



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PIAUÍ
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DOS MATERIAIS

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DO RESÍDUO DE
***ANNONA MURICATA* PARA A INCORPORAÇÃO EM ARGAMASSA CIMENTÍCIA**

Mestrando: Samuel Campelo Dias

Orientador: Prof^a. Dr^a. Marcília Pinheiro da Costa

Coorientador: Prof. Dr. Stanley Juan ChavezGutierrez

SAMUEL CAMPELO DIAS

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DO RESÍDUO DE
ANNONA MURICATA PARA A INCORPORAÇÃO EM ARGAMASSA CIMENTÍCIA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí – UFPI, como requisito complementar à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia dos Materiais.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Marcília Pinheiro da Costa

Coorientador: Prof. Dr. Stanley Juan Chavez Gutierrez

FICHA CATALOGRÁFICA
Universidade Federal do Piauí
Biblioteca Comunitária Jornalista Carlos Castello Branco
Serviço de Processos Técnicos

D541o Dias, Samuel Campelo.
Obtenção e caracterização do biopolímero do resíduo de *Annona muricata* para a incorporação em argamassa cimentícia / Samuel Campelo Dias. – 2021.
92 f.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Piauí, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Teresina, 2021.
“Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Marcília Pinheiro da Costa.”
“Co-orientador: Prof. Dr. Stanley Juan Chavez Gutierrez.”

1. Graviola. 2. Polissacarídeo. 3. Argamassas poliméricas.
4. Sustentabilidade. I. Costa, Marcília Pinheiro da. II. Gutierrez, Stanley Juan Chavez. III. Título.

CDD 620.112

SAMUEL CAMPELO DIAS

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DO RESÍDUO DE
ANNONA MURICATA PARA A INCORPORAÇÃO EM ARGAMASSA CIMENTÍCIA**

Dissertação submetida à coordenação do curso de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí – UFPI, como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia dos Materiais.

Aprovada em: 31/08/2021

Banca Examinadora:



Profa. Dra. Marcilia Pinheiro da Costa
Universidade Federal do Piauí
(Orientadora - Presidente)

Acesso Remoto

Prof. Dr. Stanley Juan Chavez Gutierrez
Universidade Federal do Piauí
(Coorientador)

Acesso Remoto

Profa. Dra. Josy Antevéli Osajima Furtini
Universidade Federal do Piauí
(Examinadora Interna)

Acesso Remoto

Profa. Dra. Alessandra Braga Ribeiro
Universidade Católica Portuguesa/Escola de Biotecnologia
(Examinadora Externa à Instituição)

Dedico primeiramente a minha família e minha orientadora por ter me dado todo apoio necessário para que eu chegasse nesta etapa tão importante na minha vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus, que com sua infinita sabedoria foi um importante guia nessa trajetória.

A toda minha família que, com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que fosse possível chegar até esta etapa.

Aos amigos e colegas, pelo incentivo e pelo apoio constante.

A todos os professores do curso, que tiveram um papel importante em minha vida acadêmica e no desenvolvimento desta pesquisa, em especial a minha orientadora professora Dra. Marcília Pinheiro da Costa.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	18
2. OBJETIVOS	19
2.1. Objetivo Geral	19
2.2. Objetivos Específicos	19
REFERÊNCIAS	20
CAPÍTULO 1: POLISSACARÍDEOS NATURAIS UTILIZADOS PARA PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS – REVISÃO	22
ABSTRACT	23
RESUMO	24
1. INTRODUÇÃO	25
2. POLISSACARÍDEOS	27
2.1. Amido	27
2.2. Celulose	28
2.3. Alginato	29
2.4. Quitosana	29
2.5. Pectina	30
2.6. Goma Xantana	30
3. ARGAMASSA	31
3.1. Componentes da Argamassa	32
3.1.1. Cimento	32
3.1.2. Agregado miúdo	34
3.2. Propriedades no Estado Fresco	35
3.3. Propriedades no Estado Endurecido	36
3.3.1. Resistência à compressão	36
3.3.2. Resistência à tração	36
4. POLISSACARÍDEOS DE RESÍDUOS VEGETAIS	37
5. ARGAMASSAS PREPARADAS COM POLISSACARÍDEOS	37
6. PROSPECÇÃO TECNOLÓGICA	40
7. CONSIDERAÇÕES FINAIS	43
REFERÊNCIAS	44
CAPÍTULO 2: OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE POLISSACARÍDEO DE RESÍDUOS DE GRAVIOLA (<i>ANNONAMURICATA</i>)	53
ABSTRACT	54

RESUMO	55
1. INTRODUÇÃO	56
2. MATERIAIS E MÉTODOS	57
2.1. Materiais.....	57
2.2. Extração dos polissacarídeos da <i>Annona muricata</i>	57
2.3. Cálculo do rendimento da extração.....	58
2.4. Propriedades funcionais	58
2.4.1.Capacidade de absorção de água.....	58
2.4.2.Solubilidade.....	58
2.4.3.Capacidade emulsionante e estabilização da emulsão.....	59
2.4.4.Capacidade de formar espuma e estabilidade da espuma.....	59
2.5. Análises texturométricas	60
2.6. Análise da composição de monossacarídeos	60
2.7.Caracterizações químicas e morfológicas do polissacarídeo	60
2.7.1.Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	61
2.7.2.Difração de Raios X (DRX)	61
2.7.3.Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG-DTG).....	61
2.7.4.Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	61
2.7.5.Potencial Zeta	62
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
3.1. Rendimento e características organolépticas do biopolímero	62
3.2. Propriedades funcionais e texturométricas do biopolímero Biop_AmPu	63
3.3. Caracterização de composição de monossacarídeos do biopolímero Biop_AmPu	65
3.4. Caracterização do biopolímero Biop_AmPu.....	66
3.4.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	66
3.4.2. Difração de Raios-X (DRX).....	67
3.4.3. Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG-DTG).....	67
3.4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	69
4. CONCLUSÃO	70
REFERÊNCIAS	71
CAPÍTULO 3: OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA CIMENTÍCIA COM INCORPORAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DE RESÍDUOS DE ANNONAMURICATA	75

ABSTRACT	76
RESUMO	77
1. INTRODUÇÃO	78
2. MATERIAIS E MÉTODOS	79
2.1. Cimento	79
2.2. Agregado miúdo.....	79
2.2.1. Granulometria do agregado miúdo.....	79
2.2.2. Massa específica do agregado miúdo	80
2.2.3. Inchamento do agregado miúdo	81
2.3. Resíduo do biopolímero utilizado	82
2.3.1. Extração dos polissacarídeos dos resíduos da <i>Annona muricata</i> não purificada (Biop_AmRs)	82
2.3.2. Ensaio Físico-Químicos do Biop_AmRs	83
2.3.2.1. Índice de Acidez.....	83
2.3.2.2. Ensaio de pH	83
2.3.2.3. Ensaio de Umidade.....	83
2.3.2.4. Fração Nitrogenada (Proteínas).....	84
2.3.2.5. Teor de Cinzas.....	84
2.3.2.6. Teor de Fibras.....	85
2.4. Preparação dos corpos de prova.....	86
2.4.1. Ensaio de consistência da argamassa	87
2.4.2. Ensaio de resistência a compressão.....	88
2.4.3. Ensaio de resistência de aderência à tração.....	88
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	90
3.1. Granulometria do agregado miúdo.....	90
3.2. Massa específica do agregado miúdo.....	90
3.3. Inchamento do agregado miúdo	91
3.4. Ensaio Físico-Químicos de Biop_AmRs	92
3.5. Preparação do corpo de prova	93
2.5.1. Ensaio de consistência da argamassa	94
2.5.2 Ensaio de resistência a compressão.....	95
2.5.3 Ensaio de Aderência à Tração no Substrato	96
4. CONCLUSÃO	98
REFERÊNCIAS	99

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 1

- Figura 1** - Número de patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas por ano 34
- Figura 2** - Principais polissacarídeos encontrados nas patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas..... 35

CAPÍTULO 2

- Figura 1** - Graviola (*Annona muricata* L.) (a); Resíduos de *A. muricata* (b); biopolímero hidratado de resíduos de *A. muricata* (Biop_AmPu) (c); e Biop_AmPu após purificação e secagem (d). 54
- Figura 2** - Análise dos parâmetros texturométrico das amostras 57
- Figura 3** - Espectros FTIR da polpa da *Annonamuricata* 58
- Figura 4** - Padrões de difração de raios-X de polissacarídeo de Graviola (*Annonamuricata*).... 59
- Figura 5** - Curvas de TG e DTG de polissacarídeo de graviola (*Annonamuricata*) 60
- Figura 6** - Micrografia da amostra seca de polissacarídeo de graviola (*Annona muricata*). Imagem em diferentes ampliações: 10.000x (A); 20.000x (B) 61

CAPÍTULO 3

- Figura 1** - a) Pesagem da areia e b) material retido nas peneiras 71
- Figura 2** - Frasco Chapman 71
- Figura 3** - Mesa de adensamento..... 78
- Figura 4** - Preparação de corpo de prova 79
- Figura 5** - Dinamômetro de tração 80
- Figura 6** - Curva de inchamento do agregado miúdo..... 82
- Figura 7** - Análise dos parâmetros texturométrico do resíduo de graviola 84

LISTA DE QUADROS E TABELAS

CAPÍTULO 1

Quadro 1 - Tipos de cimento fabricado no Brasil.....	26
Tabela 1 - Valores numéricos de registros depositados em bancos de dados de patentes até fevereiro de 2021.....	33
Tabela 2 - Valores numéricos de patentes nos bancos de dados relacionadas com os descritores relacionados a polissacarídeos específicos (“ <i>starch</i> ”, “ <i>cellulose</i> ”, “ <i>alginate</i> ”, “ <i>pectin</i> ”, “ <i>chitosan</i> ”, “ <i>xanthangum</i> ” e “ <i>cactusextract</i> ”) e “ <i>biopolymermortar</i> ”, “ <i>biopolymer concrete</i> ”, “ <i>biopolymercement</i> ”, “ <i>polysaccharidemortar</i> ”, “ <i>polysaccharide concrete</i> ” e “ <i>polysaccharidecement</i> ”	34

CAPÍTULO 2

Tabela 1 - Propriedades funcionais do polissacarídeo obtido de resíduos de graviola (<i>Amona muricata</i>).....	55
Tabela 2 - Composição de açúcares da amostra de polissacarídeo extraído do resíduo industrial da graviola (<i>Annona muricata</i>)	57
Tabela 3 - Etapas de degradação do polissacarídeo de graviola (<i>Annona muricata</i>) e perda de massa	61

CAPÍTULO 3

Tabela 1 - Propriedades físicas do cimento Portland	70
Tabela 2 - Propriedades químicas do cimento Portland.....	70
Quadro 1 - Classificação do agregado miúdo utilizado no ensaio.....	81
Tabela 3 - Ensaio de massa específica do agregado miúdo	82
Tabela 4 - Ensaio Físico-químicos de Biop_AmRs.....	83
Tabela 5 - Traços utilizados para moldagem dos corpos-de-prova para ensaio de compressão .	84
Tabela 6 - Traços utilizados para preparação dos corpos-de-prova para ensaio de aderência à tração.....	85
Tabela 7 - Consistência da argamassa das amostras padrão, 1%-Gra, 3%-Gra, 5%-Gra e 7%-Gra.....	85
Tabela 8 - Resistência a compressão amostras Padrão, 1%-Gra, 3%-Gra, 5%-Gra e 7%-Gra ...	86
Tabela 9 - Teste de resistência de aderência à tração da amostra padrão	87
Tabela 10 - Teste de resistência de aderência à tração da amostra 1%-Gra.....	88

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

°C	graus celsius
1%-Gra	amostra com 1% em peso de polímero da graviola
3%-Gra	amostra com 3% em peso de polímero da graviola
5%-Gra	amostra com 5% em peso de polímero da graviola
7%-Gra	amostra com 7% em peso de polímero da graviola
a/c	fator água e cimento
ABCP	Associação Brasileira de Cimento Portland
ACI	<i>American Concrete Institute</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ATM	alto teor de metoxila
Biop_AmPu	biopolímero de <i>Annona Muricata</i> Pura
Biop_AmRs	resíduo do biopolímero de <i>Annona Muricata</i>
BTM	baixo teor de metoxila
CaAlg	alginato de cálcio
cm	centímetro
cm ² /g	centímetros quadrados por grama
CO ₂	dióxido de carbono
CPII E-32	cimento portland composto com escória de 32MPa
CPII F-32	cimento portland composto com filer de 32MPa
CPII Z-32	cimento portland composto com pozolana de 32MPa
CPIII 40	cimento portland de alto forno de 40MPa
CPV-ARI	cimento portland de alta resistência inicial
D _{max}	diâmetro máximo do agregado miúdo
DNER	Departamento Nacional de Estradas e Rodagem
DRX	Difração de Raios X
DTG	Termogravimetria Derivada
EPO	<i>European Patent Office</i>

FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
g	gramas
g/cm³	gramas por centímetros cúbicos
g·seg	gramas vezes segundo
GC-FID	Cromatografia Gasosa com Detector por Ionização de Chama
h (%)	percentual de umidade
h	hora
H₂SO₄	ácido sulfúrico
INN	Instituto Nacional de Nutrição da Venezuela
INPI	Instituto Nacional de Propriedade Industrial
J/g	joules por grama
Kgf	quilograma força
kV	quilovolts
LIMAV	Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados
M	Molar
m:v	percentual entre massa e volume
mA	miliampéres
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MF	módulo de finura
mg	miligramas
mg·g⁻¹	miligramas por grama
min	minuto
mL	mililitros
mm	milímetros
mm²	milímetros quadrados
mol·L⁻¹	mol por litro
MPa/s	mega pascal por segundo
N	Newtons

NaAlg	alginato de sódio
NaOH	hidróxido de sódio
NBR	Norma Brasileira
NM	Norma Mercosul
ONU	Organização das Nações Unidas
p:p	percentual entre peso e peso
p:v	percentual entre peso e volume
pH	potencial hidrogeniônico
rpm	rotações por minuto
s	segundo
SAPs	superabsorventes sintéticos
Tf	tonelada força
TG	Termogravimetria
TM	grau de metoxilação
UC	umidade crítica
USPTO	<i>United States Patent and Trademark Office</i>
v:v	percentual entre volume e volume
WIPO	<i>World Intellectual Property Organization</i>
ζ	Potencial Zeta
μL	microlitros

LISTA DE EQUAÇÕES

CAPÍTULO 2

Equação 1	Rendimento de extração
Equação 2	Capacidade de absorção de água
Equação 3	Solubilidade
Equação 4	Capacidade emulsionante
Equação 5	Estabilização da emulsão
Equação 6	Capacidade de formar espuma
Equação 7	Estabilidade da espuma

