resistência (NGUYEN et al., 2014).

Os biopolímeros são usados para melhorar as características dos materiais cimentícios, porém, uma dosagem equivocada pode gerar impactos negativos em vez dos efeitos positivos. Por exemplo, alterações reológicas com valores excessivos da tensão de escoamento e viscosidade. Efeito retardante na cinética da hidratação, com taxa indesejada de desenvolvimento de resistência e nos tempos de pega. Também pode causar uma quantidade excessiva de ar incorporado, que reduz as resistências dos materiais (NGUYEN et al., 2014).

Uma aplicação dos biopolímeros como aditivo seria a utilização para complementar a ação de outros aditivos, como superplastificantes. Bezerra; Ferreira; Castro-Gomes (2011) verificaram que a adição de biopolímeros alterava os cristais de etringita tornando-os menores e aciculares. Conforme verificado por Plank; Hirsch (2007) a etringita determina a dosagem de super plastificante em grande medida. Fatores como a taxa de formação, o tamanho e a forma do cristal (área superficial) da etringita influenciam na dosagem do superplastificante. Todas as outras fases iniciais da hidratação não mostram praticamente nenhum efeito na dosagem do super plastificante.

Uma outra propriedade comum, e de todos os polissacarídeos, é a susceptibilidade à hidrólise ácida e catalisada por enzima (em graus variados). A extensão da hidrólise das ligações glicosídicas, isto é, a extensão da despolimerização, em um ambiente ácido é uma função da estrutura do polissacarídeo (suas unidades monoméricas e os tipos de ligações), concentração de ácido (pH), temperatura e tempo a essa temperatura e pH. Eles são passíveis de modificação química e bioquímica através de reações de seus grupos hidroxila e hidrólise de suas ligações glicosídicas.

2.2 O cacto *Opuntia ficus-indica*

Conhecido por vários nomes no mundo, o cacto *Opuntia ficus-indica* – OFI no Brasil é amplamente reconhecido como palma forrageira, em Portugal como Figueira da Índia e no México como Nopal, Figura 1. Na literatura científica internacional é comumente chamado de *Nopal* ou *Prickly pear cactus*. É uma cultura agrícola com alta capacidade de adaptação à diferentes condições ambientais. Embora adequado a climas áridos e semiáridos, pode prosperar em praticamente qualquer clima, exceto em temperaturas congelantes (SAENZ et al., 2006). A classificação da planta é a seguinte:

Reino	Plantae
Divisão	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordem	Caryophyllales
Família	Cactaceae
Subfamília	Opuntioideae
Gênero	Opuntia
Espécie	ficus-indica
Nome binomial	<i>O. ficus-indica</i> (L.)



Figura 3- Cacto *Opuntia ficus-indica*.

A planta é arbustiva, suculenta e ramificada, tem porte variável, desde rasteiro até arbóreo, podendo alcançar até quatro metros de altura. É uma planta perene, fisicamente formada por raiz e uma série de caules carnudos onde se encontram, consoante a época, flores e frutos, Figura 4. O sistema radicular da planta *OFI* é superficial, carnudo, possui uma distribuição horizontal e desenvolve características xeromórficas que permitem à planta sobreviver a períodos prolongados de seca (MARTINS, 2011).

Em relação à sua morfologia, a parte aérea da planta é formada por segmentos designados de cladódios ou raquetes, Figura 4, com aparência de folhas carnudas, sendo, no entanto, caules modificados que estão articulados uns aos outros. Em função da disponibilidade nutricional e de recursos hídricos, os cladódios podem alcançar até 60-70 cm de comprimento e 2-3 cm de espessura. O crescimento dos cladódios demora cerca de 90 dias. Em ambas as faces dos cladódios existem aréolas pequenas, que têm a capacidade de originar novos cladódios, flores e raízes aéreas de acordo com as condições ambientais. O consumo humano pode ocorrer desde quando medem cerca de 10-12 cm e são macios, no México se chamam Nopalitos.(SAENZ et al., 2006).



Figura 4 – (a) Cladódios (fonte: autor) e (b) frutos do *Opuntia ficus-indica*¹.

A origem do cacto *Opuntia spp* é mexicana. Evidências do conhecimento e utilização do OFI pelas primeiras populações mexicanas foram identificadas nas escavações arqueológicas de Tamaulipas, Tehuacán e Puebla, onde foram encontrados artefatos com vestígios de fibras de cladódios do *nopal* com cerca de 7 000 anos. Pesquisadores apontam que o cacto teve grande destaque e uso para os impérios Asteca e Maia. Tão grande sua importância para o México que a bandeira nacional traz um exemplar do cacto onde está pousada uma águia. Na América latina outros países também utilizam a planta que é muito apreciada na culinária e tem importante papel na agricultura. Na antiguidade, também há indícios do uso pelos povos de Nazca, no Peru (SAENZ et al., 2006; SÁENZ et al., 2013).

Acredita-se que a planta tenha sido difundida no mundo pelos navegadores espanhóis em função do corante carmim, produzido pelo inseto cochonilha, Figura 5. Outra razão de

¹Disponível em http://www.alimentosargentinos.gob.ar/HomeAlimentos/Nutricion/fichaspdf/Ficha_41_Tuna.pdf acesso em 26/11/2018

difusão da planta era a inclusão de cactos frescos nas provisões a bordo dos navios como seguro contra o escorbuto, já que a planta tem boas quantidades de vitamina C (SANTOS, 2016). Atualmente, a planta encontra-se espalhada por todos os continentes, distribuída por uma grande variedade de condições agroclimáticas, de forma silvestre ou cultivada. (SÁENZ et al., 2013).



Figura 5 - Cochonilha do Carmim².

O cacto OFI é uma alternativa muito boa para a agricultura em áreas onde os solos são pobres, ou estão empobrecendo, com resultados de produção muito baixa de cultivares tradicionais. Essa cultura está aumentando seu valor econômico nas exportações e está se tornando uma alternativa muito importante para as pessoas que vivem nas áreas de produção (SAENZ et al., 2006). Inclusive, na área ambiental, tem sido usado para prevenir a degradação do solo e controlar a desertificação (GUEVARA *et al.*, 1997; NEFZAOU; BEN SALEM, 2002).

Segundo Inglese (1995), a palma forrageira é a cactácea de maior importância econômica no mundo, com múltiplos usos em diferentes países. Tem importância como alimento (forragem, fruta e verdura), na indústria farmacêutica (uso medicinal e cosméticos), uso ambiental (recuperação de áreas degradadas, controle de erosão e conservação de solos), cercas vivas e paisagismo, produção de corantes (cochonilha) e outras aplicações. No Brasil, o uso como forragem é o mais relevante.

Há registros da palma forrageira no Brasil desde o século XVII quando foi introduzida para a criação da cochonilha do carmim e produção do corante carmim. Tempos depois, no nordeste brasileiro, esse inseto se tornou uma das pragas-chave da cultura e dizimou palmais

² Disponível em <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Cochonilha.jpg> em 26/11/2018

nos estados de Pernambuco e da Paraíba onde se plantava, em sua maioria, clones suscetíveis ao inseto (LIRA, 2016).

O Brasil é o maior produtor de palma forrageira da América Latina. A área de produção é concentrada na região nordeste com cerca de 500.000 hectares nos estados da Paraíba, Pernambuco, Sergipe e Alagoas e mais recentemente estendido a outros estados, como a Bahia, Rio Grande do Norte e Ceará. O cultivo é feito por um grande número de pequenos produtores e a maioria da produção é destinada à forragem. Com destaque na pesquisa e tecnologia de produção intensiva, o país possui os mais altos níveis de produção e tecnologia de massa seca e fresca de palma no mundo (FAO & ICARDA, 2017).

2.2.1 Propriedades físico-químicas do cacto *Opuntia ficus-indica*

A composição química e as características físicas dos cladódios de OFI são influenciadas por diversos fatores. Há variações de acordo com o grau de maturação, condições edafoclimáticas (tipo de solo, clima e condições de crescimento), tratamento e condições pós-colheita (SOUZA FILHO, 2014). É frequente a observação de diferenças químicas entre espécies e variedades genéticas na literatura (RIBEIRO et al., 2010).

Os processos envolvidos na análise influenciam os resultados de caracterização do cacto. Ramírez-moreno et al. (2013) fizeram uma análise do efeito da fervura na composição físico-química dos cladódios do OFI, em duas variações da planta. Eles concluíram que propriedades como o pH e a capacidade de retenção de água da planta variam com a fervura. Quando fervidos os cladódios constataram a diminuição da viscosidade e do pH (5,3 para 4,6). Também a redução de carboidratos e cinzas quando a planta foi aquecida. A capacidade de reter água varia de acordo com a espécie, o aquecimento pode ser favorável ou não.

Os principais constituintes dos cladódios de *OFI* são hidratos de carbono complexos (mucilagem, celulose, pectina), proteínas, fibras insolúveis e minerais. Também apresentam na sua constituição compostos aromáticos (pigmentos), polifenóis (em particular, alguns flavonoides de interesse farmacêutico), lipídios (esteróis e ácidos gordos), vitaminas (vitamina C e E) e Carotenoides (betacaroteno) (STINTZING; CARLE, 2005).

Na Tabela 1 são apresentados valores médios de composição dos cladódios tanto para o peso úmido como para o peso seco. Citados na tabela, Stintzing e Carle (2005) fizeram um artigo de revisão abrangendo os dados de vários trabalhos e Méndez et al.(2015) estudaram 20 amostras com variações do local e aspectos da planta (cor do fruto), na Espanha.

Os dois principais componentes do cacto OFI são a água e os carboidratos. A água representa mais de 90% do peso dos cladódios frescos, podendo variar o volume com as condições climáticas. Com o material seco os polissacarídeos são os mais representativos. Stintzing e Carle (2005) citam a composição do cladódio de uma planta investigada, em 100 g de matéria seca: 19,6 g - cinzas, 7,2 g - lipídeos e ceras, 3,6 g - lignina, 21,6 g - celulose e hemicelulose e 48 g - outros polissacarídeos, sem avaliação das proteínas.

Componente	Peso úmido		Peso seco
	(a)	(b)	(a)
Água (g/100g)	88-95	94 ± 0,78	-
Proteínas (g/100g)	0,5 - 1	0,30 ± 0,07	4 - 10
Cinzas (g/100g)	1 - 2	1,08 ± 0,11	19-23
Fibra (g/100g)	1 - 2	2,7 ± 0,41	18
Carboidratos (g/100g)	3 - 7	4,11 ± 0,74	64 – 71
Gorduras (g/100g)	0,2	-	1 - 4
Vitamina C (mg/100g)	7 -22	1,83 ± 0,33	-
Fenólicos (mg/100g)	8 - 9	128,8 ± 29,4	-
pH	4,6	4,64 ± 0,1	-

Tabela 1 – Composição química dos cladódios do OFI
(a)(STINTZING; CARLE, 2005) (b)(MÉNDEZ et al., 2015)

Celulose, hemicelulose, pectinas e lignina são os principais constituintes da parede celular vegetal, apresentam proporções variáveis, dependendo da espécie e fase de crescimento da planta. Estes constituintes são habitualmente quantificados pela fibra em detergente neutro (NDF) (SOUZA FILHO, 2014). O teor de NDF em cladódios de OFI varia na literatura entre 19,87% e 38,52%. As concentrações de fibra em detergente ácido (ADF), constituída principalmente por lignina e celulose, são mais baixas, entre 13,66% e 17,36% (SANTOS, 2016).

Os principais elementos químicos presentes no cacto OFI são o potássio, cálcio, fósforo, magnésio e o sódio. O cálcio tem um papel importante no processo de retenção de água e controle da pressão osmótica nas células vegetais, ocorre em grande parte como o oxalato de cálcio (CONTRERAS-PADILLA et al., 2011). O potássio, sódio e o cálcio, em geral, são encontrados com maior concentração. Esta composição sugere que essa planta pode permanecer estável por longos períodos, com mínima ou nenhuma degradação de seus produtos em meios altamente alcalinos (MARTINEZ-MOLINA et al., 2015).

Na tabela 2 são apresentados os quantitativos médios dos elementos químicos presentes (a) em vinte amostras de raquetes da espécie OFI com variações de cor e tipos, na Espanha, a técnica utilizada foi a espectrometria de absorção atômica (MÉNDEZ et al., 2015) e (b) os valores médios de amostras de 3 variações da espécie OFI (diferentes grau de domesticação), no México, utilizou a técnica de espectrometria de massa (ASTELLO-GARCÍA et al., 2015). Os resultados deixam nítida a variação da composição química, embora se trate da mesma classificação de planta.

elementos químicos	Peso seco (mg/100g)	
	(a)	(b)
Potássio – K	224 ± 74	2403
Cálcio – Ca	177 ± 31	627
Sódio – Na	1,71 ± 0,99	63
Magnésio – Mg	94,1 ± 28,3	-
Manganês - Mn	780 ± 241 x 10 ⁻³	13,8
Zinco – Zn	368 ± 208 x 10 ⁻³	-
Ferro – Fe	130 ± 49 x 10 ⁻³	8,6
Cobre – Cu	63 ± 31 x 10 ⁻³	-
Cromo - Cr	27 ± 6 x 10 ⁻³	-
Fosforo - P	16,32 ± 6,49	0,09

Tabela 2 – Elementos químicos presentes nos cladódios do OFI (a) (MÉNDEZ et al., 2015) (b) (ASTELLO-GARCÍA et al., 2015).

2.2.2 A mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica*

A mucilagem dos cactos é o líquido viscoso límpido e incolor secretado pelas partes do cacto quando cortadas ou pressionadas. A produção de mucilagem é característica da família Cactácea e desempenha um papel fundamental na retenção e liberação de água. A mucilagem também é usada como reserva de alimento. Trata-se de um complexo heteropolissacarídeo composto por resíduos de açúcar de alto peso molecular (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004). Constitui um hidrocoloíde com excelente capacidade de absorção de água, alto peso molecular e comportamento polieletrólítico (a viscosidade alta em função da concentração de íons) (CONTRERAS-PADILLA et al., 2015). O mecanismo de liberação da mucilagem na planta atuam como agente protetor e diminui os danos aos tecidos, quando há variações de temperatura (BOUAOUINE et al., 2018).

Entre as plantas é muito comum a presença de polissacarídeos capazes de formar géis. Nas plantas superiores temos a pectina e nas algas os alginatos. Os xantanos bacterianos também

têm essa característica. Estes compostos são bem conhecidos e investigados. Quando esses heteropolissacarídeos produzem dispersões aquosas viscosas com conteúdo variável de ácido urônico são denominados de mucilagem (TRACHTENBERG; MAYER, 1981).

Não há categoria química para mucilagens. As vezes são chamadas de gomas, há trabalhos que ambos os termos são usados indistintamente. No contexto de carboidratos, gomas são usualmente consideradas polissacarídeos não amiláceos, não solúveis em água e com importância comercial. Quando usadas na indústria alimentícia também são chamados de hidrocolóides. Todas as gomas têm a característica comum de modificar a reologia dos sistemas a que são incorporadas (BEMILLER, 2008). Para Pacheco-Torgal; Ivanov; Karak (2016) quando as “gomas” não são dissolvidas em água e formam uma dispersão coloidal, elas são chamadas de mucilagens.

Na mucilagem do *Opuntia ficus-indica* há duas frações distintas de polímeros hidratos de carbono: um extrato que gelifica na presença de íons Ca^{2+} e um extrato não gelificante. A fração capaz de gelificação é principalmente composta por pectina. A outra fração é o resultado da polimerização de açúcares neutros (CÁRDENAS; GOYCOOLEA; RINAUDO, 2008). As pectinas são complexos heteropolissacarídeos e têm importante função na estruturação na rede celulósica além de ser um agente hidratante (GOYCOOLEA; CÁRDENAS, 2003). Para Pacheco-Torgal; Ivanov; Karak (2016) as mucilagens diferem da pectina por não formarem géis.

Embora haja publicações que quando se referem a mucilagem não inclua a fração gelificante, ou seja as pectinas, na literatura consultada o mais comum é o termo mucilagem identificar os polímeros hidratos de carbono considerando as duas frações existentes indistintamente. Da mesma forma, neste trabalho quando nos referimos a mucilagem estamos considerando as duas frações. Quando necessário é referenciada a fração específica: PEC/MUC – para fração pectina da mucilagem e CNG/MUC – para a fração de hidratos de carbono não gelificante.

A composição da mucilagem e a proporção dos componentes relatados na literatura têm grande variação. Há muitos fatores que influenciam, como os métodos de extração, a separação ou não das frações (PEC/MUC e CNG/MUC) e a parte da planta utilizada. Além de fatores de menor controle como variações genéticas das plantas, composição do solo, irrigação, clima e época de colheita além de fatores ambientais que também causam variações metabólicas nas plantas (FOX et al., 2012).

Majdoub et al., (2001) verificaram que a estrutura dos polissacarídeos da fração CNG/MUC têm a mesma composição típica dos polissacarídeos de pectina com alto e médio grau de esterificação do ácido galacturônico. A mucilagem é uma mistura heteropolissacarídica compreendendo principalmente L-arabinose (C₅H₁₀O₅), D-galactose (C₆H₁₂O₆), L-ramnose(C₆H₁₂O₅), D-xilose (C₅H₁₀O₅) e ácido galacturônico (C₆H₁₀O₇.) Cárdenas; Goycoolea; (2008) também verificaram a presença de açúcares neutros muito semelhantes nas duas frações. No entanto, a porção PEC/MUC tem uma proporção muito maior de ácido galacturônico. Na Tabela 3 está a composição da mucilagem, em termos dos principais monômeros que constituem as duas frações.

Componente	Peso seco (% do peso)			
	(a) MUC	(b) MUC	(c)PEC/MUC	(c) CNG/MUC
Arabinose	24.6–42%	35,36	5,6	17,93
Galactose	21–40.1%	27,26	6,5	20,99
Ácido galacturônico	8–12.7	13,91	56,3	11
Ramnose	7–13.1%	1,93	0,5	1,75
Xilose	22–22.2%	5,18	0,9	3,06

Tabela 3 – Composição da mucilagem do cacto OFI. (a) (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004) (b) (RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ et al., 2014) (c) (GOYCOOLEA; CÁRDENAS, 2003).

Sáenz; Sepúlveda; Matsuhiro (2004) relatam que o peso molecular da mucilagem sofre grande variações nos artigos científicos. Nos trabalhos consultados os valores variaram de $2,3 \times 10^4$ até $4,3 \times 10^6$ g.mol⁻¹. A razão, segundo estes pesquisadores, são as variadas técnicas de extração da mucilagem e a contaminação com outros componentes das células.

Bayar; Kriaa; Kammoun (2016) avaliaram as propriedades de mucilagem de OFI isolando as frações gelificante e não gelificante. Os resultados indicaram que embora o peso molecular da CNG/MUC e PEC/MUC sejam muito semelhantes (52,8 e 58,6 kDa, respectivamente), as propriedades são diferentes. A CNG/MUC apresentou 28% e 8% mais capacidade de retenção de água e óleo do que a PEC/MUC, respectivamente. O conteúdo de ácido urônico, açúcares totais e conteúdo de cinzas, foram relatados em 80%, 94% e 6% para a fração PEC/MUC, enquanto a fração CNG/MUC teve 12%, 63% e 35%, respectivamente, valores em relação ao peso seco.

As dimensões de uma macromolécula em solução não podem ser definidas de forma absoluta, porque a forma do novelo molecular altera-se em função do tempo e das interações entre o polímero e solvente. O tamanho molecular varia de molécula para molécula, mesmo com estruturas e pesos moleculares idênticos. Portanto, pode ser definido somente em termos de propriedades médias (LUCAS et al., 2001).

Na interação com o cimento Portland, características como o tamanho das cadeias e o peso molecular dos biopolímeros são relevantes. Patural et al. (2011) estudaram a influência de biopolímeros de éter-celulose em argamassas e os resultados demonstraram que o peso molecular é crucial para controlar a retenção de água e a consistência. Notaram que com o aumento do peso molecular a tensão de escoamento diminuiu, a consistência foi aumentada e a retenção de água foi melhorada.

A mucilagem é insolúvel em água, mas apresenta inchamento e por isso possui grande potencial para precipitar íons, bactérias e partículas de soluções aquosas. Também tem a capacidade de interagir com metais, cátions e substâncias biológicas (TRACHTENBERG; MAYER, 1981).

As partículas coloidais da mucilagem transformadas em pó, analisadas em um microscópio eletrônico de varredura, mostrou uma grande variedade de tamanhos variando entre mais de 1 μm até algumas centenas de nanômetros, Figura 6 (BOUAOUINE et al., 2018)

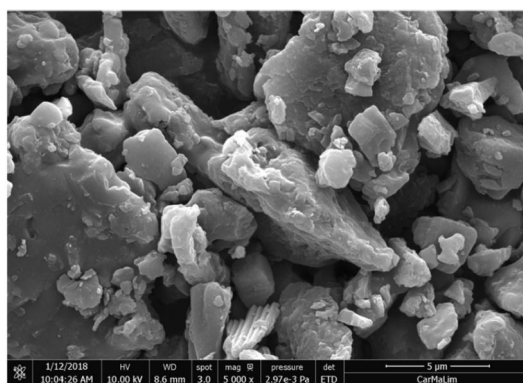


Figura 6 – Partículas da mucilagem em estado sólido (BOUAOUINE et al., 2018).

A composição da mucilagem é muito complexa e de difícil determinação. Utilizando a técnica de difração de raios x (DRX) é possível identificar os compostos cristalinos, em amostras sólidas. Na Tabela 4 estão listados compostos presentes na mucilagem e os respectivos trabalhos de ocorrência.

Composto	Fórmula Química	Referencia
Calcita	CaCO ₃	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015) (CONTRERAS-PADILLA et al., 2016)
Hidreto de Cálcio	CaH ₂	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2016)
Oxalato de cálcio monohidratado (whewellita)	CaCaO ₄ .H ₂ O	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015) (RODRÍGUEZ-GARCIA et al., 2007) (CONTRERAS-PADILLA et al., 2011) (TORRES-ACOSTA, A A; MARTÍNEZ, 2005) (MARTÍNEZ-MOLINA et al., 2015)
<i>Fairchildite</i>	K ₂ Ca (CO ₃) ₂	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015) (CONTRERAS-PADILLA et al., 2016)
<i>peroxydiphosphate</i>	K ₄ P ₂ O ₈	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015)
Periclase	MgO	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015)
Dolomita	CaMg (CO ₃) ₂	(CONTRERAS-PADILLA et al., 2015)
Cloreto de magnésio	MgCl ₂	(RODRÍGUEZ-GARCIA et al., 2007)
Cloreto potássio	KCl	(RODRÍGUEZ-GARCIA et al., 2007)
Aluminato monocálcio	CaAl ₂ O ₄	(RODRÍGUEZ-GARCIA et al., 2007)

Tabela 4 - Ocorrências de compostos em análises de DRX.

Os sais de cálcio podem ter diferentes graus de hidratação: caoxite – apresenta três moléculas de H₂O, weddelita – contém duas moléculas de H₂O e a whewellita - forma monohidratada. De acordo com o grau de hidratação dos sais, diferentes solubilidades em água eles apresentaram. A forma monohidratada é a mais insolúvel. Esses sais são pouco ou nada agressivos à matriz de cimento. Eles favorecem a durabilidade dos materiais por causa da precipitação, na camada externa, do sal insolúvel de oxalato de cálcio. A porosidade é selada e funciona como uma proteção à ataques. Porém, todos estes sais podem desestabilizar significativamente o C - S - H (DE WINDT et al., 2015).

2.2.3 Pectina – Um biopolímero de destaque da mucilagem

As pectinas são complexos heteropolissacarídeos estruturais presentes em vários tecidos vegetais e encontradas na maioria das plantas, principalmente entre as células e nas paredes celulares primárias, Figura 7. A palavra pectina deriva do grego *pectos*, que significa gelatinizado ou solidificado (SMITH; PEYRATOUT, 2014).

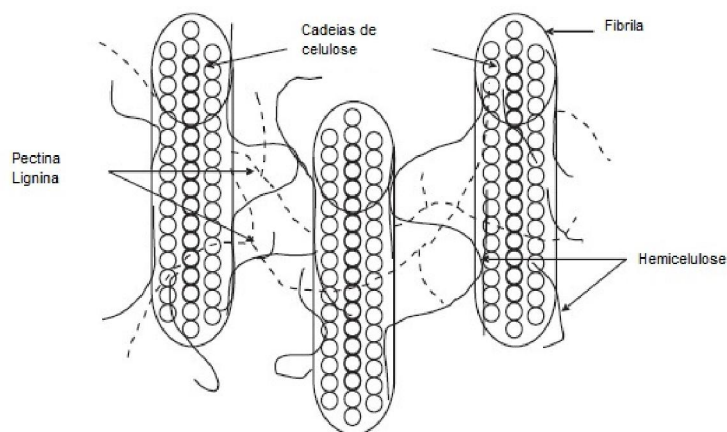


Figura 7 – Estrutura típica dos tecidos das plantas (SMITH; PEYRATOUT, 2014).

Este carboidrato gelificante é um aditivo alimentar natural amplamente aplicado na indústria alimentícia por suas diferentes propriedades, como agente gelificante, espessante, estabilizador e emulsionante. A demanda global por pectina está em torno de 30.000 t por ano, com um crescimento de 4-5% ao ano. As pesquisas de aplicação da mucilagem vão desde uso para infiltração de água no solo à prevenção de doenças como o câncer (BAYAR; KRIAA; KAMMOUN, 2016).

Em 1924, a pectina foi considerada um polímero de ácido galacturônico. (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004). A pectina é uma molécula altamente complexa e o grande desafio é acomodar toda informação disponível em um único modelo estrutural. As pectinas são formadas por dezessete diferentes monossacarídeos, organizados em polissacarídeos distintos, a partir de mais de vinte diferentes ligações para formação de uma rede, agrupados em diferentes tipos de cadeia, constituídas por ácidos urônicos, hexoses, pentoses e metilpentoses. Diversas unidades estruturais podem estar substituídas por metanol, ácido acético e ácidos fenólicos. Os açúcares podem existir em diferentes formas (CANTERI *et al.*, 2012). Na Figura 8 são apresentados modelos de representação da pectina, a quantidade de componentes e cadeias mostram a complexidade da pectina.

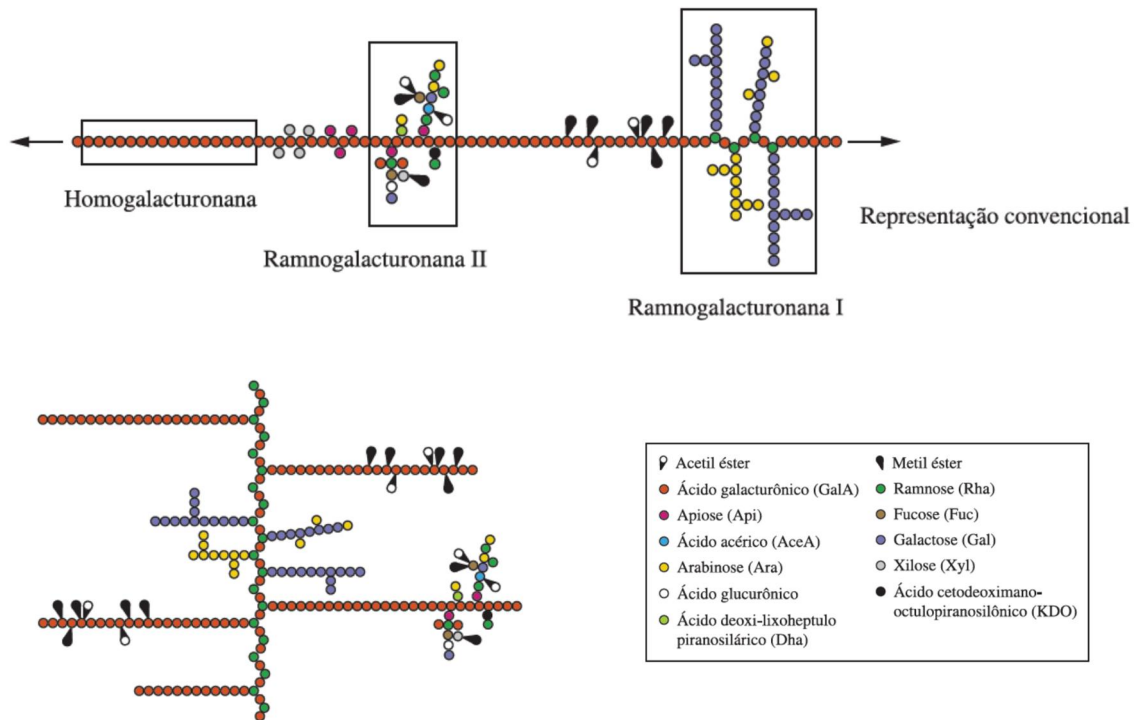


Figura 8 – Propostas de representação da pectina e suas cadeias (CANTERI *et al.*, 2012)

A homogalacturonana (HG) é o mais abundante polissacarídeo pécico e correspondente a cerca de 60-65% do total da pectina. A ramnogalacturonana I (RG-I) apresenta, em resumo, uma variedade de diferentes cadeias de glucanas (principalmente arabinana e galactana) está ligada às unidades de ramnose. Com composição heterogênea, o comprimento das cadeias pode variar consideravelmente. A ramnogalacturonana II (RG-II) é o segmento estruturalmente mais complexo e compõe 10% da pectina. Essa estrutura, altamente conservada na maior parte das espécies vegetais, consiste de um esqueleto de no mínimo oito (provavelmente mais) unidades monoméricas, contendo cadeias laterais de até 12 diferentes tipos de açúcares, alguns muito peculiares (CANTERI *et al.*, 2012).

A estrutura principal e fundamental de todas as moléculas de pectina é uma cadeia linear de ácido galacturônico (aproximadamente 65% da cadeia) que sustenta ramos de resíduos de açúcar neutros, principalmente a L-ramnose (GOYCOOLEA; CÁRDENAS, 2003).

Para conseguir êxito na transferência das propriedades fisiológicas dos hidrocolóides nas plantas para as propriedades funcionais de misturas, a relação entre a ramnose e os ácidos urônicos é de grande interesse. O primeiro afeta a hidrofobicidade, enquanto o último governa a hidrofiliabilidade da macromolécula (STINTZING; CARLE, 2005).

A pectina pode ter grupos funcionais importantes para as propriedades químicas da mucilagem. Na Figura 3Figura 9 são apresentados a estrutura básica da pectina e seus grupos funcionais.

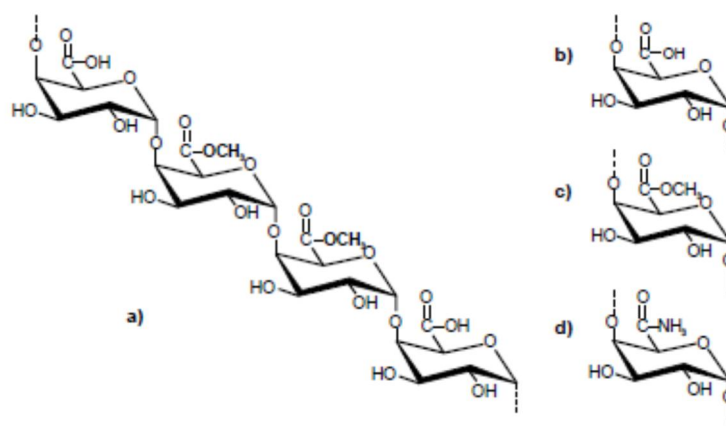


Figura 9 – Estrutura química da pectina, um dos principais constituintes da mucilagem MOFI e seus grupos funcionais : a) Um segmento de repetição da molécula de pectina; b) ácido carboxílico; c) éster; d) amida na cadeia de pectina (SUNDAR RAJ et al., 2012).,

A capacidade de formar géis varia consideravelmente em função da fonte da qual é extraída a pectina. Outros fatores que também são importantes nas características finais são: o tamanho da cadeia de ácidos poligalacturônicos, grau de esterificação de seus grupos carboxílicos, o procedimento de extração, localização da pectina no tecido da planta e o teor de açúcares neutros presentes(GOYCOOLEA; CÁRDENAS, 2003).

A molécula de pectina pode se ligar com o cálcio hidratado seis vezes através dos elétrons do átomos de oxigênio para formar uma "estrutura de caixa de ovo", Figura 10 (SMITH; PEYRATOUT, 2014). Ocorre uma conformação tipo zig-zag dupla das cadeias poliméricas de polissacarídeos onde os íons estão ligados nas extremidades internas de ambas as cadeias, zonas de junção, uma rede tridimensional forma-se aprisionando água e tudo o que estiver dissolvido nela, um gel é formado. Este é um mecanismo comum aos hidrocolóides que formam géis. Essa tem sido a justificativa mais aceita para a dependência da viscosidade e a concentração de íons (GOYCOOLEA; CÁRDENAS, 2003).

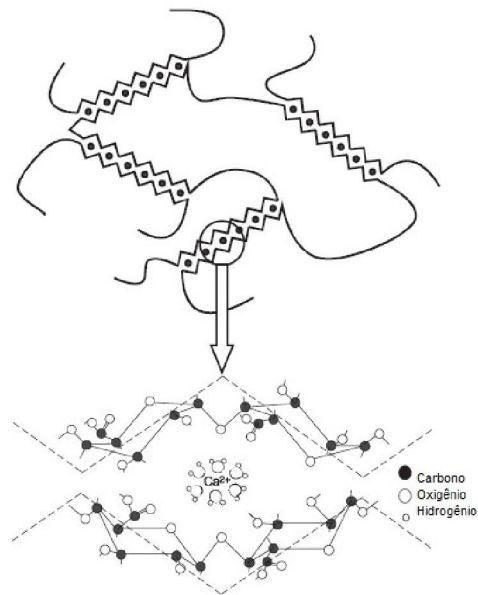


Figura 10 - Modelo caixa de ovo (SMITH; PEYRATOUT, 2014).

Cárdenas, Goycoolea e Rinaudo (2008) extraíram a fração gelificante da mucilagem - PEC/MUC para estudar o mecanismo de formação de gel. Eles observaram que o material forma uma rede de gel aberta onde o Ca^{2+} atua como um reticulante, assim, o grau de reticulação estava relacionado à concentração de Ca^{2+} . Os autores propuseram, essencialmente, que em altas temperaturas, a pectina de cacto forma associações de tipo caixa de ovo de curto alcance que lhe dão a rede de gel aberta. No entanto, a baixas temperaturas, formam-se associações do tipo caixa de ovo estendida e conectada, devido a menor mobilidade da cadeia e neutralização de cargas mediada por Ca^{2+} . Este mecanismo é descrito para sublinhar a sensibilidade da mucilagem à química ao seu ambiente aquoso.

Cárdenas, A; Higuera-Ciapara; Goycoolea (1997) E Medina-Torres et al. (2000) avaliaram a fração não gelificante da mucilagem (CNG/MUC) e observaram comportamento pseudoplástico. Isto aponta para a ordenação aleatória das cadeias, típica de polímeros não gelificantes. León-Martínez et al. (2011) utilizando soluções de mucilagem em pó reconstituída e Majdoub et al. (2001) após separação da mucilagem OFI em uma fração de alto peso molecular composta de carboidratos e ácido galacturônico e creditada como pectina e outra de baixo peso molecular, que entenderam ser proteínas também verificaram O comportamento pseudoplástico.

Cárdenas e sua equipe também verificaram que o aumento do pH da solução levou ao aumento da viscosidade e a aumento da concentração de sal (cátions) provocou a redução da viscosidade. O entendimento dos autores foi de que o aumento do pH resultava em uma

configuração mais expandida para a mucilagem em razão das repulsões intermoleculares pelas cargas negativas. Este é um comportamento típico de polímeros que se agregam.

O aumento da concentração da mucilagem resulta em um aumento da taxa de viscosidade. As propriedades reológicas da mucilagem são principalmente uma função de sua concentração, pH, força iônica e temperatura (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014). Há uma relação entre os íons de Ca^{2+} e a viscosidade da mucilagem, mas com um limite de viscosidade. Após atingir essa faixa, há uma queda significativa da viscosidade com o contínuo aumento da concentração de Ca^{2+} .

A pectina e a quitosana são polissacarídeos que podem formar complexos úteis pela sua biodegradabilidade, biocompatibilidade e não toxicidade. Quimicamente, esses biopolímeros são considerados polieletrólitos, então eles têm a capacidade de formar os chamados “complexos polieletrólíticos”. A quitosana é uma polibase fraca e pectina um poliácido fraco, portanto, em solução, isso pode levar à formação de atrações eletrostáticas entre os grupos amino, carregado positivamente (NH^+) com a quitosana e os grupos carboxila carregados negativamente ($-COO^-$) com a pectina (LARA-ESPINOZA et al., 2018).

2.3 O uso da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* como aditivo

A utilização da mucilagem tem usos diversos e tradicionais, alguns usos são para a clarificação da água, fixador de pinturas, na geotecnia o uso do cacto para estabilizar solos e também para melhorar a infiltração de água no solo (SAENZ et al., 2006). O uso da mucilagem de cactos como aditivo para pinturas, especialmente a caiação, melhora a aderência da pintura ao substrato e proporciona durabilidade (KANAN, 2008). Mostrou eficiência no tratamento complementar de águas residuárias (FILHO, 2014), inclusive eliminando bactérias com taxas de 95%-99% de eficiência. Também foi eficiente na remoção de metais pesados como arsênio e chumbo (FOX et al., 2012).

Na construção civil o cacto OFI também tem destaque. Nas construções de terra as fibras são usadas como reforço de adobe e o extrato da planta para impermeabilizar (HEREDIA ZAVONI *et al.*, 1988). Em materiais cimentícios, há bons resultados na modificação da viscosidade de pastas, argamassas e concretos, redução da absorção de água, aumento da resistência mecânica, incremento da durabilidade, inclusive inibindo a corrosão do aço além de outros efeitos dos materiais (HERNANDEZ-ZARAGOZA *et al.*, 2007; HERNÁNDEZ; PEREA; BARRITA, 2017; TORRES-ACOSTA, ANDRÉS A., 2007).

Com o aumento do interesse por tecnologias “verdes” e pelo uso histórico na América Latina, o interesse e pesquisa do cacto do gênero *Opuntia* como material de engenharia tem sido crescente. Estudos confirmam a viabilidade e efetividade do uso da planta, especialmente a mucilagem, como aditivo natural de materiais de construção.

A utilização do aditivo em obras de interesse arquitetônico histórico tem destaque e motiva grande parte das pesquisas. Quando há necessidade de restauração de edifícios históricos muitas vezes é necessário o resgate de técnicas e materiais similares para garantir a compatibilidade e o êxito. Muitas obras que utilizaram o cimento Portland na reconstituição tiveram problemas posteriores. Há incompatibilidade do cimento Portland com muitas pedras naturais. Sais solúveis, como o sulfato de cálcio e sais de sódio, às vezes encontrados no cimento, podem ser lixiviados ao longo do tempo danificando rapidamente os materiais imediatamente adjacentes (VENTOL *et al.*, 2011).

2.3.1 Mucilagem como aditivo na construção civil

O cacto *Opuntia ficus-indica* tem usos diversos e tradicional em muitos lugares. As aplicações de uso popular do cacto OFI são conhecidas há séculos e atualmente estão sendo estudadas as bases científicas. As evidências mais antigas do conhecimento e uso do OFI foram encontradas em escavações arqueológicas que remontam aos primeiros habitantes mexicanos. São sementes, cascas e fibras fossilizadas com idade estimada de sete mil anos (SAENZ et al., 2006). O uso intencional da mucilagem do cacto *Opuntia* na construção das pirâmides da cidade de Teotihuacán, no México, Figura 11, foi comprovado em estudos para a restauração da estrutura. Há pelo menos 2000 anos já eram conhecidos os benefícios de se adicionar o cactos em materiais de construção (MONTES et al., 2004).



Figura 11 – Teotihuacán – México. Fonte: ³

A mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* é uma substância complexa, muito versátil e com diversificadas aplicações. Apesar de ser bastante conhecida e utilizada há séculos, há poucos estudos com aplicação específica em materiais cimentícios. Uma avaliação sistemática e efetiva que mensure as ações deste aditivo ainda é difícil. A escolha da mesma espécie de planta não é garantia de verificar os mesmos efeitos nos materiais. A literatura mostra que a composição química da planta tem grande variação em função das condições de plantio, sazonalidade e clima, idade da planta entre outros fatores (SAENZ et al., 2006). Para o aditivo a metodologia do processo de extração à aplicação possibilita inúmeras variações encontradas nos trabalhos. Ramírez-Moreno et al. (2013) estudaram o efeito da

³Disponível em https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Teotihuac%C3%A1n_2012-09-28_00-07-11.jpg em 26/11/2018

fervura nas propriedades e composição do OFI e verificaram que o pH, a viscosidade, capacidade de absorção de água, carboidratos e fibras sofriam alteração. Na literatura há extração a quente e a frio com tempos variados, a parte de variações naturais da planta em função da sazonalidade, região de plantio, adubação e outros.

Torna-se importante então conhecer os componentes mais ativos da mucilagem quando usada como aditivo e permiti ampliar a literatura disponível. Por exemplo, a pectina tem grande destaque na composição da mucilagem sendo talvez o componente mais relevante nos processos de interação com cimento. Rodriguez-Navarro et al. (2017) compararam a mucilagem OFI e uma pectina comercial como aditivos e verificaram efeitos similares. Da mesma forma, a quitosana e o alginato, biopolímeros de composições similares a pectina, podem ser alternativas de grande utilidade para entender os mecanismos de ação coincidentes da mucilagem como aditivo. Outra fonte preciosa de informação são os trabalhos que abordam a aplicação da mucilagem em outros materiais como cal, gesso e terra/solo.

Conhecida a composição química principal do biopolímero propriedades variáveis têm implicações na ação como bioaditivo, por exemplo variações na estrutura química, o grau de polimerização, grau de esterificação, peso molecular e pH. No caso da pectina, para ilustrar, as propriedades funcionais de solubilidade e condições de gelificação são influenciadas diretamente pelo o grau de metoxilação⁴, apesar de ser conhecida a estrutura básica formada essencialmente por ácido galacturônico. (WASCHECK et al., 2008).

Quando são eleitos componentes principais, um outro aspecto é a relevância dos componentes omitidos nas análises. Há componentes na mucilagem que são passíveis de interação com o cimento e ainda não são abordados nos trabalhos. Um exemplo são as fibras de celulose, hemicelulose e lignina. A confirmação da presença destes componentes evitaria subestimar a ação dos mesmos. As proteínas também não são quantificadas ou especificadas, há apenas especulações sobre sua presença. A proteína pode ser responsável por

⁴ O grau de metoxilação relaciona a quantidade de ácidos galacturônicos esterificados com grupamentos metílicos – CH₃. A partir deste conceito as pectinas são classificadas em dois grupos: as pectinas de alta metoxilação - ATM que contem 50% ou mais das unidades de ácido galacturônico esterificadas e as de baixa metoxilação - BTM com valores de esterificação das unidades de ácido galacturônico inferiores a 50%.

comportamentos como a incorporação de ar, o efeito hidro-repelente e também influencia os tempos de pega (CHANDRA; AAVIK, 1987).

Um estudo ideal com cada fração da mucilagem seria interessante para quantificar os efeitos isolados dos componentes. Tal como ocorre com o cimento, a indicação da composição básica seria importante para comparações de pesquisas, forma sistemática de análise diminuiria as contradições nos resultados. Mas a realidade é que o acesso e a discussão de técnicas de caracterização e mecanismos de ação de muitos desses componentes não são de domínio dos engenheiros civis. Talvez por isso as limitações.

Tão relevante quanto a composição química do aditivo, a dosagem e o tipo de cimento também são variáveis. A dosagem é fator central na adsorção do biopolímeros sobre as fases do cimento e tem influência nos aspectos reológicos, na cinética da hidratação, definições de tempo de pega, porosidade e capacidade hidrofugante (NGUYEN et al., 2014).

2.3.2 Uso como aditivo em adobes e bloco de terra compactado (BTC)

Apesar de não estar relacionado diretamente ao tema do presente trabalho, este item busca contextualizar o uso histórico do biopolímero como material de construção e a importância do uso da mucilagem na recuperação de alguns edifícios de interesse histórico. Além de destacar o efeito físico promovido pelo aditivo quando utilizado em obras de terra.

Uma parcela considerável da população mundial vive em construções de terra. Cerca de 15% das construções que compõem o patrimônio mundial, foram construídos de terra sem nenhum processo sintético, segundo a UNESCO (SMITH; PEYRATOUT, 2014). Neste tipo de construção é grande importância o papel dos bioaditivos. Quando utilizados em construções de terra os biopolímeros podem ter diversos efeitos, especialmente sobre a fração argilosa. Têm a finalidade de reduzir a absorção de água e aumentar a resistência a erosão, protegendo do intemperismo e aumentando a durabilidade. Podem agir como plastificante - reduzindo a quantidade de água para se obter a trabalhabilidade. Estabilizante e floculante - melhorando o acabamento e as propriedades mecânicas. Hidro-repelente – aumentando a resistência a umidade, especialmente pelo comportamento de moléculas anfífilas que possuem uma parte hidrofílica e outra hidrofóbica, típico das proteínas. E também para proporcionar ganho de resistência mecânica. (ARANDA-JIMÉNEZ; SUÁREZ-DOMÍNGUEZ, 2013; HEREDIA ZAVONI et al., 1988; KITA, 2013).

A mucilagem do cacto *Opuntia* tem sido usada de maneira empírica para melhorar o comportamento dos adobes, pode atuar aumentando a resistência à compressão, a tração ou reduzindo as fissuras provocadas pela retração da fração argilosa. É aplicada tanto no preparo (adicionado a massa) como também na superfície da alvenaria para proteção em relação a umidade e a água (ARANDA-JIMÉNEZ; SUÁREZ-DOMÍNGUEZ, 2013).

Heredia Zavoni et al. (1988) realizaram teste utilizando a mucilagem OFI como aditivo em adobes. Avaliaram a extração da mucilagem em diferentes períodos de imersão em água, variando de 1 a 60 dias. Para a aplicação em blocos e painéis de terra o período de imersão ideal foi de 18 dias. Comparando a resistência à abrasão utilizando diferentes materiais e mucilagens com períodos de extração diferentes, os resultados são excepcionais. Enquanto o painel sem tratamento foi extremamente degradado com uma perda de 613g de material, o uso da mucilagem criou grande resistência a erosão, perda de apenas 28g. Resultado comparável a adição de 4% de emulsão asfáltica com perda de 15g. Também verificaram menor absorção de água e redução da fissuração com o uso da mucilagem.

Aranda-Jiménez; Suárez-Domínguez (2013) testaram misturas de terra com combinações de cimento Portland e variações da mucilagem em pó. Os autores verificaram um aumento de até 60% na resistência à compressão. Também verificaram o aumento da resistência a abrasão o que representa mais durabilidade aos blocos. A presença dos polissacarídeos na mucilagem tem um efeito combinado que melhora a coesão das partículas de solo para a execução de adobes e BTC (blocos de terra comprimida). A mucilagem proporcionou menor absorção de água e redução da porosidade.

Os efeitos positivos do cacto para as construções de terra têm sido aproveitados desde a antiguidade e durante os séculos está comprovado as vantagens de usá-lo. Uma aplicação de destaque da mucilagem do OFI é a recuperação de construções históricas. O aditivo proporciona boas características aos materiais sem mudar as características originais da obra. (PÉREZ; CHARUA; FERNÁNDEZ, 2015).

Um estudo foi conduzido por Martínez-Camacho et al., (2008) para a restauração de uma igreja construída em adobe no ano de 1698. Avaliaram a mucilagem como tratamento superficial de proteção contra a erosão da alvenaria de adobe. Os ensaios realizados mostraram uma força de atração entre a mucilagem e as partículas do adobe. Os grupos funcionais polares (carbonilas, álcoois, aminas entre outros), presentes nas moléculas de mucilagem, são propensos a interagir com a superfície enriquecida com OH através de

pontes de hidrogênio. Eles interagem com a parede e preenchem os poros e consolidam as partículas de adobe. O que se verificou foi que há um revestimento das partículas hidroxiladas do adobe ocupando os poros e levando a redução da área de superfície específica e modificando a distribuição dos diâmetros dos poros. Não houve mudança na morfologia das partículas, mas o aditivo aplicado fez com que a superfície ficasse mais homogênea com partículas menores adsorvidas. Quando feito a imprimação com álcool e aplicada a mucilagem, há redução da tensão superficial do bloco e a infiltração do biopolímero é maior.

2.3.3 Uso como aditivo para cal e gesso

Conhecer os mecanismos de ação da mucilagem sobre a cal – $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é importante para entender a cinética da hidratação do cimento com este aditivo incorporado. Na química do cimento Portland, a hidratação das principais fases do silicato tricálcico (C3S) e silicato dicálcico (C2S) produzem C-S-H (silicato hidratado de cálcio) e também $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (hidróxido de cálcio). Apesar de ter uma estequiometria bem definida, a hidratação do cimento Portland pode ser afetada pela presença de aditivos e adições. A composição do cimento também altera o volume de hidróxido de cálcio produzido, mas em geral é cerca de 20 a 25% do total. As propriedades físico-mecânicas do cimento hidratado podem ser alteradas por esse produto da hidratação (METHA; MONTEIRO, 2014).

Desde os tempos mais remotos a cal é usada como ligante em misturas para a construção. Os mais antigos vestígios de construção com a cal foram encontrados na Palestina e na Turquia e remontam a 12.000 a.C.. Usos mais recentes foram verificados na Grécia e no império Romano (D. VON LANDSBERG, 1992). Os romanos também faziam uso dos aditivos orgânicos para melhorar suas argamassas. Havia até mesmo argamassas especiais para salas úmidas, como o caso dos banhos termais. Com o nome de “maltha”, a composição era cal extinta em vinho, banha de porco e sumo de figo (RAMPAZZI et al., 2016). RODRIGUEZ-NAVARRO et al. (2017) verificaram que tanto a mucilagem do OFI como uma pectina cítrica comercial tiveram resultados significativos e muito semelhantes sobre o tamanho, morfologia e estabilidade coloidal de cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ na extinção da cal virgem.

É crescente o número de trabalhos que buscam o resgate de técnicas antigas de construção com aprimoramento de materiais e métodos construtivos. O objetivo, além da restauração e

proteção de preciosos patrimônios históricos, é popularizar técnicas construtivas mais acessíveis (RAMPAZZI et al., 2016; VENTOLÀ et al., 2011). O uso da mucilagem do OFI como aditivo de argamassas de cal otimiza o desempenho em aspectos como a redução de penetração de água, resistência mecânica, fissuração e trabalhabilidade.

Apesar de muito provavelmente terem sido usados somente com conhecimento empírico, os aditivos orgânicos foram decisivos para o desempenho das obras históricas. Embora seja uma técnica de construção acessível com enorme durabilidade, as argamassas de cal entraram em declínio vertiginoso com o aparecimento do cimento Portland. A tradição e as técnicas associadas às argamassas de cal foram quase inteiramente perdidas em muitos países ocidentais após a revolução industrial. A lenta carbonatação foi uma das principais causas do declínio no uso de argamassas à base de cal (VENTOLÀ et al., 2011).

Em um amplo estudo para restauração de prédios de interesse histórico, Rodriguez-Navarro et al. (2017) estudaram a hidratação da cal e verificaram que com adição de mucilagem ocorre a formação de abundantes cristais de Portlandita nanométrica após um precursor nanométrico amorfo, o sistema segue uma via de cristalização não clássica. Constataram que o pH elevado (12,4) da massa de cal promove processos degradativos na mucilagem, resultando em desesterificação e despolimerização e, possivelmente, formação de subprodutos do ácido carboxílico e / ou hidroxicarboxílico. Esses processos degradativos, além da desprotonação dos grupos carboxila e (em menor extensão) dos grupos hidroxila, favorecem uma interação muito forte entre os aditivos de carboidratos e os produtos de hidratação resultando na inibição da nucleação e na cristalização em uma supersaturação elevada. Há alterações na cristalografia dos produtos de hidratação.

Ao testar vários aditivos orgânicos em argamassas de cal, incluindo a mucilagem OFI, Ventol et al. (2011) confirmaram através de imagens de microscopia eletrônica e DRX que os aditivos alteram a textura, a morfologia e o volume dos cristais de CaCO_3 em suas variações cristalográficas (aragonita e calcita). Também verificaram que os aditivos melhoraram a resistência à compressão e reduziram a porosidade das argamassas.

Pesquisando a mucilagem OFI como aditivo, pesquisadores indianos notaram que a melhor contribuição do produto foi com a substituição de 75% da água de amassamento pelo extrato de cactos. O uso da mucilagem aumentou o volume de calcita, que cobriu os agregado(RAVI, RAMADOSS; SELVARAJ; SEKAR, 2016).

Os aditivos orgânicos (proteínas e carboidratos) adicionados às argamassas de cal têm enorme potencial para ampliar a durabilidade dos materiais. Recente trabalho comprovou que uma edificação na Índia, com 400 anos de idade, tem se beneficiado deste recurso. Ensaio e análises microestruturais, incluindo DRX, infravermelho e análises térmicas, indicaram que os aditivos orgânicos foram convertidos em álcoois de cadeia curta e estabilizaram a formação de vaterita metaestável. Os grupos carboxilato em compostos orgânicos fermentados de argamassa estimulam e estabilizam a formação de vaterita, em lugar da aragonita e da calcita (RAVI, R.; THIRUMALINI; TAHER, 2018).

A adsorção da mucilagem ocorre na superfície dos cristais, predominantemente ocorre via interações eletrostáticas (quimissorção) entre grupos carboxílicos desprotonados de polissacarídeos e as abundantes espécies carregadas positivamente na superfície do $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Secundariamente, a adsorção por pontes de hidrogênio ligação H também ocorre entre os grupos carbóximo e hidroxilo desprotonados nos polissacarídeos e os grupos OH presentes na Portlandita. A formação de complexo também parece ser muito limitada devido à baixa quantidade de Ca na solução em comparação com o grande volume de partículas de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ na dispersão da massa de cal. A adsorção dos polissacarídeos nos cristais $\text{Ca}(\text{OH})_2$ leva a uma forte estabilização coloidal principalmente através de interações estéricas (RODRIGUEZ-NAVARRO, C. *et al.*, 2005). Devido a adsorção ocorre modificação da forma de prismas hexagonais (curtos) para cristais tipo placa, Figura 12.

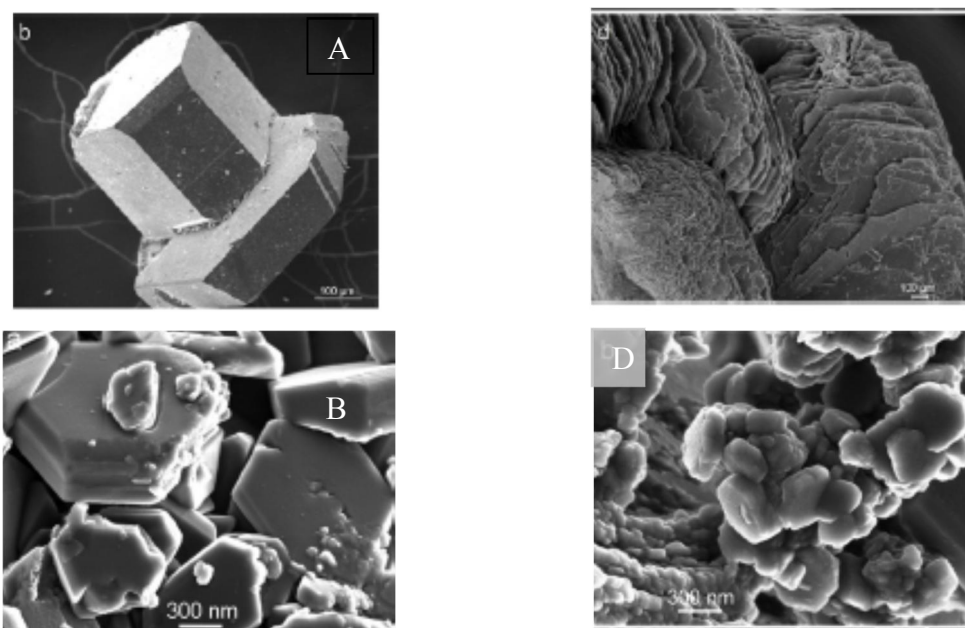


Figura 12 – Alterações na formação de cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pela presença da mucilagem de cacto. (A) e (B) sem o uso do aditivo e (C) e (D) com o uso do aditivo (RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS *et al.*, 2017).

Bioaditivos podem realizar fixação eletrostática do cálcio do cimento Portland (quelação), implica em menor mobilidade de água, aumentando a resistência da zona de transição, aumentando a resistência à tração e promovendo o refinamento dos poros pela eliminação do excesso de água de hidratação (BEZERRA; FERREIRA; CASTRO-GOMES, 2011).

Quando a mucilagem é incorporada as misturas de cal, proteínas são capazes de formar fortes interações entre seus grupos funcionais (-CONH-, -NH₂, -COOH, -OH) e os compostos inorgânicos aumentando a adesão da argamassa à base de cal. As proteínas também diminuem a absorção de água devido a um mecanismo duplo: hidro-repelente na superfície dos poros (após o relaxamento das cadeias proteicas) e a formação de complexos com os íons de cálcio. Todos os efeitos das proteínas são devido a sequência de aminoácidos e forma da cadeia péptica. Assim, os efeitos são diversos (CENTAURO et al., 2017).

O aumento no tempo de pega inicial e final provocado pelo uso da mucilagem nas argamassas de cal pode ser consequência da retenção de água pelos polímeros, atrasando o processo de hidratação da cal viva (RAVI, RAMADOSS; SELVARAJ; SEKAR, 2016). A alteração do tempo de pega pode estar relacionada a dosagem da mucilagem, a partir de dada dosagem uma camada espessa de aditivo sobre os cristais impediria a hidratação.

Muitas das estruturas históricas bem-sucedidas e duradouras que contêm argamassas de cal são de natureza hidráulica. A cal hidráulica contém compostos ativos de silicatos de cálcio e aluminatos, além de CaO e MgO (RAVI, RAMADOSS; SELVARAJ; SEKAR, 2016). (MARTÍNEZ MOLINA et al. (2014) verificou que a adição de mucilagem nas argamassas de cal cinzas reduziu a percentagem de porosidade total. Ele atribuiu ao preenchimento dos poros com cristais de Welellite e Wheddellite formados pela mucilagem seca.

A adição de mucilagem tem efeitos positivos sobre a microestrutura e o comportamento coloidal dos cristais de Ca(OH)₂. Permite a produção de uma massa de cal de alta qualidade com alta área de superfície, tamanho de partícula pequeno e morfologia de placa. Essas características afetam positivamente a reatividade, a retenção de água e a reologia da pasta de cal e podem levar a uma carbonatação mais fácil e rápida durante o endurecimento das argamassas e rebocos de cal (RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS *et al.*, 2017). Segundo os autores essa era a origem da durabilidade e alta qualidade das argamassas dos impérios Maia e Asteca.

Magalhães e Almeida (2010) verificaram que a adição de mucilagem de cacto permitiu a redução do consumo de água em pastas de gesso, possibilitando menores taxas de absorção de água e maiores resistências à flexão estática. Contudo, observaram que há uma quantidade ótima na dosagem, em grandes quantidades a mucilagem diminuiu a resistência das placas testada. Também foi constatada melhorias na trabalhabilidade das pastas, permitindo a redução da relação aglomerante/água.

2.4 Uso da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* como aditivo para materiais cimentícios

Os materiais cimentícios suplementares usuais como sílica ativa, cinzas de casca de arroz e escoria de alto forno nem sempre estão disponíveis ou têm elevado custo. Por isso, são necessárias alternativas locais e de baixo custo (RAMÍREZ-ARELLANES et al., 2012). O mesmo ocorre para os aditivos de base petroquímica que além do alto custo também geram impactos ambientais. Materiais orgânicos costumam ser baratos locais e acessíveis, e são produtores de polímeros naturais.

A NBR 11768 tem a definição de aditivos para concreto de cimento Portland como “Produtos que adicionados em pequenas quantidades, modificam algumas de suas propriedades, no sentido de melhor ajudá-las a determinadas condições”. Os efeitos dos aditivos podem ser passageiros ou definitivos. O ideal é que não altere as demais propriedades do material.

O estudo científico da palma forrageira como aditivo para materiais cimentícios ainda é incipiente, muito embora tenha tido uma ascensão recente. Ao que parece, Chandra; Eklund e Villarreal (1998) fizeram o trabalho precursor na utilização do cacto *Opuntia ficus-indica* como aditivo em materiais cimentícios.

Há diversos estudos que apontam a mucilagem como um aditivo potencial para alterações no estado fresco e endurecido. A mucilagem do OFI exerce grande influência no estado fresco dos materiais cimentícios. Na literatura, consultada para este trabalho, são relatadas alterações no tempo de pega, na densidade, na hidratação e na reologia de pastas, argamassas e concretos de cimento Portland.

Reologia é definida como a ciência da deformação e fluxo de matéria sob a influência de tensões. No estado fresco das misturas a reologia é de suma importância em todas as etapas

da vida do concreto. Afeta a mistura, manuseio, transporte, bombeamento, moldagem, adensamento e a qualidade superficial depois de endurecido (AÏTCIN; FLATT, 2015) .