CAPÍTULO 3

Equação 1	Massa específica do agregado miúdo
Equação 2	Teor de umidade do agregado miúdo
Equação 3	Coefficiente de inchamento do agregado miúdo
Equação 4	Acidez da amostra
Equação 5	Umidade da amostra
Equação 6	Proteínas da amostra
Equação 7	Teor de cinzas da amostra
Equação 8	Teor de fibras da amostra
Equação 9	Resistência de aderência a tração do corpo-de-prova

OBTAINING AND CHARACTERIZING ANNONA MURICATA WASTE BIOPOLYMER FOR INCORPORATION INTO CEMENT MORTAR

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹Postgraduate program in Materials Science and Engineering

²Federal University of Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

ABSTRACT

Cement mortar is mainly composed of cementitious material, water and fine aggregate, and is an indispensable engineering material. It offers numerous advantages, such as good workability, high strength, convenient construction and good performance in block laying, and has been widely used in construction engineering. Many researches have been carried out mixing mortars with various types of materials, such as textiles, polymers, chemicals, cementing materials and mineral additives. Synthetic admixtures are generally used, but in recent years the incorporation of sustainable admixtures has been sought. Soursop residues (*Annona muricata*) are generated in good quantities by the regional industry and have great potential for application in the field of materials. Thus, the objective of this research is to obtain and characterize the polysaccharide from soursop residues for incorporation in cement mortar. The soursop residues were obtained in a fruit pulp factory located in the city of Teresina-PI. Initially, the polysaccharide was extracted and purified, and its yield calculated. Chemical composition of monosaccharides by GC, FTIR, DRX, TG-DTG and SEM, and functional properties were the characterizations performed on the polysaccharide. Granulometry, specific mass and swelling were the characterizations of the fine aggregate of the mortar. Consistency tests of mortar in its fresh state were performed with the aid of the consistency table with and without incorporation of *Annona muricata*, and for the samples in their hardened state, mechanical tests of compressive strength and bond strength test were performed. The concentrations were made by adding the unpurified soursop powder by mass in percentages of 0% (Standard sample), 1.0%, 3.0%, 5.0% and 7.0% in the mortar mixture. The biopolymer in the form of yellowish, fibrous powder was obtained with a yield of 7.5% for the purified sample and 22% for the unpurified sample. The results showed favorable solubility characteristics, swelling index and water absorption capacity. Sugar analyses indicated that the polysaccharide is composed of glucose, galactose, mannose, xylose, and arabinose. Structural and morphological patterns characteristic of plant polysaccharides were demonstrated in the chemical and physicochemical analyses. In the characterizations of the fine aggregate of the mortar, the granulometry using sieves of the normal series was defined as medium sand ($D_{max}=1.2\text{mm}$, $MF=2.3$) and its specific mass was 2.62 g/cm^3 . The addition of the biopolymer of soursop residue powder in the mixture improved the workability of the mortar, improving the water/cement factor, but did not increase its strength. The rupture to compression of the specimens at initial and final ages, 7 days and 28 days, were obtained showing that by adding 1% of the residue there was an increase in strength, but increasing the concentration there was a loss. The test of adherence to traction on the substrate at the age of 28 days showed that there was loss of strength when adding 1% of soursop residue and that no adherence was obtained when the concentration was increased.

Keywords: Soursop; Polysaccharide; Polymeric mortars; sustainability.

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DO RESÍDUO DE *ANNONA MURICATA* PARA A INCORPORAÇÃO EM ARGAMASSA CIMENTÍCIA

Samuel Campelo Dias^{1*}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²

¹Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais

²Universidade Federal do Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

RESUMO

A argamassa de cimento é composta principalmente de material cimentício, água e agregado fino, sendo um material de engenharia indispensável. Ele oferece inúmeras vantagens, como boa trabalhabilidade, alta resistência, construção conveniente e bom desempenho em assentamento de blocos, e tem sido amplamente utilizado na engenharia de construção. Muitas pesquisas foram realizadas misturando argamassas com vários tipos de materiais, como exemplo têxteis, polímeros, produtos químicos, materiais de cimentação e aditivos minerais. De modo geral utilizam-se aditivos sintéticos, mas, nos últimos anos buscaram a incorporação de aditivos sustentáveis. Resíduos de graviola (*Annona muricata*) são gerados em boa quantidade pela indústria regional e tem grande potencial para aplicação nas áreas de materiais. Desta forma, o objetivo desta pesquisa é obter e caracterizar o polissacarídeo dos resíduos de graviola para incorporar em argamassa cimentícia. A obtenção dos resíduos da graviola foram em uma fábrica de polpa de frutas localizada na cidade de Teresina-PI. Inicialmente, o polissacarídeo foi extraído e purificado, e o seu rendimento calculado. Composição química de monossacarídeos por GC, FTIR, DRX, TG-DTG e MEV, e propriedades funcionais foram as caracterizações realizadas do polissacarídeo. Granulometria, massa específica e inchamento foram as caracterizações realizadas do agregado miúdo da argamassa. Foram realizados ainda, ensaios de consistência de argamassa em seu estado fresco com o auxílio da mesa de consistência com e sem incorporação da *Annona muricata* e para as amostras em seu estado endurecido foram realizados ensaios mecânicos de resistência à compressão e ensaio de aderência atração em substrato. As concentrações foram feitas com adição em massa do pó da graviola não purificada em percentuais de 0% (amostra Padrão), 1,0%, 3,0%, 5,0% e 7,0% na mistura da argamassa. O biopolímero na forma de pó amarelado e fibroso foi obtido com um rendimento de 7,5% para a amostra purificada e 22% para a amostra não purificada. Os resultados demonstraram características favoráveis de solubilidade, índice de intumescimento e capacidade de absorção de água. As análises de açúcares indicaram que o polissacarídeo é composto por glicose, galactose, manose, xilose e arabinose. Padrões estruturais e morfológicos característicos de polissacarídeos vegetais foram demonstrados nas análises químicas e físico-químicas. Nas caracterizações do agregado miúdo da argamassa a granulometria utilizando peneiras da série normal definiu-se como areia média ($D_{max}=1,2mm$, MF=2,3) e sua massa específica foi de 2,62 g/cm³. A adição do biopolímero do resíduo da graviola em pó na mistura melhorou a trabalhabilidade da argamassa, melhorando o fator água/cimento, porém não teve aumento em sua resistência. O rompimento à compressão dos corpos de prova nas idades iniciais e final, 7 dias e 28 dias, foram obtidos mostrando que ao adicionar 1% do resíduo teve aumento de sua resistência, mas aumento a concentração houve perda. O teste de aderência à tração no substrato na idade de 28 dias demonstrou que houve perda de resistência ao adicionar 1% do resíduo da graviola e que não obteve aderência quando aumentada a concentração.

Palavras-chave: Graviola; Polissacarídeo; Argamassas poliméricas; sustentabilidade.

1.INTRODUÇÃO

Atualmente, muitas frutas tropicais têm sido comercializadas no mundo todo conforme o aumento da demanda. Em 2018, 7,1 milhões de toneladas de frutas tropicais foram consumidas em todo mundo, e é crescente o interesse em cultivar frutas para a comercialização (Nor e Ding, 2020). Dentre as frutas consumidas e estudadas no Brasil, destacamos a graviola (Barata *et al.*, 2009).

Annona muricata, comumente conhecida como graviola, é um membro da família Annonaceae compreendendo aproximadamente 130 gêneros e 2.300 espécies. Essa espécie é nativa das áreas tropicais mais quentes da América do Sul e do Norte. *A muricata* é uma árvore perene que pode alcançar de 5–8 m, com frutos comestíveis grandes, de cor verde e diâmetro variando entre 15 e 20 cm (Moghadamtousi *et al.*, 2015). Nas regiões brasileiras a graviola é consumida *in natura* e é muito apreciada na forma de sorvetes, sucos e compotas (Barata *et al.*, 2009). No processamento industrial da graviola uma grande quantidade de resíduo é gerado.

Os resíduos alimentares podem ser gerados em qualquer etapa da produção de alimentos, incluindo a colheita, perdas na etapa de processamento e fabricação (Slorach *et al.*, 2019). Destacam-se como os principais resíduos obtidos no setor agroindustrial as folhas, cascas, sementes, caroços, polpas, farelos e bagaços, entre outros (Angiolillo, Del Nobile e Conte, 2015). Geralmente estes resíduos são utilizados para alimentação animal, transformados em combustível biorenováveis, além de uma variedade de produtos, como biofertilizantes, biofibras, entre outros (Carciochi *et al.*, 2017). Conforme Savastano *et al.* (2000) os resíduos vegetais também são utilizados para desenvolver compósitos cimentícios.

Nesses resíduos vegetais destacamos os polissacarídeos que são polímeros naturais, ou biopolímeros, encontrados na parede celular e nos tecidos vegetais (Caldeira *et al.*, 2020). Os polissacarídeos vegetais são uma das alternativas que estão sendo utilizadas atualmente para a substituição parcial da pasta de cimento do concreto ou argamassa para a obtenção de compósitos vegetal-cimento que apresentam propriedades físicas e mecânicas otimizadas (Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012; Marliere *et al.*, 2012; Bülichen *et al.*, 2012).

Dentre os polissacarídeos, os polímeros solúveis em água têm melhorado as propriedades da mistura fresca quando adicionados às argamassas de cimento. Nas argamassas modificadas com polímeros solúveis em água é, frequentemente, observado melhor homogeneidade e retenção de água. As partes hidrofílicas dos polímeros fixam as moléculas de água na mistura fresca, evitando o ressecamento por evaporação e a absorção no

material poroso circundante. A presença de materiais poliméricos facilitam a aplicação da mistura fresca por causa dos efeitos plastificantes, lubrificantes e incorporadores de ar dos polímeros (Knapen e Van Gemert, 2009).

Devido às suas propriedades de espessamento, os polissacarídeos melhoram também as propriedades reológicas das argamassas (Khayat, 1998). Este comportamento reológico particular induzido por polissacarídeos garante uma alta viscosidade aparente em baixa taxa de cisalhamento que garante a resistência à flacidez e sedimentação (Sonebi, 2006; Leemann e Winnefeld, 2007; Cappellari *et al.*, 2013).

Dessa forma, existe uma crescente preocupação com o uso dos princípios da química verde e da engenharia *eco-friendly* para o desenvolvimento de novos materiais e produtos através do aproveitamento de recursos naturais que possam gerar danos ao meio ambiente (George *et al.*, 2020). Esse conceito visa criar projetos de novos materiais para minimizar os efeitos que prejudicam o meio ambiente. Sendo assim, esta pesquisa teve como objetivo desenvolver uma argamassa cimentícia utilizando polissacarídeo do resíduo de *Annona muricata*.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Desenvolvimento um compósito cimentício utilizando biopolímero do resíduo da *Annona muricata*.

2.2. Objetivos Específicos

- Extrair e purificar o biopolímero de *Annona muricata*;
- Caracterizar as propriedades físico-químicas e químicas do biopolímero da *Annona muricata*;
- Obter corpos-de-prova de argamassas cimentícias com a incorporação do biopolímero do resíduo da *Annona muricata*;
- Avaliar a influência do teor de biopolímero do resíduo da *Annona muricata* nas propriedades físicas (índice de vazio, absorção de água e densidade) da argamassa;
- Avaliar microestruturalmente a interface resíduo-matriz das argamassas;
- Avaliar a influência do teor de biopolímero do resíduo da *Annona muricata* na consistência da argamassa;
- Avaliar a influência do teor de resíduo de *Annona muricata* na resistência mecânica (compressão e aderência à tração) das argamassas.

REFERÊNCIAS

- Angiolillo, L., Del Nobile, M. A. e Conte, A. (2015). The extraction of bioactive compounds from food residues using microwaves. *Current Opinion in Food Science*,5,93-98.
- Barata, L.E.S., Alencar, A.A.J., Tascone, M. e Tamashiro, J. (2009).Brazilian Medicinal Plants. IV. *Annona muricata* L. (Graviola). *Revista Fitos*,4,132-138.
- Bülichen, D., Kainz, J. e Plank, J. (2012). Working mechanism of methyl hydroxyethyl cellulose (MHEC) as water retention agent. *Cement and Concrete Research*,42(7), 953-959.
- Caldeira, C. *et al.* (2020). Sustainability of food waste biorefinery: a review on valorisation pathways, techno-economic constraints, and environmental assessment. *Bioresource Technology*, 123575.
- Cappellari, M., Daubresse, A., & Chaouche, M. (2013). Influence of organic thickening admixtures on the rheological properties of mortars: Relationship with water-retention. *Construction and Building Materials*, 38, 950-961.
- Carciochi, R. A. *et al.* (2017). Valorization of agrifood by-products by extracting valuable bioactive compounds using green processes. In: *Ingredients Extraction by Physicochemical Methods in Food*. Academic Press,191-228.
- George, A., Sanjay, M. R., Sriusk, R., Parameswaranpillai, J. eSiengchin, S. (2020). A comprehensive review on chemical properties and applications of biopolymers and their composites. *International Journal of Biological Macromolecules*, 154, 329-338.
- Khayat, K. H. (1998). Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials—an overview. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3), 171-188.
- Knapen, E. e Van Gemert, D. (2009). Cement hydration and microstructure formation in the presence of water-soluble polymers. *Cement and concrete Research*, 39(1), 6-13.
- Lasheras-Zubiate, M.*et al.* (2012).Effect of the addition of chitosan ethers on the fresh state properties of cement mortars. *Cement and Concrete Composites*, 34(8), 964-973.
- Leemann, A. e Winnefeld, F. (2007). The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete. *Cement and Concrete Composites*, 29(5), 341-349.

- Marliere, C. *et al.* (2012). How water retention in porous media with cellulose ethers works. *Cement and Concrete Research*, 42(11), 1501-1512.
- Moghadamtousi, S. Z., Fadaeinasab, M., Nikzad, S., Mohan, G., Ali, H. M., e Kadir, H. A. (2015). *Annona muricata* (Annonaceae): a review of its traditional uses, isolated acetogenins and biological activities. *International journal of molecular sciences*, 16(7), 15625-15658.
- Nor, S. M., e Ding, P. (2020). Trends and advances in edible biopolymer coating for tropical fruit: A review. *Food Research International*, 134, 109208.
- Savastano Jr, H., Warden, P. G., e Coutts, R. S. P. (2000). Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cement and Concrete Composites*, 22(5), 379-384.
- Slorach, P. C., Jeswani, H. K., Cuéllar-Franca, R., e Azapagic, A. (2019). Environmental sustainability of anaerobic digestion of household food waste. *Journal of environmental management*, 236, 798-814.
- Sonebi, M. (2006). Rheological properties of grouts with viscosity modifying agents as diutan gum and welan gum incorporating pulverised fly ash. *Cement and Concrete Research*, 36(9), 1609-1618.

CAPÍTULO 1:
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

NATURAL POLYSACCHARIDES USED FOR MORTAR PRODUCTION - REVIEW

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹ Postgraduate program in Materials Science and Engineering

² Federal University of Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

ABSTRACT

In civil construction, cement is the main bonding material used today. It is mainly used for the production of mortars, but its durability when mixed is affected by environmental conditions. Cement production is an energy-intensive process, releasing about 5% of carbon dioxide into the atmosphere. As the demand for concrete production is increasing day by day, it is very important to develop a more sustainable concrete and mortar manufacturing by reducing the amount of cement in the mix, so researchers have been looking to mix concrete and mortar with other materials, specifically those of polymeric nature. Natural polysaccharides are one of the alternatives that are currently being used for this purpose. These are commonly used as additives in modern factory-made mortars and are able to improve the water-holding capacity of cement-based mortars in their fresh state, limit the absorption of water from the mixture by the substrate, thus improving the mechanical and adhesive properties of the mortar. Due to their thickening properties, polysaccharides also improve the rheological properties of concretes and mortars, since their use results in a high shear thinning material. Therefore, in this research a search was conducted on the main biopolymers used in cement modifications based on technological prospection on composites of biopolymers with cementitious material having as a parameter the number of patents filed, with this it was seen that the main biopolymers used as additives in mortar were cellulose, starch and xanthan gum, obtaining 76, 46 and 37 patents filed respectively, this shows a great potential of biopolymers incorporated with mortar.

Keywords: Natural Polymer, Biopolymer, Mortar, Composite.

POLISSACARÍDEOS NATURAIS UTILIZADOS PARA PRODUÇÃO DE ARGAMASSA – REVISÃO

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais

²Universidade Federal do Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

RESUMO

Na construção civil, o cimento é o principal material de ligação utilizado atualmente. Ele é utilizado principalmente para a produção de argamassas, porém a sua durabilidade quando misturado é afetado pelas condições ambientais. A produção de cimento é um processo de alto consumo de energia, liberando cerca de 5% do dióxido de carbono para a atmosfera. Como a demanda por produção de concreto está aumentando dia a dia, é muito importante desenvolver uma fabricação de concreto e argamassa mais sustentável, reduzindo a quantidade de cimento na mistura, com isso pesquisadores têm procurado misturar concreto e argamassas com outros materiais, especificamente os materiais de natureza polimérica. Os polissacarídeos naturais são uma das alternativas que estão sendo utilizadas atualmente para este fim. Estes são comumente usados como aditivos em argamassas modernas feitas em fábricas e são capazes de melhorar a capacidade de reter a água das argamassas à base de cimento em seu estado fresco, limitam a absorção da água da mistura pelo substrato, melhorando assim as propriedades mecânicas e adesivas da argamassa. Devido às suas propriedades de espessamento, os polissacarídeos melhoram também as propriedades reológicas dos concretos e argamassas, uma vez que seu uso resulta em um material de diluição de alto cisalhamento. Portanto, nessa pesquisa foi realizada uma busca sobre os principais biopolímeros utilizados em modificações de cimentos baseado na prospecção tecnológica sobre os compósitos de biopolímeros com material cimentício tendo como parâmetro o número de patentes depositadas, com isso foi visto que os principais biopolímeros utilizados como aditivos em argamassa foram a celulose, amido e goma xantana, obtendo 76, 46 e 37 patentes depositadas respectivamente, isso mostra um grande potencial de biopolímeros incorporados com argamassa.

Palavras-chave: Polímero natural, Biopolímero, Argamassa, Compósito.

1. INTRODUÇÃO

O cimento é o principal material de ligação utilizado atualmente na construção civil. Ele é utilizado principalmente para a produção de argamassas e concretos. No entanto, a sua durabilidade quando misturado é fortemente afetado por condições ambientais adversas (Wu *et al.*, 2019; Chidiac, 2009). A produção de cimento é um processo de alto consumo de energia e é responsável por cerca 5% do dióxido de carbono global para a atmosfera (Siram e Raj, 2013; Paris *et al.*, 2016; Hazarika, 2018). De acordo com Imbabi *et al.* (2012) a produção de 1 kg de cimento gera aproximadamente 0,9 kg CO₂ como subproduto, o que poderia somar até 3,24 bi de toneladas de dióxido de carbono emitidos anualmente apenas a partir da produção de cimento. Como a demanda por produção de concreto está aumentando dia a dia, é muito importante desenvolver uma fabricação de concreto e argamassa mais sustentável, reduzindo a quantidade de cimento na mistura (Greco *et al.*, 2016).

A execução de projetos de construção com a adesão ao conceito de compatibilidade ambiental e desenvolvimento sustentável é um desafio para a indústria da construção civil. Esses atuais conceitos preconizam a utilização de materiais compósitos, ecologicamente corretos e naturais que, quando misturados ao concreto ou argamassa, podem proporcionar maior desempenho, e que podem ser produzidos com qualidade a um custo razoável. A sustentabilidade na fabricação do produto a base cimentícia pode ser alcançada melhorando as práticas atuais, desenvolvendo novas misturas, inovando o design do produto e melhorando o seu desempenho durante sua vida útil (Brito e Saikia, 2012).

Muitos pesquisadores têm procurado misturar argamassas com outros materiais, como aditivos minerais, produtos químicos, materiais de cimentação, têxteis e plásticos. Demonstrou-se que ao adicionar tais materiais tiveram melhoras nas propriedades físicas e mecânicas, na durabilidade e na sua microestrutura (Mohamed *et al.*, 2021). Os materiais sintéticos têm recebido atenção por causa de várias questões, sendo elas a dificuldade de reciclagem e a não-biodegradabilidade, o que acaba gerando grandes acúmulos deste tipo de material em lixões, depósitos e na natureza (Marinelli *et al.* 2008).

Em busca soluções para tais problemas ambientais, diversas pesquisas na área de compósitos poliméricos estão sendo realizados para garantir à preservação do ambiente proporcionando assim um melhor padrão de vida a sociedade. Dentre as pesquisas nesta área,

que veem crescendo, são as que buscam a aplicação de modificadores naturais, como por exemplo os polissacarídeos (Balzer *et al.* 2007)

Os polissacarídeos são macromoléculas que constituem a parede celular e os tecidos vegetais, e são comumente encontrados em resíduos vegetais (Caldeira *et al.*, 2020). Os resíduos alimentares podem ser gerados em qualquer etapa da produção de alimentos, incluindo a colheita, perdas na etapa de processamento e fabricação (Slorach *et al.*, 2019). Destacam-se como os principais resíduos obtidos no setor agroindustrial as folhas, cascas, sementes, caroços, polpas, farelos e bagaços, entre outros (Angiolillo, Del Nobile e Conte, 2015). Geralmente estes resíduos são utilizados para alimentação animal, transformados em combustível biorenováveis, além de uma variedade de produtos, como biofertilizantes, biofibras, entre outros (Carciochi *et al.*, 2017). De acordo com Savastano *et al.* (2000) os resíduos vegetais também são utilizados para desenvolver compósitos cimentícios.

Os polissacarídeos vegetais são uma das alternativas que estão sendo utilizadas atualmente para a substituição parcial da pasta de cimento do concreto ou argamassa para a obtenção de compósitos vegetal-cimento que apresentam propriedades físicas e mecânicas otimizadas (Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012; Marliere *et al.*, 2012; Büllichen *et al.*, 2012).

Os polissacarídeos utilizados como aditivos em argamassas são capazes de melhorar a capacidade de reter a água das argamassas à base de cimento em seu estado fresco (Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012; Marliere *et al.*, 2012; Büllichen *et al.*, 2012); limitar a absorção da água de mistura pelo substrato permitindo potencializar as propriedades mecânicas e adesivas da argamassa (Bertrand *et al.*, 2004; Jenni *et al.*, 2005). Devido às suas propriedades de espessamento, os polissacarídeos melhoram também as propriedades reológicas das argamassas, uma vez que seu uso resulta em um material de diluição de alto cisalhamento (Khayat, 1998). Este comportamento reológico particular induzido por polissacarídeos garante uma alta viscosidade aparente em baixa taxa de cisalhamento, a fim de garantir a resistência à flacidez e sedimentação, enquanto mantém uma alta fluidez devido à baixa viscosidade em alta taxa de cisalhamento (Sonebi, 2006; Leemann e Winnefeld, 2007; Cappellari *et al.*, 2013). A principal desvantagem ao utilizar o polissacarídeo em materiais à base de cimento é o atraso induzido na hidratação do cimento (Pourchez *et al.*, 2006; Pourchez *et al.*, 2009; Knapen e Van Gemert, 2009).

Nesse contexto, esse estudo teve por objetivo realizar uma revisão bibliográfica sobre os principais biopolímeros utilizados em modificações de compósitos cimentícios em

relação a sua consistência e resistência mecânica e uma prospecção tecnológica sobre incorporação de biopolímeros em compósitos cimentícios.

2. POLISSACARÍDEOS

Uma variedade de polissacarídeos como amido, celulose, alginato, quitosana e pectina, têm sido amplamente utilizada devido à sua ampla disponibilidade, baixo custo e renovabilidade (Dai *et al.*, 2019). Eles são derivados naturalmente de várias fontes e têm estruturas cristalinas e amorfas complexas causadas por fortes ligações de hidrogênio inter e intramoleculares dentro desses polissacarídeos. Eles são extraídos diretamente de plantas, animais ou microrganismos. Existem vários tipos destes biopolímeros onde podem ter uma gama de aplicabilidade na construção civil, dependendo do tipo de projeto, sendo eles o amido (Gonzalez-Sanchez *et al.*, 2020; Izaguirre *et al.*, 2010), celulose (Ince *et al.*, 2021; Xu *et al.*, 2021; Wan *et al.*, 2021), alginato (Engbert *et al.*, 2020; Mignon *et al.*, 2016), quitosana (Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012), entre outros.

2.1. Amido

O amido é isolado principalmente de cereais, raízes e tubérculos de diferentes origens, como milho, trigo, batata, mandioca e arroz (Gilet *et al.*, 2018). É composto por duas biomacromoléculas constituintes principais, nomeadamente amilose linear com unidades d-glicose ligadas a $\alpha(1,4)$ e amilopectina altamente ramificada com estruturas d-glicose ligadas a $\alpha(1,4)$ e $\alpha(1,6)$ (LI *et al.*, 2017a; Chen *et al.*, 2018). Essas duas biomacromoléculas são organizadas para formar grânulos de amido com estruturas multiescala (Wang *et al.*, 2016a; Qiao *et al.*, 2017; Huo *et al.*, 2018). A proporção de amilose/amilopectina afeta fortemente as propriedades físico-químicas do amido, como a viscosidade e a formação de gel (Xie *et al.*, 2012).

A gelatinização do amido é um processo durante o qual a estrutura ordenada é alterada para um estado desordenado pelo aquecimento em água (Xie *et al.*, 2013; Wang *et al.*, 2016a; Wang *et al.*, 2016b). A gelatinização do amido é acompanhada por uma série de mudanças físicas, como o inchaço dos grânulos, a ruptura de estruturas de ordem multiescala e um aumento na viscosidade da pasta, permitindo a formação do gel (Wang *et al.*, 2016b; Hoover *et al.*, 2010). As mudanças determinam as propriedades funcionais do amido durante o processamento (Xie *et al.*, 2012). Em particular, em comparação com amidos de cereais, o

amido de batata possui características especiais de gel (ou seja, alta viscosidade de pico e transparência), uma temperatura de gelatinização ligeiramente mais baixa (48 - 67 °C) e uma entalpia de gelatinização mais alta (10,1 - 11,4 J/g) (Vilar *et al.*, 2017). Portanto, o amido de batata é geralmente usado como um agente gelificante e espessante no processamento. O amido pode ser processado em filmes e hidrogéis com base em diferentes métodos de processamento (por exemplo, extrusão e fundição de filme) (Xie *et al.*, 2012; Maniglia *et al.*, 2020).

Na construção civil o amido é utilizado como modificador de viscosidade para argamassas aéreas a base cal, pois ele é capaz de fixar a água na estrutura, reduzindo quantidade de água livre da mistura produzindo um aumento da viscosidade, além disso, suas cadeias laterais podem sofrer um processo de entrelaçamento que contribui para aumentar ainda mais a viscosidade (Paiva *et al.*, 2006).

2.2. Celulose

A celulose é o polissacarídeo de grande abundância na Terra e suas principais fontes são madeira, algodão, algas e bactérias (Khalil *et al.*, 2012; Xu *et al.*, 2018). A celulose é um biopolímero linear composto de unidades de glicose por ligações $\beta(1,4)$ -glicosídicas (Khalil *et al.*, 2012) e não pode ser processado por fusão devido à sua viscosidade de fusão relativamente alta (Thakkar *et al.*, 2020). Além disso, a celulose não solubiliza em água e solventes orgânicos e inorgânicos comuns devido à formação preferencial de ligações de hidrogênio intra e intermoleculares (Sem *et al.*, 2013; Lindman *et al.*, 2010).

A celulose só pode ser dissolvida em algumas classes de solvente, como líquidos iônicos (ILs) (Chen *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2017; Pinkert *et al.*, 2009) e *N*-metilmorfolina-*N*-óxido mono-hidratado (NMMO) (Liebert *et al.*, 2010; Zhao *et al.*, 2007). Portanto, a celulose é comumente modificada para desenvolver vários tipos de materiais. Com base em seus abundantes grupos hidroxila, a celulose pode ser modificada por meio de esterificação, eterificação, enxerto e reticulação (Pang *et al.*, 2019). A celulose também pode ser fisicamente modificada por tratamentos induzidos por radiação (por exemplo, feixe de elétrons e radiação gama) para melhorar a acessibilidade do solvente para promover a modificação química, processamento ou hidrólise da celulose (Barsbay *et al.*, 2019). Após a dissolução ou modificação, uma série de materiais à base de celulose podem ser fabricados,

incluindo hidrogéis ou aerogéis (Li *et al.*, 2017b; Håkansson *et al.*, 2016; Kimura *et al.*, 2015), filmes (Qiao *et al.*, 2020) e compósitos (Germán *et al.*, 2015). Além disso, as altas propriedades mecânicas de celulose e nanomateriais de celulose são uma grande vantagem de manter a geometria do produto (Yataka *et al.*, 2020; Sanchez-Salvador *et al.*, 2020).

A celulose é utilizada para melhorar a eficiência de cicatrização de trincas em argamassas, pois pode ser utilizado como portador e imobilizador bacteriano, causando uma autocura de trincas de argamassas (Singh e Gupta, 2020).