Os aditivos modificadores de viscosidade (AMV's) são, em geral, polímeros hidrossolúveis que aumentam a capacidade da pasta de cimento em manter seus constituintes em suspensão. Assim, proporcionam maior coesão e melhoram a estabilidade de compostos à base de cimento. Em geral têm alto peso molecular como os polissacarídeos (PACHECO-TORGAL; IVANOV; KARAK, 2016). A Tabela 5 traz informações sobre alguns trabalhos que registraram influência da mucilagem na viscosidade de materiais cimentícios.

Foi relatado por Chandra e Eklund (1998) um aumento na plasticidade de argamassas com uso da mucilagem. Os autores justificaram os resultados pelo efeito de lubrificação entre as partículas da pasta ocasionado pelas proteínas. Como estas moléculas possuem segmentos polares (hidrofilicos) e apolares (hidrófobos) há um arranjo que provoca incorporação de ar na mistura gerando uma redução no atrito das partículas equivalente a uma lubrificação. Os complexos de cálcio entre a mucilagem e o CH formam redes que aumentam a estabilidade da mistura e a plasticidade. Segundo Kavas et al. (2007), a pectina forma uma rede tridimensional com os íons bivalentes de cálcio e outros complexos com componentes do cimento, informação que complementa a pesquisa anterior.

Rodriguez - Navarro et al. (2017) não confirmaram a presença de proteínas na composição da mucilagem. Estes pesquisadores consideraram que o efeito estérico gerado pela adsorção de polissacarídeos nas superfícies dos cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tornou a dispersão coloidal muito mais estável.

Sanchez et al. (2015) relataram que o cacto OFI, utilizado desidratado, fornece fibras que formam uma matriz que retém água e atua então como um super plastificante. Porém, quando a utilização é maior do que 3%, em relação a massa de cimento, há uma alta demanda de água e perde a capacidade lubrificante.

Ramírez - Arellanes et al. (2012) estudaram pastas e concretos com diferentes a/c (0,3, 0,45 e 0,6) e substituíram a água por uma solução de mucilagem OFI com concentração de sólidos a 3%. Para todas as pastas, a mucilagem promoveu a redução do espalhamento. Quando a relação a/c foi 0,3 o aditivo foi menos efetivo e para relação a/c 0,6 a redução foi de 26% em relação a referência. Para os concretos, o traço com relação a/c 0,3 aumentou o *slump* em 150%, quando a/c foi 0,45 houve redução de 35% e para a/c 0,6 aumento de 31% no *slump*.

Martínez- Molina et al. (2015) realizaram estudo substituindo quantidades de cimento por mucilagem em pó em quantidades de 0% a 4%, em pastas e argamassas, mantiveram fixa a consistência das misturas. Realizaram ensaios com idades de até 900 dias. Quando a substituição foi de 4% de cimento, foi necessário aumento de 8% da água de amassamento para manter a consistência. A mucilagem também reduziu o tempo de pega, indicando ser um acelerador de hidratação.

León-Martínez et al., (2014) fizeram um importante estudo sobre a mucilagem e sua aplicação em pastas e argamassas, do ponto de vista reológico. O uso do aditivo se mostrou eficiente para produção de concretos auto adensáveis, foi equivalente ao uso de um aditivo modificador de viscosidade comercial, Figura 13. Foram testadas dosagens de 0,25% e 0,435% em relação ao peso do cimento. A dosagem do aditivo influenciou nas mudanças. O comportamento das misturas foi não newtoniano, pseudoplástico. O uso do aditivo gerou aumento da viscosidade em relação a amostra de controle. Porém, passado o limite da tensão de escoamento, o aumento da tensão de cisalhamento foi associado a diminuição da viscosidade. Uma explicação pertinente para o comportamento reológico pseudoplástico é que no repouso as partículas estão orientadas de forma aleatória, a energia da tensão de cisalhamento tende a alinhar as partículas na direção do escoamento, reduzindo a resistência ao fluxo. Também tende a desagregar grandes aglomerados de partículas reduzindo assim o arrasto hidrodinâmico geral. As pastas de cimento costumam apresentar esse comportamento pois as partículas de cimento tendem a flocular. Quando aumentada a tensão de cisalhamento esses flocos são quebrados em partículas primárias acompanhadas por uma redução da resistência ao fluxo e da viscosidade (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014).

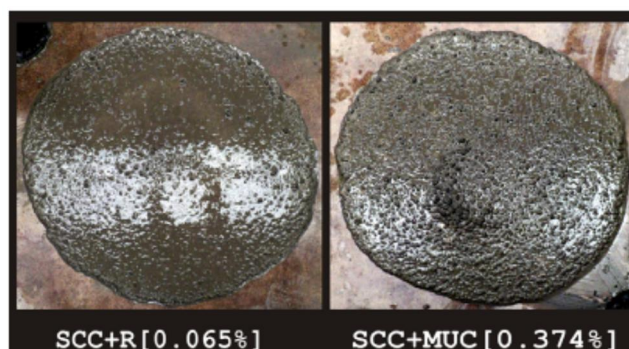


Figura 13 – Utilização de aditivos biopoliméricos como aditivos modificadores de viscosidade para concreto auto adensáveis. Na foto da esquerda o uso de aditivo comercial e na foto da direita o uso da mucilagem (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014).

As alterações de viscosidade dos materiais cimentícios estão relacionadas a fase PEC/MUC. A gelificação da pectina, provoca o aumento da viscosidade e a retenção de água. O aditivo diminui a água livre e também aumenta as cadeias poliméricas que emaranhadas aumenta a tensão de escoamento. A massa molecular elevada, relacionada ao grau de ramificação, faz com que tenha boa capacidade de retenção de água. Os grupos hidroxila ao longo das cadeias mucilagem podem se ligar a moléculas de água através de ligações de hidrogênio, então seu volume aparente aumenta por inchaço, que por sua vez aumenta a viscosidade da solução de poro. Quando a tensão de cisalhamento aumenta, uma parte da água é liberada e o fenômeno pseudoplástico de redução da viscosidade (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014). As moléculas de cadeia longa podem aderir à periferia das moléculas de água, adsorvendo e fixando parte da água de mistura e aumentando o limite de escoamento e a viscosidade do plástico.

Quando há incremento na viscosidade da solução de poro, é esperado diminuição da difusão, mas se sabe que as moléculas funcionam como uma barreira de difusão, em função do seu tamanho. Então, as moléculas de alto peso molecular que aumentam drasticamente a viscosidade da solução em concentrações baixas não têm nenhum efeito mensurável na difusão. Por outro lado, para as moléculas de baixo peso molecular a redução é proporcional ao aumento da viscosidade, é dizer que duplicar a viscosidade da solução produz um coeficiente de difusão pela metade da solução original (RAMÍREZ-ARELLANES et al. 2012). Os pesquisadores verificaram redução na difusão de cloretos, mas enquanto o esperado era 11 vezes menor no melhor dos resultados, a/c 0,45, houve uma redução de apenas 20%. E os traços com a/c 0,3 e a/c 0,6 tiveram difusão maior do que a referência aos 120 dias.

Hernández; Cano-Barrita; Torres-Acosta (2016) reforçaram o entendimento de que os aditivos modificadores de viscosidade também têm influência na durabilidade do concreto. Os autores verificaram que a difusão de íons cloreto e a profundidade de carbonatação foram reduzidas comparadas com amostras de referência quando utilizada a mucilagem como aditivo em concretos com a/c 0,3 e 0,6.

Na Tabela 5 estão listados trabalhos que verificaram a influência da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* como aditivo para materiais de cimento Portland.

A influência da mucilagem na hidratação está relacionada a adsorção na superfície dos hidratos e também do cimento anidro e sobretudo com a dosagem utilizada que vai definir a intensidade do filme criado pela adsorção. Conforme verificado por Plank; Hirsch (2007) a

carga de superfície dos produtos é relevante nesse processo. A etringita com maior carga positiva é central para aditivos aniônicos enquanto a Portlandita tem a menor carga negativa e mais susceptível a adsorção de aditivos catiônicos. E se a concentração de aditivo for baixa, a mucilagem vai atuar como acelerador de hidratação.

A pega pode ser entendida como o crescimento e intertravamento dos cristais de C-S-H após o final do período de dormência e é acompanhado pela precipitação dos cristais de hidróxido de cálcio. A nucleação dos cristais de hidróxido de cálcio e seu crescimento são fundamentais para a velocidade da hidratação. Os compostos orgânicos dos biopolímeros são adsorvidos na superfície dos cristais de hidróxido de cálcio e inibem o seu crescimento e também aumentam o tempo de precipitação (RAMÍREZ-ARELLANES et al., 2012).

S. Chandra, L. Eklund et al. (1998) utilizaram o “extrato de nopal” em substituição à água de amassamento, não foi informado a dosagem em função da massa de cimento e nem a concentração do “extrato”. Interessante notar que houve aumento no espalhamento das argamassas utilizadas diferentes teores. A substituição de 50% da água de amassamento provocou atrasos na hidratação, de tal sorte que, somente aos 28 dias a resistência à compressão se igualou ao traço de referência. Em compensação o traço com 100% de “extrato de nopal”, apesar de maior retardo na hidratação, teve ganho de 12% na resistência mecânica aos 90 dias de idade. Os autores sugeriram que a mucilagem atuava como um polímero superabsorvente (SAP).

RAMÍREZ-ARELLANES et al. (2012), utilizaram uma solução com 3% de concentração de sólidos como aditivo e também indicaram uma ação retardante da mucilagem na hidratação do cimento e por conseguinte atraso no ganho de resistência. Eles compararam ensaios de DRX e verificaram que nas primeiras idades determinados produtos de hidratação estavam ausentes quando se utilizavam a mucilagem do cacto OFI. O *slump* para concretos com a/c 0,3 e 0,6 aumentou.

Martinez-molina et al. (2015) fizeram uma pesquisa de longa duração com a avaliação do uso da mucilagem OFI como aditivo substituindo a água de amassamento em teores de 0%, 1,4%, 4%, 8%, 42% e 95%. Não informaram a concentração de sólidos ou a dosagem em massa. Verificaram a resistência à compressão nas idades de 90, 210 e 2145 dias. Os autores relataram que aos 90 dias apenas a mistura com 1,4% de substituição não havia superado a resistência mecânica da referência, porém, aos 2145 dias foi avaliada como o traço de maior resistência à compressão. Na mesma idade, 2145 dias, as amostras com 95% de mucilagem

também superaram a amostra de controle enquanto que as misturas com 8% e 42% não se distanciaram da referência. Apesar de não apresentar resultados em idades iniciais e também não informaram a dosagem do aditivo, este artigo é muito importante para ilustrar como não há uma relação proporcional ou direta entre a dosagem do aditivo e o desempenho verificado. Ou seja, nem sempre maior quantidade do aditivo representa melhores resultados.

Kavas et al. (2007) realizaram estudo adicionando pectina em misturas de cimento Portland. Verificaram que a dosagem exercer grande influência na hidratação do cimento. A mistura aditivada com 0,1%, em relação a massa de cimento, apresentou maior resistência aos 28 dias. Junto com a amostra com 0,5% de aditivo apresentaram resistência superior a referência. A amostra com 1% de aditivo teve grande redução na resistência nas idades iniciais e aos 28 dias ainda estava abaixo da mistura de controle.

Hernández; Cano-Barrita; Torres-Acosta (2016) utilizaram soluções de mucilagem com concentrações de 0,5%, 1%, 1,82% e o traço referência com água. Para pastas com a/c 0,3 o grau de hidratação era maior do que a referência aos 28 dias, para todas as concentrações. Porém, com um ano a pasta de referência teve maior hidratação. Em pastas com a/c 0,6, aos 28 dias, a concentração 1,82% inibiu a hidratação, mas com 1 ano era superior a todas as misturas. Entre as outras pastas não houve diferenças significativas.

Hernández; Cano-Barrita; Torres-Acosta (2016) observaram que quando verificado o grau de hidratação em diferente idades e comparando dois tipos de cura, úmida com 28 dias e selada, há um indicativo do comportamento da mucilagem como polímero superabsorvente, isso pois os índices de hidratação quando usado o aditivo são próximos, o que não se verifica com as amostras de controle, sem aditivo. O ensaio de resistência à compressão corrobora essa hipótese. Quando comparadas as resistências aos 60 dias das amostras que não tiveram cura úmida, o uso do aditivo traz resultados mais satisfatórios. E também na idade de 120 dias o aditivo proporciona maior ganho de resistência comparada a referência.

As interações entre o biopolímero e os compostos do cimento, hidratados ou não, estão relacionados aos íons de cálcio e definem os quantitativos dos produtos na solução. Afridi et al. (1989) e Chandra, Eklund e Villarreal (1998) verificaram a redução de hidróxido de cálcio em misturas que utilizaram a mucilagem com relação às amostras de referência, por análise de DRX. Os pesquisadores entenderam que o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ havia sido consumido em reações com a mucilagem para a formação de complexos de cálcio. Ramírez-Arellanes et al. (2012) utilizando DRX e imagens eletrônicas indicaram que o efeito retardante gerado pela

	Extração				Utilização do aditivo			Tempo pega	Parâmetros de viscosidade
	Prop	Temp	Dur	Concentração	forma	aplicação	A/C		
(CHANDRA; EKLUND; VILLARREAL, 1998)	1:3	ambiente	48 h	-	liq	50 e 100% AA -	0,5	Maior	Aumento do espalhamento (6%)
(RAMÍREZ-ARELLANES ET AL., 2012)	-	fervura	-	3 %	liq	100% AA	0,3 0,45 e 0,6	Maior	Redução fluidez nas pastas (até 26%) e aumento consistência. Nos concretos o efeito foi variável em função de a/c.
(LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014)	1:2	60+/-5 ° C	3 h	Argamassa – 8.70±0.30gL ⁻¹ 0,09%) Concreto -7.33±0.23 gL ⁻¹	liq	0,25 0,435% Peso Cimento	0,5	-	Redução do espalhamento
(MARTINEZ-MOLINA ET AL. 2015)	1:1	fervura	45-50 min	-	liq	1,5; 4; 8; 42; 95% AA	0,88	-	Aumentou o espalhamento
(HERNÁNDEZ; CANO-BARRITA; TORRES-ACOSTA, 2016)	1:1,5	60° C	3h	0,42 %	liq	0.5%, 1.0%, 1.82% (w/v) pastas /0,42 - concreto	0,3;0,6		Aumentou Slump
(HERNÁNDEZ; PEREA; BARRITA, 2017)	1:1,5	60° C	3h	0.5%, 1.0% e 1.82%	liq	0.5%, 1.0% 1.82% (w/v) – pastas / 0,42 - concreto	0,3;0,6		Promoveu retenção de água
(DURÁN-HERRERA et al., 2017)	1:3,5	fervura	5 min	-	liq	100% AA	0,4	-	Aumento da viscosidade

Prop. – Proporção Cactos/água (peso/peso)

Dur. – Duração do processo de extração (h – Horas)

Temp. – Temperatura de extração (°C) / Amb – ambiente / Ferv. - Fervura

AA – Água de amassamento

Tabela 5 – Trabalhos sobre o uso do OFI como aditivo para materiais cimentícios

presença do biopolímero inibiu o consumo de C₂S e C₃S, em relação as amostras de controle, 3 e 28 dias de idade. Também verificaram uma grande redução na presença de cristais de hidróxido de cálcio.

Kavas et al. (2007) verificaram que a pectina, usada como aditivo em misturas cimentícias, interage com íons de Ca²⁺ e componentes base (pH) do cimento, há formação de uma rede tridimensionais (“caixa de ovo”) e complexos de cálcio. A solução fica desequilibrada em razão da retirada dos íons de cálcio pela pectina. Para estabilizar a solução de poro mais íons cálcio são liberados pelos compostos do cimento C₃S e C₃A. Assim, ocorre o aumento da taxa de hidratação com mais produtos formados e com diminuição do tempo de pega (KAVAS et al., 2007 ; HAZARIKA et al., 2017).

Hazarika et al. (2017) realizaram ensaios complementares com IFTR e constataram que a pectina claramente tem um efeito de acelerar a hidratação do cimento e o volume de produtos hidratados, para as dosagens do estudo. Através do monitoramento da condutividade e das concentrações de Ca²⁺ em suspensões de cimento com água e bioaditivo (pectina) foi confirmado o comportamento relatado. Quando há presença de pectina, as suspensões com cimento têm grande variação na condutividade e concentração de íons de Ca²⁺, ao contrário de soluções puras de cimento.

Uma influência dos biopolímeros na hidratação que é consensual entre os grupos de pesquisa é a alteração na formação dos cristais. Os relatos indicam redução nas dimensões dos cristais, além de alterações na forma e textura. O biopolímero exerce influência na hidratação do C₃S e dificulta a formação de grandes cristais de hidróxido de cálcio e também da etringita. Verificaram a influência dos biopolímeros na forma e tamanho dos cristais Rodriguez-Navarro et al., (2017b), Chandra, Eklund e Villarreal (1998), Ramírez-Arellanes et al. (2012) e Bezerra; Ferreira; Castro-Gomes (2011). Alterações morfológicas nos cristais também são observadas com o uso da pectina como aditivo (KAVAS *et al.*, 2007).

Rodriguez-Navarro et al. (2017) verificou que apesar de provocar alterações morfológicas nos cristais de hidróxido de cálcio, o uso da mucilagem não interferiu na detecção dos cristais através do DRX. Não houve nenhum desvio detectável nos picos de Bragg em relação ao padrão da Portlandita. Os prismas hexagonais são modificados para estruturas curtas, as vezes com aspecto de folheado. Eles também mostraram que, em termos de tamanho de cristalito, a presença da mucilagem permite, de uma forma quase instantânea, a produção de

cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ com as características microestruturais que são alcançadas através do envelhecimento a longo prazo

Bezerra; Ferreira; Castro-Gomes (2011) relatam que apesar da etringita ser uma fase que não permanece no concreto em idades superiores a 28 dias, com o tempo é transformada gradualmente em monossulfato hidratado, o uso de biopolímero como aditivo gerou abundante presença de etringita. Os autores também fizeram interessante observação sobre a morfologia dos cristais. A etringita, geralmente formada no início do processo de hidratação do cimento Portland, possui comprimento superior a 100 micrômetros. Quando utilizado o aditivo biopolimérico, a etringita foi observada em formas aciculares com pequeno tamanho (poucos micras).

Alguns autores relataram a redução da absorção de água no estado endurecido quando utilizaram a mucilagem OFI como aditivo. Para Chandra, Eklund e Villarreal (1998) o mecanismo que reduz a absorção é o tamponamento da porosidade devido a formação de um filme hidrofóbico pela desnaturação das proteínas, certamente pela adsorção dos polissacarídeos, e pelos complexos de cálcio formados, de forma análoga aos polímeros sintéticos. (RAMÍREZ-ARELLANES et al., 2012) realizaram ensaios com variações na relação a/c e diferentes concentrações da mucilagem, além de variar o tipo de cura das amostras (úmida e selada/seca). Segundo os autores a influência do aditivo na hidratação ficou clara e está a razão pela qual houve redução da absorção de água em relação a referência para todas as amostras.

A absorção de água também foi reduzida quando as amostras foram mergulhadas na mucilagem de cacto, impregnando a superfície. Conforme (CHANDRA; EKLUND; VILLARREAL, 1998), um filme é formado adsorção dos polissacarídeos e pela parte hidrofóbica das proteínas que aumenta a resistência à penetração de água.

Quando há aumento na concentração do biopolímero a proporção de poros finos/poros grandes diminui (HERNÁNDEZ; CANO-BARRITA; TORRES-ACOSTA, 2016). Possivelmente, a espessura do filme formado sob as estruturas, tamponando os poros, é maior.

Para Durán-Herrera et al. (2017) a capacidade da mucilagem em absorver água e reduzir a tensão superficial de soluções aquosas, atua sobre a solução de poros de argamassas e

concretos. Devido a isto a mucilagem reduz a fissuração por secagem. Pela mesma razão, ocorre mudanças de consistência e também redução na taxa de secagem.

Quando submetidas a ciclos de gelo e degelo, as amostras aditivadas com a mucilagem mostram melhor resistência do que a referência. Chandra, Eklund e Villarreal (1998) realizaram os ensaios com água salgada e as amostras aditivadas resistiram ao dobro de ciclos em bom estado.

3 METODOLOGIA

Neste capítulo são descritos as etapas e os procedimentos para o desenvolvimento do programa experimental, dividido em quatro etapas detalhadas no organograma da Figura 14. Para cada etapa são apresentados os ensaios e respectivas normas utilizadas, preparo de amostras, métodos e considerações. A saber, as etapas deste trabalho são:

- Obtenção do aditivo MOFI;
- Caracterização dos materiais;
- Estudo dos microconcretos;
- Estudo das pastas.

Dentro da proposta deste trabalho, o aditivo biopolimérico MOFI teve como condicionante essencial ser um aditivo acessível e de produção simplificada. Essa preocupação foi que norteou os processos de extração realizados na Etapa 1 – Obtenção do aditivo MOFI. Na Etapa 2 – Caracterização dos materiais - foram realizados ensaios para verificar a composição e caracterizar os materiais afim de verificar o atendimento às normas específicas e também para subsidiar o entendimento da interação enquanto componentes de uma mesma mistura. Nas Etapas 3- Estudo dos microconcretos - e 4 - Estudo das pastas – foram executados ensaios para avaliação do aditivo MOFI. Nessas etapas buscou-se compreender a influência do aditivo em materiais cimentícios tanto no estado fresco como também no estado endurecido.

O programa experimental considerou a substituição progressiva da água de amassamento pelo aditivo MOFI. As variáveis independentes foram a relação a/c ou $(a+MOFI) / c$ e o percentual de substituição da água de amassamento pelo aditivo MOFI. As variáveis dependentes foram as alterações no estado fresco (consistência) e no estado endurecido (resistência à compressão, absorção de água por imersão e por capilaridade, alterações químicas e microestrutural). Na Tabela 6 são listadas as variáveis independentes e dependentes.

Nas misturas as relações água/cimento, para a referência, e (água + MOFI) /cimento, para as aditivadas, foram sempre mantidas constante e igual a 0,5. A substituição da água pelo aditivo MOFI ocorreu gradativamente, nos microconcretos e pastas, em teores definidos de 0%, 10%, 20%, 40%, e 100%.

Para os ensaios realizados neste trabalho sempre que possível foi realizada a análise estatística. Por ter dados suficientes, no estudo dos microconcretos foi possível a aplicação da análise de variância (ANOVA). Foram realizadas a verificação de significância das hipóteses consideradas. Ou seja, utilizando ferramentas estáticas foi verificado se o aditivo MOFI influenciava na propriedade estudada, considerando também a variação da dosagem do aditivo. Foi realizada a análise estatística comparando os valores obtidos em cada ensaio entre os grupos (REF, 10%, 20%,40% e 100%) e também dentro do próprio grupo, com o nível de significância de 95%, portanto os valores de “p” deve ser menor do que 0,05. Outra forma de verificar as análises feitas é através da comparação dos valores “F” e “F crítico”, o primeiro calculado e o segundo tabelado. O valor de “F” deve ser maior do que o valor de “F crítico”.

Também foi utilizado o Teste de Duncan, um teste de comparação de média que fornece uma comparação entre as médias dos grupos avaliados considerando as variações em termos do parâmetro estudado. Assim são agrupados os valores de acordo com a média calculada e a significância dos resultados.

O programa experimental foi realizado em laboratórios da Universidade de Brasília - UnB: Laboratório de Ensaio e Materiais - LEM/FT, Laboratório de Desenvolvimento de Processos Químicos LDPQ/IQ, Central Analítica - CAIQ/IQ, Laboratório de Análise Instrumental - LAI/FGA, Laboratório de Análise de Águas - LAA/FT, Laboratório de Microsonda Eletrônica e Laboratório de DRX/IG. O ensaio de porosimetria, foi realizada no Laboratório de Tecnologia do Pó – IFSC/USP.

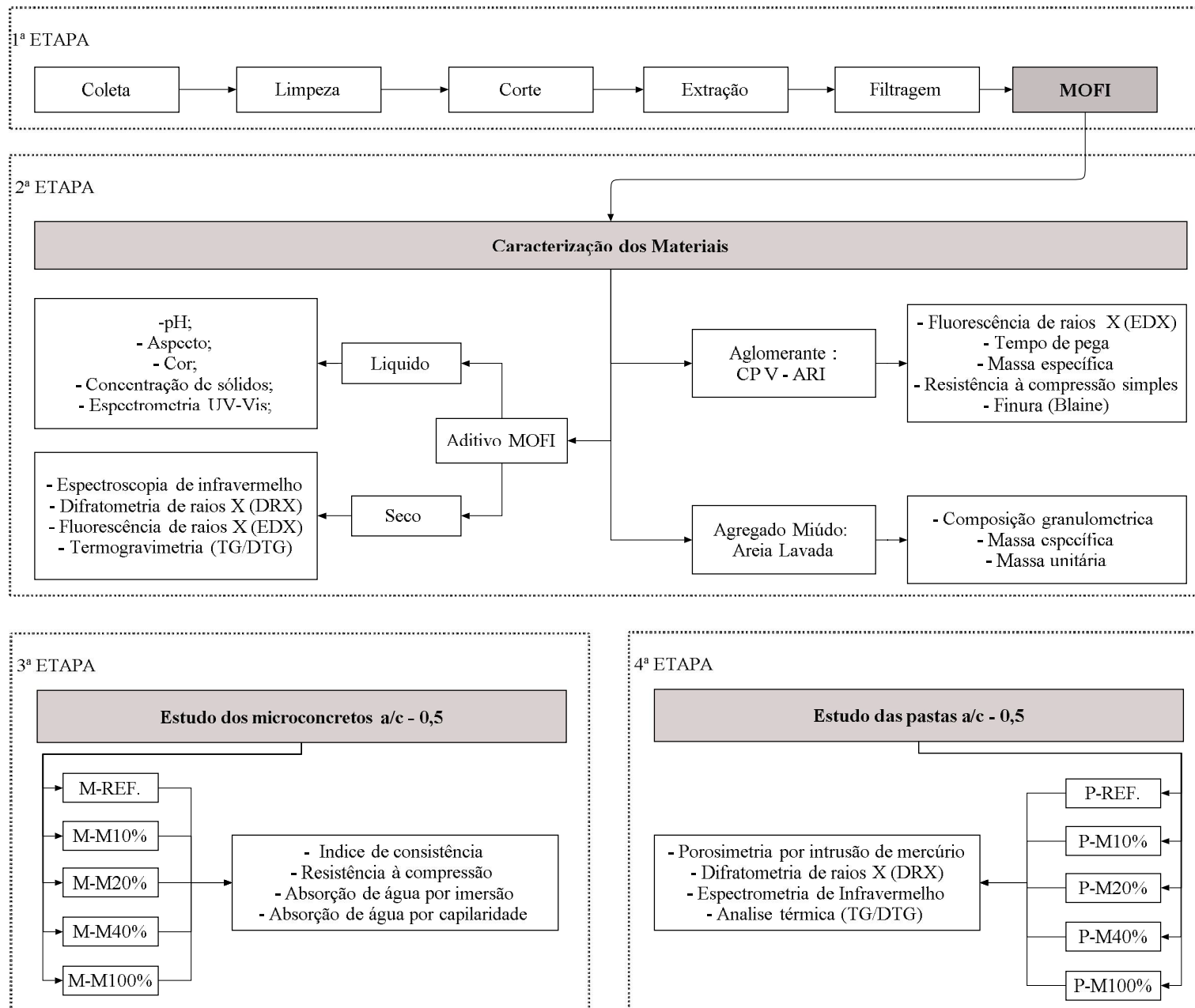


Figura 14 – Organograma do procedimento experimental

VARIÁVEIS INDEPENDENTES		VARIÁVEIS DEPENDENTES						
Relação (a+ MOFI) / cimento	Aditivo MOFI / água de amassamento	Microconcreto			Pasta			
		Nomenclatura dos microconcretos	Estado Fresco	Estado endurecido	Nomenclatura das pastas	Estado endurecido (28 dias)		
0,5	0%	M-REF	Índice de Consistência – Flow table	Resistência à compressão simples (28 dias)	Absorção de água por imersão (28 dias)	Absorção de água por capilaridade (28 dias)	P-REF	Porosimetria por intrusão de mercúrio
	10%	M-M10%					P-M10%	
	20%	M-M20%					P-M20%	
	40%	M-M40%					P-M40%	
	100%	M-M100%					P-M100%	
							Difração de raios X	
							Espectroscopia de infravermelho	
							Análise térmica (TG/DTG)	

Tabela 6 Variáveis dependentes e independentes

3.1 Obtenção do aditivo MOFI

A extração da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* pode ser realizada de diferentes formas. São encontrados na literatura processos com variações em relação ao solvente e o tempo de imersão, a temperatura de extração, a proporção biomassa/solvente, o tamanho e o tipo de corte da palma. O resultado da extração pode ser apresentado na forma líquida ou em pó. Alguns trabalhos, como Abraján (2008), avaliaram os efeitos do método de extração nas características químicas e físicas do produto adquirido. A partir dos vários métodos de extração da mucilagem verificados, foi proposta uma metodologia a partir de adaptações às técnicas utilizadas por Abraján (2008), Contreras-Padilla et al. (2016) e Leon Martinez et al.

(2014). A mucilagem nas condições de extração e preparo geral colocada neste trabalho terá o nome de aditivo MOFI

Sendo a intenção deste estudo a contribuição para disponibilizar um aditivo para materiais cimentícios com produção tão simples quanto possível de forma a ser acessível à construtores autônomos com recursos reduzidos até setores com maior desenvolvimento da indústria da Construção Civil, definiu-se a extração do aditivo MOFI a frio, em temperatura ambiente, e sem nenhum processamento posterior.

Após definida a rotina de extração, foi realizado um estudo piloto buscando as melhores condições de extração da mucilagem. Foram avaliados a influência do tipo de corte (cubos e fatias), tempo de imersão (2h, 6h, 12h, 24h e 48h), proporção biomassa/água (1:1, 1:3 e 1:5) e a utilização de casca ou não, Figura 15. O fator decisivo para a definição do processo de extração foi o rendimento, em termos de concentração de sólidos e do tempo e esforço empregado.



Figura 15 - Estudo piloto para a otimização da extração da mucilagem do cacto OFI.

Assim, definiu-se que para o desenvolvimento desta pesquisa a configuração mais eficiente seria com os cactos cortados em cubos de aproximadamente 2cm com casca e imersos em água por 24horas na proporção 1:3 de cactos/água. As etapas de obtenção do produto são descritas a seguir e apresentadas na Figura 16



(a) Plantio de cactos *Opuntia ficus-indica* – Sobradinho – DF

(b) Limpeza dos cactos – Escovação e desinfecção



(c) Cactos cortado

(d) Imersão em água para extração da mucilagem



(e) Filtragem do aditivo MOFI

(f) Aditivo MOFI pronto para uso

Figura 16 – Etapas da obtenção do aditivo MOFI.

A) Coleta do Cactos

Foram coletados os cladódios ou raquetes do cacto *Opuntia* sp. para a extração da mucilagem. O tamanho dos cladódios da planta depende da idade e da quantidade

de água e nutrientes recebidos no crescimento (Ribeiro et al., 2010). Para evitar variações significativas foram fixados critérios para a coleta. A área de coleta foi limitada em 15 metros de raio. As raquetes coletadas tinham tamanho entre 30 cm +/- 5cm de comprimento. O local de coleta foi uma plantação localizada as margens da BR-040 KM 12, nas proximidades de Sobradinho – DF. O período de obtenção das plantas foi entre os meses de março e julho de 2018, sempre pelo turno da manhã. Com relação a idade, as plantas da área definida tinham aproximadamente três anos.

B) Limpeza

A limpeza das peças ocorreu no laboratório. Inicialmente foi realizada a escovação das peças para remoção de espinhos e sujeiras grosseiras. Também foram retirados os pontos brancos das raquetes por raspagem. Em seguida as peças ficaram imersas em uma solução de hipoclorito de sódio a 0,5% de concentração durante 10 minutos para a desinfecção. Por fim, o enxague em água corrente para remoção de resíduos. (ABRAJÁN, 2008; CONTRERAS-PADILLA *et al.*, 2015, 2016).

C) Corte

O corte foi realizado com faca comum e os pedaços tinham aproximadamente 2cm em formato cubico. A parte inferior da raquete foi descartada, cerca de 3 centímetros para evitar contaminações.

D) Imersão em água a temperatura ambiente

A biomassa de cactos ficou imersa em água pelo período de 24 horas a temperatura de 24° +/- 3° C para extração da mucilagem. A proporção foi de uma parte de cactos para 3 de água em peso (1:3).

E) Extração / filtração do MOFI

A filtração do MOFI foi realizada utilizando funil de Buchner associado a malha de aproximadamente 0,2 mm e bomba de vácuo. Após a filtração, descartando a biomassa, já se adquire o aditivo MOFI. Para o uso nessa pesquisa a concentração de sólidos foi ajustada em 0,45%, concentração similar foi utilizada León-Martínez *et al.*, (2014) e Rodríguez-Navarro *et al.*, (2017). Quando necessário, foram misturadas soluções com concentrações diferentes.

F) Estocagem do MOFI

O aditivo MOFI foi acondicionado em recipientes tampados e em temperatura de aproximadamente 24°C +/- 3°C. O aditivo foi usado o mais rápido possível, o prazo máximo de estocagem para uso foi de 15 dias. Não foi observada nem uma variação de cor, odor ou aspecto no período. O controle do produto foi por avaliação visual e pela concentração de sólidos.

3.2 Caracterização dos Materiais

Nesta etapa foram realizados os ensaios de caracterização físico e/ou química dos materiais utilizados no desenvolvimento do programa experimental. De suma importância, a caracterização permite a validação dos materiais utilizados em função dos parâmetros normativos e facilita o entendimento das interações entre eles.

A água utilizada foi proveniente da rede de abastecimento público, considerada adequada para uso, conforme a ABNT NBR 15900-1:2009.

3.2.1 Aditivo biopolimérico – MOFI

A caracterização do aditivo MOFI foi realizada com o material em forma líquida e também em pó, de acordo com a necessidade do ensaio. Os ensaios de espectroscopia de infravermelho, difratometria de raios X e fluorescência de raios X utilizaram o aditivo em pó. Os demais foram realizados com o aditivo líquido. Para a redução do aditivo a pó, a retirada de água foi feita em estufa mantida 37 ± 3 °C pelo período necessário, mínimo de 24h, Figura 17 (a). Após a retirada da água livre o aditivo foi macerado utilizando almofariz de porcelana Figura 17 (b). Outro processo alternativo para a redução a pó foi a utilização de álcool etílico, na proporção de 1:5 (mucilagem : álcool, em volume), para a precipitação do biopolímero (SEPÚLVEDA et al., 2007) e em seguida levado à estufa a 7 ± 3 °C.

A determinação do pH foi realizada com peagâmetro com resolução de 0,1 e compensador automático de temperatura. O aspecto e cor foram avaliados por análise visual. O teor de sólidos foi obtido por diferença de massa, após pesagens sucessivas da amostra levada à estufa na temperatura de 105° +/- 5° até constância de massa. Ensaio descrito na ABNT NBR 11768: 2011.



(a) Processo de secagem em estufa

(b) MOFI em pó

(c) processo de precipitação em álcool

Figura 17– Processo de redução do aditivo MOFI a pó.

3.2.1.1 Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR – *Fourier transform infrared spectroscopy*) é uma técnica muito usada para identificar componentes químicos através dos tipos de ligações presentes no material. Basicamente, é realizada a exposição da amostra a radiação eletromagnética na faixa de frequências do infravermelho (sendo a faixa mais relevante a do infravermelho médio com comprimentos de onda entre $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ em número de onda) obtendo-se espectros de absorção ou emissão. A espectroscopia no infravermelho baseia-se na observação de que as ligações químicas apresentam frequências específicas de vibração associadas à níveis de energia bem definidos. Tais frequências de vibração ou frequências de ressonância, dependem da forma da molécula, dos seus níveis de energia e da massa dos seus átomos constituintes ((PAVIA et al., 2010). Tal técnica foi importante para caracterização química do aditivo MOFI. A partir dos resultados os compostos orgânicos podem ser identificados.

Os ensaios de FTIR foram realizados na Central Analítica – IQ/UnB. O equipamento utilizado foi o modelo 640 – Varian. As amostras foram utilizadas em pó e dissolvidas em KBr (1:100). A análise foi na faixa de comprimentos de onda entre $4000-400 \text{ cm}^{-1}$.

3.2.1.2 Análise por espectrometria UV-Vis

A espectrofotometria UV-vis se utiliza da interação da luz com a matéria para identificação de grupos funcionais. A técnica é baseada na no aumento de energia em função do aumento da frequência da radiação incidida. Quando uma espécie química absorve energia na forma

de fótons, seus elétrons ficam excitados e ocorre uma transição de um orbital de mais baixa energia para outro de maior energia. Através de medidas de absorção da radiação eletromagnética, nas regiões visível e ultravioleta é formado espectro característico das moléculas. Foi utilizado um aparelho espectrofotômetro ultravioleta-visível e infravermelho próximo (UV-Vis-NIR) Marca: Varian, Modelo: Cary 5000. A amostra foi diluída em água. A faixa de comprimento de onda foi de 200 a 800 cm^{-1} .

3.2.1.3 Difratomia de raios X (DRX)

Os materiais no estado sólido podem assumir vários arranjos estruturais que são definidos pelas características dos seus átomos e ligações possíveis. Quando estão arranjados periodicamente no espaço ao longo de grandes distâncias atômicas, com um padrão tridimensional definido, são denominadas como estruturas cristalinas. A formação dessa rede cristalina origina planos cristalinos. A composição dos diferentes materiais define as distâncias interplanares e número de planos possíveis. O equipamento de DRX emite raios X sobre a amostra e também realiza a detecção dos fótons difratados quando interceptam os átomos. No arranjo cristalino observa-se a aplicação da lei de Bragg que estabelece a relação entre o ângulo de incidência da radiação e a distância interplanar característica de cada fase cristalina. O resultado desta técnica é um difratograma constituído por picos registrados num espectro de intensidade em função do ângulo 2θ . Cada composto cristalino apresenta um padrão difratométrico característico, permitindo sua identificação através das posições angulares e intensidades relativas dos picos difratados, ou seja, distâncias interplanares.

A técnica foi utilizada para identificação de compostos cristalinos presentes no aditivo MOFI. O equipamento utilizado foi da marca Bruker, modelo D8 Focus. Para todas as análises utilizou-se amostras em pó e os parâmetros foram: faixa $2\theta = 2^\circ$ a 80° , incremento (*step*) = $0,05^\circ \text{ min}^{-1}$ e velocidade (graus/min) = $0,25^\circ \text{ min}^{-1}$.

3.2.1.4 Fluorescência de raios X (EDX)

Espectrometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva (XRF/EDX– *X-ray fluorescence spectroscopy*) é uma técnica qualitativa e quantitativa de composição química de amostras. Esta técnica baseia-se na medida da intensidade dos raios X emitidos (fluorescência) no processo de relaxação eletrônica radiativo dos elementos químicos constituintes da amostra, após a ocorrência de processos de ionização e/ou excitação

eletrônica da camada interna nestes elementos. Ou seja, a fluorescência de raios X consiste em irradiar sobre a amostra raios de alta energia e posterior detecção de emissões secundárias de raios X características de cada elemento, permitindo a análise química e avaliação da composição elementar de diversos tipos de materiais. O equipamento não registra a presença de elementos leves, somente elementos com massa atômica superior ao oxigênio (8) são detectados.

A técnica foi utilizada para identificar os elementos químicos presentes no aditivo MOFI e as respectivas quantidades percentuais. Os parâmetros para o ensaio foram Faixa $2\theta = 2 \leq 2\theta \leq 80$, Incremento (step) = $0,05^\circ \text{ min}^{-1}$ e Velocidade (graus/min) = $0,25^\circ \text{ min}^{-1}$. O equipamento utilizado foi o modelo EDX 720HS, da marca Shimadzu. Os ensaios foram realizados na CAIQ/UnB. As amostras analisadas foram em pó.

3.2.1.5 *Análise Térmica (TG / DTG)*

A análise termogravimétrica (TG) permite a partir da variação controlada da temperatura e as consequentes variações de massa avaliar as características e composição do material. O tipo de atmosfera e também o tempo de aquecimento podem ser controlados adicionalmente. O uso desta técnica auxilia na determinação de constituintes orgânicos e inorgânicos de forma qualitativa e quantitativa, a determinação de umidade e a estabilidade térmica de uma amostra. A metodologia permite conhecer temperaturas de decomposição de materiais, assim como o desenvolvimento de reações químicas como desidratação, oxidação e qualquer reação que envolva a presença de uma fase gasosa. A temperatura na qual esses processos ocorrem são típicos para o mineral ou hidrato. Estas reações são geralmente associadas ao peso, mudanças ou liberação de calor. A análise térmica diferencial (DTG) fornece informações adicionais às transformações provocadas pela transição de fase, podendo ser fenômenos caloríficos endo ou exotérmicos. Tipicamente as curvas de TG, ou termogramas (e suas derivadas DTG), relacionam a perda de massa da amostra versus a temperatura, gerando informações sobre as velocidades de reação, além da composição e estabilidade térmica da amostra (LUCAS et al., 2001).

Para essa análise foi utilizado um analisador termogravimétrico modelo DTG-60H (Shimadzu, Japão). As condições de análise foram atmosfera inerte de N₂; fluxo de 30 mL/min; taxa de aquecimento de 10 °C/min e intervalo de temperatura na faixa de 30 °C a 1000 °C. Foi analisada a amostra em pó.

3.2.2 Aglomerante

As pastas e microconcretos estudadas foram confeccionadas com cimento Portland de Alta Resistência Inicial, CPV-ARI, classificação de acordo com a norma ABNT NBR 5733:1991. A escolha foi em razão de ser o cimento comercial com menor teor de adições minerais, o que proporciona uma menor interferência nas análises realizadas. Os ensaios de caracterização realizados estão apresentados na Tabela 7.

Propriedade	Método de ensaio
Espectrometria por Fluorescência de raios X (EDX)	-
Tempos de Pega	ABNT NBR NM 65:2003
Massa Específica	ABNT NBR NM 23:2001
Resistência à compressão Simples	ABNT NBR 7215:1997
Finura (Método de Blaine).	ABNT NBR 16372:2015

Tabela 7 Ensaio de caracterização do aglomerante – CPV – ARI.

3.2.3 Agregados

O estudo de microconcretos demandou a utilização de agregado miúdo. Foi utilizada areia quartzosa natural lavada de rio. Os materiais foram adquiridos no comércio do Distrito Federal e usados sem nenhum tratamento prévio. Os ensaios de caracterização realizados estão listados na Tabela 8.

Propriedade	Método de ensaio
Composição Granulométrica	ABNT NBR NM 248:2003
Massa específica	ABNT NBR NM 52:2009
Massa unitária	ABNT NBR NM 45:2006

Tabela 8 - Ensaio de caracterização dos agregados.

3.3 Estudo dos microconcretos

Foram avaliados diferentes traços de microconcretos com o aditivo MOFI. O teor de sólidos do aditivo foi de 0,45%. Foram arbitrados cinco traços com uso gradual do produto, através da substituição da água de amassamento pelo aditivo MOFI. Os volumes de substituição da água de amassamento foram de 0%, 10%, 20%, 40% e 100%. Metodologia similar foi adotada por Martínez-Molina et al. (2015) e Ramírez-Arellanes et al. (2012). Para todos os microconcretos os traços foram 1:3 (cimento: agregado miúdo). A relação a/c foi de 0,5 para a mistura de referência. Para os traços aditivados manteve-se a relação (a + MOFI) /c em 0,5. Os traços estudados e a nomenclatura empregada são apresentados na Tabela 9.

As misturas dos microconcretos foram executadas com misturador mecânico (ABNT 7215,1997) e seguiu a sequência descrita na Tabela 10. Os tempos são mostrados em minutos. A duração total de cada mistura foi de 8 minutos.

Traço	CP V (g)	Areia (g)	a/c ou (a + MOFI) /c	Água (g)	MOFI (g)	MOFI seco (g)	MOFI seco / CP V
REF-M	700	2100	0,5	350	0	0,00	0,00%
M - M10%	700	2100	0,5	315	35	0,16	0,02%
M - M20%	700	2100	0,5	280	70	0,32	0,05%
M - M40%	700	2100	0,5	210	140	0,63	0,09%
M - M100%	700	2100	0,5	0	350	1,58	0,23%

Tabela 9 - Composição dos traços dos microconcretos estudados.

Início (min)	Fim (min)	Duração (min)	Ação
00:00	00:30	00:30	Adiciona o cimento e a água
00:30	01:00	00:30	Mistura velocidade baixa
01:00	01:30	00:30	Acrescenta a areia
01:30	02:00	00:30	Mistura velocidade alta
02:00	02:30	00:30	Raspagem
02:30	03:00	00:30	Repouso
03:00	05:00	02:00	Mistura velocidade alta
05:00	05:30	00:30	Raspagem
05:30	08:00	02:30	Mistura velocidade alta

Tabela 10– Sequência de mistura dos microconcretos.

A moldagem dos corpos de prova cilíndricos (50 mm x 100mm) foi feita em 4 camadas com 30 golpes cada. Foram seguidos as considerações da norma ABNT 7215 (1997). A cura dos corpos de prova também seguiu as orientações da mesma norma. Nas primeiras 24 horas a cura foi realizada em câmara úmida e após a desforma foram imersos em água saturada com cal até a data do ensaio.

3.3.1 Ensaio índice de consistência

A consistência pode ser definida como a propriedade pela qual a mistura tende a resistir às deformações que lhe são impostas. Está relacionada com a medida do espalhamento do material, quanto maior o diâmetro medido menor a consistência do material. As análises dos índices de consistência foram baseadas no ensaio de espalhamento, Figura 18, conforme diretrizes da norma ABNT 7215 (1997). Foi utilizada a mesa de consistência para a realização deste ensaio também conhecido como *Flow table*.



(a)



(b)

Figura 18 - Ensaio de índice consistência – Flow table (a) Microconcreto moldado, antes da aplicação de golpes na mesa de consistência. (b) Amostra de microconcreto após a aplicação dos golpes na mesa de consistência

3.3.2 Resistência à compressão simples

Determinou-se a resistência à compressão simples axial nas idades de 1, 3, 7, 28 e 180 dias, seguindo os procedimentos da ABNT NBR 5739:2007. Foram utilizados corpos de prova (CP) cilíndricos 50 mm x 100 mm.

3.3.3 Absorção de água por imersão

Conforme procedimentos da ABNT NBR 9778:2005, foi realizado aos 28 dias de idade o ensaio de absorção de água por imersão. Este ensaio permite avaliar o índice de vazios, a massa específica real e a absorção de água para as diferentes composições estudadas. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos (50 mm x 100 mm). Após 72 horas em estufa a $105 \pm 5^\circ \text{C}$ foi determinada a massa seca do corpo de prova. Em seguida imergiu-se o CP em água à temperatura de $(25 \pm 2)^\circ \text{C}$. Após 72h foi realizada a medida de massas do CP. E finalmente, após serem fervidos em água, verificou-se as massas saturadas e massas imersas (com auxílio de balança hidrostática) dos corpos de prova.

3.3.4 Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade foi realizado conforme a norma ABNT NBR 9779:2012 com a idade de 28 dias, utilizando corpos de prova cilíndricos 50 mm x 100 mm. Após ser seco em estufa até constância de massa o corpo de prova tem seu peso determinado e é imerso em uma lâmina de água com altura de $5 \pm 1 \text{ mm}$. São realizadas medições de massa nos intervalos de 3, 6, 24, 48 e 72 horas após início do ensaio. O ensaio avalia, por diferença de massas, o volume de água absorvida por capilaridade pelo corpo de prova. Para

observação e avaliação da distribuição de água no interior dos corpos de prova foi realizado o rompimento por compressão diametral (ABNT NBR 7222:2011).

3.4 Estudo em pastas

Nesta parte do trabalho o objetivo foi estudar mais claramente os efeitos da incorporação do aditivo MOFI na matriz cimentícia. Nas misturas das pastas as relações a/c e (a + MOFI) /c permaneceram 0,5 e também se manteve as porcentagens de substituição da água de amassamento pelo aditivo MOFI usada no estudo dos microconcretos, Tabela 11.

Traço	CP V (g)	a/c ou (a + MOFI) /c	Água (g)	MOFI (g)	MOFI seco (g)	MOFI seco / CP V
P - REF	700	0,5	350	0	0,00	0,00%
P - M10%	700	0,5	315	35	0,16	0,02%
P - M20%	700	0,5	280	70	0,32	0,05%
P - M40%	700	0,5	210	140	0,63	0,09%
P - M100%	700	0,5	0	350	1,58	0,23%

Tabela 11 – Traços das pastas estudadas

A mistura das pastas foi executada com misturador mecânico (ABNT 7215,1997) e seguiu a sequência descrita na Tabela 12, os tempos são mostrados em minutos. A duração total de cada mistura foi de 7 minutos e 30 segundos.

Início (min)	Fim (min)	Duração (min)	Ação
00:00	00:30	00:30	Adiciona o cimento e a água
00:30	01:00	00:30	Mistura velocidade baixa
01:00	01:30	00:30	Mistura velocidade alta
01:30	02:00	00:30	Raspagem
02:00	02:30	00:30	Repouso
02:30	04:30	02:00	Mistura velocidade alta
04:30	05:00	00:30	Raspagem
05:00	07:30	02:30	Mistura velocidade alta

Tabela 12 - Sequência de mistura das pastas.

Para as análises no estado endurecido, foram moldados pequenos corpos de prova. A cura dos corpos de prova seguiu as orientações da norma ABNT 7215 (1997). As primeiras 24horas a cura foi realizada em câmara úmida e após foram imersos em água saturada com cal até a data da utilização.

As análises no estado endurecido das pastas foram realizadas aos 28 dias de idade. Os ensaios foram realizados após a paralisação da hidratação do cimento. O principal objetivo da paralisação da hidratação é remover a água livre nos poros sem remover a água presente nos produtos de hidratação evitando a alteração dos hidratos e preservando a microestrutura.

Conforme procedimento proposto por Scrivener; Snellings; Lothenbach (2016), a água livre foi removida através da substituição por solvente orgânico que em seguida foi evaporado.

Para realizar a paralização da hidratação, as amostras foram imersas em álcool isopropílico por 24 horas. Neste período a água livre na matriz cimentícia é substituída pelo solvente (álcool) provocando a paralisação da hidratação. Em seguida é realizada a troca por um solvente mais volátil, com curto processo de secagem. As amostras foram mergulhadas em éter dietílico e mantidas por 15 minutos no aparelho de ultrassom para também remover eventuais sujidades. Na sequência, o éter dietílico foi evaporado em estufa a 40°C pelo período de 15 min. A moagem das pastas, quando necessário, foi realizada após a paralisação da hidratação utilizando almofariz e mão de gral (SCRIVENER et al. 2016).

As amostras em pó foram guardadas em embalagens lacradas com papel filme e dentro de pote com cal sodada para evitar a carbonatação e sílica gel azul para prevenir a hidratação. Os ensaios foram realizados sempre com o menor tempo possível.

3.4.1 Porosimetria por intrusão de mercúrio

O ensaio de porosimetria consiste em manter as amostras em compartimentos herméticos preenchidos por mercúrio onde são aplicados incrementos de pressão e simultaneamente medido o volume de mercúrio que penetra à amostra. Considerando os poros de formato cilíndricos, a pressão exercida para que o líquido penetre o capilar é inversamente proporcional ao diâmetro do poro, mas proporcional a tensão superficial e ao ângulo de contato do líquido que não molha o material ensaiado. O método é aplicado para a medição de poros na faixa de 0,003 a 400 μm , sendo mais adequado na faixa de 0,1 a 100 μm (RATO, 2006).

Apesar de apresentar limitações e críticas, o método é muito usual na caracterização de materiais cimentícios. As principais críticas são com relação as altas pressões que podem danificar o material influenciando no resultado e a presunção de que todos os poros do material são cilíndricos e interconectados. A ocorrência de poros do tipo “tinteiro” leva a quantificação equivocada das faixas de poros (MANZANO, 2016).

Com a limitação de tamanho imposta pelo porta amostras do equipamento, as dimensões das amostras foram de aproximadamente 1 cm x 1 cm x 1cm, extraídas da parte central do CP, Figura 19. A redução foi feita com serra mármore e em seguida as dimensões foram ajustadas utilizando politriz - Mod. Polipan-U marca Pantec com Lixa d'água nº 120, Figura 19 no

laboratório de materiais e metalurgia / FT – UnB. As amostras foram limpas no equipamento ultrassom e em seguida se procedeu a paralização da hidratação.



Figura 19- preparação de amostra de pastas: (a) Preparação de amostra de pasta para o ensaio de porosimetria (b) Adequação das amostras no equipamento Politriz

A porosimetria por intrusão de mercúrio foi realizada no Laboratório de Tecnologia do Pó do Instituto de Física de São Carlos / USP. O equipamento utilizado foi o Pore Sizer 9320 - *Micromeritics Instrument Corporation*. No ensaio, o mercúrio foi intrudido nas amostras de forma contínua sendo considerado um ângulo de contato de 130° e uma tensão superficial do mercúrio de $4,85 \times 10^{-1}$ N/m, com um incremento de pressão de 0,003 a 207 MPa.

3.4.2 Difração de Raios X

A técnica de difração de raios X já foi descrita no item 3.2.1.2. A análises das pastas foram realizadas aos 28 dias de idade com a paralisação da hidratação, conforme procedimentos já relatados. As amostras foram reduzidas a pó por maceração. O equipamento utilizado foi da marca Bruker, modelo D8 Focus. Os parâmetros utilizados foram: faixa $2\theta = 2^\circ$ a 80° , incremento (step) = $0,05^\circ \text{ min}^{-1}$ e velocidade (graus/min) = $0,25^\circ \text{ min}^{-1}$.

3.4.3 Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) - Pastas

A técnica de FTIR já foi descrita no item 3.2.1.1. Os ensaios de FTIR foram realizados na Central Analítica IQ/UnB. O equipamento utilizado foi o modelo 640 – Varian. As amostras estavam com 28 dias e tiveram a paralisação da hidratação. Foram utilizadas em pó e diluídas em KBr (1:100). A análise foi na faixa de comprimentos de onda entre $4000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$.

3.4.4 Análise Termogravimétrica (TG / DTG)

A técnica de análise termogravimétrica já foi descrita no item 3.2.1.4. A utilização da técnica em pastas de cimento buscou identificar e quantificar os produtos de hidratação presentes, de forma a verificar se o aditivo MOFI interfere na hidratação. No entanto, em sistemas cimentícios, onde uma infinidade de minerais e hidratos estão presentes, as reações frequentemente se sobrepõem, o que dificulta a quantificação, mudanças de fase e outros. Além disso há particularidades dos equipamentos e amostras que também podem interferir nas faixas de temperaturas observadas (SCRIVENER; SNELLINGS; LOTHENBACH, 2016).

As análises térmicas por termogravimétrica foram realizadas no Laboratório de Análise Instrumental da Universidade de Brasília, Faculdade Gama. Foi utilizado equipamento *TA Instruments* – SDT Q600. Para cada traço foi utilizado cerca de 15 mg da pasta em pó. A faixa de temperatura analisada foi de 30 a 1000°C, com rampa de aquecimento de 15°C/min, atmosfera de N₂ com fluxo de 50 ml/min e cadinho de alumina. Os parâmetros foram baseados nos procedimentos (SCRIVENER; SNELLINGS; LOTHENBACH, 2016).

4 ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 Caracterização dos materiais

Para verificação do atendimento as normas brasileiras aplicáveis, elucidar os componentes químicos presentes e também para fornecer subsídios à avaliação do aditivo MOFI foram realizadas caracterizações físicas-químicas dos materiais, sendo os seguintes materiais analisados: o aditivo MOFI extraído dos cladódios do cacto *Opuntia ficus-indica*, areia lavada de rio e cimento CP V.

4.1.1 Aditivo MOFI

Neste trabalho, aditivo MOFI é a designação dada à solução aquosa biopolimérica originada da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* extraída e manipulada, em condições estabelecidas, com a finalidade de utilização em materiais cimentícios, em especial o cimento Portland. Para fins de avaliação e discussão do aditivo MOFI foram utilizados dados da mucilagem presentes na literatura para comparação de resultados.

O aditivo MOFI é uma solução coloidal de aspecto viscoso, Figura 20, semelhante a clara de ovo. e, tem cor verde claro. Contudo, pode haver alterações na coloração especialmente com o passar do tempo. Foram verificadas alterações de cor para verde escuro, alaranjado, amarelo e marrom. Certamente, as alterações de cor estão ligadas a presença de cochonilhas nos cladódios e também processos de deterioração orgânica, sendo que o último está associado também a mudança do odor, se tornando desagradável. Algumas amostras desenvolveram fungos. Contudo, seguindo rigorosamente o processo de higienização, inclusive retirando as cochonilhas das raquetes (pontos brancos), o aditivo permaneceu visualmente estável por períodos superiores a 12 meses, em relação à coloração, presença de fungos e também odor.

O aditivo MOFI foi utilizado com concentrações de sólidos de 0,45%, esta característica foi utilizada como parâmetro de controle e estabilidade do aditivo. Com essa concentração as dosagens de aditivo em relação ao peso de cimento ficarão entre 0,02% e 0,23%.

Foram realizadas algumas tentativas de dissolução do aditivo MOFI em diferentes solventes, inclusive para realizar ensaios como a Cromatografia de Permeação em Gel (GPC) que permitiria conhecer propriedades importantes como massa molecular média e dispersão de massa molar. Porém, verificou-se que o biopolímero não solubilizou nos seguintes solventes:

tetrahidrofurano (THF), etanol, metanol, diclorometano, propanol, isopropanol, acetona e dimetilsulfóxido (DMSO). As tentativas de diluição foram em temperatura ambiente utilizando em torno de 1 mg de polímero em pó e 2mL de solvente.



Figura 20- Aspecto viscoso do Aditivo MOFI

Foi observado a formação de duas fases perceptíveis: a solução do líquido no polímero e uma solução bem diluída de polímero. Segundo Lucas, Soares e Monteiro (2001), isto ocorre porque as cadeias não se separam completamente umas das outras. Os autores descrevem um comportamento de polímeros de inchamento limitado que justifica as observações. O mecanismo descrito é: não ocorre a dissolução espontânea do polímero, isto é, o biopolímero interage fracamente com a água, provocando baixa migração de água nas cadeias poliméricas o que diminui o inchamento do polímero.

4.1.1.1 Medidas de pH

Foram realizadas medições do pH do aditivo MOFI em diversas extrações, utilizando pHmetro eletrônico. O aditivo tem caráter ligeiramente ácido, variando entre 4,40 e 4,52. Estes valores estão dentro da faixa de valores encontrada na literatura para a mucilagem do *Opuntia ficus-indica*, conforme mostra a Tabela 13.

Medida de pH	Autor
4,5	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)
4,64 ± 0,1	(MÉNDEZ <i>et al.</i> , 2015)
4,4 a 4,5	(ASTELLO-GARCÍA <i>et al.</i> , 2015)
4,6	(STINTZING; CARLE, 2005)
4,4 – 4,52	<i>ESTE TRABALHO</i>

Tabela 13 - Valores de pH para a mucilagem do cacto *Opuntia*.

Em razão do caráter orgânico da mucilagem e as possibilidades de alterações em meios altamente alcalinos, a solução de poro do concreto tem pH ~13, Martinez-Molina et al. (2015) realizaram estudos com 2145 dias e verificaram que não ocorrem alterações deletérias. As amostradas aditivadas com a mucilagem tiveram as propriedades avaliadas superiores à amostra de referência, como a resistência mecânica e resistividade elétrica.

O pH ácido do aditivo também não traz problemas em relação a despassivação da armadura e a durabilidade do concreto. Martinez-Molina et al. (2016) verificaram que a mucilagem atua como agente inibidor de corrosão.

O pH é um parâmetro de suma importância às aplicações da mucilagem da palma forrageira em matérias cimentícios. Esse biopolímero é considerado polieletrólítico, devido à presença de ácidos urônicos na sua estrutura (PACHECO-TORGAL; IVANOV; KARAK, 2016). Quando a solução torna-se alcalina verifica-se o aumento da viscosidade (TRACHTENBERG; MAYER, 1981). Espera-se o aumento da viscosidade da solução de poro e a redução do coeficiente de difusão. Uma solução de mucilagem alcalinizada com Ca(OH)_2 , simulando um ambiente próximo ao concreto endurecido, teve aumento de cerca de 32 vezes em relação a viscosidade da água (HERNÁNDEZ; CANO-BARRITA; TORRES-ACOSTA, 2016).

4.1.1.2 Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

Os espectros vibracionais do aditivo MOFI foram obtidos através da dispersão das amostras em KBr e prensadas na forma de pastilhas. Os espectros, Figura 21, foram obtidos de amostras no qual o aditivo foi reduzido a pó de duas maneiras diferentes, por secagem em estufa e por precipitação em álcool etílico. Os espectros apresentaram o mesmo padrão vibracional. Porém, algumas alterações nas intensidades das bandas são identificadas com maior facilidade em determinado espectro.