2.3. Alginato

O alginato é um polissacarídeo linear existente como componente das paredes celulares de uma alga marrom ou um polissacarídeo extracelular de algumas bactérias. Consiste em β -D-manuronato unidos por ligações tipo (1,4) (M) e resíduos de seu epímero, o ácido α -L-gulurônico (G) (Fernando *et al.*, 2020; Varaprasad *et al.*, 2020). O alginato pode formar gel através da adição de cátions divalentes (por exemplo, Ca^{+2}) (Lee e Mooney, 2012; Li *et al.*, 2019). O alginato de sódio é um dos alginatos solúveis em água mais comuns e amplamente utilizado em muitas áreas devido à sua boa característica de gelificação, alta estabilidade, propriedade de espessamento, baixo custo e fácil processamento (Liu *et al.*, 2020; Kang *et al.*, 2020; Kirillova *et al.*, 2017).

Por possuir boa solubilidade em água e outras propriedades a adição como novo material em sistema de pasta de cimento ocorre a melhoria da trabalhabilidade e também contribui para suas propriedades reológicas (Li *et al.* 2020).

2.4. Quitosana

A quitosana é um aminopolissacarídeo obtido da desacetilação alcalina da quitina, que é extraída principalmente da casca do camarão e de outros crustáceos da indústria (Negmet *et al.*, 2020; Dashet *et al.*, 2011). A quitosana (na maioria dos casos, parcialmente desacetilada) é composta por unidades N-acetil-D-glicosamina e unidades de D-glicosamina ligadas por ligação β -(1-4)-glicosídicas, em que unidades de N-acetil-D-glicosamina. Não solubiliza em água, mas solúvel em soluções aquosas ácidas e tem excelentes propriedades de formação de gel (Bakshi *et al.*, 2020).

Mesmo sendo insolúvel em água foi estudado o efeito de dois derivados não iônicos de quitosana e um derivado iônico nas propriedades de estado fresco de argamassas de cimento, sendo que o derivado iônico apresentou melhor efeito com apenas 0,3% de adição. O biopolímero exibia ação plastificante que estava relacionada às repulsões eletrostáticas que poderiam ocorrer entre as cadeias do polímero. Conseqüentemente, ocorreu um aumento da água livre circundante, evidenciado por uma redução da capacidade de reter água (Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012).

2.5. Pectina

A pectina vem principalmente de resíduos de vegetais e frutas (por exemplo, casca, caroço e semente) e da parede das células vegetais. O esqueleto pectico é primariamente um homopolímero de ácido galacturônico ligado em $\alpha(1,4)$, com grau variável de grupos carboxilas metil esterificados (Rehman *et al.*, 2019; Mao *et al.*, 2019). As aplicações de pectina como agente gelificante e espessante ou estabilizador dependem do grau de metoxilação (TM), que pode ser categorizado em alto teor de metoxila (ATM: > 50%) e baixo teor de metoxila (BTM: < 50%). As cadeias de pectina podem ser vividamente divididas em "regiões lisas", uma estrutura aniônica linear com regiões sem cadeias laterais e "regiões cabeludas" - regiões com cadeias laterais não iônicas (Thibault e Ralet, 2003). São utilizadas para o aumento do tempo de pega do cimento com dosagens de 0,1% à 1%. A presença de pectina em cimento contendo impureza de boro tem uma contribuição positiva para a resistência à compressão inicial e tardia da argamassa (Kavas *et al.*, 2007).

2.6. Goma xantana

Goma xantana é um polissacarídeo extracelular de alta massa molecular produzido pelo microrganismo *Xanthomonas campestris* (Morris, 2019). É composto por um esqueleto linear de unidades D-glicosídicas ligadas a $\beta(1,4)$ com cadeias poliméricas ramificadas e tem boa solubilidade em água, excelente estabilidade térmica e biocompatibilidade (Liu *et al.*, 2019; Kumari *et al.*, 2018). As soluções de goma xantana exibem viscosidade muito alta em baixas concentrações e têm fortes comportamentos de diluição por cisalhamento e recuperação rápida (Liu *et al.*, 2019). Portanto, tem sido amplamente aplicado nas indústrias de alimentos (García-Segovia *et al.*, 2020), cosméticos

(Palaniraj e Jayaraman, 2011), de medicamentos (Singhvi *et al.*, 2019) e construção civil (Chang *et al.*, 2015).

Na pesquisa de Chang *et al.* (2015), foi utilizado a goma xantana para melhoria de construções que utilizam solos como estrutura. Esse biopolímero tem mais afinidade com partículas finas onde aumentam a resistência por meio de ligações de hidrogênio, mas a composição do solo é um fator importante para a ligação química e fricção mecânica.

3. ARGAMASSA

A argamassa de cimento é composta principalmente de material cimentício, água e agregado fino, sendo um material de engenharia indispensável. Ele oferece inúmeras vantagens, como boa trabalhabilidade, alta resistência, construção conveniente e bom desempenho em assentamento de blocos, e tem sido amplamente utilizado na engenharia de construção (Wang *et al.*, 2020). As principais normas utilizadas para ensaio das características e preparo das argamassas são:

- NBR 7200 (1998) – Revestimento de paredes e tetos com argamassas - Materiais, preparo, aplicação e manutenção;
- NBR 13277 (2005) – Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da retenção de água;
- NBR 13749 (2013) – Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas – especificação;
- NBR 13276 (2016) – Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência;
- NBR 13528-3 (2019) – Revestimento de paredes de argamassas inorgânicas - Determinação da resistência de aderência à tração Parte 3: Aderência superficial;
- NBR 7215 (2015) – Cimento Portland — Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos.

As argamassas costumam ser classificadas em: argamassa de assentamento (tijolos e blocos), de revestimento (reboco e reparos), argamassa para pisos (contrapiso), argamassa de grauteamento (reparos estruturais) e argamassa colante ou industrializada (assentamento de revestimentos) (Vaz e Carasek, 2019). Cada argamassa desempenha uma função diferente, dependendo de como e onde aplicada conforme abaixo:

- Argamassa de assentamento – utiliza-se para blocos e tijolos em serviços de alvenaria, meio-fio, fechando as juntas entre uma peça e outra (Da Silva *et al.*, 2019);
- Argamassa de revestimento – aplicada em substrato crú (alvenaria e teto) tendo como objetivo proteger, cobrir e nivelar superfícies. Geralmente é aplicada em três camadas sendo elas: chapisco, emboço e reboco (Santos *et al.*, 2019);
- Argamassa para piso – é preparada para receber revestimentos cerâmicos, porcelanatos, ladrilhos, piso emborrachados, e outros (Campos *et al.*, 2019);
- Argamassa de grauteamento – utilizada para preencher vazios na concretagem que não foram adensadas corretamente (nichos). Ela tem uma consistência fluida para evitar o uso de aparelhos vibratórios de adensamento e a resistência final dessa argamassa é a mesma ou compatível da concretagem inicial (Medeiros *et al.*, 2019);
- Argamassa colante ou industrializada – tem como principal função executar a colagem ou aderência entre os revestimentos (azulejos, cerâmica, porcelanatos, mármore, pastilhas) e o substratos (piso, paredes ou tetos) (Da Silva *et al.*, 2019).

3.1. Componentes da Argamassa

3.1.1. Cimento

O Cimento Portland é um pó fino e possui propriedades ligantes, aglutinantes e aglomerantes, que ao misturar com água, acontece uma reação química endurecendo-o, após o endurecimento, mesmo entrando em contato com água novamente não acontecerá a sua composição. O cimento é o elemento principal utilizado nas argamassas e concretos e é o responsável pela formação da mistura de materiais que compõem o produto final (ABCP - Associação Brasileira de Cimento Portland, 2002).

No cimento compõe o clínquer e algumas adições, sendo que o clínquer é o seu principal componente, que está presente nos diversos tipos de cimento. As matérias primas básicas do clínquer é a argila e o calcário. Para a fabricação, a rocha calcária inicialmente britada e depois moída é misturada com argila moída. Submete-se a mistura a um calor de até 1450 °C e sofre um resfriamento brusco, formando pelotas - o clínquer. Após moagem o

clínquer é transformado em pó. O clínquer tem como principal propriedade ser um ligante que endurece em contato com a água. Para fabricar o cimento, o clínquer recebe algumas adições que são misturadas ao transformá-lo em pó. São essas adições que definem as propriedades dos diferentes tipos de cimento. As principais adições são os materiais carbonáticos e pozolânicos, escórias de alto-forno e gesso (Mehta e Monteiro, 2014).

O que diferem dos tipos de cimento existentes no Brasil são suas funções da sua composição, como: o cimento portland comum, cimento composto, cimento de alto-forno, cimento pozolânico, cimento de alta resistência inicial, cimento resistente a sulfatos, cimento branco e cimento de baixo calor de hidratação. Os cimentos listados no quadro 1, os mais comuns utilizados nas construções são o CPM E-32, o CPM F-32 e o CPM-40. O cimento CPV-ARI também é muito utilizado em fábricas com estruturas feitas com pré-moldadas. Abaixo, quadro 1, estão listados os diversos tipos de cimentos disponíveis utilizados no Brasil.

Quadro 1 – Tipos de cimento fabricado no Brasil

Nome técnico		Identificação do tipo e classe
Cimento portland comum	Cimento portland comum	CP I-25; CP I-32; CP I-40
	Cimento portland comum com adição	CP I-S-25; CP I-S-32; CP I-S-40
Cimento portland composto	Cimento portland composto com escória	CP II-E-25; CP II-E-32; CP II-E-40
	Cimento portland composto com pozolona	CP II-Z-25; CP II-Z-32; CP II-Z-40
	Cimento portland composto com filer	CP II-F-25; CP II-F-32; CP II-F-40
Cimento portland de alto-forno		CP III-25; CP III-32; CP III-40
Cimento portland pozolônico		CP IV-25; CP IV-32
Cimento portland de alta resistência inicial		CP V-ARI
Cimento portland resistente à sulfatos		Sigla e classe dos tipos originais acrescidos do sufixo RS. Exemplo: CP I-32RS, CP II-F-40RS, etc
Cimento portland de baixo calor de hidratação		Sigla e classe dos tipos originais acrescidos do sufixo RS. Exemplo: CP I-32BC, CP II-F-40BC, etc
Cimento portland branco	Cimento portland branco estrutural	CPB-25; CPB-32; CPB-40
	Cimento portland branco não estrutural	CPB
Cimento para poços petrolíferos		CPP - classe G

Fonte: Bastos, 2006

O armazenamento do cimento requer atenção especial, principalmente, para que evite deterioração por umidade. A NBR 6118 (2014), no item 8.1.1.3, recomenda-se em relação ao seu armazenamento:

- Não misturar lotes recebidos em períodos diferentes, pois se acontecer de algum lote ter problema em alguma propriedade, por exemplo a perda de resistência, será mais fácil de identificá-lo;
- Consumo na ordem de recebimento, ou seja, utilizar os mais antigos primeiro;
- Pilhas no máximo com 10 sacos, podendo atingir até 15 sacos se o tempo de armazenagem for no máximo de 15 dias;
- Local protegido da ação das intempéries, da umidade e de outros agentes nocivos (utilizar barracões cobertos, fechados nas laterais, assoalho de madeira distantes do chão e as pilhas de sacos de cimento distantes das paredes).

3.1.2. Agregado miúdo

Conforme NBR 9935 (2011), agregado é um material granular, sem volume ou forma definida, em sua maior parte inerte quimicamente, obtido por fragmentação natural ou artificial, obtendo dimensões e propriedades adequadas para serem empregados em obras de construção civil.

A NBR 7211 (2009) fixa algumas características exigidas para receber os agregados: faixas dentro das recomendações de composição granulométrica, teor permitido de substâncias nocivas e impurezas orgânicas e entre outros dados de importância prática.

A principal aplicação dos agregados, na fabricação da argamassa é de natureza econômica, visto que se tratam de materiais de baixo custo, inferior ao se comparar com o cimento. Enfim, estes agregados possibilitam que as propriedades da rocha artificial a ser formada apresentem boa performance, tais como: aumento da resistência ao fogo, melhor trabalhabilidade, aumento da resistência ao desgaste e redução da retração da pasta de cimento.

Quanto às dimensões, os agregados são chamados de miúdo, como as areias, e graúdo, como as pedras ou britas. O agregado miúdo tem diâmetro máximo igual ou inferior a 4,8 mm, e o agregado graúdo tem diâmetro máximo superior a 4,8 mm.

As principais normas para caracterização do agregado miúdo são:

- NBR NM 248 (2003) – Agregados Agregados - Determinação da composição granulométrica;
- DNER-ME 194 (1998) – Determinação da massa específica real de agregado miúdo e graúdo utilizando o frasco de Chapman;
- NBR 6467 (2013) – Agregados - Determinação do inchamento de agregado miúdo - Método de ensaio.

3.2. Propriedades no Estado Fresco

A trabalhabilidade é uma das propriedades essenciais ao bom desempenho das argamassas e pode ser definida como consistência e plasticidade adequadas ao processo de execução e moldagem, além de uma elevada retenção de água (Santos *et al.*, 2019). Algumas entidades conceituam a trabalhabilidade da seguinte forma:

- *Association of Concrete Engineers* (Japão): facilidade com a qual o material pode ser misturado, lançado e adensado devido à sua consistência, além da homogeneidade da argamassa e concreto e do grau de resistência a separação de materiais;
- *American Concrete Institute* (ACI): facilidade e homogeneidade do material na mistura, lançamento, adensamento e acabamento;
- *American Society for Testing and Materials* (ASTM): a propriedade que determina o esforço necessário para manipular uma quantidade de concreto no estado fresco com uma perda mínima de homogeneidade;
- *British Standards Institution*: facilidade de manipulação e adensamento do material.

O ensaio de consistência é realizado conforme de acordo com NBR 13276 (2016) utilizando a mesa de adensamento e um molde tronco-cônico para mensurar a trabalhabilidade da argamassa. Este teste possibilita que garanta o controle na mistura do fator/água cimento

em todos os corpos de prova e que seja mantida uma boa trabalhabilidade no manuseio da argamassa fresca.

3.3. Propriedades no Estado Endurecido

3.3.1. Resistência a compressão

A resistência a compressão é a propriedade mais importante das argamassas no estado endurecido. Esta resistência é afetada por vários fatores, tais como: máxima dimensão dos agregados, morfologia do agregado, textura do agregado, natureza e dosagem do ligante, granulometria, fator água cimento (a/c), porosidade, grau de compactação, condições de cura, área de atuação da carga, geometria das peças, entre outros. Quando os compósitos cimentícios são submetidos à compressão, a tensão provocada atinge seu limite, produzindo uma fissura localizada, causando falha catastrófica, seguida de fragmentação do corpo de prova (WANG *et al.*, 2019). Estes ensaios são realizados conforme descritos na NBR 7215 (2019), determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos.