A banda larga com mínimo por volta de 3400 cm^{-1} indica a presença de grupos OH, evidenciando o caráter hidrofílico do biopolímero. Os picos observados em 2920 cm^{-1} e 2845 cm^{-1} estão mais perceptíveis na amostra que foi precipitada em álcool, sendo atribuídas, respectivamente, a vibração de estiramento assimétrico e simétrico C-H sp^3 . Chandra; Eklund e Villarreal (1998) indicam que o alongamento que ocorre nessa faixa espectral é atribuído a sobreposição dos picos do grupo hidroxila e amida e geralmente ocorre em amostras contendo polissacarídeos e proteínas.

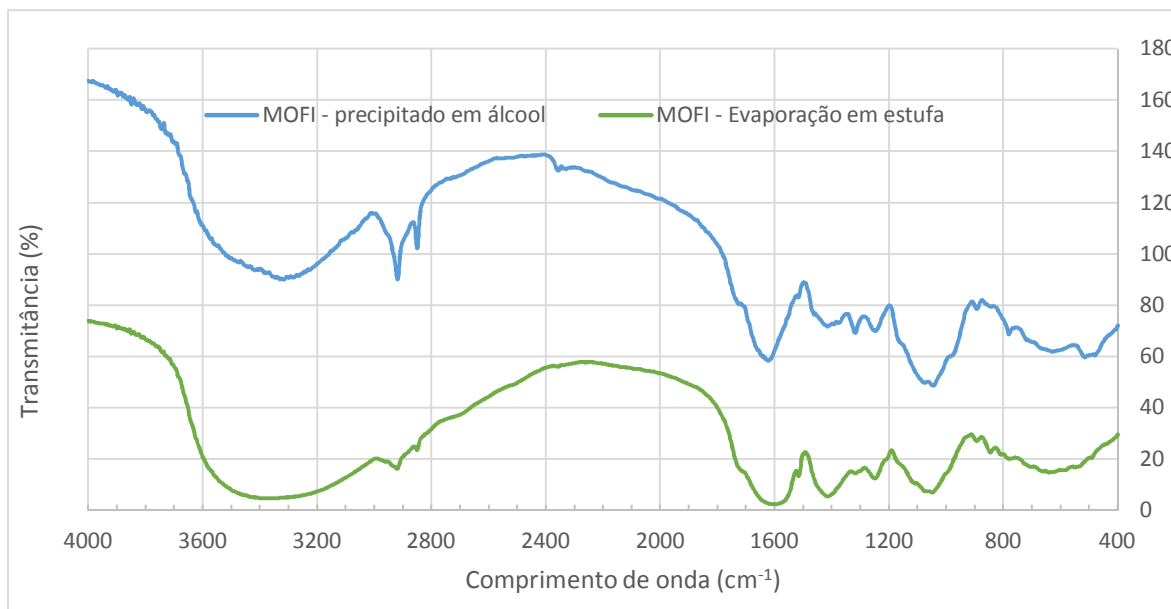


Figura 21 – Espectro vibracional na região do infravermelho para as amostras do aditivo MOFI em pó, obtido pelos processos de evaporação e precipitação em álcool.

O ombro por volta de 1710 cm^{-1} , que corresponde ao estiramento $\text{C}=\text{O}$ do grupamento éster, pode ser atribuído ao ácido galacturônico esterificado de pectina. O ombro indica que a pectina presente tem um baixo grau de esterificação. Hazarika et al.(2017) apontam que este mesmo ombro também indica a presença de grupos ácidos carboxílicos livres do ácido galacturônico no biopolímero.

A banda larga na região de $1700\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ com mínimo de absorção próximo de 1595 cm^{-1} e um ombro em 1530 cm^{-1} sugere a presença de pectina e proteína como os principais constituintes químicos da mucilagem. O pico em 1515 cm^{-1} é característico do estiramento C-N e da deformação angular N-H . Com estas análises, confirmamos que os principais grupos funcionais presentes são carbonila, carboxila e hidroxila. O grupo carboxila está presente nos ácidos urônicos. identificou a banda larga em torno de $1640\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ como a presença de íon carboxilato presente no ácido galacturônico da fração de pectina presente no biopolímero. Para Hazarika et al. (2017) a faixa de $1660\text{-}1640\text{ cm}^{-1}$ está associada a amida I presente em proteínas. Rodriguez-Navarro et al. (2017) indicaram que por volta de $1550\text{-}1515\text{ cm}^{-1}$ há uma absorção que pode ser atribuída à amida II e sugere a presença de proteínas na mucilagem

As bandas em torno de $1316\text{ - }1032\text{ cm}^{-1}$ são atribuídas ao estiramento C-O de éster, com contribuições de vibrações de estiramento C-O-H e C-C-H . As bandas em torno de 1593 e 1393 cm^{-1} correspondem, respectivamente, ao estiramento assimétrico e simétrico do

carboxilato (COO⁻). A presença de grupos funcionais –CH₂, C–O e –OH indica a presença de galactose, ramnose e ácido galacturônico da pectina. León-Martínez et al. (2014) também verificou estes picos no espectro da mucilagem de cacto OFI.

As principais bandas de absorção do aditivo MOFI e suas respectivas atribuições vibracionais estão apresentadas na Tabela 14, são citados trabalhos anteriores com identificação das mesmas bandas para mucilagem do OFI ou para a pectina.

Comprimento de onda (cm ⁻¹)	Atribuições vibracionais	Referências	
3440/ 3426/ 3270	Estiramento O–H de ácidos carboxílicos e polissacarídeos/ hidroxila e amida/ Estiramento –OH	(RODRIGUEZ-NAVARRO et al., 2017; S. CHANDRA, L. EKLUND et al., 1998; LEÓN-MARTÍNEZ, F.M. M. et al., 2014)	
2920, 2880 e 2849	Vibrações de estiramento assimétricas e simétricas C-H sp ³	(RODRIGUEZ-NAVARRO et al., 2017; S. CHANDRA, L. EKLUND et al., 1998; LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014)	
1727/1740	Estiramento C=O de éster do ácido galacturônico esterificado, grupos ácidos carboxílicos (COOH)	(HAZARIKA et al., 2017 ;RODRIGUEZ- NAVARRO et al., 2017)	
1620	Estiramento C=O de grupo amida	(CHANDRA; EKLUND; VILLARREAL, 1998)	
1593 e 1393	Estiramento assimétrico e simétrico do ânion carboxilato (COO ⁻)	(RODRIGUEZ-NAVARRO et al., 2017; LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014)	
1515	Um ombro atribuído à amida II e ao estiramento C-N e deformação angular N-H	(LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014)	
1429	Banda forte indicativo da presença abundante de ácidos carboxílicos livres	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)	
1321	Deformação angular C-H em ramificações de polissacarídeos	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)	
1316 e 1032	Estiramento C-O de éster com contribuições de estiramento C-O-H e C-C-H	(LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014)	
~1000	Indicativo de polissacarídeos	(CHANDRA; EKLUND; VILLARREAL, 1998)	
Zona de Impressão Digital	~1179	Deformação angular característico de xilose	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)
	~1118 ~1104	Deformação angular atribuído ao ácido urônico	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)
	~1051	Deformação angular referente a ramnose e arabinose	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)
	~940 e 782	Deformação angular de galactose	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS <i>et al.</i> , 2017)

Tabela 14- Principais bandas de absorção obtidas nos espectros FTIR relativas às amostras de MOFI e suas atribuições vibracionais.

Os espectros também confirmam a presença do oxalato de cálcio ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). A banda entre $1668\text{-}1612\text{ cm}^{-1}$ é atribuída ao estiramento assimétrico COO (ressonância), em 1316 cm^{-1} característico do estiramento simétrico COO e a banda em 781 cm^{-1} indica à deformação angular OCO, juntamente com a banda entre $3550\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ que corresponde aos modos de estiramentos das moléculas de água. Pinheiro; Yoshida; Cruz Souza (2010) identificaram o oxalato de cálcio com estes picos.

Os principais componentes da mucilagem são carboidratos variados e abundantes e, geralmente, pequenas proporções de proteínas. A fração de carboidratos contém quantidades variáveis de D-xilose, L-arabinose, D-galactose e ramnose, bem como, resíduos de ácido D-galacturônico. A existência abundante de grupos de ácido carboxílico é responsável pelo comportamento gelificante da pectina (RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS *et al.*, 2017).

4.1.1.3 Análise por espectrometria UV-Vis

O espectro UV-Vis apresentado na

Figura 22 é referente ao aditivo MOFI. Indicando a presença do grupo carbonila (C=O), a banda de absorção em 206 nm é característica da pectina. A Tabela 15 resume os resultados encontrados. O resultado apresentou as bandas características da mucilagem do cacto *Opuntia sp.* em 230 nm e das pectinas em 280 nm .

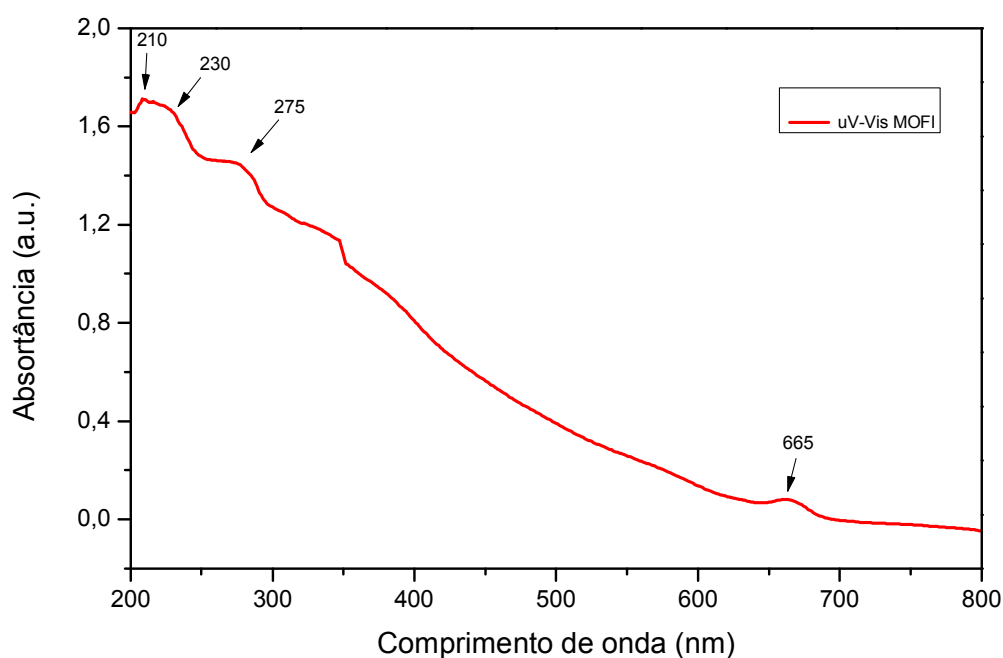


Figura 22 - Espectro UV-Vis para o aditivo MOFI.

Comprimento de onda (nm)	Indicação química	Observação	Referência
210	Grupo Carboxílico	Pectina/ Mucilagem	(ESPINO-DÍAZ et al., 2010)
230	Ligação glicosídica em ácido galacturônico	Característico nopal - ~240nm	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS et al., 2017)
275	Grupos carbonila em ácido galacturônico	Grupos carbonila e carboxila	(RODRIGUEZ-NAVARRO, CARLOS et al., 2017)
665	Típica de derivados de Clorofila (região Q)	Íons Fe	(OLIVARES-PÉREZ; TOXQUI-LÓPEZ; PADILLA-VELASCO, 2012; MAESTRIN et al., 2009)

Tabela 15 – Análise do espectro UV-Vis do aditivo MOFI.

Alguns autores já mostraram que a mucilagem se aproxima a uma pectina comercial quando usada como aditivo, cita-se Rodriguez-navarro et al. (2017) e Cardenas; Arguelles; Goycoolea (1998).

4.1.1.4 Difractometria de raios X

Para conhecer as estruturas cristalinas presentes na mucilagem foi realizada a difratometria de raios X. O aditivo MOFI foi analisado em pó e obtido por evaporação da água. O difratograma é mostrado na Figura 23. A análise do difratograma indica que a amostra apresenta baixo grau de cristalinidade, a estrutura do aditivo MOFI é significativamente amorfa. O único composto cristalino identificado foi o oxalato de cálcio, whewellita. Este sal de cálcio é o composto de maior ocorrência na literatura (CONTRERAS-PADILLA et al., 2015; CONTRERAS-PADILLA et al., 2011; MARTÍNEZ-MOLINA et al., 2015).

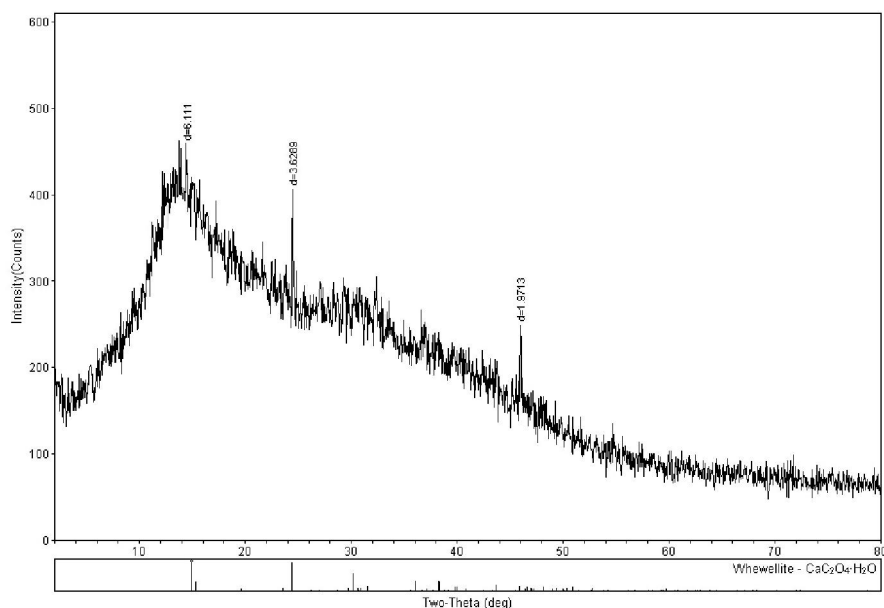


Figura 23 – Difractograma de raios X da amostra do aditivo MOFI.

A presença do oxalato favorece a ideia de usar a mucilagem como aditivo para materiais a base de cimento, por coexistir quimicamente com minerais como cálcio, potássio e magnésio. Portanto, pouca ou nenhuma degradação química da adição botânica é esperada em intervalos de tempo longos (MARTÍNEZ-MOLINA et al., 2015).

Contreras-Padilla et al. (2015) realizaram análise por DRX da mucilagem do OFI e apenas foi identificada a whewellita, em um primeiro momento. Após ter sido aquecida a 168 °C, e eliminada a maior parte da matéria orgânica, foi revelada uma variedade maior de compostos cristalinos.

4.1.1.5 Fluorescência de raios X

O aditivo MOFI foi analisado através da espectrometria de raios X por energia dispersiva para definição da composição elementar. Por limitação da técnica/equipamento não estão contabilizados os elementos como menores massas atômicas, como: carbono, oxigênio, nitrogênio e sódio. A análise foi realizada com a amostra em pó e obtida por secagem em estufa. Na Tabela 16 são apresentados os resultados da composição química do aditivo MOFI. A análise é condizente com a literatura, especialmente para os constituintes mais representativos.

Elemento Químico	MOFI	Elemento Químico	MOFI
K	56,36 %	P	0,30 %
Ca	38,38 %	Mn	0,13 %
Mg	3,60 %	Zn	0,10 %
S	0,66 %	Fe	0,07 %
Br	0,34 %	Sr	0,07 %

Tabela 16 - Resultado da análise de EDX para o aditivo MOFI em pó.

Os principais elementos presentes na mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica* são potássio, cálcio e magnésio. (MARTÍNEZ-MOLINA et al., 2015) também observaram a predominância desses elementos. Os elementos K, Ca, Na, P, Fe e Mn são citados por (ASTELLO-GARCÍA et al., 2015).

4.1.1.6 Análise térmica (TG/DTG)

A degradação térmica e a estabilidade do aditivo MOFI foram avaliadas por análises termogravimétricas, sendo que as curvas apresentadas na Figura 24, evidenciam a complexidade da composição do aditivo MOFI. A amostra ensaiada foi em pó e obtida por secagem em estufa.

Os vários picos observados na curva de DTG, de perda de massa inicial, são possivelmente devido à evaporação de água livre e eliminação de água adsorvida estruturalmente nos biopolímeros ou devido a dessorção das moléculas de água ligadas por pontes de hidrogênio na estrutura do polissacarídeo (ZOHURIAAN; SHOKROLAHI, 2004; MADERA-SANTANA et al., 2018). A curva termogravimétrica apresentou perda de massa em várias etapas indicando a presença de compostos químicos diferentes. A amostra analisada teve uma perda de cerca de 11% até a temperatura de 150 °C.

A segunda perda de massa ocorre entre 150 e 350 °C e está comumente associada a desidratação, despolimerização e pirólise do biopolímero. Nessa etapa ocorre o fracionamento das cadeias, reduzindo a polimerização média (NEPOMUCENO et al., 2017). A pectina degrada, em grande parte, na faixa de temperatura entre 210 a 270 °C. Nesta faixa a perda de massa do aditivo MOFI foi de 34%. Certamente, o pico no DTG em torno de 250 °C é referente a degradação da pectina presente no aditivo MOFI. Einhorn-Stoll; Kunzek; Dongowski (2007) verificaram o pico por volta de 240 °C.

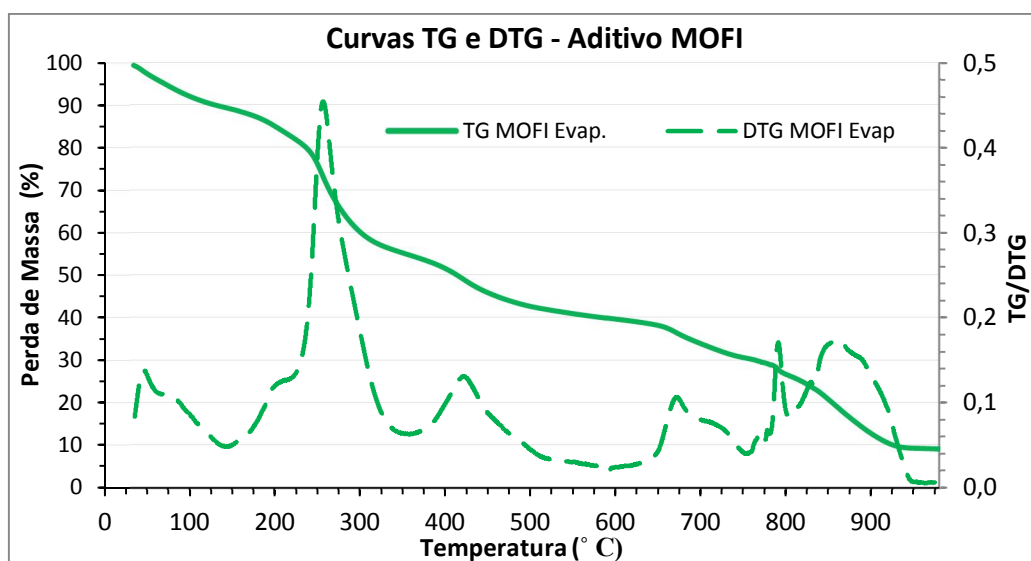


Figura 24 – Análise termogravimétrica do aditivo MOFI.

Ao final do ensaio, em torno de 980 °C, a massa residual foi de 9% da inicial, representa a fração mineral presente no aditivo.

4.1.2 Aglomerante – Cimento Portland - CP V ARI

Os resultados das análises do cimento Portland de alta resistência inicial (CP V -ARI) utilizado neste trabalho são relatados a seguir. Os ensaios foram realizados para verificar o atendimento as normas e também nortear as análises de interação com o aditivo MOFI. Os resultados referentes a análises físico-químicas estão dispostos na Tabela 17 e Tabela 18. A Figura 25 apresenta a evolução da resistência à compressão simples do cimento de acordo com as idades avaliadas.

Propriedade		Resultados	Limite*	Método De Ensaio
Massa específica (g/cm ³)		3,06	N.E.	ABNT NBR NM 23:2001
Finura Blaine (m ² /kg)		5144,2	≥ 3000	ABNT NBR NM 76:1998
Índice de consistência	Quantidade de água (g)	159,25	N.E.	ABNT NM 65:2003
	Consistência (mm)	5,5	6 ± 1	
Tempos de pega	Início de pega (min)	130	≥ 60	
	Fim de pega (min)	210	≤ 600	

*Limites estabelecidos com base na ABNT NBR 5733:1991; N.E. = Não estabelecido.

Tabela 17 – Propriedades do cimento CP V utilizado neste trabalho.

Composição química (%)		Resistência à compressão (MPa)		
Fluorescência de raios X (EDX)		Idade	Resistência*	Limite**
SiO ₂	19,87	1 dia	25,23	≥ 14
CaO	65,83	3 dias	40,23	≥ 24
MgO	1,98	7 dias	41,80	≥ 34
Al ₂ O ₃	3,68	28 dias	50,71	N.E.
Fe ₂ O ₃	3,21	* Metodologia com base na norma ABNT NBR 7215:1997		
K ₂ O	1,25	**Limites estabelecidos com base na		
SO ₃	4,11	ABNT NBR 5733:1991		

Tabela 18 - Resultados dos ensaios de caracterização do cimento Portland utilizado: Fluorescência de raios X e resistência à compressão simples.

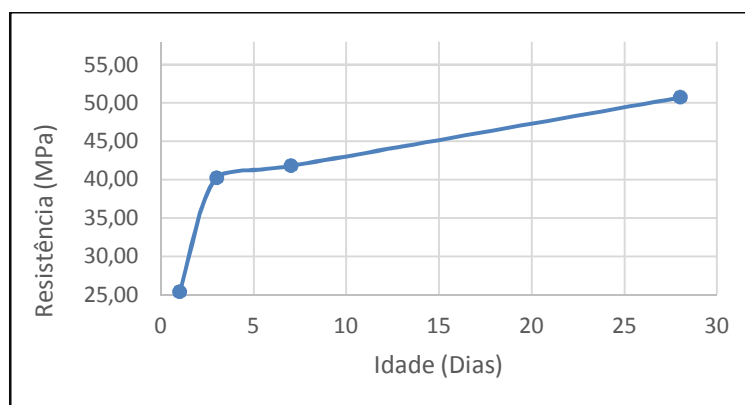


Figura 25 – Evolução da resistência à compressão simples do cimento CP V

4.1.3 Agregado miúdo

Na composição dos microconcretos foi utilizada a areia média lavada de rio. A caracterização desse material está apresentada na Tabela 19. Na sequência é apresentada a distribuição granulométrica da areia, Figura 26.

Propriedade	Resultados	Método de ensaio
Dimensão máxima característica (mm)	4,75	ABNT NBR NM 248:2009
Módulo de finura	2,75	
Massa específica (g/cm ³)	2,65	ABNT NBR NM 52:2009
Massa unitária (g/cm ³)	1,49	ABNT NBR NM 45:2006

Tabela 19 – Resultado dos ensaios de caracterização do agregado miúdo.

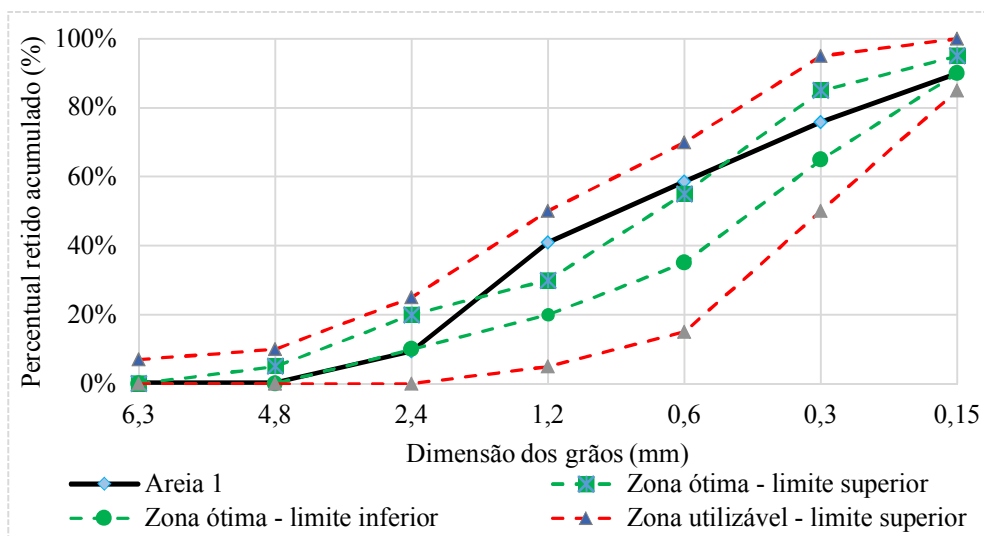


Figura 26 - Curva Granulométrica – Agregado miúdo

A curva granulométrica da areia utilizada está dentro dos padrões estabelecido pela norma NBR7211:2005. Conforme os limites de distribuição granulométrica do agregado miúdo a maior porção da curva está na zona ótima, o módulo de finura também indica o enquadramento na zona ótima.

4.2 Estudo dos microconcretos

4.2.1 Determinação do índice de Consistência – Flow table

Imediatamente após a mistura dos microconcretos foram realizados os ensaios de índice consistência pelo método da mesa de consistência (flow table). Os resultados são apresentados no gráfico da Figura 27 em função da média do espalhamento para os traços de referência e os quatro que utilizaram o aditivo (10%, 20%, 40% e 100% em substituição da água de amassamento).

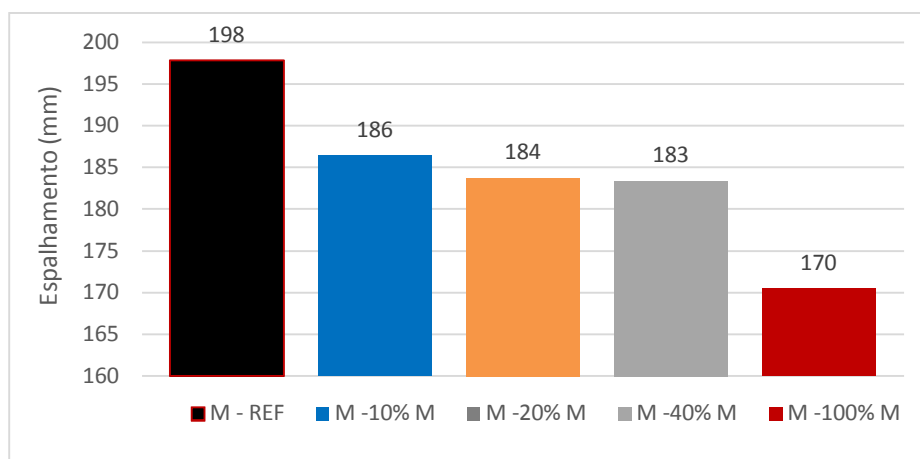


Figura 27 – Determinação do índice de consistência para as amostras de microconcreto

Os resultados do ensaio de espalhamento deixam claro que o aditivo MOFI tem efeitos sobre a viscosidade dos microconcretos, apesar de ser uma análise complexa com muitos fatores envolvidos. A análise do ensaio do índice consistência (flow table) pode direcionar alguns entendimentos já que guarda relação com a resistência ao fluxo, tensão de escoamento e também com a coesão interna.

Na maioria dos casos, o parâmetro reológico mais importante é a tensão de escoamento e pode ser obtido a partir de testes simples de espalhamento. O concreto, no estado fresco, exibe um comportamento visco-elasto-plástico, porque deforma-se elasticamente abaixo da tensão de escoamento e flui apenas quando esta é superada. Este parâmetro determina facilidade de preenchimento de vazios. Quase que numa relação linear, quanto menor a tensão de escoamento, maior o espalhamento (AÏTCIN; FLATT, 2015).

Em todos os traços aditivados houve redução do espalhamento em relação a referência, indicando aumento da consistência e da tensão de escoamento quando utilizado o aditivo. O traço com substituição total da água de amassamento apresentou a maior redução relativa do

espalhamento, 14% em relação à amostra de controle. As outras misturas, aditivadas em menor quantidade, mantiveram o mesmo patamar de redução do espalhamento, mesmo com uma variação de até 4 vezes a quantidade do aditivo. A amostra com menor substituição da água de amassamento (M-10%M) apresentou redução de 8% no espalhamento, e as amostras M-20%M e M-40%M tiveram uma redução de 9%.

O ensaio da mesa de espalhamento apresentou resultados compatíveis com a literatura e mostrou que uso do aditivo MOFI produz alterações na viscosidade do microconcreto, promovendo o aumento da tensão de escoamento. As alterações de viscosidade devem ocorrer também na solução de poros. Estes efeitos podem ser favoráveis de acordo com a intenção do uso do material, por exemplo, em concretos auto adensáveis pode melhorar a coesão interna e evitar a segregação.

O aditivo biopolimérico age retendo água e aumentando a consistência como observado por Patural et al. (2011). Utilizando a mucilagem como aditivo modificador de viscosidade, com dosagem de 0,25% e 0,43% da massa do cimento, León-martínez et al. (2014) verificaram a modificação do comportamento pseudoplástico de pastas e argamassas, e também relataram o aumento da tensão de escoamento. Para os autores, ocorre a retenção de água pelo polímero e o grau de retenção aumenta com a concentração do aditivo modificador de viscosidade na mistura. Portanto, a água antes disponível para lubrificação das partículas é retida dentro das cadeias poliméricas (LEÓN-MARTÍNEZ et al., 2014).

Martínez-Molina et al. (2015) também verificaram relação entre a utilização da mucilagem e alterações na consistência, fixando o espalhamento a relação a/c aumentava com o aumento do uso do aditivo. Consideraram a mucilagem do cacto OFI como um superabsorvente (SAP). Utilizando aditivo biopolimérico a base de pectina, Hazarika et al. (2017) verificaram aumento da viscosidade em pastas e concretos, obtiveram redução de 20% no slump.

4.2.2 Resistência à compressão simples

O ensaio de resistência à compressão dos microconcretos foi realizado com idades de 1, 3, 7, 28 e 180 dias. A evolução da resistência à compressão dos diferentes traços é apresentada na Figura 28. A análise dos resultados indica que interação do biopolímero com o cimento Portland altera o processo de hidratação e a dosagem do aditivo MOFI é um fator relevante, embora não tenha proporcionalidade.

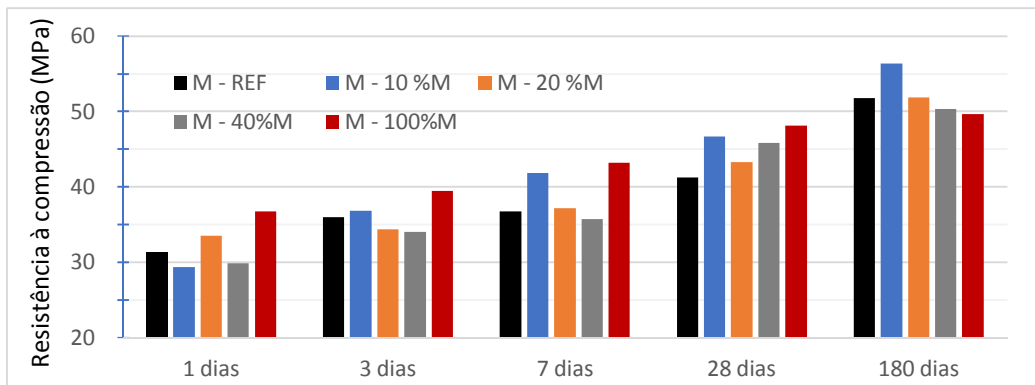


Figura 28 – Resistência à compressão simples dos microconcretos.

Um comportamento em particular chama atenção, o traço com a menor substituição - M-10%M é que alcança maior resistência aos 180 dias, sendo que apresentava o menor desempenho no primeiro dia. Já o traço M-100%M apresentou maior resistência do primeiro dia até 28 dias de idade e aos 180 dias ficou com a menor resistência, porém, estatisticamente equivalente aos demais traços.

Foi realizada a análise estática pelo método ANOVA com intervalo de confiança de 95%, Tabela 20. Também foi verificada a homogeneidade entre os grupos através do teste de Duncan, Tabela 21. Os resultados confirmam a relevância do uso do aditivo MOFI para todas as idades. Ou seja, a resistência à compressão apresenta variação estaticamente significativa quando utilizado o aditivo. Quando $p > 0,05$ a diferença não é significativa.

ANOVA	Entre grupos			
	Traço	F	valor-P	F crítico
	1 dia	16,421	0,00022	3,478
	3 dias	8,444	0,00302	3,478
	7 dias	11,981	0,00079	3,478
	28 dias	4,476	0,02488	3,478
	180 dias	4,599	0,02297	3,478

Tabela 20 – Análise de variância (ANOVA) para a resistência à compressão dos microconcretos.

Idade	1 dias				3 dias				28 dias				180 dias		
	Fc médio	a	b	c	Fc médio	a	b	c	Fc médio	a	b	c	Fc médio	a	b
M - REF	31,34	***	***		35,95	***	***		41,23	***			51,74	***	
M -10 %M	29,34	***			36,79		***		46,65			***	56,33		***
M -20 %M	33,50		***		34,30	***			43,27	***	***		51,85		***
M-40%M	29,73	***			34,07	***			45,8		***	***	51,12		***
M-100%M	36,67			***	39,45		***		48,06			***	49,66		***

Tabela 21 – Teste Duncan – Resistência à compressão aos 28 dias.

O teste Duncan mostra que até os 28 dias de idade as amostras têm 3 faixas de variação de resultados enquanto que com 180 dias há duas faixas e uma exclusiva pra a amostra M-M10%. Assim, há indicação que em idades avançadas os grupos ficaram mais homogêneos e apenas a menor concentração do aditivo teve influência.

A Figura 29 permite a análise do ganho de resistência relativo por intervalo de idade verificado. Para cada traço, a respectiva resistência à compressão aos 180 dias foi considerada final e representa 100%. Para cada idade, verifica-se o incremento percentual em relação a idade anterior e a porcentagem da resistência final acumulada.

Considerando que a hidratação do cimento seja o principal fator de ganho de resistência dos microconcretos, a análise comparativa da resistência à compressão simples das misturas, em função da idade, indica que a concentração do aditivo influencia a dinâmica da hidratação do cimento de maneiras diferentes.

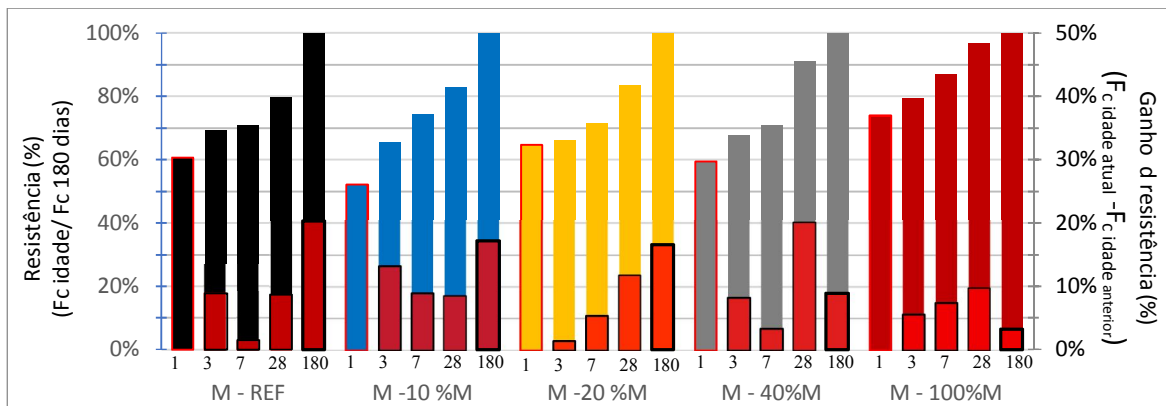


Figura 29 – Percentual da resistência final e ganho percentual por idade verificada.

As misturas M-REF e M-M40% têm dinâmica do ganho de resistência parecida nos primeiros intervalos de tempo, os ganhos parciais são semelhantes. A resistência final das amostras também é próxima. Iniciando com valores de resistência próximos, ambas misturas tiveram uma redução na taxa de hidratação entre o 3º e o 7º dia. M-M40% recupera-se mais rapidamente, com 28 dias de idade é que mais se diferenciam. No último intervalo avaliado (entre 28 e 180 dias), a amostra M-M40% novamente reduz a hidratação enquanto a amostra de referência tem maior incremento na resistência à compressão na última etapa. A amostra M-REF no dia 1 tem 61% da resistência final e aos 28 dias 80%.

O traço M-M10% tem a menor resistência à compressão no início da hidratação com apenas 52%. Mas mantém uma boa taxa de hidratação, aos 28 dias acumula 83% da resistência final,

com valor numérico da resistência à compressão 13% mais elevado do que M-REF. Aos 180 dias de idade é a mistura com a maior resistência à compressão (56,3 MPa) superando o traço de controle em 9%.

A resistência à compressão do traço M-M20% no início é ligeiramente maior do que o traço de referência, 65%. Interessante notar que o ganho de resistência entre o primeiro e sétimo dia foi pequeno, incrementou apenas 2% no valor inicial. Porém, mantém um crescimento progressivo da hidratação o que faz que os valores de resistência fiquem próximos a M-REF até os 180 dias de avaliação.

O traço M-M100% tem a maior resistência à compressão inicial com 74% da resistência final, superando a resistência à compressão da mistura M-REF em 17%. No terceiro dia chega aos 80% da resistência final e aos 28 dias completa 97%. Até os 28 dias era a mistura com a maior resistência à compressão, 17% a mais do que M-REF. Porém, estagna o ganho de resistência e aos 180 dias apresenta menor resistência entre todos os traços. Estatisticamente o teste de Duncan apontou homogeneidade entre as misturas aos 180 dias, com exceção de M-M10%.

Os resultados apontam para uma interferência do aditivo na hidratação do cimento, com destaque para duas misturas: M-M10% e M-M100%, respectivamente 0,02% e 0,23% em relação a massa de cimento Portland. Enquanto a menor concentração do aditivo favoreceu o ganho final de resistência, o aumento da dosagem do aditivo gerou maior resistência inicial.

A dosagem do aditivo polimérico é essencial para o entendimento dos mecanismos de ação do aditivo sobre a hidratação. Para Ma e Li (2013) uma dosagem baixa de adição de polímero em argamassas pode formar uma estrutura mais densa e forte através de ligações entre os hidratos de cimento. Enquanto que uma dosagem alta pode ter efeitos contrários. Assim, os autores entendem que há uma dosagem ótima acima da qual o aditivo perde o efeito positivo.

Em trabalhos anteriores, pesquisadores verificaram atrasos na hidratação de traços com aditivos a base de mucilagem OFI, somente em idades mais avançadas estes traços igualavam ou superaram a resistência da mistura de referência (CHANDRA; EKLUND; VILLARREAL, 1998; RAMÍREZ-ARELLANES *et al.*, 2012). Por outro lado, os estudos de Hazarika *et al.* (2017) e Kavas *et al.* (2007) verificaram aumento da taxa de hidratação quando utilizaram aditivos a base de pectinas, com ganho de resistência desde as primeiras

idades utilizando dosagens pequenas. Destaca-se que Kavas verificou que a dosagem de 1% de pectina provocou a redução no ganho de resistência à compressão.

A adição da mucilagem gera novas interações em um processo que já é altamente complexo, a hidratação do cimento. Os diversos componentes da mucilagem influenciam na hidratação, como por exemplo os polissacarídeos que podem ter efeito retardante na hidratação. Neste aspecto, Peschard et al. (2004) esclarecem que a composição do cimento e a estrutura química dos aditivos influenciam na extensão do atraso da hidratação. O volume de C_3A , no cimento, e o grau de polimerização e solubilidade, para o aditivo, são pontos chaves nos mecanismos de atraso da hidratação. Apesar de ser difícil estabelecer claramente as formas de interação, a adsorção dos polissacarídeos sobre os hidratos, reduzindo a permeabilidade pela película formada, é bem aceita. O atraso da hidratação pode estar relacionado com uma película de polissacarídeos mais espessa ou com maior cobertura em altas dosagens.

A evolução do ganho de resistência da mistura M-100%M acompanha o mecanismo sugerido por Hazarika et al. (2017) ao pesquisar os efeitos de um aditivo biopolimérico a base de pectina. O consumo de íons de Ca^{2+} pela pectina induz a liberação de mais íons de cálcio pelo C_3A e pelo C_3S acelerando a hidratação.

4.2.3 Absorção de água por imersão

O ensaio de absorção de água por imersão é realizado para uma avaliação da porosidade aberta do material, acessível à água. Os resultados do ensaio fornecem estimativas sobre o índice de vazios e a massa específica do material e da absorção de água após permanecer imerso. O ensaio foi realizado com 28 dias de idade, após cura em água saturada com cal. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos de dimensões 50x100 mm.

Os resultados do ensaio de absorção de água por imersão são apresentados em gráfico na Figura 30. A variação do aditivo MOFI nos traços gerou variação mínima nos resultados. Na Tabela 22 são apresentados os valores da absorção de água por imersão e o índice de vazios para cada traço. Para verificar a extensão dos efeitos do aditivo MOFI, foi realizada a análise estatística ANOVA com índice de confiança 95%, os resultados estão na Tabela 24

Os resultados do ensaio mostram que houve pequena variação na absorção de água entre os vários traços estudados, a absorção de água foi 7,3 +/- 0,2%. O índice de vazios também teve uma pequena variação numérica, os valores ficaram na faixa 15,5 +/- 0,2%. O resultado da massa específica também apresentou reduzida variação limitada a 2%.

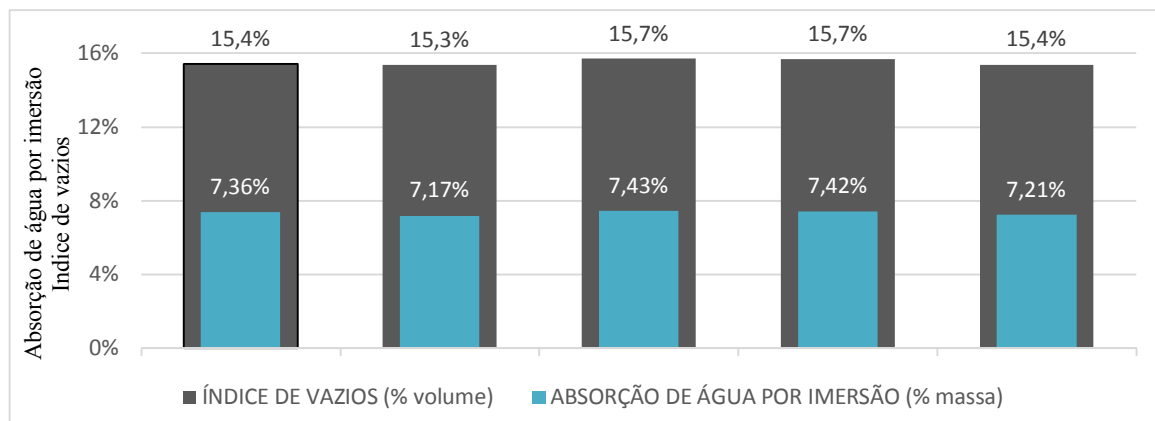


Figura 30 – Ensaio de absorção de água por imersão.

Ensaio de absorção de água por imersão					
	M - REF	M -10% M	M -20% M	M -40% M	M -100% M
Massa específica real (kg/m ³)	2,48	2,53	2,51	2,50	2,52

Tabela 22- Resultados do ensaio de absorção de água por imersão.

Na representação gráfica dos resultados, Figura 30, é fácil perceber a homogeneidade dos resultados. A análise de variância (ANOVA), tabela 23, confirmou que as alterações provocadas pelo aditivo MOFI nos resultados do ensaio de absorção por imersão não são significativas.

ANOVA	Absorção de água por imersão		
	<i>F</i>	<i>valor-p</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1,1629	0,3832	3,4780

O uso do aditivo MOFI NÃO é estatisticamente significativo na absorção de água por imersão

Tabela 23 – Resultado ANOVA para verificação da influência do aditivo MOFI no ensaio de absorção por imersão.

Aos 28 dias, idade do ensaio de absorção, a mistura M-REF apresentava a menor resistência ainda assim os resultados do ensaio são equivalentes as outras amostras, como a M-M100% que na mesma idade apresentou média 17% superior na resistência à compressão. O esperado era que as amostras com maior resistência apresentassem menor absorção por terem maior grau de hidratação e, conseqüentemente, uma estrutura mais densa. Os valores de massa específica apontam para o adensamento das misturas aditivadas, ainda que discretamente, mas não houve reflexo na redução da porosidade.

Martinez-Molina et al. (2015) relataram que o uso da mucilagem como aditivo gerou vazios na matriz cimentícia que funcionaram como bolsões de armazenamento de água, embora os

autores informaram que houve redução da permeabilidade e outras propriedades correlacionadas a porosidade.

4.2.4 Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade auxilia na identificação e interpretação das modificações macroscópica de poros eventualmente ocorridas em razão do uso do aditivo MOFI. O fenômeno da ascensão ou penetração vertical da água dentro do concreto é causado pela tensão superficial do fluido que atua nos poros capilares do material. Os fatores que influenciam nesse mecanismo são as características do líquido, como viscosidade, densidade e tensão superficial e as características do sólido: estrutura dos poros (raio, tortuosidade e continuidade dos capilares), energia superficial e teor de umidade.

O ensaio de absorção por capilaridade foi realizado aos 28 dias de idade com 3 corpos de prova cilíndricos (5 x 10 cm) com cura por imersão em água saturada com cal. Os resultados dos ensaios são apresentados nas Figura 31 e Figura 32. Na sequência, Tabela 24 , são apresentados os resultados da análise de variância (ANOVA) para os resultados do ensaio de absorção de capilaridade com confiabilidade de 95%.

De modo geral, o uso do aditivo MOFI provocou aumento marginal na absorção de água por capilaridade em todas as amostradas aditivadas, cerca de 7% em relação a M-REF. O aditivo MOFI também contribuiu para altura de ascensão capilar, com exceção da mistura M-M10% que teve ligeira diminuição (-3,6%). Interessante notar que este foi o único traço que mostrou aumento real de resistência mecânica aos 180 dias.

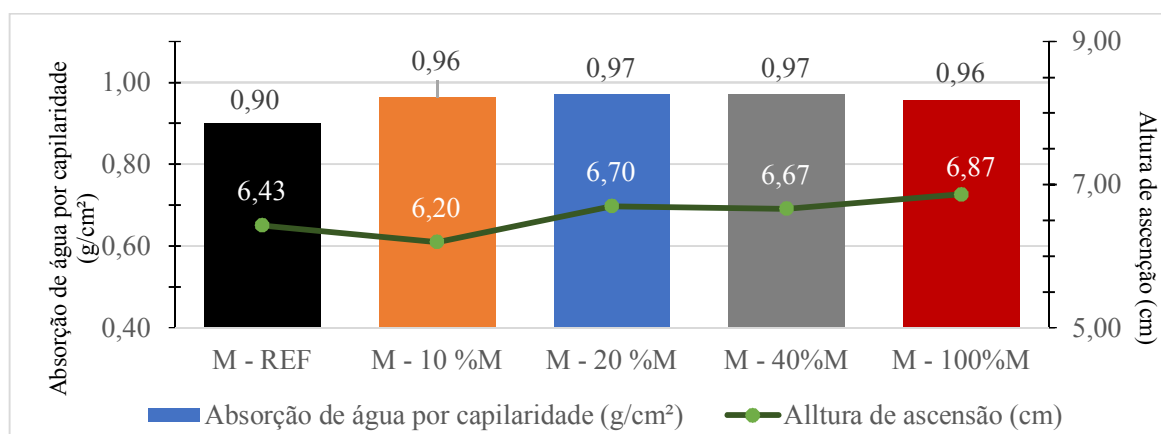


Figura 31 - Ensaio de absorção de água por capilaridade – Absorção de água e altura de ascensão capilar.



Figura 32 - Ensaio de absorção de água por capilaridade - Corpos de prova rompidos a tração por compressão diametral para visualizar a altura de ascensão capilar.

Na Figura 32, os corpos de prova ensaiados após 72h são colocados lado a lado para a avaliação da altura de ascensão da água. Considerando que a mistura M-M100% foi a que apresentou maior resistência aos 28 dias de idade, a maior ascensão capilar pode indicar um possível refinamento dos poros.

ANOVA		Absorção de água por capilaridade	
<i>F</i>	<i>valor-p</i>	<i>F crítico</i>	
0,6696	0,63	3,4780	
O uso do aditivo MOFI <u>NÃO</u> é estatisticamente significativo na absorção de água por capilaridade			

Tabela 24 – Resultados da análise de variância (ANOVA) para avaliar a influência do aditivo MOFI na absorção por capilaridade.

Amostra	Absorção	Grupo
M - REF	0,901	****
M -10 %M	0,965	****
M -20 %M	0,969	****
M - 40%M	0,970	****
M - 100%M	0,957	****

Tabela 25 - Teste de Duncan – Absorção por capilaridade.

A análise estatística pelo método ANOVA indicou não haver variações significativas na absorção de água por capilaridade em função do uso do aditivo MOFI. Pela análise do teste de Duncan, todos os resultados fazem parte de um mesmo grupo, tabela 25.

O aditivo causou mudança na viscosidade dos microconcretos no estado fresco, razoável, portanto considerar que houve aumento também na viscosidade da solução de poros. Porém, os resultados de absorção de água por imersão e por capilaridade indicaram que não há diferenças significativas no uso do aditivo em relação ao traço de referência.

Modificações da densidade e da tensão superficial da solução de poro podem alterar a ação capilar do fluido, o movimento capilar de um líquido diminui com o aumento da viscosidade da fase líquida (HAZARIKA et al., 2017). Resultados interessantes foram obtidos por Hernández; Cano-Barrita; Torres-Acosta (2016)

4.3 Estudo das pastas

4.3.1 Porosimetria por intrusão de mercúrio

O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) é um ensaio analítico para o estudo da estrutura porosa das pastas, fornecendo dados sobre a porosidade total e sua distribuição de tamanhos, avalia uma faixa de poros entre 340 μm e 5,5 nm. O intervalo de pressão que o mercúrio é aplicado é 0 até cerca de 230 MPa.

Os poros são classificados normalmente em função do diâmetro médio. Na Tabela 26 é apresentada a classificação proposta por Mindess; Young; Darwin (2002) com a descrição dos tipos de poros e as propriedades dos materiais cimentícios afetadas. Na classificação dos poros, a primeira faixa de poros da estrutura é chamada de vazios de ar, composta pelos poros com diâmetro médio maiores que 1 μm . Os poros capilares se dividem em dois grupos: macroporos que compreende dimensões entre 10 μm e 50 nm e os mesoporos que estão entre 10 nm e 50 nm. E por fim, os poros de gel que têm diâmetros menores que 10 nm (MINDESS; YOUNG; DARWIN, 2002).

Designação	Diâmetro	Descrição	Função da água	Propriedades da pasta afetadas
poros capilares	10 μm - 50nm	Capilares grandes (Macroporos)	Comporta como água de enchimento	Resistencia mecânica Permeabilidade
	50 nm ~ 10nm	Capilares médios (mesoporos)	Gera moderadas forças de tensão superficial	Resistencia mecânica Permeabilidade Retração em umidades elevadas
Poros de gel	10 nm ~ 2,5 nm	Capilares pequenos (gel)	Gera fortes forças de tensão superficial	Retração em umidade relativa 50%
	2,5 nm - 0,5 nm	Microporos	Forte adsorção de água sem formação de meniscos	Retração Fluência
	<0,5nm	Microporos interlamelares	Água ligada por pontes de hidrogênio	Retração Fluência

Tabela 26- Distribuição dos poros por faixa de diâmetro e as influencias sob as propriedades das pastas cimentícios (MINDESS; YOUNG; DARWIN, 2002) com adaptações de (MANZANO, 2016).

O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio foi realizado nos 5 traços das pastas em estudo, com idade de 28 dias e cura por imersão em água saturada com cal. Na Figura 33, o gráfico com a variação do diâmetro pelo volume acumulado de mercúrio intrudido nas amostras, ou seja, um valor acumulado do volume de poros.

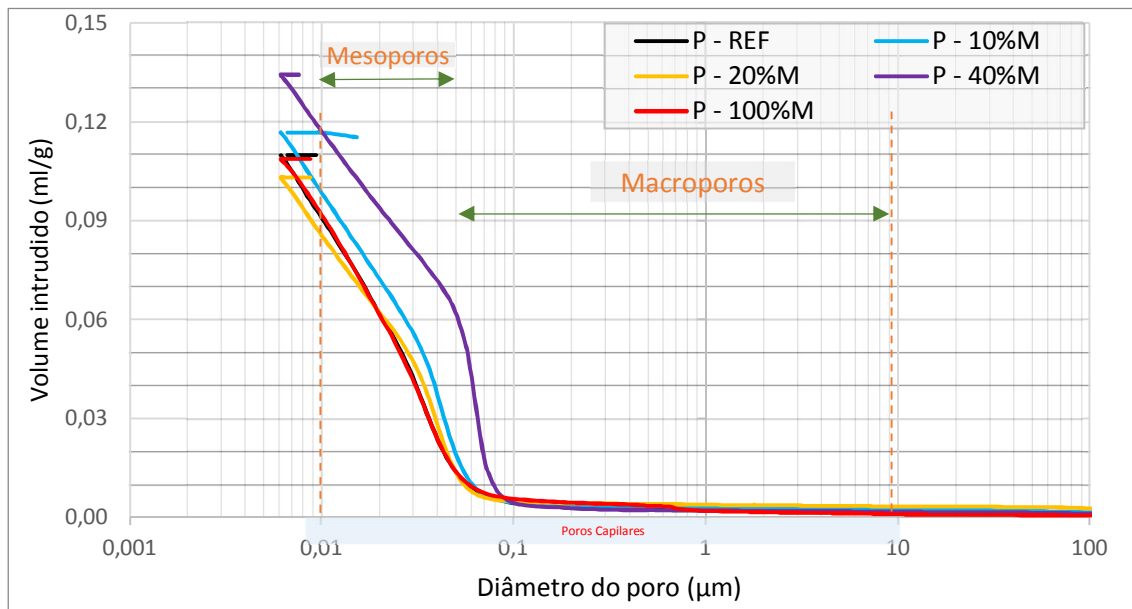


Figura 33 – Porosimetria por intrusão de mercúrio nas pastas estudadas – distribuição de poros

Analisando o gráfico da Figura 33, nota-se que o aditivo MOFI não provocou redução da porosidade. Somente a amostra P-M20% teve uma pequena redução dos valores. A maior parte dos poros estão compreendidos na faixa denominada de poros capilares. O uso do bioaditivo MOFI gerou 3 comportamentos, distintos em relação a amostra de referência. As amostras P-M10% e P-M40% tiveram pequeno aumento no volume dos poros. A amostra P-M100% praticamente se sobrepôs a P-REF. E a amostra P-M20% reduziu o volume total de poros. No gráfico de volume incremental, Figura 34, é possível observar de maneira mais detalhada as variações na estrutura porosa.

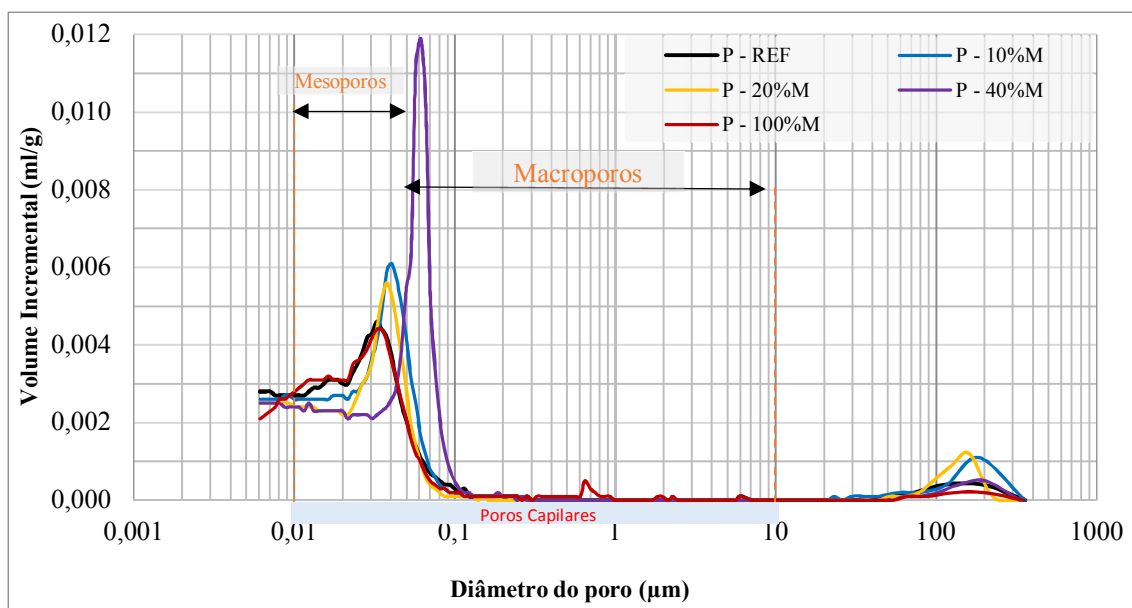


Figura 34 - Volume acumulado de poros nas amostras

Na Figura 34 é possível perceber que houve um incremento nos vazios de ar para as amostras P-M20% e P-M10%, estes vazios são em razão de bolhas de ar incorporado. A pasta P-M100% teve ligeira redução de vazios de ar. Na região dos macroporos o destaque é para a amostra P-M40% que apresentou um pico destoante das demais amostras. Na sequência os picos das misturas PM20% e P-M10% aparecem novamente com comportamento similar, houve aumento da porosidade na faixa de mesoporos. As pastas P-M100% e P-REF tiveram um comportamento muito similar estando praticamente sobrepostas.

O comportamento verificado para as curvas P-M10% e P-M20% está de acordo com o relatado por Nguyen et al. (2014). Em geral, aditivos biopoliméricos promovem o aumento dos poros capilares (100–500 nm) e vazios de ar (50–250 μm). O aumento na quantidade de poros capilar acontece em termos de evaporação do excesso de água, enquanto o aumento na quantidade de vazios de ar é devido ao ar efeito de arrastamento no interior da matriz.

Na tabela 27 é possível verificar o relatório de resultados dos ensaios gerado pelo equipamento, para cada amostra ensaiada. Verifica-se que todas as amostras aditivadas tiveram aumento da porosidade, com exceção da P-M20%. Não há uma relação clara entre a dosagem do aditivo MOFI e os resultados observados. São colocados os valores relativos a amostra de referência.

Dados do ensaio de porosimetria	P - REF	P-M10%	P-M20%	P-M40%	P-M100%
Volume total de mercúrio utilizado no ensaio 0,0063ml/g	0,1099	0,1168	0,1031	0,1343	0,1087
		6,3%	-6,2%	22,2%	-1,1%
Área total de poro 1,197 m ² /g	25,04	24,48	22,37	23,36	24,11
		-2,2%	-10,7%	-6,7%	-3,7%
Diâmetro médio dos poros (volume) 0,0278 μm	0,024	0,028	0,027	0,045	0,024
		20,4%	15,3%	91,9%	0,0%
Diâmetro médio dos poros (área) 0,0120 μm	0,012	0,012	0,012	0,013	0,013
		0,8%	-2,5%	3,3%	4,1%
Diâmetro médio dos poros (4V/A) 0,0211 μm	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
		8,5%	4,5%	30,7%	2,3%
Massa específica 2,4844 g/cm ³	1,72	1,73	1,78	1,69	1,76
		0,1%	2,9%	-1,8%	2,0%
Massa aparente 2,5240 g/cm ³	2,13	2,16	2,17	2,19	2,17
		1,7%	2,1%	3,0%	2,2%
Porosidade 1,57%	18,96	20,17	18,30	22,75	19,12
		6,4%	-3,5%	20,0%	0,8%

Tabela 27 – Dados da porosimetria por intrusão de mercúrio das pastas com 28 dias de idade, com paralisação da hidratação. Também são apresentados os valores percentuais em relação a P-REF.

Era esperado um comportamento destacado para a amostra P-M100%, uma vez que a maior resistência à compressão estaria relacionada a uma estrutura menos porosa, certamente por

ter maior hidratação, e conseqüente refinamento dos poros. Apesar dos resultados difusos, a PIM confirma os ensaios absorção de água por imersão e capilaridade realizados em microconcretos, não há variações entre os traços. Com exceção do traço P-M40% que aparenta ter tido algum problema devendo ser refeito para comprovar os resultados. Como não houve modificações na estrutura porosa das pastas, as alterações observadas para resistência à compressão certamente estão relacionadas à gelificação da solução de poro.