Em uma pesquisa realizada por Shi *et al.* (2021) foi possível observar o comportamento de vários tipos de peças moldadas em concreto, modificando somente áreas de carga (geometria) e as taxas de carga, submetendo-as à compressão uniaxial. Seus resultados mostraram várias curvas tensão-deformação para diversas amostras com áreas de carga e taxa de cargas diferentes, sendo as áreas de carga 100mm x 100mm à 15mm x 15mm e taxas de carga de 10×10^{-5} MPa/s à $1,0 \times 10^{-3}$ MPa/s. Os pesquisadores conseguiram comprovar que quando ao comprimir a peça de 60mm x 60mm a curva tensão-deformação diminuía lentamente, já nas amostras com áreas de 20mm x 20mm e 15mm x 15mm, a curva tensão-deformação diminuía drasticamente após atingir o pico de tensão.

3.3.2. Resistência a tração

Conhecer da resistência da argamassa à tração é muito importante, particularmente para a determinação da fissuração (momento fletor de primeira fissura e verificação da abertura da fissura), na resistência de aderência entre a argamassa e a barra de aço. A resistência à tração é baixa, pois relaciona-se à facilidade que o material possui de propagar fissuras ao expor a solicitação, especificamente na zona de transição (Mehta e

Monteiro, 2014). Caso haja a existência de qualquer falha do material isso contribuirá para o enfraquecimento localizado, comprometendo a resistência a tração (Hanai, 2005).

4. POLISSACARÍDEOS DE RESÍDUOS VEGETAIS

As atividades da cadeia alimentar são caracterizadas por uma alta produção de subprodutos e de resíduos, criando assim graves problemas para sua gestão e descarte (Restuccia e Ferro, 2016). Os resíduos de alimentos consistem em partes não comestíveis de alimentos como cascas, sementes de vegetais e frutas e ossos. Esses recursos naturais que tem um grande potencial para desenvolvimento novos materiais de construção (Machida e Sakai, 2021).

Dentre os resíduos vegetais destacamos os polissacarídeos que são polímeros naturais, ou biopolímeros, encontrados na parede celular e nos tecidos vegetais e que podem ser recuperados de subprodutos ou resíduos de alimentos (Caldeira *et al.*, 2020; Poli *et al.*, 2011). Essa biomassa residual subutilizada tem sido acompanhada também pela implementação de processos e tecnologias que são seguros para o meio ambiente e que permitem uma exploração mais completa desses insumos para uma produção sustentável de polissacarídeos. Polissacarídeos vegetais residuais representam uma fonte renovável de alimentos, produtos químicos, materiais e energia. Eles são onipresentes e constituem matéria-prima considerada como carbono neutro para diversos processos de produção. Por essas razões, eles podem oferecer potencial soluções para a necessidade real de um desenvolvimento sustentável, atendendo assim a crescente demanda de energia ou materiais (Poli *et al.*, 2011).

Os polissacarídeos vegetais são uma das alternativas que estão sendo utilizadas atualmente para a substituição parcial da pasta de cimento do concreto ou argamassa para a obtenção de compósitos vegetal-cimento que apresentam propriedades físicas e mecânicas otimizadas (Savastano *et al.*, 2000; Lasheras-Zubiate *et al.*, 2012; Marliere *et al.*, 2012; Büllichen *et al.*, 2012).

5. ARGAMASSAS PREPARADAS COM POLISSACARÍDEOS

Nas últimas décadas, a intensa industrialização e o desenvolvimento urbano induzidos pelo crescimento econômico e demográfico aumentaram a demanda por materiais

de construção em vários países. Coloca-se então um pesado fardo sobre o meio ambiente em termos de recursos naturais consumidos e do enorme fluxo de resíduos gerados. Embora a argamassa à base de cimento sejam os mais amplamente usados e considerados inertes de todos os materiais de construção, certos produtos químicos são agora adicionados rotineiramente às misturas de argamassas como aditivos para controlar a plasticidade, ar aprisionado, boa viscosidade para ser bombeado em grandes alturas, tempo de pega, teor de água, resistência ao gelo-degelo, resistência e tonalidade. Seu uso pode, no entanto, diminuir a ecologia dos materiais à base de cimento, devido ao maior consumo de energia e matéria-prima envolvidos. Além disso, foi demonstrado que alguns aditivos sintéticos contendo concreto emitem substâncias tóxicas para a atmosfera (Hazarika *et al.*, 2018). A aplicação de produtos de base biológica para modificar e melhorar materiais à base de cimento é uma das muitas soluções para reduzir as emissões de CO₂ e obter compósitos à base de cimento mais sustentáveis (Pacheco-Torgal e Jalali, 2011; Hoyos, Cristia e Vázquez, 2013).

Polissacarídeos que são moléculas poliméricas de carboidratos compostas por longas cadeias de unidades monossacarídicas ligadas por ligação de glicosídeos são amplamente introduzidos em argamassas para modificar as suas propriedades, como trabalhabilidade, propriedades de pega e homogeneidade. Consequentemente, esses polissacarídeos podem ser classificados em redutores de água (Zhang *et al.*, 2007; Plank, 2007), retardadores de pega (Zhang *et al.*, 2010; Peschard *et al.*, 2004) e agentes de retenção de água (Poinot *et al.*, 2013; Poinot *et al.*, 2014). Além disso, uma mistura química à base de amido (inibidor de aumento de temperatura) é utilizada nas argamassas em grandes quantidades para reduzir o risco de fissuração térmica, modificando o processo de liberação de calor durante a hidratação do cimento (Zhang *et al.*, 2018).

Em pesquisa realizado por Mignon *et al.* (2016) foram utilizados dois biopolímeros, o Alginato de Cálcio (CaAlg) e Alginato de Sódio (NaAlg), para neutralizar impactos de polímeros superabsorventes sintéticos (SAPs), pois estes polímeros sintéticos diminuem significativamente a resistência das argamassas. As partículas de SAPs causam cura interna ao liberar sua água de mistura arrastada, estimulando a densificação e hidratação adicional da matriz cimentícia e reduzindo o encolhimento autógeno e, portanto, o risco de fissuração precoce. Por outro lado, após a liberação da água arrastada pelos SAPs, macroporos cheios de ar permanecerão presentes na matriz, o que geralmente leva a uma diminuição da resistência geral do concreto (Hasholt *et al.*, 2012; Laustsen *et al.*, 2015).

Quanto às aplicações de autovedação (Snoeck *et al.*, 2012) e autocura (Snoeck *et al.*, 2014a), (Snoeck *et al.*, 2014b) altas quantidades de SAPs são necessárias (até 1% em relação à massa de cimento), a formação de macroporos torna-se mais crítica, especialmente quando grandes quantidades de água adicional são usados para compensar a perda de trabalhabilidade.

Estudos realizados por Shanmugavel *et al.* (2020) verificou-se melhorias em relação a um concreto suas propriedades no estado fresco, resistência mecânica e durabilidade do contendo extrato de cacto. Os concretos modificados com aditivos têm demonstrado melhores características de durabilidade em termos de resistência à penetração de cloretos com redução drástica nas cargas coulombianas e eles também mostraram melhor resistência ao ataque de ácido e sulfato. Izaguirre *et al.*, (2010) estudou a fécula de batata e demonstrou melhorar a resistência mecânica das argamassas de cal quando usadas como polímero natural. Dosagens de fécula de batata acima de 0,30% do peso da cal produziram uma mudança no comportamento do polímero, que passou a atuar como plastificante.

Karandikar *et al.* (2014) relataram o aumento da resistência à compressão de cubos de argamassa de cimento (até 10%) após 56 dias de cura quando o extrato biopolimérico natural de quiabo é misturado à argamassa de cimento. O extrato obtido fervendo cascas de árvore (*Eucalyptus globulus*) em água foi usado como uma mistura de redução de retração da pasta de cimento (Woldemariam *et al.*, 2015). Govin *et al.* (2015) demonstraram que a goma guar, rica em polissacarídeos, aumenta a capacidade de retenção de água das argamassas de cimento e retarda o processo de hidratação do cimento devido à adsorção das moléculas de aditivo nas superfícies das partículas de cimento hidratante. Pode-se presumir que os biopolímeros quase não são significativos atualmente no setor de construção civil, apesar de terem potencial para melhorar as propriedades de estado fresco e durabilidade dos materiais à base de cimento, pois se observa que estes não são utilizados frequentemente.

Em outra pesquisa realizada por Ince *et al.* (2021) foram estudadas a reutilização de celulose, especificamente pó e fibras de madeiras, na incorporação de argamassas. Houve diminuição na consistência da argamassa ao utilizar o pó de madeira, isso pode ser atribuída ao aumento da finura das partículas globais na mistura e, portanto, ao aumento da área de superfície dos materiais finos. O teor de água e relação água/cimento (a/c) não foi modificada no estudo e como consequência o aumento da finura levou a uma ligeira redução da consistência da argamassa de cimento. Isso já se mostrou diferente em relação às fibras de madeira, levando ao aumento da consistência da argamassa, isso pode ser atribuído à maior

diferença na distribuição granulométrica do cimento e das fibras de madeira, mostrada em sua pesquisa. Os níveis de substituição de pó de madeira e fibras de madeira são sistematicamente aumentados de 1% para 5% neste estudo.

6. PROSPECÇÃO TECNOLÓGICA

Um levantamento realizado nos principais bancos de dados de patentes, *European Patent Office* (EPO), Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), *World Intellectual Property Organization* (WIPO) e *United States Patent and Trademark Office* (USPTO) foi possível avaliar o crescimento de depósito de patentes em relação à utilização de polissacarídeos como aditivos em argamassas ou em substituição parcial à pasta de cimento. A tabela 1 apresenta resultados de buscas realizadas utilizando as palavras-chave em inglês “*biopolymermortar*”, “*biopolymer concrete*”, “*biopolymer cement*”, “*polysaccharide mortar*”, “*polysaccharide concrete*” e “*polysaccharide cement*”, e seus referentes em português para a base de dados do INPI.

Tabela 1- Valores numéricos de registros depositados em bancos de dados de patentes até fevereiro de 2021

Key words (EPO)	Palavras-chaves (INPI)	Key words (WIPO)	Key words (USPTO)	EPO	INPI	WIPO	USPTO
<i>biopolymer mortar</i>	argamassa biopolímero	<i>biopolymer mortar</i>	<i>biopolymer mortar</i>	0	0	12	0
<i>biopolymer concrete</i>	concreto biopolímero	<i>biopolymer concrete</i>	<i>biopolymer concrete</i>	0	0	23	1
<i>biopolymer cement</i>	cimento biopolímero	<i>biopolymer cement</i>	<i>biopolymer cement</i>	0	1	74	3
<i>polysaccharide mortar</i>	argamassa polissacarídeo	<i>polysaccharide mortar</i>	<i>polysaccharide mortar</i>	0	1	51	2
<i>polysaccharide concrete</i>	concreto polissacarídeo	<i>polysaccharide concrete</i>	<i>polysaccharide concrete</i>	0	2	189	2
<i>polysaccharide cement</i>	cimento polissacarídeo	<i>polysaccharide cement</i>	<i>polysaccharide cement</i>	0	5	297	6
TOTAL				0	9	646	14

Fonte: Bases de dados do European Patent Office (EPO), Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), World Intellectual Property Organization (WIPO) e United States Patent and Trademark Office (USPTO), 2021

Na tabela 2 foram cruzadas as palavras-chaves com os descritores, “*starch*”, “*cellulose*”, “*alginate*”, “*pectin*”, “*chitosan*”, “*xanthan gum*” e “*cactus extract*”, e seus respectivos em português amido, celulose, alginato, pectina, quitosana, goma xantana e extrato de cacto. Utilizou-se os campos de buscas título e resumo nos bancos de dados. Nenhuma limitação temporal ou abrangência territorial foi adotada, objetivando ampliar as buscas. Os documentos selecionados foram analisados utilizando os indicadores: quantidade de patentes.

Tabela 2 – Valores numéricos de patentes nos bancos de dados relacionadas com os descritores relacionados a polissacarídeos específicos (“*starch*”, “*cellulose*”, “*alginate*”, “*pectin*”, “*chitosan*”, “*xanthangum*” e “*cactusextract*”) e “*biopolymermortar*”, “*biopolymer concrete*”, “*biopolymercement*”, “*polysaccharidemortar*”, “*polysaccharide concrete*” e “*polysaccharidecement*”.

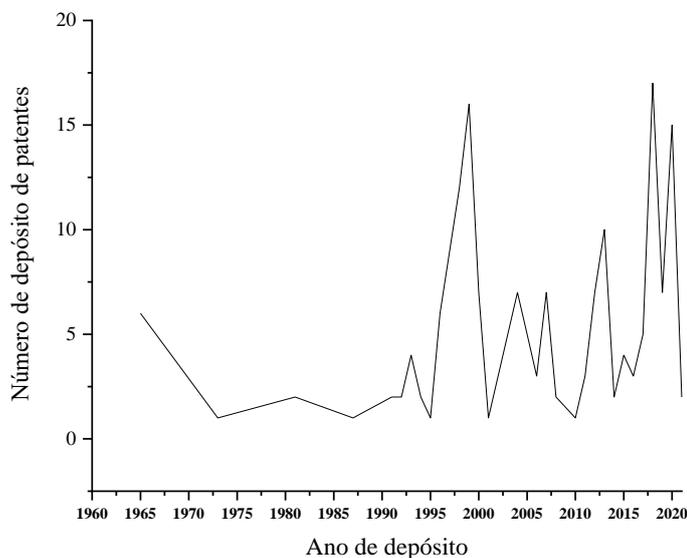
	EPO	INPI	WIPO	USPTO
	<i>biopolymer</i> (mortar/concrete/cemente)	biopolímero (argamassa/concreto/cimento)	<i>biopolymer</i> (mortar/concrete/cemente)	<i>biopolymer</i> (mortar/concrete/cemente)
	<i>polysaccharide</i> (mortar/concrete/cemente)	polissacarídeo (argamassa/concreto/cimento)	<i>polysaccharide</i> (mortar/concrete/cemente)	<i>polysaccharide</i> (mortar/concrete/cemente)
<i>Starch</i>	0	0	46	0
<i>Cellulose</i>	0	0	76	0
<i>Alginate</i>	0	0	8	0
<i>Pectin</i>	0	0	4	0
<i>Chitosan</i>	0	0	9	0
<i>Xanthan gum</i>	0	1	37	0
<i>Cactus extract</i>	0	0	0	0
TOTAL	0	1	180	0

Fonte: Bases de dados do European Patent Office (EPO), Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), World Intellectual Property Organization (WIPO) e United States Patent and Trademark Office (USPTO), 2021

Após a leitura das patentes, aquelas que apresentaram repetições foram excluídas das análises.

Como visto nas tabelas 1 e 2 é possível observar um grande número de patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas em substituição ao cimento, com predominância do banco de dados WIPO. Na figura 1 é mostrado um gráfico do número de patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassa por ano.

Figura 1 -Número de patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas por ano

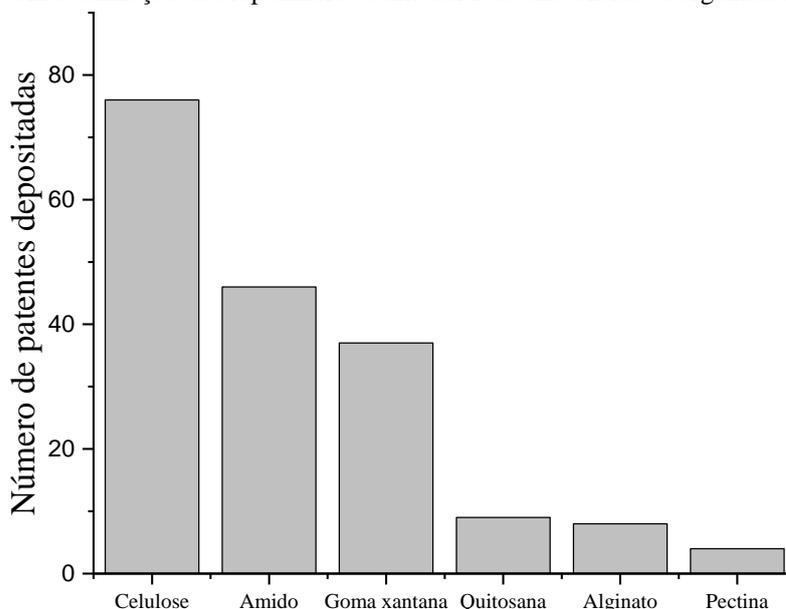


Fonte: Autor, 2021

Como visto na figura 1, o interesse em buscar por pesquisas sobre a utilização de biopolímeros teve um grande aumento a partir dos anos 90. Isso ocorreu por conta que o conceito de sustentabilidade foi utilizado pela primeira vez na Assembleia Geral das Nações Unidas em 1979 e foi assumido pelos governos e pelos organismos multilaterais a partir de 1987 quando, depois de quase mil dias de reuniões de especialistas convocados pela ONU sob a coordenação da primeira ministra da Noruega Gro Brundland, foi publicado o documento Nosso Futuro Comum (Boff, 2007).

Na figura 2 mostra outro gráfico com os principais polissacarídeos encontrados nas patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas.

Figura 2 -Principais polissacarídeos encontrados nas patentes depositadas com a utilização de biopolímeros como aditivos em concreto e argamassas



Fonte: Autor, 2021.

Na busca pela aplicação em compósitos polímero-argamassa observou-se um maior número de patentes com celulose, amido e goma xantana. A celulose é um dos materiais já utilizados na construção civil, gerando resíduos e por consequência sendo reutilizados para formação de novos compósitos (Ince *et al.*, 2021). O amido e a goma xantana também é muito utilizado como redutor de água da mistura, melhorando várias propriedades das argamassas, como por exemplo a trabalhabilidade e diminuição de fissuras (Zhang *et al.*, 2007; Chang *et al.*, 2015).

Esses números evidenciam a importância da aplicação desses biopolímeros na melhoria das propriedades dos materiais cimentícios.

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A intensa industrialização e o desenvolvimento urbano, nas últimas décadas, induzidos pelo crescimento econômico e demográfico aumentaram a demanda por materiais de construção em muitos países. Conseqüentemente, esse progresso tem se tornado uma ameaça ao meio ambiente em termos de consumo de recursos naturais e de grande quantidade de resíduos gerados. O desenvolvimento de materiais de construção *eco-friendly* é essencial para atender aos requisitos mundiais de economia verde e sustentável devido ao aumento da demanda desses materiais na construção civil. Dentre os derivados naturais utilizados para otimizar materiais de construção destacamos os polissacarídeos vegetais. Muitos estudos têm mostrado o sucesso de compósitos constituídos de polissacarídeos e cimentos. Esses compósitos vegetal-cimentícios tem se mostrado promissores na melhoria de inúmeras propriedades físicas e mecânicas.

Observou-se que o interesse por esse assunto teve aumento a partir dos anos 90, pois ocorreu por conta que o conceito de sustentabilidade foi utilizado pela primeira vez na Assembleia Geral das Nações Unidas em 1979 e foi assumido pelos governos e pelos organismos multilaterais a partir de 1987. Os polissacarídeos mais utilizados em vários estudos para formar compósito com pasta de cimento são a celulose e amido.

Nestas pesquisas a celulose pôde ser utilizada tanto em pó quanto em fibras na incorporação de argamassas, tendo um bom resultado na resistência à compressão e flexão no compósito. Como visto o amido com dosagens acima de 0,30% do peso da cal produziram uma mudança no comportamento do biopolímero, que passou a atuar como plastificante. Foram utilizados também outros polissacarídeos como a goma xantana, quitosana, alginato, pectina, goma guar, entre outros. A proposta para o futuro é a busca por compósitos cimentícios de excelente qualidade, menor custo, mais sustentabilidade e com uma produção que reduza as emissões de CO₂.

8. REFERÊNCIAS

- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1998). *NBR 7200*. Revestimento de paredes e tetos com argamassas - Materiais, preparo, aplicação e manutenção. Rio de Janeiro. 13p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2005). *NBR 13277*. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da retenção de água. Rio de Janeiro. 3p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2009). *NBR 7211*: Agregados para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 9p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2011). *NBR 9935*: Agregados – Terminologia. Rio de Janeiro, 12p., 2011.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2013). *NBR 13749*. Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas – especificação. Rio de Janeiro. 8p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2014). *NBR 6118*. Projeto de estruturas de concreto — Procedimento, Rio de Janeiro, 238p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2016). *NBR 13276*. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro. 2p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2019). *NBR 13528-3*. Revestimento de paredes de argamassas inorgânicas - Determinação da resistência de aderência à tração Parte 3: Aderência superficial. Rio de Janeiro. 5p.
- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2019). *NBR 7215*. Cimento Portland — Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro. 12p.
- Angiolillo, L., Del Nobile, M. A. e Conte, A. (2015). The extraction of bioactive compounds from food residues using microwaves. *Current Opinion in Food Science*, 5, 93-98.
- Associação Brasileira DE Cimento Portland. (2002). *Guia básico de utilização do Cimento Portland*. 7 ed., Rio de Janeiro, 28p, ISBN: 85-87024-23-X.
- Bakshi, P. S. *et al.* (2020). Chitosan as an environment friendly biomaterial—a review on recent modifications and applications. *International journal of biological macromolecules*, 150, 1072-1083.
- Balzer, P. S. *et al.* (2007). Estudo das propriedades mecânicas de um composto de PVC modificado com fibras de bananeira. *Polímeros*, 17, 1-4.
- Barsbay, M., e Güven, O. (2019). Surface modification of cellulose via conventional and controlled radiation-induced grafting. *Radiation Physics and Chemistry*, 160, 1-8.
- Bastos, P. S. S. *Fundamentos do Concreto Armado*. (2006). UNESP. Bauru, São Paulo.

- Bertrand, L., Maximilien, S., e Guyonnet, R. (2004). Wedge Splitting Test: a test to measure the polysaccharide influence on adhesion of mortar on its substrate. In: *Proceedings of the 11th International Congress on Polymers in Concrete*, Berlin, Germany, 569-576.
- Boff, L. (2007). *História da sustentabilidade*. São Paulo.
- Bülichen, D., Kainz, J. e Plank, J. (2012). Working mechanism of methyl hydroxyethyl cellulose (MHEC) as water retention agent. *Cement and Concrete Research*, 42(7), 953-959.
- Caldeira, C. *et al.* (2020). Sustainability of food waste biorefinery: a review on valorisation pathways, techno-economic constraints, and environmental assessment. *Bioresource Technology*, 123575.
- Campos, M. A. *et al.* (2019). Utilização de fíler cerâmico e sílica ativa na composição de argamassa com baixo teor de cimento. *Brazilian Journal of Development*.
- Cappellari, M., Daubresse, A., e Chaouche, M. (2013). Influence of organic thickening admixtures on the rheological properties of mortars: Relationship with water-retention. *Construction and Building Materials*, 38, 950-961.
- Carciochi, R. A. *et al.* (2017). Valorization of agrifood by-products by extracting valuable bioactive compounds using green processes. In: *Ingredients Extraction by Physicochemical Methods in Food*. Academic Press, 191-228.
- Chang, I., Im, J., Prasadhi, A. K., e Cho, G. C. (2015). Effects of Xanthan gum biopolymer on soil strengthening. *Construction and Building Materials*, 74, 65-72.
- Chen, J., Xie, F., Li, X., e Chen, L. (2018). Ionic liquids for the preparation of biopolymer materials for drug/gene delivery: a review. *Green Chemistry*, 20(18), 4169-4200.
- Chidiac, S. E. Sustainability of civil engineering structures—Durability of concrete.(2009). *Cement and Concrete Composites*, 8(31), 513-514.
- Da Silva, A. C. M. *et al.* (2019). Avaliação da tenacidade de argamassas colantes submetidas a esforços simultâneos de tração e cisalhamento/Tenacityevaluationofadhesivemortarssubmittedtosimultaneoustensile and shearstresses. *Brazilian Journal of Development*, 5(9),14556-14570.
- Dai, L.*et al.* (2019). 3D printing using plant-derived cellulose and its derivatives: A review. *Carbohydrate polymers*, 203, 71-86.
- Dash, M.*et al.* (2011). Chitosan—A versatile semi-synthetic polymer in biomedical applications. *Progress in polymer science*, 36(8), 981-1014.
- De Brito, J., e Saikia, N. (2012). *Recycled aggregate in concrete: use of industrial, construction and demolition waste*. Springer Science & Business Media.
- Engbert, A., Gruber, S., & Plank, J. (2020). The effect of alginates on the hydration of calcium aluminate cement. *Carbohydrate polymers*, 236, 116038.

Fernando, I. P. S. *et al.* (2020). Alginate-based nanomaterials: Fabrication techniques, properties, and applications. *Chemical Engineering Journal*, 391, 123823.

García-Segovia, P. *et al.* (2020). 3D printing of gels based on xanthan/konjac gums. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 64, 102343.

Germán, S. P. A. *et al.* (2015). Pacemakers and implantable cardioverter defibrillators, unknown to chest radiography: Review, complications and systematic reading. *European journal of radiology*, 84(3), 499-508.

Gilet, A. *et al.* (2018). Unconventional media and technologies for starch etherification and esterification. *Green Chemistry*, 20(6), 1152-1168.

Gonzalez-Sanchez, J. F. *et al.* (2021). Improving lime-based rendering mortars with admixtures. *Construction and Building Materials*, 271, 121887.

Govin, A. *et al.* (2015). Effect of Guar Gum Derivatives on Fresh State Properties of Portland Cement-Based Mortars. In: *Concrete 2015/RILEM Week-27th Biennial National Conference of the Concrete Institute of Australia in conjunction with the 69th RILEM Week* (pp. 848-à). the Concrete Institute of Australia.

Greco, E. *et al.* (2016). Nanoparticle-based concretes for the restoration of historical and contemporary buildings: a new way for CO₂ reduction in architecture. *Applied Physics A*, 122(5), 524, 2016.

Håkansson, K. M. O. *et al.* (2016). Solidification of 3D printed nanofibril hydrogels into functional 3D cellulose structures. *Advanced Materials Technologies*, 1(7), 1600096.

Hanai, J. B. (2005). Comportamento resistente, ductibilidade e confinamento. In: ISAIA, G. C. *Concreto: ensino, pesquisas e realizações*. São Paulo, Ibracon, v.1, p. 165-200.

Hasholt, M. T. *et al.* (2012). Can superabsorbent polymers mitigate autogenous shrinkage of internally cured concrete without compromising the strength?. *Construction and Building Materials*, 31, 226-230.

Hazarika, A. *et al.* (2018). Utilização de um material polimérico de base vegetal como aditivo químico de baixo custo em argamassas de cimento e preparações de concreto. *Journal of Building Engineering*, 15, 194-202.

Hoover, R. *et al.* (2010). Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. *Food research international*, 43(2), 399-413.

Hoyos, C. G., Cristia, E., e Vázquez, A. (2013). Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based composites. *Materials & Design*, 51, 810-818.

Huo, Y. *et al.* (2018). An insight into the multi-scale structures and pasting behaviors of starch following citric acid treatment. *International journal of biological macromolecules*, 116, 793-800.

Imbabi, M. S. *et al.* (2012). Trends and developments in green cement and concrete technology. *International Journal of Sustainable Built Environment*, 2(1), 194-216.

- Ince, C., Tayançlı, S. e Derogar, S. (2021). Recycling waste wood in cement mortars towards the regeneration of sustainable environment. *Construction and Building Materials*, 299, 123891.
- Izaguirre, A., Lanas, J. e Álvarez, J. I. (2010). Behaviour of a starch as a viscosity modifier for aerial lime-based mortars. *Carbohydrate polymers*, 80(1), 222-228.
- Jenni, A. *et al.* (2005). Influence of polymers on microstructure and adhesive strength of cementitious tile adhesive mortars. *Cement and concrete research*, 35(1), 35-50.
- Kang, Z. *et al.* (2020). Effect of sodium alginate on physical-chemical, protein conformation and sensory of low-fat frankfurters. *Meat science*, 162, 108043.
- Karandikar, M. V., Sarase, S. B., Lele, P. G., e Khadaikar, S. A. (2014). Use of natural bio-polymers for improved mortar and concrete properties of cement—A review. *Indian Concrete Journal*, 88(7), 84-109.
- Kavas, T. *et al.* (2007). The effect of pectin on the physicochemical and mechanical properties of cement containing boron. *Building and environment*, 42(4), 1803-1809.
- Khalil, H. P. S. A., Bhat, A. H. e Yusra, A. F. I. (2012). Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review. *Carbohydrate polymers*, 87(2), 963-979.
- Khayat, K. H. (1998). Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials—an overview. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3), 171-188.
- Kimura, M. *et al.* (2015). Versatile molding process for tough cellulose hydrogel materials. *Scientific reports*, 5(1), 1-8.
- Kirillova, A. *et al.* (2017). 4D biofabrication using shape-morphing hydrogels. *Advanced Materials*, 29(46), 1703443.
- Knapen, E. e Van Gemert, D. (2009). Cement hydration and microstructure formation in the presence of water-soluble polymers. *Cement and concrete Research*, 39(1), 6-13.
- Kumar, A.; Rao, K. M. e Han, S. S. (2018). Application of xanthan gum as polysaccharide in tissue engineering: A review. *Carbohydrate Polymers*, 180, 128-144.
- Lam, S. S. *et al.* (2016). Fruit waste as feedstock for recovery by pyrolysis technique. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 113, 325-333.
- Lasheras-Zubiate, M. *et al.* (2012). Effect of the addition of chitosan ethers on the fresh state properties of cement mortars. *Cement and Concrete Composites*, 34(8), 964-973.
- Laustsen, S., Hasholt, M. T. e Jensen, O. M. (2015). Void structure of concrete with superabsorbent polymers and its relation to frost resistance of concrete. *Materials and Structures*, 48(1), 357-368.
- Lee, K. Y. e Mooney, D. J. (2012). Alginate: properties and biomedical applications. *Progress in polymer science*, 37(1), 106-126.
- Leemann, A. e Winnefeld, F. (2007). The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete. *Cement and Concrete Composites*, 29(5), 341-349.