4.3.2 Difratomia de raios X (DRX)

Foi realizada a difratometria de raios X com o intuito de avaliar de forma qualitativa e semiquantitativa a presença das fases cristalinas anidras e hidratadas nas pastas e para a investigação e identificação de eventuais fases cristalinas formadas por interação dos compostos do cimento Portland com o aditivo MOFI. Para todas as misturas estudadas realizou-se a difratometria de raios X (DRX) após a paralização da hidratação aos 28 dias de idade.

Na Figura 35 são apresenta os difratogramas obtidos nas medições. Todas as amostras apresentaram o mesmo padrão. A análise dos difratogramas indicou a presença de 3 fases presentes nas pastas, portlandita - $\text{Ca}(\text{OH})_2$, etringita - $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$ e calcita - CaCO_3 .

O difratograma da amostra de referência apresentou os picos mais atenuados, o que sugere alterações nas amostras em função do uso do aditivo MOFI. Todas as amostras que receberam o aditivo apresentaram picos mais intensos de Portlandita e etringita. Durante a hidratação dos silicatos a Portlandita é produzida junto com o C-S-H. Portanto, os resultados sugerem que o aditivo MOFI aumentou a taxa de hidratação do cimento. De fato, o traço de referência obteve a menor resistência à compressão, aos 28 dias. Por outro lado, a intensidade dos picos não segue a proporcionalidade apresentada para os resultados de resistência à compressão dos microconcretos.

A amostra P- 10%M apresenta com mais destaque os picos característicos do carbonato de cálcio, a calcita. Todas as amostras aditivadas têm essa fase, ainda que discretamente. Na amostra de referência não é perceptível a presença da calcita

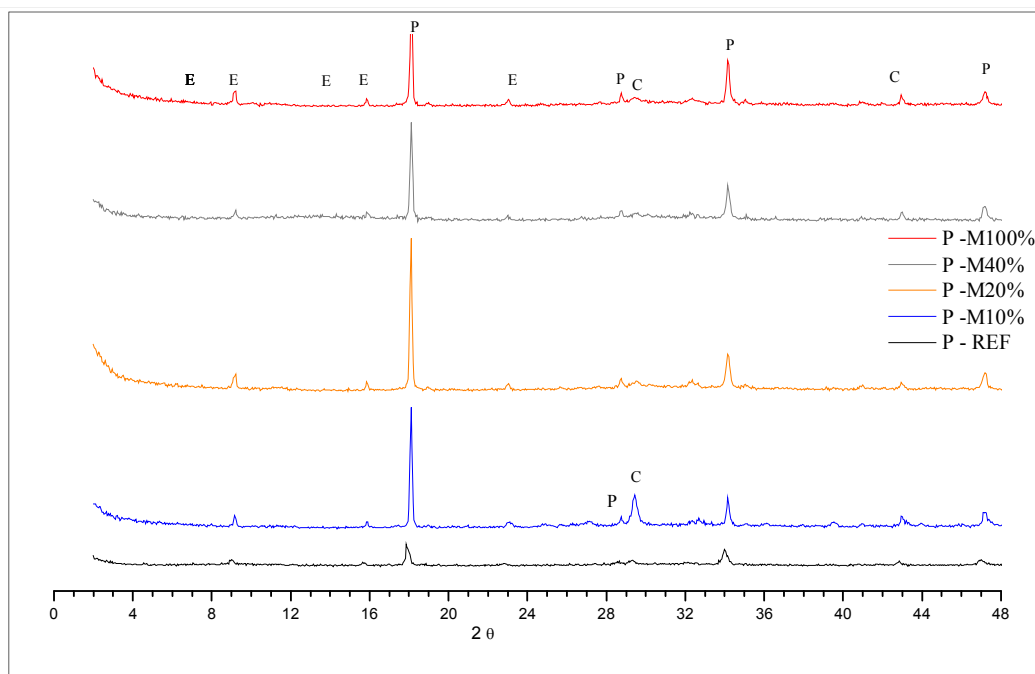


Figura 35 – difratogramas de raios x para as pastas – 28 dias de idade (E) Etringita; (C) Calcita e (P) Portlandita.

O pico de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pode ser justificado pelas observações de Rodriguez-Navarro et al. (2017). Eles verificaram que a mucilagem OFI quando adicionada a argamassas de cal tem uma relação muito forte com os componentes pré-nucleação do hidróxido de cálcio. Promovem a formação de abundantes nanocristais de Portlandita. Apesar de provocar alterações morfológicas nos cristais de hidróxido de cálcio, o uso da mucilagem não interferiu na detecção dos cristais através do DRX. Não houve nenhum desvio detectável nos picos de Bragg em relação ao padrão da Portlandita.

Kavas et al. (2007) também verificaram que o uso da pectina como aditivo aumentou o teor de CH aos 28 dias nas amostras estudadas. Porém, Ramírez-Arellanes et al. (2012) investigaram pastas de cimento com a substituição da água de amassamento pela mucilagem, e de maneira oposta avaliaram que as pastas aditivadas tiveram redução no hidróxido de cálcio. Para estes autores a mucilagem do OFI atua como um retardador de hidratação impedindo a livre formação dos produtos de hidratação. Como estes autores utilizaram uma mucilagem com concentração de sólidos de 3%, a dosagem superior do bioaditivo deve ter provocado este comportamento diferente.

A maior presença de etringita está coerente com Bezerra; Ferreira; Castro-Gomes (2011) que relataram aumento no volume de etringita quando utilizado biopolímeros. Apesar de ser formada no início da hidratação quando adicionado bioaditivo verificaram a presença de etringita em idades superiores a 28 dias.

4.3.3 Análise por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) - Pastas

As análises de FTIR foram realizadas após a paralização da hidratação das amostras com 28 dias de idade. Buscou-se realizar a comparação entre as dosagens utilizadas do aditivo MOFI verificando as fases de hidratação presentes na matriz de maneira qualitativa e semi quantitativa. A Figura 36 apresenta os espectros com as medições IFTR das pastas. Os espectros das pastas estudadas possuem o mesmo padrão, com picos e bandas em comprimento de ondas semelhantes havendo variação na intensidade da transmitância.

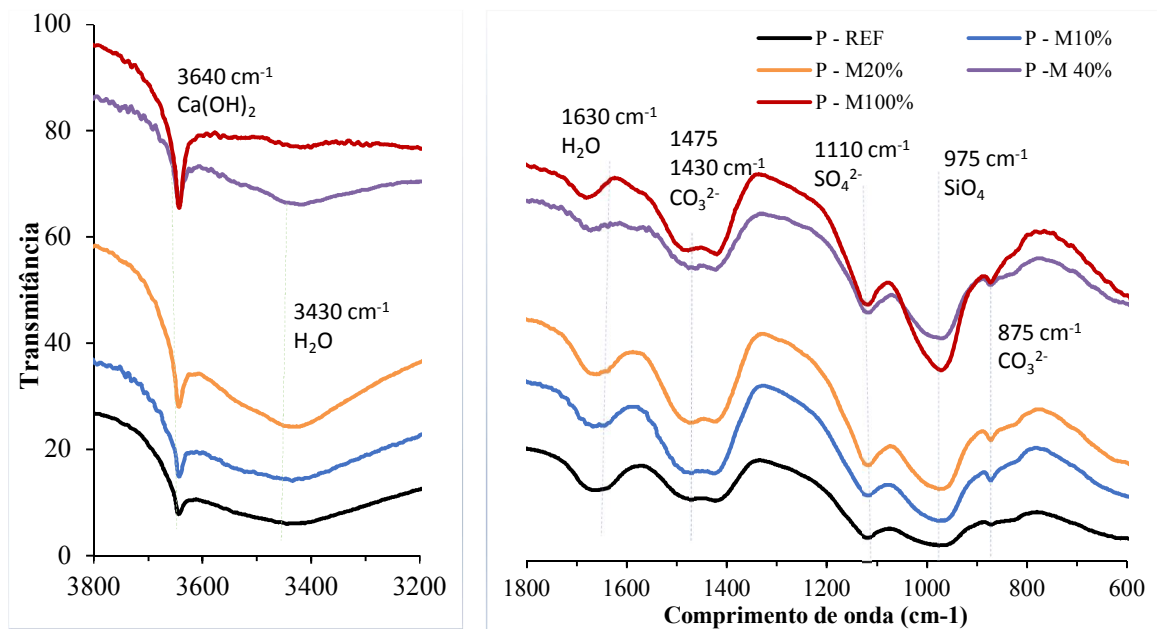


Figura 36 – Espectro vibracional na região do infravermelho das pastas de cimento.

A banda em torno de 975 cm^{-1} corresponde às vibrações de alongamento das ligações Si-O no gel de C-S-H. A análise dos espectros indica que a amostra P-REF, com um pico discreto neste comprimento de onda, teve a menor hidratação. Enquanto a amostra P-M100% tem uma intensidade muito alta na mesma faixa indicando maior concentração dos produtos de hidratação. Interessante notar que o pico em torno de 3640 cm^{-1} também acompanha a mesma tendência, grande intensidade para a amostra P-M100% em contraste à P-REF. Este pico é típico de grupos hidroxila (OH) livres, correspondendo aqui à presença de hidróxido de cálcio.

As demais bandas verificadas que representam os produtos de hidratação do cimento são etringita e o carbonato de cálcio, além das bandas ligadas à água. A banda que aparece em torno de 1110 cm^{-1} é relacionada às ligações S-O em sulfatos, principalmente a fase de

etringita. As bandas na faixa de 1400-1500 cm^{-1} correspondem ao estiramento assimétrico do carbonato (CO_3^{2-}) e o pico em 875 cm^{-1} é devido à flexão fora do plano deste grupo carbonato. Na faixa de número de onda alta dos espectros, a banda a 1630 cm^{-1} é atribuída à vibração de flexão H-O-H da água molecular e a faixa larga em 3000-3700 cm^{-1} são devidas a vibrações de alongamento de grupos O-H em água ou hidroxilas com uma ampla faixa de forças de ligação de hidrogênio.

Comparando as análises de IFTR com as propriedades mecânicas avaliadas dos microconcretos, há sintonia entre os dois resultados. O microconcreto M-M100% teve a maior resistência à compressão, aos 28 dias, e os espectros indicam que é a mistura com maior volume de C-S-H. Aos 28 dias todas as amostras tinham resistência superior a M-REF o que está em ressonância a espectrometria de infravermelho, já que as amostras aditivadas aparentam hidratação mais avançadas em relação a amostra de referência. A grande hidratação aparente da amostra P-M100% justificaria o pouco ganho de resistência na etapa final, entre os 28 e 180 dias, assim como no ensaio de resistência à compressão é a amostra com indícios de maior hidratação.

Fazendo um paralelo do ensaio de IFTR com o DRX também há conclusões harmônicas entre os dois ensaios. Em ambos as intensidades dos sinais de P-REF são reduzidas nos pontos característicos indicando menor quantidade dos produtos de hidratação. Porém, entre as amostras aditivadas, as intensidades dos picos no DRX sugerem uma menor quantidade de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ para a amostra P-M100%, porém, os espectros de IFTR contrariam essa análise. De fato, havendo maior quantidade de C-S-H na amostra P-M100% é esperado proporcionalidade na Portlandita por se tratar de um produto secundário da hidratação. Mas vale a ressalva que mecanismos próprios à presença da pectina e da mucilagem podem estar consumindo o cálcio e reduzindo a formação da Portlandita.

Por fim, corroborando os resultados de difração de raios x, os espectrogramas indicam a presença de carbonatos para as amostras aditivadas. Como na técnica anterior, a amostra de referência aparentemente tem menor quantidade de carbonatos. A amostra P-M40% também apresentou baixa intensidade, relativamente, nas faixas 1475 e 1430 cm^{-1} e também em 875 cm^{-1} que são característicos aos carbonatos. Diferente da difração de raios x que indicou a amostra P-M10% com quantidade superior de carbonato de cálcio, a análise dos espectros IFTR indicam as amostras P-M10% e P-M20% com intensidades elevadas. A amostra P-

M100% também apresenta intensidade considerável nos comprimentos de onda característicos.

4.3.4 Análises Termogravimétricas – TG e DTG

As análises termogravimétricas foram realizadas para determinar e quantificar os principais produtos hidratados do cimento Portland. De acordo com as faixas de temperatura, correspondentes, as perdas de massa foram calculadas nas curvas TG com a poio da curva DTG. A identificação dos produtos de hidratação seguiu a proposta de Alonso-domínguez et al.(2017) - A)105°C – 430°C: Silicato de cálcio hidratado (C-S-H) gel ; B) 430°C – 530°C: Hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2); C) 530°C – 1100°C: decomposição do carbonato de cálcio. Nas Figura 37 e 38 são apresentadas as curvas TG e DTG referentes aos ensaios das pastas estudadas.

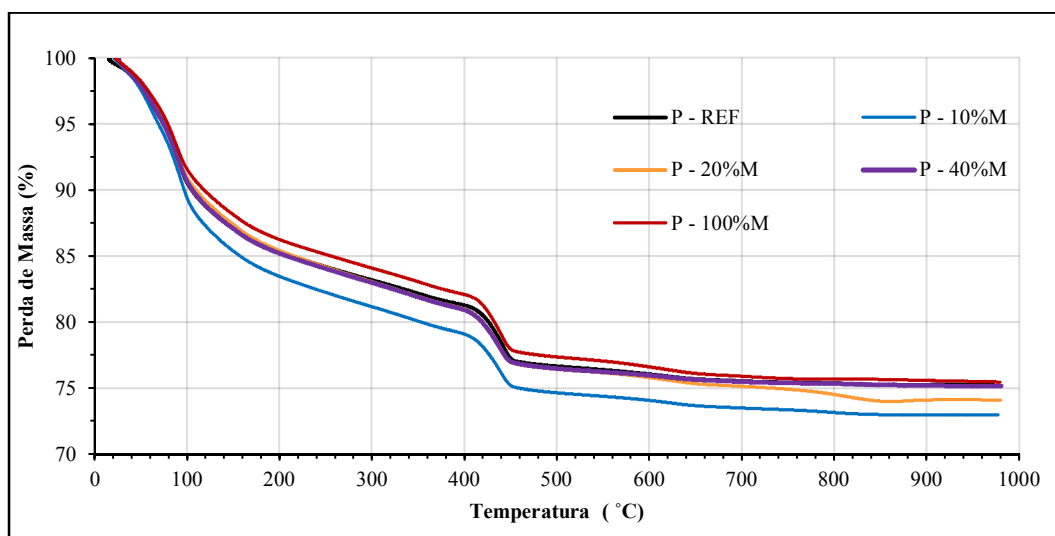


Figura 37 Curva TG para as pastas com variação do aditivo MOFI;

As curvas de TG, na figura 37, mostram que há pouca variação entre as amostras examinadas. A única curva com destaque no comportamento é da amostra P-M10%. Na seção anterior, o microconcreto com 10% de aditivo MOFI foi o que se diferenciou nos ensaios de absorção de água e também na análise das propriedades mecânicas. As curvas P-REF e P-M40% estão praticamente sobrepostas. A curva P-M20% também é coincidente a P-REF até cerca de 760°C quando apresenta um maior percentual de carbonatos.

As amostras P-REF, P-M40% e P-M100% tiveram 75,5% de massa residual na temperatura limite do ensaio, ~980°C. As amostras P-M20% e P-M10% tiveram uma perda de massa ligeiramente maior, 74% e 73% de massa residual, respectivamente.

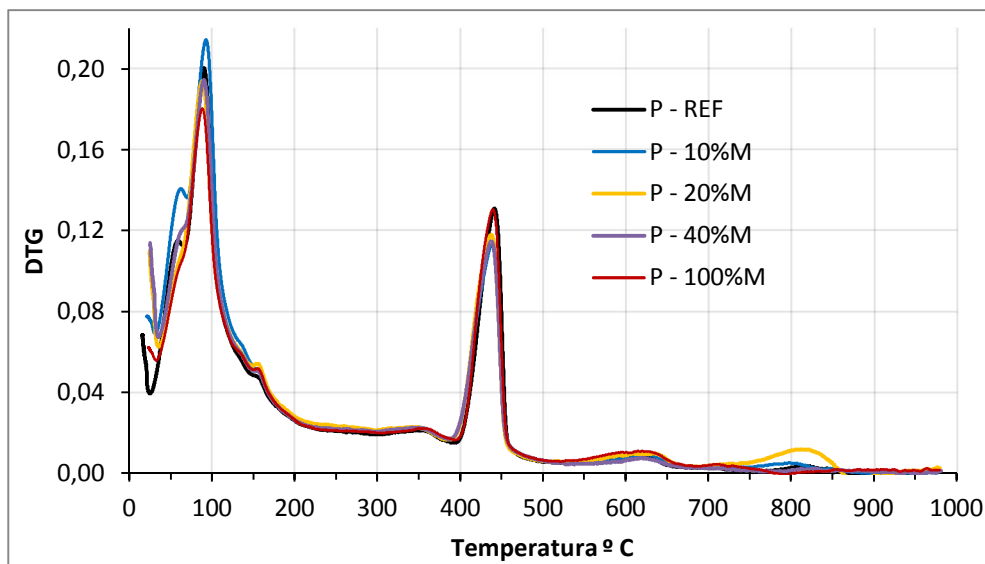


Figura 38 – DTG Pastas de cimento.

Nas curvas de DTG podemos verificar três principais eventos de perda de massa. O primeiro entre 40°C e 370°C está relacionado a perda de água por evaporação, desidratação do C-S-H e decomposição das fases sulfato. Neste trecho da curva há um pico em 95° e dois ombros, um em 70° (relativo ao CSH) e o outro em 150° (fase sulfato). O segundo evento entre 370°C e 500°C pode ser associado a quebra do CH e tem o pico por volta de 440°. Por fim, a faixa de temperatura com pico mais discreto e que se estende de 500°C até 950°C é especialmente representativa da fração CaCO₃. A Tabela 28 sintetiza os resultados considerando estas faixas características de perda de massa, também são apontados os valores relativos a amostra de referência.

Fase	P - REF	P-M10%	P-M20%	P-M40%	P-M100%
Perda de massa na faixa de temperatura do C-S-H	10,4%	11,4%	11,4%	11,1%	10,8%
CSH x CSH - PREF		10,3%	10,2%	6,6%	3,9%
Perda de massa na faixa de temperatura do CH	3,1%	2,7%	2,7%	2,7%	3,1%
CH x CH - REF		-13,0%	-14,4%	-14,9%	0%
Perda de massa na faixa de temperatura do CaCO ₃	1,2%	1,5%	2,2%	1,1%	1,6%
CaCO ₃ x CaCO ₃ REF		22,7%	75,9%	-8,7%	28,8%

Tabela 28 – Análise dos produtos de hidratação a partir dos resultados do TG-DTG

Aos 28 dias de idade, o traço M-REF tinha a menor resistência e a amostra M-M100% obteve a maior resistência à compressão. O esperado era que os produtos de hidratação seguissem a tendência da resistência à compressão. Porém, há algumas distorções conforme se verifica na Figura 39. Destaca-se a amostra P-M100% apresenta redução no quantitativo de C-S-H,

comparado com as outras amostras aditivadas. Para as amostras aditivadas, os quantitativos de C-S-H são superiores a amostra de controle seguindo a tendência da resistência à compressão.

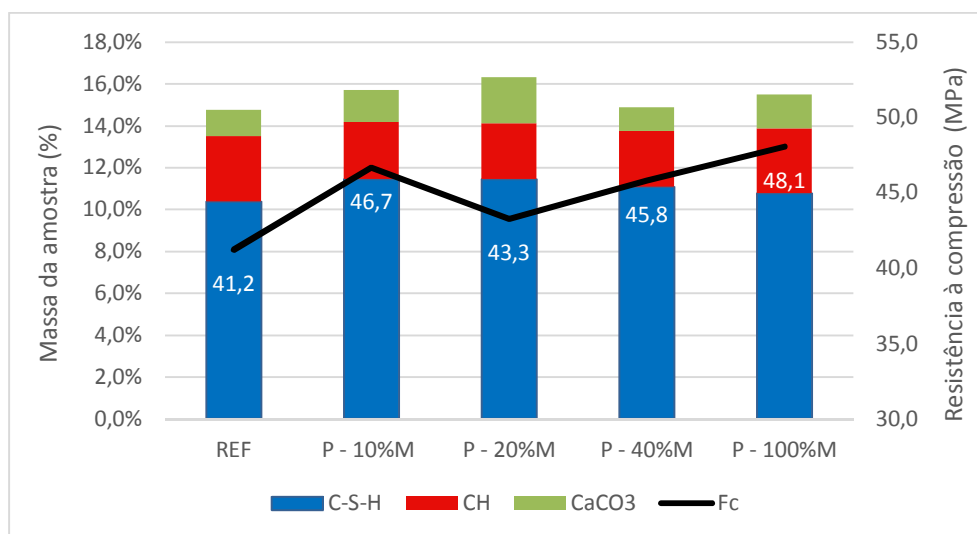


Figura 39 – Composição das pastas x Resistência à compressão (28 dias) dos microconcretos.

As amostras aditivadas tiveram aumento considerável de Carbonato de cálcio em relação a P-REF, com exceção da mistura P-M40% que apresentou a menor quantidade da fase. Os resultados da termogravimétrica, com relação a fase CaCO₃, indicam a amostra P-M20% com maior quantitativo, 76% a mais que a amostra P-REF. As amostras P-M10% e P-M100% superam em 23% e 29% a referência, respectivamente. A questão da presença do CaCO₃ em maior quantidade deve ser melhor estudada, talvez seja essa a razão do aumento de resistência à compressão. O aditivo MOFI pode estar provocando a carbonatação acelerada.

A análise semi quantitativa dos difratogramas de raios x indicava quantidade superior de CH para as amostras aditivadas, a análise termogravimétrica aponta para o oposto. A amostra com maior volume de C-S-H tem o menor volume de CH. O inverso também é verdadeiro, a amostra com menor volume de C-S-H tem o maior volume de CH. Como o CH é produzido junto com o C-S-H era esperado que houve uma relação entre as duas fases. Porém, os quantitativos do TG/DTg revelam que em todas as amostras estudadas a quantidade da fase CH é bem próxima, a variação é de apenas 0,4% (2,7%-3,1%). As amostras com aditivo MOFI apresentaram quantitativo menor do que a amostra de referência, com exceção da amostra P-M100%.

Uma hipótese para compatibilizar as análises, talvez envolva alterações morfológicas nos cristais, o que explicaria a divergência entre as técnicas pelo grau de cristalinidade das formações de hidróxido de cálcio na presença do aditivo MOFI. Ou seja, a formação dos cristais na presença da mucilagem tornaria os cristais mais detectáveis ao DRX. Muito embora Rodriguez-Navarro et al. (2017) tenham indicado que as alterações morfológicas verificadas por eles com o uso da mucilagem como aditivo não alterem os planos de cristalinidade do $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Uma análise simples de se fazer é a perda ao fogo, caracterizada pela perda de massa em toda faixa de temperatura, desde 30° até 1000°C. A medida representa uma indicação indireta do grau de hidratação dos principais compostos do cimento Portland. (MANZANO, 2016). Ao analisar o desempenho das pastas, todas com o mesmo a/c, é possível verificar se está havendo o mesmo grau de hidratação.

Perda de massa total (%)				
REF	P-M10%	P-M20%	P-M40%	P-M100%
23,72	25,99	25,01	23,92	23,80
Amostra X REF	110%	96%	96%	100%

Tabela 29 – Perda ao fogo das amostras.

Na Tabela 29 estão apresentados os valores de perda ao fogo aos 28 dias. Os valores estão próximos à mistura M-REF. Apenas a amostra M-M10% teve uma perda de massa maior, cerca de 10%. A amostra P- M 100% teve a mesma perda de massa total do que a referência, o que sugere um mesmo grau de hidratação. Porém, o quantitativo de CSH da amostra aditivada foi 4% maior do que a referência. Os carbonatos também foram detectados em maior quantidade na amostra aditivada, 29%.

4.4 Discussão geral dos resultados

Este trabalho avaliou o uso da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica*, com concentração de sólidos de 0,45% (aproximadamente de 4,5g/l) como aditivo para argamassas e pastas de cimento Portland com dosagens entre 0,02% a 0,23% da massa de cimento. Foram verificadas as alterações provocadas pelo aditivo nos estados fresco e endurecido. Os principais resultados dizem respeito à viscosidade e às reações de hidratação.

A avaliação da consistência dos microconcretos deixa claro que, apesar das pequenas quantidades adicionadas, o aditivo MOFI modifica a viscosidade das misturas. Foi constatado o aumento da tensão de escoamento e da consistência dos traços aditivados sendo

que o aumento da concentração intensificou os efeitos. Como o biopolímero altera a viscosidade da solução de poros era esperado que houvesse também alteração na absorção de água, especialmente por capilaridade. Porém, apesar dos indicativos de autores que utilizaram a mucilagem do cacto OFI como aditivo, não houve mudança nesse parâmetro.

A absorção de água por imersão também não apresentou mudanças significativas. Entre as amostras aditivadas e as amostras de referência os valores para o índice de vazios, densidade e absorção pouco variaram. O resultado é interessante pois o aditivo pode ser usado para alterar a viscosidade sem alterar a microestrutura.

A concentração do aditivo é essencial para o desempenho. A baixa concentração de aditivo MOFI não foi suficiente para formar as estruturas de impermeabilização, como o desenvolvimento de película formada pela adsorção da mucilagem que reduziu a absorção de água e a permeabilidade como sugerido por Chandra, Eklund e Villarreal (1998).

Conforme Nguyen et al. (2014), mesmo havendo aumento na porosidade total, os materiais cimentícios que utilizam aditivo biopolimérico podem verificar ganho de resistência. Mecanismos próprios dos biopolímeros podem compensar eventual acréscimos de porosidade. A adição de quantidade apropriada de biopolímero favorece o aumento da resistência mecânica dos materiais devido ao aumento da coesão, ao efeito de dispersão dos biopolímeros e integração entre biopolímero e as fases do cimento, evitando a separação de fases dos componentes da solução.

Apesar de haver alguns pontos divergentes, a análise dos ensaios de microestrutura das pastas corrobora que o aditivo MOFI altera a hidratação do cimento Portland. Os resultados dos ensaios de DRX e IFTR indicam maior volume de produtos de hidratação em relação a amostra de referência. A termogravimetria também indica variação entre os traços. Houve um aumento da fase CaCO_3 quando utilizado o aditivo MOFI, na pasta P-M20% chegou a 67% de aumento em relação a P-REF.

A análise termogravimétrica apontou variações entre as composições das várias pastas. Todas as pastas apresentaram quantidade de C-S-H superior em relação a P-REF, o que é condizente com a resistência à compressão aos 28 dias, quando todas as amostras superaram o traço M-REF. Porém, apesar de M-M100% ter apresentado a maior resistência a compressão teve o menor aumento de C-S-H. As misturas P-M10% e P-M20% apresentaram o maior aumento em relação a P-REF, 10%.

O hidróxido de cálcio teve resultado oposto, todas as amostras tiveram redução desta fase, entre 13% e 15%, com exceção de P-M100% que manteve-se estável. A maior variação entre as fases foi em relação ao carbonato de cálcio, em relação a referência foi 26%, 76%, -9% e 30% para as pastas P-M10%, P-M20%, P-M40% e P-M100%, respectivamente.

A razão pela qual a amostra P-M40% foi a única que reduziu o quantitativo de carbonato é desconhecida. Mas é interessa notar que essa mesma mistura apresentou aumento considerável na porosidade. Eventualmente, os dois fatos podem ter alguma relação desconhecida no âmbito deste trabalho.

A análise da cristalografia dos cristais gerados na hidratação é uma questão central na interação do aditivo MOFI com o cimento Portland. Essas alterações cristalográficas podem estar relacionadas ao desempenho mecânico dos materiais e justificaria alterações no desempenho mesmo sem alterações quantitativas relevantes nos produtos de hidratação.

Mesmo em concentrações pequenas os biopolímeros atuam na nucleação dos cristais. Alguns autores verificaram implicações na velocidade da hidratação e na cristalização, em geral os cristais são menores e há alteração morfológica. Destaque para o trabalho de Rodriguez-Navarro et al. (2017) que fizeram observações sobre a interação de uma solução de mucilagem OFI (concentração de sólidos 0,5%) e a hidratação do Ca(OH)_2 . Outros autores como Chandra, Eklund e Villarreal (1998) e Hernández; Cano-Barrita; Torres-Acosta, (2016b) também indicaram o mesmo comportamento.

A pectina é conhecida por influenciar e altera a nucleação e o crescimento dos cristais de CaCO_3 . Estudos conduzidos por Mihai et al. (2015) mostraram que a dosagem de pectina influencia na forma, tamanho e grau de cristalinidade das estruturas. Quando a dosagem é reduzida (como 0,01% e 0,02%) é induzida a formação de poliamorfos da vaterita e quantidades maiores de pectina favorecem a formação de poliamorfos de calcita.

5 CONCLUSÕES

Os biopolímeros estão em crescente evidencia, a demanda está aumentando em todo mundo como alternativa aos produtos derivados de petróleo. Seguindo a tendência, a utilização de bioaditivos para materiais de cimento Portland também tem ampliando a participação mundial no setor. Materiais conhecidos na construção desde os primórdios, os biopolímeros são destaque por características tais como sustentabilidade e acessibilidade.

Neste trabalho foi avaliado o aditivo MOFI, proposto a partir da extração a frio da mucilagem do cacto *Opuntia ficus-indica*, uma planta de fácil adaptação e cultivo. Foram utilizados procedimentos extremamente simples para o preparo, manuseio e aplicação. A utilização do aditivo na preparação dos microconcretos e pastas não demandou nenhuma etapa ou cuidado extra. Os custos são basicamente relacionados ao cultivo da planta. O indicativo é que a utilização deste material biopolimérico pode proporcionar vantagens as pastas e microconcretos de cimento Portland nos estados fresco e endurecido.

Realizada a caracterização química do aditivo os resultados foram compatíveis com o relatado na literatura de referência. A composição química principal do aditivo são polissacarídeos, proteínas e minerais. Não foram quantificados os componentes do aditivo. A pectina é o principal componente de interesse, no aditivo.

O aditivo MOFI provocou o aumento da viscosidade e da tensão de escoamento nos microconcretos avaliados. O aditivo promove a retenção de água. Foi observado que o aumento da dosagem do aditivo intensificou os efeitos sobre a viscosidade. A redução do espalhamento foi de 8% para a mistura M-M10% e para M-M100% foi 14% de redução.

Aos 1,3,7,28 e 180 dias foram realizados os ensaios de resistência à compressão dos microconcretos. Apesar de ter provocado mudanças na hidratação, e conseqüentemente nas propriedades mecânicas, não foi estabelecida proporcionalidade ou relação clara com a dosagem do aditivo. Contudo, a dosagem é extremamente relevante nos mecanismos de atuação do aditivo.