- Li, L.*et al.* (2019). Advanced polymer designs for direct-ink-write 3D printing. *Chemistry–A European Journal*, 25(46), 10768-10781.
- Li, M., Pan, L., Li, J., e Xiong, C. (2020). Competitive adsorption and interaction between sodium alginate and polycarboxylate superplasticizer in fresh cement paste. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 586, 124249.
- Li, N.*et al.* (2017a). Effects of concurrent ball milling and octenyl succinylation on structure and physicochemical properties of starch. *Carbohydrate polymers*, 155, 109-116.
- Li, V. C.*et al.* (2017b). Direct ink write (DIW) 3D printed cellulose nanocrystal aerogel structures. *Scientific reports*, 7(1), 1-8.
- Liebert, T. (2010). Cellulose solvents—remarkable history, bright future. In: Cellulose solvents: for analysis, shaping and chemical modification. *American Chemical Society*, 3-54.
- Lindman, B., Karlström, G. e Stigsson, L. (2010). On the mechanism of dissolution of cellulose. *Journal of molecular liquids*, 156(1), 76-81.
- Liu, Y.*et al.* (2020). Effects of sodium alginate and rice variety on the physicochemical characteristics and 3D printing feasibility of rice paste. *LWT*, 127, 109360.
- Liu, Z.*et al.* (2019). Linking rheology and printability of a multicomponent gel system of carrageenan-xanthan-starch in extrusion based additive manufacturing. *Food Hydrocolloids*, 87, 413-424.
- Lopes, A. N. M. (2011). *Mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência contendo aditivo redutor de retração e seus efeitos na macro e microestrutura*. Tese doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia. Curso de Pós-graduação em Engenharia Civil. Porto Alegre, BR-RS, 2011.
- Machida, K. e Sakai, Y. (2021). Development of Novel Construction Material from Food Waste. *70th Annual Meeting of The Society of Materials Science*, 1-6.
- Malatesta, S. C. e Contreras, M.C. (2009). Comportamiento al corte de hormigones reforzados con fibras de acero. *Revista Ingeniería de Construcción*, 24(1), 79-94.
- Maniglia, B. C. *et al.* (2020). Preparation of cassava starch hydrogels for application in 3D printing using dry heating treatment (DHT): A prospective study on the effects of DHT and gelatinization conditions. *Food Research International*, 128, 108803.
- Mao, G.*et al.* (2019). Reconsidering conventional and innovative methods for pectin extraction from fruit and vegetable waste: Targeting rhamnogalacturonan I. *Trends in Food Science & Technology*, 94, 65-78.
- Marliere, C. *et al.* (2012). How water retention in porous media with cellulose ethers works. *Cement and Concrete Research*, 42(11), 1501-1512.
- Marinelli, A. L. *et al.* (2008). Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. *Polímeros*, 18, 92-99.
- Medeiros, B. A. *et al.* (2019). Propriedades mecânicas de argamassa produzida com substituição da areia natural por resíduo de scheelita. *Cerâmica*, 65(375), 443-451.

- Mehta P. K. e Monteiro, P. J. M. (2014). *Concreto – Microestrutura, propriedades e materiais*. São Paulo: 2 ed. São Paulo: Ibracon.
- Mignon, A.*et al.* (2016). Alginate biopolymers: Counteracting the impact of superabsorbent polymers on mortar strength. *Construction and Building Materials*, 110, 169-174.
- Mignon, A. *et al.* Alginate biopolymers: Counteracting the impact of superabsorbent polymers on mortar strength. *Construction and BuildingMaterials*, 110, 169-174.
- Módena, L. (2009). *Construção industrializada: Uma contribuição para habitações de interesse social*. 101p. Monografia (Especialista em Edificações: excelência construtiva e anomalias) - Universidade Presbiteriana Mackenzie..
- Mohamed, A. M.*et al.* (2021). Performance evaluation of concrete with Arabic gum biopolymer. *Materials Today: Proceedings*, 39(2), 983-987.
- Morris, E. R. (2019). Ordered conformation of xanthan in solutions and “weak gels”: Single helix, double helix–or both?. *Food Hydrocolloids*, 86, 18-25.
- Negm, N. A. *et al.* (2020). Advancement on modification of chitosan biopolymer and its potential applications. *International journal of biological macromolecules*, 152, 681-702.
- Neville, A. M. (2016). *Propriedades do Concreto. 5 ed.* São Paulo: Bookman.
- Paiva, H. *et al.* (2006). Effects of a water-retaining agent on the rheological behaviour of a single-coat render mortar. *Cement and Concrete Research*, 36(7), 1257-1262.
- Palaniraj, A. e Jayaraman, V. (2011). Production, recovery and applications of xanthan gum by *Xanthomonas campestris*. *Journal of Food Engineering*, 106(1), 1-12.
- Pang, L.*et al.*(2019). Cellulose based materials for controlled release formulations of agrochemicals: A review of modifications and applications. *Journal of Controlled Release*,316, 105-115.
- Paris, J. M. *et al.* (2016). A review of waste products utilized as supplements to Portland cement in concrete. *Journal of Cleaner Production*, 121, 1-18.
- Peschard, A. *et al.* (2004). Effect of polysaccharides on the hydration of cement paste at early ages. *Cement and Concrete Research*, 34(11), 2153-2158.
- Pinkert, A.*et al.* (2009). Ionic liquids and their interaction with cellulose. *Chemical reviews*, 109(12), 6712-6728.
- Plank, J., e Hirsch, C. (2007). Impact of zeta potential of early cement hydration phases on superplasticizer adsorption. *Cement and concrete research*, 37(4), 537-542.
- Poinot, T., Govin, A., eGrosseau, P. (2013). Impact of hydroxypropylguars on the early age hydration of Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 44, 69-76.
- Poinot, T., Govin, A., eGrosseau, P. (2014). Influence of hydroxypropylguars on rheological behavior of cement-based mortars. *Cement and concrete research*, 58, 161-168.
- Poli, A *et al.* (2011). Polysaccharides from Wastes of Vegetable Industrial Processing: New Opportunities for their Eco-Friendly Re-Use. **Biotechnology of Biopolymers**, 33-56, 2011.

- Pourchez, J. *et al.* (2006). HPMC and HEMC influence on cement hydration. *Cement and Concrete Research*, 36(2), 288-294.
- Pourchez, J., Grosseau, P. e Ruot, B. (2009). Current understanding of cellulose ethers impact on the hydration of C3A and C3A-sulphate systems. *Cement and Concrete Research*, 39(8), 664-669.
- Qiao, D. *et al.* (2017). Hydration-induced crystalline transformation of starch polymer under ambient conditions. *International journal of biological macromolecules*, 103, 152-157.
- Qiao, H. *et al.* (2020). High-strength cellulose films obtained by the combined action of shear force and surface selective dissolution. *Carbohydrate polymers*, 233, 115883, 2020.
- Qureshi, A. S. *et al.* (2017). Fruit waste to energy through open fermentation. *Energy Procedia*, 142, 904-909.
- Rehman, A. *et al.* (2019). Pectin polymers as wall materials for the nano-encapsulation of bioactive compounds. *Trends in Food Science & Technology*, 90, 35-46.
- Restuccia, L., e Ferro, G. A. (2016). Nanoparticles from food waste: a “green” future for traditional building materials. In: *9th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures FraMCoS-9*.
- Sanchez-Salvador, J. L. *et al.* (2020). Comparison of mechanical and chemical nanocellulose as additives to reinforce recycled cardboard. *Scientificreports*, 10(1), 1-14.
- Santos, W. J. D. *et al.* (2019). Análise da influência do tipo de agregado miúdo nas características e dosagem de argamassas mistas. *Ambiente Construído*, 19(4), p. 271-288, 2019.
- Savastano Jr, H., Warden, P. G., e Coutts, R. S. P. (2000). Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cement and Concrete Composites*, 22(5), 379-384.
- Sen, S., Martin, J. D. e Argyropoulos, D. S. (2013). Review of cellulose non-derivatizing solvent interactions with emphasis on activity in inorganic molten salt hydrates. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 1(8), 858-870.
- Shanmugavel, D. *et al.* (2020). Interaction of a viscous biopolymer from cactus extract with cement paste to produce sustainable concrete. *Construction and Building Materials*, 257, 119585.
- Shi, F. *et al.* (2021). Experimental study of the dynamic behavior of ordinary concrete under local compression. *Case Studies in Construction Materials*, 14, e00528.
- Singh, H., e Gupta, R. (2020). Cellulose fiber as bacteria-carrier in mortar: Self-healing quantification using UPV. *Journal of Building Engineering*, 28, 101090.
- Singhvi, G. *et al.* (2019). Xanthan gum in drug delivery applications. In: *Natural polysaccharides in drug delivery and biomedical applications*. Academic Press. 121-144.

- Siram, K. K. B. e Raj, K. A. (2013). Concrete + Green = Foam Concrete, *International Journal of Civil Engineering and Technology*, 4(4), 179-184.
- Slorach, P. C.*et al.* (2019). Environmental sustainability of anaerobic digestion of household food waste. *Journal of environmental management*, 236, 798-814.
- Snoeck, D. *et al.* (2012). Visualization of water penetration in cementitious materials with superabsorbent polymers by means of neutron radiography. *Cement and Concrete Research*, 42(8), 1113-1121.
- Snoeck, D. *et al.* (2014a). Effect of high amounts of superabsorbent polymers and additional water on the workability, microstructure and strength of mortars with a water-to-cement ratio of 0.50. *Construction and Building Materials*, 72, 148-157.
- Snoeck, D. *et al.* (2014b). Self-healing cementitious materials by the combination of microfibres and superabsorbent polymers. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 25(1), 13-24.
- Sonebi, M. (2006). Rheological properties of grouts with viscosity modifying agents as diutan gum and welan gum incorporating pulverised fly ash. *Cement and Concrete Research*, 36(9), 1609-1618.
- Souza, V. e Ripper, T. (1998). *Patologia, Recuperação e Reforço de Estruturas de Concreto*. São Paulo: Pini.
- Thakkar, R.*et al.* (2020). Systematic screening of pharmaceutical polymers for hot melt extrusion processing: A comprehensive review. *International journal of pharmaceutics*, 576, 118989.
- Thibault, J. F. e Ralet, M. C. (2003). Physico-chemical properties of pectins in the cell walls and after extraction. In: *Advances in pectin and pectinase research*. Springer, Dordrecht, 91-105.
- Varaprasad, K.*et al.* (2020). Alginate-based composite materials for wound dressing application: A mini review. *Carbohydrate polymers*, 236, 116025.
- Vaz, F. H. B., e Carasek, H. (2019). Resistência de aderência de revestimentos de argamassa-contribuição por meio de mapeamento e revisão sistemática de literatura para futuras pesquisas no tema. *Cerâmica*, 65(374), 303-318.
- Vilar, M.*et al.* (2017). Starch-based materials in food packaging: processing, characterization and applications. *Cambridge: Elsevier*, 1-18.
- Wan, Q.*et al.* (2021). Water retention mechanism of cellulose ethers in calcium sulfoaluminate cement-based materials. *Construction and Building Materials*, 301, 124118.
- Wang, H.*et al.* (2016a). Understanding the structure and digestibility of heat-moisture treated starch. *International Journal of Biological Macromolecules*, 88, 1-8.
- Wang, J.*et al.* (2020). Rheological properties, compressive strength, hydration products and microstructure of seawater-mixed cement pastes. *Cement and Concrete Composites*, 114, 103770.

- Wang, S.*et al.* (2016b). Retrogradation enthalpy does not always reflect the retrogradation behavior of gelatinized starch. *Scientific reports*, 6(1), 1-10.
- Wang, Y. *et al.* (2019). Effects of alkali-treated recycled carbon fiber on the strength and free drying shrinkage of cementitious mortar. *Journal of Cleaner Production*, 228, 1187-1195.
- Watts, M. J. *et al.* (2021). Early age bond stress-slip behaviour of macro-synthetic fibre reinforced concrete. *Construction and Building Materials*. 27(301), 124097.
- Woldemariam, A. M., Oyawa, W. O., eAbuodha, S. O. (2015). The use of plant extract as shrinkage reducing admixture (SRA) to reduce early age shrinkage and cracking on cement mortar. *International Journal of Innovation and Scientific Research*, 13(1), 136-144.
- Wu, Y. *et al.* (2019). Physical properties of concrete containing graphene oxide nanosheets. *Materials*, 12(10), 1707.
- Xie, F.*et al.* (2013). Starch-based nano-biocomposites. *Progress in Polymer Science*, 38(10-11), 1590-1628.
- Xie, F., Halley, P. J. eAvérous, L. (2012). Rheology to understand and optimize processibility, structures and properties of starch polymeric materials. *Progress in Polymer Science*, 37(4), 595-623.
- Xu, L.*et al.* (2021). State of water in calcium sulfoaluminate cement paste modified by hydroxyethyl methyl cellulose ether. *Journal of Building Engineering*, 43 102894.
- Xu, W.*et al.* (2018). Three-dimensional printing of wood-derived biopolymers: A review focused on biomedical applications. *ACS sustainable chemistry & engineering*, 6(5), 5663-5680.
- Yataka, Y.*et al.* (2020). Enhancement of the mechanical properties of polysaccharide composite films utilizing cellulose nanofibers. *Polymer Journal*, 52(6), 645-653.
- Zhang, B.*et al.* (2017). Dissolution of starch with aqueous ionic liquid under ambient conditions. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 5(5), 3737-3741.
- Zhang, D. F.*et al.* (2007). Dispersing mechanism of carboxymethyl starch as water-reducing agent. *Journal of applied polymer science*, 105(2), 486-491.
- Zhang, H.*et al.* (2018). Early hydration process of the cement–lime system. *ce/papers*, 2(4), 125-129.
- Zhang, L.*et al.* (2010). Effects of saccharide set retarders on the hydration of ordinary Portland cement and pure tricalcium silicate. *Journal of the American ceramic society*, 93(1), 279-287.
- Zhao, H.*et al.* (2007). Interactions between cellulose and N-methylmorpholine-N-oxide. *Carbohydrate Polymers*, 67(1), 97-103.