Aos 28 dias todas as amostras aditivadas tiveram resistência superior ao traço de referência. Porém, conforme verificação estatística ANOVA/teste de Duncan, aos 180 dias, apenas o traço M-M10% teve ganho resistência em relação à M-REF, o aumento foi de 9%. Os outros traços formaram um grupo homogêneo em relação a resistência à compressão simples aos

180 dias. O teor do aditivo MOFI influencia na resistência à compressão, sobretudo no ganho de resistência acelerado nas idades iniciais. Mas em todos os casos, não foi observado prejuízo na resistência em idades avançadas.

Os ensaios de absorção de água por imersão e capilaridade não tiveram alterações significativa com as várias dosagens do aditivo MOFI estudadas. Este resultado pode ser interpretado positivamente visto que as alterações na viscosidade e ganhos precoces de resistência não causaram impactos negativos na microestrutura.

O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio não mostrou alterações relevantes entre as pastas, tal como os ensaios de absorção. A amostra P-M40% apresentou comportamento atípico das demais.

Pela técnica de difração de raios x verificou-se que não houve a formação de novas fases cristalinas por interação do aditivo MOFI com compostos do cimento. A espectrometria de infravermelho indicou menor hidratação de P-REF em comparação as pastas aditivadas. A amostra P-M100% foi que apresentou mais intensidade nas bandas características aos produtos de hidratação como C-S-H e CH. O que é condizente com os ensaios de resistência mecânica dos microconcretos. Contudo, houve fraca correlação com a análise termogravimétrica quando comparados os resultados.

A análise termogravimétrica apontou variações entre as composições das várias pastas. Todas pastas aditivadas tiveram maior quantidade de C-S-H em relação a referência. A amostra P-M100% apresentou o menor incremento na quantidade de C-S-H (4% em relação à P-REF) apesar de M-M100% ter apresentado a maior resistência à compressão. As amostras P-M10% e P-M20% apresentaram o maior quantitativo foi de C-S-H (11% a mais que a referência). A maior variação foi em relação ao carbonato de cálcio.

Nas análises das pastas há uma convergência nos indícios de que o aditivo MOFI influencia a presença do carbonato de cálcio. Nas três técnicas o indicativo foi de que a mistura de referência teve a menor quantidade de carbonato de cálcio. É possível que o aditivo influencie a microestrutura, a velocidade de carbonatação e provoque mudanças cristalográficas como apontado pela literatura consultada.

5.1 Sugestões de trabalhos futuros

- Utilização da microscopia eletrônica para verificação da morfologia dos produtos de hidratação
- Avaliação detalhada da dosagem do aditivo, um bom intervalo de dosagem seria de 0,01% a 3%, com observações mais abrangente, em períodos mais detalhados (por exemplo: 0,5h, 1h, 3h, 6h, 12h e 1,3, 7, 14, 28, 90, 180 e 360 dias).
- Avaliações comparativas dos métodos de extração e purificação da mucilagem para produção de aditivos.
- Verificação da influência da sazonalidade nas propriedades da mucilagem.
- Avaliação do aditivo em diferentes tipos de cimento Portland.

6 BIBLIOGRAFIA

ABRAJÁN, Myrna. *Efecto del método de extracción en las características químicas y físicas del mucilago del nopal (Opuntia ficus-indica) y estudio de su aplicación como recubrimiento comestible*. 2008. 244 f. Universidad Politécnica de Valencia, 2008.

AÏTCIN, Pierre Claude; FLATT, Robert J. *Science and technology of concrete admixtures*. [S.l: s.n.], 2015.

ALONSO-DOMÍNGUEZ, D *et al.* New mortars fabricated by electrostatic dry deposition of nano and microsilica additions : Enhanced properties. v. 135, p. 186–193, 2017.

ARANDA-JIMÉNEZ, Yolanda Guadalupe; SUÁREZ-DOMÍNGUEZ, Edgardo Jonathan. Cactus stalk waterproof effect in compressed earth blocks. *Nova scientia*, v. 6, n. 11, p. 311–323, 2013. Disponível em: <http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2007-07052014000100017&lng=es&nrm=iso>.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. *NBR 11768: 2011 - Aditivos químicos para concreto de cimento Portland - Requisitos*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2011a

_____. *ABNT. NBR 15900-1:2009 - Água para amassamento do concreto. Parte 1: Requisitos*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2009a

_____. *ABNT. NBR 16372:2015 - Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine)*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2015

_____. *ABNT. NBR 5733:1991 - Cimento Portland de alta resistência inicial*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 1991

_____. *ABNT. NBR 7222:2011 - Argamassa e concreto - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos-de-prova cilíndricos*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2011b

_____. *ABNT. NBR 9778:2005 - Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2005

_____. *ABNT. NBR 9779:2012 - Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por capilaridade*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2012

_____. *ABNT. NBR NM 23:2001 - Cimento portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2001

_____. *ABNT. NBR NM 248:2003 - Agregados - Determinação da composição granulométrica*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2003a

_____. *ABNT. NBR NM 45:2006 – Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2006

_____. *ABNT. NBR NM 46:2003 - Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75µm, por lavagem*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2003b

_____. *ABNT. NBR NM 52:2009 - Agregado miúdo - Determinação de massa específica e massa específica aparente*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2009b

_____. *ABNT. NBR NM 65:2003 Cimento Portland - Determinação do tempo de pega*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 2003c

_____. *ABNT - NBR 7215:1997 : Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão*. . Rio de Janeiro: [s.n.], 1997

ASTELLO-GARCÍA, Marizel G. *et al.* Chemical composition and phenolic compounds profile of cladodes from *Opuntia* spp. cultivars with different domestication gradient. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 43, p. 119–130, 2015.

BASSETTO, Luci Ines. *Análise documental das linhas prioritárias propostas por organizações articuladas com a construção sustentável brasileira*. 2016. 187 f. - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2016.

BEMILLER, James N. Gums and related polysaccharides. In: FRASER-REID, BERTRAM O.; TATSUTA, KUNIYUKI; THIEM, JOACHIM (Org.). *Glycoscience*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008. p. 1513–1533. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/978-3-540-30429-6>>.

- BEZERRA, Ulisses Targino; FERREIRA, Rui Miguel; CASTRO-GOMES, João Paulo. The Effect of Latex and Chitosan Biopolymer on Concrete Properties and Performance. *Key Engineering Materials*, v. 466, p. 37–46, 2011. Disponível em: <<http://www.scientific.net/KEM.466.37>>.
- BOUAOUINE, Omar *et al.* Identification of functional groups of *Opuntia ficus-indica* involved in coagulation process after its active part extraction. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 25, n. 11, p. 11111–11119, 2018.
- BRITO, G F *et al.* Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 6, n. 2, p. 127–139, 2011.
- CANTERI, M.H.G. *et al.* Pectin: from Raw Material to the Final Product. *Polímeros*, v. 22, n. 2, p. 149–157, 2012.
- CARDENAS, A; ARGUELLES, W M; GOYCOOLEA, F M. On the possible role of *Opuntia ficus-indica* mucilage in lime mortar performance in the protection of historical buildings. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, v. 3, p. 64–71, 1998.
- CÁRDENAS, Adriana; GOYCOOLEA, Francisco M.; RINAUDO, Marguerite. On the gelling behaviour of “nopal” (*Opuntia ficus indica*) low methoxyl pectin. *Carbohydrate Polymers*, v. 73, n. 2, p. 212–222, 2008.
- CBCS, Conselho Brasileiro de Construção Sustentável; MMA, Ministério do Meio Ambiente; PNUMA, Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente. *Aspectos da Construção Sustentável no Brasil e Promoção de Políticas Públicas*. [S.l.: s.n.], 2014. Disponível em: <<http://www.cbcs.org.br/website/aspectos-construcao-sustentavel/show.asp?ppgCode=31E2524C-905E-4FC0-B784-118693813AC4>>.
- CENTAURO, I. *et al.* The Influence of Natural Organic Materials on the Properties of Traditional Lime-Based Mortars. *International Journal of Architectural Heritage*, v. 11, n. 5, p. 1–15, 13 fev. 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/15583058.2017.1287978>>.
- CHANDRA, S.; EKLUND, L.; VILLARREAL, R.R. Use of Cactus in Mortars and Concrete. *Cement and Concrete Research*, v. 28, n. 1, p. 41–51, jan. 1998. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0008884697002548>>.
- CHANDRA, S; AAVIK, J. Influence of proteins on some properties of portland cement mortar. *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, v. 9, n. 2, p. 91–94, 1987.
- CHANG, Ilhan; JEON, Minkyung; CHO, Gye Chun. Application of microbial biopolymers as an alternative construction binder for earth buildings in underdeveloped countries. *International Journal of Polymer Science*, v. 2015, 2015.
- CHANG, Pao-Chi; SWENSON, Alfred. *Building Construction*. Disponível em: <<https://www.britannica.com/technology/building-construction>>. Acesso em: 5 jan. 2019.
- CONTRERAS-PADILLA, Margarita *et al.* Characterization of crystalline structures in *Opuntia ficus-indica*. *Journal of Biological Physics*, v. 41, n. 1, p. 99–112, 2015.
- CONTRERAS-PADILLA, Margarita *et al.* Evaluation of oxalates and calcium in nopal pads (*Opuntia ficus-indica* var. redonda) at different maturity stages. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 24, n. 1, p. 38–43, fev. 2011. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0889157510001924>>.
- CONTRERAS-PADILLA, Margarita *et al.* Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus* mucilage at three different maturity stages of cladode. *European Polymer Journal*, v. 78, p. 226–234, maio 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2016.03.024>>.
- COSTA, Yanna Dias. *Proteínas*. Disponível em: <<https://www.infoescola.com/bioquimica/proteinas/>>. Acesso em: 15 nov. 2018.
- D. VON LANDSBERG, Cologne. The history of lime production and use from early times to the industrial revolution. *Zement Kalk Gips*, v. 45, n. August, p. 199–203, 1992.
- DE WINDT, Laurent *et al.* Interactions between hydrated cement paste and organic acids: Thermodynamic data and speciation modeling. *Cement and Concrete Research*, v. 69, p. 25–36, 2015.
- DURÁN-HERRERA, A. *et al.* *Opuntia Ficus Indica* Mucilage (OFIM) as internal curing enhancer in self consolidating concrete. *Romanian Journal of Materials*, v. 47, n. 4, p. 532–540, 2017.
- EINHORN-STOLL, Ulrike; KUNZEK, Herbert; DONGOWSKI, Gerhard. Thermal analysis of chemically and mechanically modified pectins. *Food Hydrocolloids*, v. 21, n. 7, p. 1101–1112, 2007.
- EIRES, Rute; CAMÕES, Aires; JALALI, Said. Ancient Materials and Techniques to Improve the Earthen Building

- Durability. *Key Engineering Materials*, v. 634, p. 357–366, dez. 2014. Disponível em: <<https://www.scientific.net/KEM.634.357>>.
- ESPINO-DÍAZ, Miguel *et al.* Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). *Journal of Food Science*, v. 75, n. 6, p. 347–352, 2010.
- FABBRI, A.; MOREL, J.C. Earthen materials and constructions. *Nonconventional and Vernacular Construction Materials*. [S.l.]: Elsevier, 2016. p. 273–299. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978008100038000010X>>.
- FANG, Shiqiang *et al.* A study of traditional blood lime mortar for restoration of ancient buildings. *Cement and Concrete Research*, v. 76, p. 232–241, 2015.
- FILHO, Pedro Alves da Silva. SISTEMAS DE ESCOAMENTO SUPERFICIAL COMO ALTERNATIVA DE PÓS-TRATAMENTO DE ESGOTOS TENDO A PALMA FORRAGEIRA (*Opuntia ficus indica* L.Mill) COMO VEGETAÇÃO SUPORTE. p. 224, 2014. Disponível em: <http://www.teses.ufc.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=11458>.
- FOX, Dawn I. *et al.* Removing heavy metals in water: The interaction of cactus mucilage and arsenate (As (V)). *Environmental Science and Technology*, v. 46, n. 8, p. 4553–4559, 2012.
- GOYCOOLEA, Francisco M; CÁRDENAS, Adriana. Pectins from *Opuntia* spp. : A Short Review ♦. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, n. February 2003, p. 17–29, 2003.
- GUEVARA, J.C. *et al.* Reclamación de áreas degradadas del piedemonte de Mendoza, Argentina, mediante la plantación de *Opuntia ficus indica* F. inermis. *Multequina*, v. 6, n. Cev, p. 1–8, 1997.
- HAZARIKA, Amrita *et al.* Use of a plant based polymeric material as a low cost chemical admixture in cement mortar and concrete preparations. *Journal of Building Engineering*, v. 15, n. July 2017, p. 194–202, 2017. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2352710217303807>>.
- HEREDIA ZAVONI, Ernesto A. *et al.* Improving the moisture resistance of adobe structures. *Materials and Structures*, v. 21, n. 3, p. 213–221, 1988.
- HERNANDEZ-ZARAGOZA, J. *et al.* Modification of Portland Cement mortars with cactus gum. *Chemistry and Chemical Technology*, v. 1, n. 3, p. 175–177, 2007.
- HERNÁNDEZ, E.F.; PEREA, H. Pfeiffer; BARRITA, P.F. de J. Cano. Influence of Cactus Mucilage and Brown Seaweed Extract on the Degree of Hydration of Ordinary Portland Cement Pastes. *Nexo - Revista Científica*, v. 30, n. 02, p. 73–83, 2017.
- HERNÁNDEZ, E F; CANO-BARRITA, P. F. De J.; TORRES-ACOSTA, A. A. Influence of cactus mucilage and marine brown algae extract on the compressive strength and durability of concrete. *Materiales de Construcción*, v. 66, n. 321, p. 14, 30 mar. 2016. Disponível em: <<http://materconstrucc.revistas.csic.es/index.php/materconstrucc/article/view/1975/2408>>.
- ICARDA, FAO &. *Crop Ecology, Cultivation and Uses of cactus pear. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) and the International Center for Agricultural Research in the Dry Areas (ICARDA)*. Rome: [s.n.], 2017.
- INGLESE, P; BARBERA, G; LA MANTIA, T. pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit quality and production. *Journal of Arid Environment*, n. 29, p. 455–468, 1995.
- KANAN, Maria Isabel. *Manual de conservação e intervenção em argamassas e revestimentos à base de cal*. Cadernos T ed. Brasília, DF: Iphan / Programa Monumenta, 2008. Disponível em: <<http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Manual+de+Conserva??o+e+Interven??o+em+Argamassas+e+Revestimentos+?+Base+de+Cal#0>>.
- KAVAS, T. *et al.* The effect of pectin on the physicochemical and mechanical properties of cement containing boron. *Building and Environment*, v. 42, n. 4, p. 1803–1809, 2007.
- KITA, Y. The functions of vegetable mucilage in lime and earth mortars - A Review. *3rd Historic Mortars Conference*, n. September, p. 1–6, 2013.
- KRIZKOVA, Michaela Crhova *et al.* Peptide mass mapping as an effective tool for historical mortar analysis. *Construction and Building Materials*, v. 50, p. 219–225, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.059>>.
- LARA-ESPINOZA, Claudia *et al.* Pectin and pectin-based composite materials: Beyond food texture. *Molecules*,

v. 23, n. 4, 2018.

LEÓN-MARTÍNEZ, F.M. M. *et al.* Study of nopal mucilage and marine brown algae extract as viscosity-enhancing admixtures for cement based materials. *Construction and Building Materials*, v. 53, p. 190–202, fev. 2014. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S095006181301101X>>.

LIRA, Mário de Andrade. *Cadernos do semi árido - Palma Forrageira: Cultivo e usos.* . Recife - PE: “Semiárido – Riquezas e Oportunidades”. , 2016

LUCAS, Elizabete F. *et al.* Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica. 1ª EDIÇÃO ed. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais Ltda., 2001. Disponível em: <http://www.e-papers.com.br/produtos.asp?codigo_produto=2804>.

MA, Hongyan; LI, Zongjin. Microstructures and mechanical properties of polymer modified mortars under distinct mechanisms. *Construction and Building Materials*, v. 47, p. 579–587, 2013.

MADERA-SANTANA, Tomás Jesús *et al.* Mucilage from cladodes of *Opuntia spinulifera* Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization. *CyTA - Journal of Food*, v. 16, n. 1, p. 650–657, 2018. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/19476337.2018.1454988>>.

MAESTRIN, Ana Paula Jecks *et al.* Extração e purificação de clorofila a, da alga spirulina maxima: um experimento para os cursos de química. *Química Nova*, v. 32, n. 6, p. 1670–1672, 2009.

MAGALHÃES, Ana Cristina Tinôco Verçosa De; ALMEIDA, Jaime Gonçalves De. O uso da mucilagem de cacto em pastas de gesso: efeitos na absorção de água e na resistência à flexão estática. *Ambiente Construído*, v. 10, n. 1, p. 139–151, 2010. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ac/v10n1/v10n1a08.pdf%5Cnhttp://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/1140>>.

MAJDOUB, H. *et al.* Prickly pear nopals pectin from *Opuntia ficus-indica* physico-chemical study in dilute and semi-dilute solutions. *Carbohydrate Polymers*, v. 46, n. 1, p. 69–79, 2001.

MANZANO, Manuel Alejandro Rojas. Estudo Experimental de Materiais Cimentícios de Alta Resistência modificados com Polímeros Superabsorventes (PSAs) como Agentes de Cura Interna. p. 324, 2016.

MARICATO, Ermínia. *A cidade sustentável. 9º Congresso nacional de sindicatos de engenheiros-Consenge.* Porto Velho - RO: FISENGE. Disponível em: <http://www.sengemg.com.br/downloads/eventos/9_consenge/caderno-teses-2-Consenge.pdf>. , 2011

MARTÍNEZ-CAMACHO, Fernanda *et al.* Texture of nopal treated adobe: restoring Nuestra Señora del Pilar mission. *Journal of Archaeological Science*, v. 35, n. 5, p. 1125–1133, maio 2008. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0305440307002063>>.

MARTINEZ-MOLINA, Wilfrido *et al.* Cement-Based Materials Enhanced Durability from *Opuntia Ficus Indica* Mucilage Additions. *ACI Materials Journal*, v. 112, n. 1, p. 165–172, fev. 2015. Disponível em: <<http://www.concrete.org/Publications/InternationalConcreteAbstractsPortal.aspx?m=details&i=51687225>>.

MARTINEZ-MOLINA, Wilfrido *et al.* The inhibitive properties of Nopal slime on the corrosion of steel in chloride-contaminated mortar. *Anti-Corrosion Methods and Materials*, v. 63, n. 1, p. 65–71, 2016. Disponível em: <<http://www.emeraldinsight.com/doi/10.1108/ACMM-05-2014-1381>>.

MARTÍNEZ-MOLINA, Wilfrido *et al.* Physical Properties of Cement-Based Paste and Mortar With Dehydrated Cacti Additions. *International Journal of Architectural Heritage*, v. 9, n. 4, p. 443–452, 19 maio 2015. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/15583058.2013.800919>>.

MARTÍNEZ MOLINA, W *et al.* Influence of the organic and mineral additions in the porosity of lime mortars. *Advanced Materials Research*, v. 887–888, p. 830–837, 2014.

MARTINS, Susana Cristina da Costa. *Avaliação do potencial biológico de Opuntia ficus-indica (Figueira da Índia).* 2011. Faculdade de Ciências da Saúde, 2011. Disponível em: <<http://scholar.google.comhttps://bdigital.ufp.pt/handle/10284/2286>>.

MÉNDEZ, Lorena Pérez *et al.* Physicochemical characterization of cactus pads from *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus indica*. *Food Chemistry*, v. 188, p. 393–398, dez. 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.05.011>>.

MIHAI, Marcela *et al.* Design of high sorbent pectin/CaCO₃ composites tuned by pectin characteristics and carbonate source. *Materials and Design*, v. 86, p. 388–396, 2015.

- MINDESS, Sidney; YOUNG, Francis J.; DARWIN, David. *Concrete*. [S.l.]: Prentice Hall, 2002.
- MONTES, Luis Torres *et al.* Analysis of Stucco Floors from the Citadel of the Archaeological Zone of Teotihuacan, Mexico. *MRS Proceedings*, v. 852, p. 353–359, 1 jan. 2004. Disponível em: <http://journals.cambridge.org/abstract_S1946427400080854>. Acesso em: 1 nov. 2018.
- NEFZAOUI, A.; BEN SALEM, H. *Opuntia Spp. -A Strategic fodder and efficient tool for combat desertification in the Wana Region*. [S.l.: s.n.], 2002.
- NEPOMUCENO, Neymara C. *et al.* Extraction and characterization of cellulose nanowhiskers from Mandacaru (*Cereus jamacaru* DC.) spines. *Cellulose*, v. 24, n. 1, p. 119–129, 2017.
- NGUYEN, D. D. *et al.* Impact of water-soluble cellulose ethers on polymer-modified mortars. *Journal of Materials Science*, v. 49, n. 3, p. 923–951, 20 fev. 2014. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10853-013-7732-8>>.
- OHAMA, Yoshihiko. Polymer-based admixtures. *Cement and Concrete Composites*, v. 20, n. 2, p. 189–212, 1998. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0958946597000656>>.
- OHAMA, Yoshihiko; RAMACHANDRAN, S. Polymer-Modified Mortars and Concretes. *Concrete Admixtures Handbook, 2nd Edition*, p. 558–656, 1996.
- OLIVARES-PÉREZ, Arturo; TOXQUI-LÓPEZ, Santa; PADILLA-VELASCO, Ana L. Nopal cactus (*Opuntia Ficus-Indica*) as a holographic material. *Materials*, química - qualis B1 engenharias I - A1, v. 5, n. 11, p. 2383–2402, 2012.
- PACHECO-TORGAL, F. *et al.* *Eco-efficient concrete*. [S.l.]: Woodhead Publishing Limited, 2013. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/book/9780857094247>>.
- PACHECO-TORGAL, Fernando; IVANOV, Volodymyr; KARAK, Niranjana. *Biopolymers and Biotech Admixtures for Eco-Efficient Construction Materials*. [S.l.]: Elsevier, 2016.
- PATURAL, Laetitia *et al.* Cellulose ethers influence on water retention and consistency in cement-based mortars. *Cement and Concrete Research*, v. 41, n. 1, p. 46–55, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.09.004>>.
- PAVIA, DONALD L. *et al.* *Introdução a espectroscopia*. 4ª ed. São Paulo: Cengage Learning, 2010.
- PESCHARD, A. *et al.* Effect of polysaccharides on the hydration of cement paste at early ages. *Cement and Concrete Research*, v. 34, n. 11, p. 2153–2158, nov. 2004. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0008884604001565>>.
- PINHEIRO, Luíza Maria de Melo; YOSHIDA, Maria Irene; CRUZ SOUZA, Luiz Antônio. Caracterização de crostas de origem biológica em sítios arqueológicos no Vale do Rio Peruaçu – MG. *REVISTA DE HISTÓRIA DA ARTE E ARQUEOLOGIA*, v. 14, p. 123–132, 2010.
- PLANK, Johann. Applications of biopolymers and other biotechnological products in building materials. *Applied microbiology and biotechnology*, v. 66, n. 1, p. 1–9, 1 nov. 2004. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s00253-004-1714-3>>.
- PLANK, Johann. Applications of Biopolymers in Construction Engineering. In: STEINBÜCHEL, ALEXANDER (Org.). *Biopolymers Online*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005. p. 29–39. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/3527600035.bpola002>>.
- PLANK, Johann; HIRSCH, Christian. Impact of zeta potential of early cement hydration phases on superplasticizer adsorption. v. 37, p. 537–542, 2007.
- PRADELLA, José Geraldo da Cruz. *Biopolímeros e Intermediários Químicos - Relatório Técnico nº 84 396-205. Centro de Gestão e Estudos Estratégicos*. [S.l.: s.n.], 2006.
- RABINOVICH, Elaine Pedreira. A casa dos sem-casa. *Psicologia: Ciência e Profissão*, v. 12, n. 3–4, p. 16–23, 1992. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11434>>. Acesso em: 16 out. 2017.
- RAMÍREZ-ARELLANES, S *et al.* Propiedades de durabilidad en concreto y análisis microestructural en pastas de cemento con adición de mucílago de nopal como aditivo natural. *Materiales de Construcción*, qualis b1, v. 62, n. 307, p. 327–341, 30 set. 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3989/mc.2012.00211>>.
- RAMÍREZ-MORENO, Esther *et al.* Effect of boiling on nutritional, antioxidant and physicochemical characteristics in cladodes (*Opuntia ficus indica*). *LWT - Food Science and Technology*, v. 51, n. 1, p. 296–302, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2012.10.005>>.

- RAMPAZZI, L. *et al.* Technology of Medieval Mortars: An Investigation into the Use of Organic Additives. *Archaeometry*, v. 58, n. 1, p. 115–130, 2016.
- RATO, VASCO NUNES DA PONTE MOREIRA. *Influência da microestrutura morfológica no comportamento de argamassas*. 2006. Universidade Nova de Lisboa, 2006.
- RAVI, R.; THIRUMALINI, S.; TAHER, N. Analysis of ancient lime plasters – Reason behind longevity of the Monument Charminar, India a study. *Journal of Building Engineering*, v. 20, n. April, p. 30–41, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.job.2018.04.010>>.
- RAVI, Ramadoss; SELVARAJ, Thirumalini; SEKAR, S. K. Characterization of Hydraulic Lime Mortar Containing *Opuntia ficus-indica* as a Bio-Admixture for Restoration Applications. *International Journal of Architectural Heritage*, v. 10, n. 6, p. 714–725, 17 ago. 2016. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/15583058.2015.1109735>>.
- RIBEIRO, Erika Maria de Oliveira *et al.* Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, n. 4, p. 933–939, dez. 2010. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0101-20612010000400015&lng=en&nrm=iso&tlng=en>.
- RODRÍGUEZ-GARCIA, M. E. *et al.* Physicochemical characterization of nopal pads (*Opuntia ficus indica*) and dry vacuum nopal powders as a function of the maturation. *Plant Foods for Human Nutrition*, v. 62, n. 3, p. 107–112, 2007.
- RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, Sarahi *et al.* Extraction and characterization of mucilage from wild species of *Opuntia*. *Journal of Food Process Engineering*, v. 37, n. 3, p. 285–292, 2014.
- RODRIGUEZ-NAVARRO, C. *et al.* Nanostructure and irreversible colloidal behavior of Ca(OH)₂: Implications in cultural heritage conservation. *Langmuir*, v. 21, n. 24, p. 10948–10957, 2005.
- RODRIGUEZ-NAVARRO, Carlos *et al.* Crystallization and colloidal stabilization of Ca(OH)₂ in the presence of nopal juice (*Opuntia ficus indica*): Implications in architectural heritage conservation. *Langmuir*, v. 33, n. 41, p. 10936–10950, 2017. Disponível em: <<http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.langmuir.7b02423>>.
- SAENZ, C.; *et al.* Utilización agroindustrial del nopal. *Boletín de servicios agrícolas de la FAO*, 2006. , p. 165.
- SÁENZ, Carmen *et al.* *Agro-industrial utilization of cactus pear*. Rome.: FAO, 2013.
- SÁENZ, Carmen; SEPÚLVEDA, Elena; MATSUHIRO, Betty. *Opuntia spp* mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environments*, v. 57, n. 3, p. 275–290, maio 2004. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S014019630300106X>>.
- SANCHEZ, M Arreola *et al.* *Effect of the Addition of Dried Opuntia Cactus Fibers - Setting Times and Mechanical Resistance in Portland Cement Mortar Base. 2nd International Conference on Green Materials and Environmental Engineering (GMEE 2015)*. [S.l.: s.n.], 2015
- SANTOS, Alexandra Isabel Vargas Dos. *Propriedades biológicas e aplicações dos cladódios de Opuntia ficus-indica (L.) Mill.* 2016. UNIVERSIDADE DO ALGARVE, 2016.
- SCRIVENER, Karen; SNELLINGS, Ruben; LOTHENBACH, Barbara. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials. *A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials*, p. 107–162, 2016.
- SEPÚLVEDA, E. *et al.* Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia spp.* *Journal of Arid Environments*, v. 68, n. 4, p. 534–545, mar. 2007. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S014019630600259X>>.
- SMITH, Agnès; PEYRATOUT, Claire. Cold ceramics. *Advances in Ceramic Matrix Composites*. [S.l.]: Elsevier, 2014. p. 249–276. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081021668000116>>.
- SOUZA FILHO, Pedro Ferreira De. *Palma forrageira (Opuntia ficus indica e Nopalea cochenillifera) como matéria-prima para produção de etanol celulósico e enzimas celulolíticas*. 2014. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2014.
- STINTZING, Florian C.; CARLE, Reinhold. Cactus stems (*Opuntia spp.*): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular Nutrition and Food Research*, v. 49, n. 2, p. 175–194, fev. 2005. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/mnfr.200400071>>.
- SUNDAR RAJ, A. Allwyn *et al.* A Review on Pectin: Chemistry due to General Properties of Pectin and its

Pharmaceutical Uses. *Open Access Scientific Reports Sundar*, v. 1, n. 12, 2012.

SUSILORINI, Rr M.I. Retno *et al.* The advantage of natural polymer modified mortar with seaweed: Green construction material innovation for sustainable concrete. *Procedia Engineering*, v. 95, n. Scescm, p. 419–425, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.201>>.

TORRES-ACOSTA, A A; MARTÍNEZ, M Madrid. *Mortar improvements from Opuntia ficus indica (Nopal) and Aloe vera additions. Inter American Conference on Non-Conventional Materials and Technologies in Ecological and Sustainable Construction*. Rio de Janeiro: [s.n.], 2005.

TORRES-ACOSTA, Andrés A. Opuntia-Ficus-Indica (Nopal) mucilage as a steel corrosion inhibitor in alkaline media. *Journal of Applied Electrochemistry*, v. 37, n. 7, p. 835–841, 2007.

TRACHTENBERG, Shlomo; MAYER, Alfred M. Composition and properties of Opuntia ficus-indica mucilage. *Phytochemistry*, v. 20, n. 12, p. 2665–2668, 1981.

VENTOLÀ, L. *et al.* Traditional organic additives improve lime mortars: New old materials for restoration and building natural stone fabrics. *Construction and Building Materials*, v. 25, n. 8, p. 3313–3318, ago. 2011. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061811000663>>.

VILA NOVA, Silvânia da Rocha Medeiros. *Palma forrageira (opuntia ficus-indica): prospecção das tecnologias e potencialidades de inovação*. 2018. Universidade Federal De Alagoas, 2018.

WASCHECK, Roberto D E Camargo *et al.* Pectina: um carboidrato complexo e suas aplicações. *Estudos*, v. 35, n. 3, p. 343–355, 2008.

ZOHURIAAN, M. J.; SHOKROLAHI, F. Thermal studies on natural and modified gums. *Polymer Testing*, v. 23, n. 5, p. 575–579, 2004.