CAPÍTULO 2:
OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE
POLISSACARÍDEO DE RESÍDUOS DE GRAVIOLA
(Annona muricata)

OBTAINMENT AND CHARACTERIZATION OF POLYSACCHARIDE FROM SOURSOP RESIDUES (*Annona muricata*)

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹Postgraduate program in Materials Science and Engineering

²Federal University of Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

ABSTRACT

This research aimed to obtain and characterize the polysaccharide from soursop (*Annona muricata*) waste to verify its potential applications in several areas. The soursop residues were obtained in a fruit pulp factory located in the city of Teresina-PI. Initially, the polysaccharide (Bio_AmPu) was extracted and purified, and its yield calculated. Chemical composition of monosaccharides by GC, FTIR, XRD, TGA-DTG and SEM. The biopolymer in the form of a yellowish, fibrous powder was obtained with a yield of 7.5%. The verified functional properties of the soursop polysaccharide were emulsifying ability (97.33 ± 4.6 %), emulsion stability (40%), water absorption ability (47.50 ± 0.33 %), solubility (16.78 ± 4.8 %), foam forming ability (0%) and foam stability (0%). The sugar composition indicated that the polysaccharide is composed of arabinose (10%), xylose (10%), mannose (3%), galactose (6%), and glucose (42%), yielding a total of 505.88 mg/g. The sample also had 28% uronic acid. Structural and morphological patterns characteristic of plant polysaccharides were demonstrated in the chemical and physicochemical analyses. In the morphological analyses by SEM it can be seen that the material consists of fibrous aggregates of non-uniform size and distribution. The properties of this polysaccharide, obtained from a residue, showed the great potential for applicability in various fields of science, including the biomedical, food, pharmaceutical and construction areas.

Keywords: *Annona muricata*; Biopolymer; Residues.

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE POLISSACARÍDEO DE RESÍDUOS DE GRAVIOLA (*Annona muricata*)

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹*Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais*

²*Universidade Federal do Piauí*

samuel.c.dias@hotmail.com

RESUMO

Esta pesquisa teve como objetivo obter e caracterizar o polissacarídeo de resíduos de graviola (*Annona muricata*) para verificar seu potencial em aplicações em diversas áreas. o objetivo desta pesquisa é obter e caracterizar o polissacarídeo dos resíduos de graviola para incorporar em argamassa cimentícia. A obtenção dos resíduos da graviola foram em uma fábrica de polpa de frutas localizada na cidade de Teresina-PI. Inicialmente, o polissacarídeo (Bio_AmPu) foi extraído e purificado, e o seu rendimento calculado. Composição química de monossacarídeos por GC, FTIR, DRX, TG-DTG e MEV. O biopolímero na forma de pó amarelado e fibroso foi obtido com um rendimento de 7,5%. As propriedades funcionais verificadas do polissacarídeo da graviola foram a capacidade emulsionante ($97,33 \pm 4,6$ %), estabilidade da emulsão (40%), capacidade de absorção de água ($47,50 \pm 0,33$ %), solubilidade ($16,78 \pm 4,8$ %), capacidade de formar espuma (0%) e estabilidade da espuma (0%). As composições de açúcares indicaram que o polissacarídeo é composto por arabinose (10%), xilose (10%), manose (3%), galactose (6%) e glicose (42%), obtendo o total de 505,88 mg/g. A amostra também apresentou 28% de ácido urônico. Padrões estruturais e morfológicos característicos de polissacarídeos vegetais foram demonstrados nas análises químicas e físico-químicas. Nas análises morfológicas por MEV é possível observar que o material é constituído de agregados fibrosos de tamanho e distribuição não-uniformes. As propriedades desse polissacarídeo, obtido de um resíduo, mostraram o grande potencial de aplicabilidade em diversos campos da ciência, incluindo as áreas biomédica, alimentícia, farmacêutica e da construção civil.

Palavras-chave: *Annona muricata*; Biopolímero; Resíduos.

1. INTRODUÇÃO

Os polissacarídeos são biopolímeros constituídos de mais de 10 monossacarídeos unidos por ligação glicosídica, amplamente distribuídos na natureza e podem ser de origem animal e vegetal (Yu *et al.*, 2018). Podem fazer parte da constituição da parede celular de plantas, além de ser produzido por alguns fungos e bactérias vegetais (Liu *et al.*, 2019). Essas macromoléculas apresentam uma versatilidade quanto a suas propriedades biológicas e aplicação, tendo potencial anticâncer (Xie *et al.*, 2013), antitumoral (Meng *et al.*, 2016), antioxidante (Xie *et al.*, 2015; Xie *et al.*, 2016) e imunomoduladora (Liu *et al.*, 2017).

Outro aspecto que desperta o interesse na pesquisa destas macromoléculas de origem natural reside no fato de que além de serem biocompatíveis, biodegradáveis e atóxicos, possuem características físico-químicas únicas como a alta viscosidade e capacidade de formar gel, absorção de água, o que permite sua ampla aplicação no campo farmacêutico, cosmético e alimentício alimentícia pelas suas propriedades emulsificantes, espessantes, gelificantes, dispersantes, estabilizantes e formação de filme para embalagens ativas, que permitem a incorporação de compostos antioxidantes e antimicrobianos, bem como na produção de sistemas de liberação de fármacos e vacinas e na indústria (Funami, 2017; Yu *et al.*, 2018, Liu *et al.*, 2018).

Annona muricata, popularmente conhecida como graviola, é uma fruta climatérica pertencente à família *Annonaceae* com diversas propriedades medicinais, bem adaptadas a regiões de clima tropical. A polpa branca e pastosa e de sabor doce envolve os caroços, que estão protegidos por uma casca que apresenta formato oval, e exterior espinhoso. A maior parte da fruta, cerca de 80% da fruta é composta por água, carboidratos e açúcares não redutores. Para 100 g da fruta fresca foram relatados valores de 80,71g para umidade, 0,82g de proteína, 0,77g de gordura, 74,6g de açúcares solúveis e 3,32g de cinzas para frutos com maturação fisiológica, apresentando ainda compostos antioxidantes e vitaminas (Coria-Téllez *et al.*, 2018; Berumen-Varela, *et al.*, 2019). Oboh *et al.* (2015) relatou valores para o teor de açúcar e amido sendo $38,78 \pm 0,8$, $3,32 \pm 0,09$ respectivamente, apresentando ainda valor de $0,88 \pm 0,01$ amilose e $2,44 \pm 0,06$ para amilopectina (g/100g). O interesse por essa fruta tem aumentado devido a suas propriedades bioativas como antioxidante (Roduan *et al.*, 2019; Gavamukulya *et al.*, 2014) antitumoral (Torres *et al.*, 2012), anticâncer (Gavamukulya *et al.*, 2014), antimicrobiana (Pinto *et al.*, 2017).

Ensaio de concentração mineral da fruta foram realizados por pesquisadores da Venezuela. Ramírez e Delahaye (2011) verificaram que a fruta possui concentração de Cálcio,

Magnésio, Sódio, Potássio e Fósforo (14,32; 23,86; 22,61; 46,33; 28,08 mg/100 g respectivamente). Entretanto, o cálcio difere dos valores relatados pelo Instituto Nacional de Nutrição da Venezuela - INN (1999), Guzmán (1992) e Pinto e Genú (1984) com 24, 22 e 22 mg/100 g de fruta fresca, respectivamente. Os valores obtidos para magnésio, sódio, potássio e fósforo são semelhantes aos publicados por Guzmán (1992) (23,90, 23,00, 45,80 e 28,00 mg/100 g), assim como a concentração de fósforo é semelhante à relatada pelo Instituto Nacional de Nutrição da Venezuela - INN (1999) (28,00 mg/100 g), enquanto Fernández *et al.* (2007) apresenta valores para o sódio (34,63 mg/100 g) que diferem daqueles obtidos nesta pesquisa, assim como Ramírez e Pacheco (2011) para o potássio (112,20 mg/100g de porção comestível). O conteúdo mineral dos frutos geralmente varia consideravelmente em relação à área onde foi cultivado; o cálcio é um elemento encontrado nos tecidos das plantas que participam de vários processos fisiológicos, que influenciam as estruturas das paredes celulares, membranas e atividade de muitas enzimas. Portanto, o presente estudo teve por objetivo a obtenção de biopolímero do resíduo industrial de graviola (Biop_AmPu) e posterior caracterização físico-química e tecnológica.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

Os resíduos de graviola foram gentilmente cedidos pelo estabelecimento Fruta Polpa, CNPJ: 05.891.546/0001-01, situado na cidade de Teresina/Piauí.

2.2. Extração dos polissacarídeos da *Annona muricata*

A metodologia utilizada para realizar a extração dos polissacarídeos foi descrita por Muñoz (2012), com adaptações. Inicialmente, 20 g de resíduos de graviola foram homogeneizados em 300 mL de água destilada pré-aquecida a 80°C com auxílio de agitador de bancada, após a devida homogeneização foram adicionados à mistura mais 300 mL de água destilada pré-aquecida a 80°C. A proporção de resíduo e água final obtida foi de 1:30 (m:v). A solução final foi mantida em agitação mecânica a 1300 rpm em agitador em hélice (Fisatom[®], modelo 710) a temperatura de 80°C por um período de 30 min. A solução resultante foi submetida a precipitação com etanol absoluto (1:2, v:v). Posteriormente, foi realizado a tamisação do sobrenadante, seguido de filtração à vácuo. O material foi secado em estufa de circulação de ar (Lucadema[®]) na temperatura de 50°C por 24 horas. Finalmente,

todas as amostras foram trituradas em moinho analítico Q298A21 (QUIMIS[®]), obtendo-se a amostra de biopolímero de resíduo de graviola purificada (Biop_AmPu).

2.3. Cálculo do rendimento da extração

Os rendimentos das extrações dos polissacarídeos dos resíduos industriais foram determinados pela Equação 1, conforme método de Archana *et al.* (2013), com adaptações:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{Peso biopolímero em pó}}{\text{Peso do resíduo in natura}} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

2.4. Propriedades funcionais

As análises das propriedades funcionais do polissacarídeo obtido dos resíduos de graviola foram realizadas conforme metodologias descritas por Alpizar-Reyes *et al.* (2017), com adaptações. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.4.1. Capacidade de absorção de água

Foi preparada uma dispersão a 3% (p:v) de pó de polissacarídeo e colocada em tubos de centrífuga, previamente pesados, os quais foram submetidos a agitação constante e mantidos aquecidos a 80 °C em banho-maria até a solubilização completa do material. Em seguida, a dispersão foi centrifugada com auxílio de uma centrífuga de alta velocidade NI 1812 (Nova[®]), por 15 min a 1600 rpm (524 x g). O sobrenadante foi descartado e a amostra foi novamente pesada. A capacidade de absorção de água foi calculada por meio da Equação 2:

$$\text{Cap. Abs. Água (g/g)} = \frac{\text{mprecipitado (final)}}{\text{mamostra (inicial)}} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

2.4.2. Solubilidade

Foi preparada uma dispersão a 3% (m:v), com 0,3g de material para 10 mL de água destilada, a qual foi mantida sob agitação constante a 400 rpm e sob aquecimento a 80 °C até solubilizar. A dispersão foi centrifugada com auxílio de uma centrífuga de alta velocidade NI 1812 (Nova[®]), durante 15 min a 1600 rpm (524 x g). O sobrenadante foi seco

em estufa de convecção a 100 °C até secar completamente. A solubilidade foi calculada utilizando-se a Equação 3:

$$\text{Solub. (\%)} = \frac{m_{\text{precipitado (final)}}}{m_{\text{amostra (inicial)}}} \times 100 \quad (\text{Eq. 3})$$

2.4.3. Capacidade emulsionante e estabilização da emulsão

As emulsões foram preparadas através da homogeneização de 10 mL de uma solução do polissacarídeo a 1% (p:v) com 2,5 mL de óleo de soja mantendo a proporção 1:4 de óleo:material, com o auxílio de um homogeneizador Ultra-Turrax T50 (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a 6600 rpm durante 3 min. A capacidade emulsificante foi calculada utilizando-se a Equação 4:

$$\text{Cap. Emulsif. (\%)} = \frac{\text{Volume inicial da emulsão}}{\text{Volume total}} \times 100 \quad (\text{Eq. 4})$$

Depois da etapa de homogeneização, a emulsão permaneceu em repouso por 30 minutos. A emulsão foi então centrifugada com o auxílio de uma centrífuga de alta velocidade Hermle Z323K (Hermle, Labortechnik, Alemanha) durante 10 min a 1600 rpm (524 x g). A camada emulsificada foi medida e a estabilidade da emulsão foi calculada utilizando-se a Equação 5:

$$\text{Estab. Emulsão (\%)} = \frac{\text{Volume final da emulsão}}{\text{Volume inicial da emulsão}} \times 100 \quad (\text{Eq. 5})$$

2.4.4. Capacidade de formar espuma e estabilidade da espuma

Foi preparada uma dispersão a 3% (p:v) do polissacarídeo em água destilada, a qual foi mantida sob agitação constante e sob aquecimento (80 °C) até homogeneização. Em seguida, a solução foi submetida a agitação em Ultra-Turrax T50 (IKA®-WERKE Works Inc., Wilmington, NC, EUA) a 6600 rpm durante 5 min. A capacidade de formar espuma foi calculada imediatamente após a agitação (~ 30 s), conforme a Equação 6:

$$\text{Cap. de formar espuma (\%)} = \frac{\text{volume de espuma (inicial)}}{\text{volume total suspensão}} \times 100 \quad (\text{Eq. 6})$$

A estabilidade da espuma foi calculada com o volume de espuma após 30 minutos de agitação, utilizando-se a Equação 7:

$$\text{Estab. da espuma (\%)} = \frac{\text{volume final de espuma}}{\text{volume total suspensão}} \times 100 \quad (\text{Eq. 7})$$

2.5. Análises texturométricas

Os parâmetros texturométricos de índice de viscosidade, coesividade, consistência e firmeza do biopolímero foram analisados em um Texturômetro TAXT 2 plus. No ensaio, 100 g das amostras na concentração de 1% foram submetidas à análise no equipamento, com o penetrômetro introduzido de forma contínua sem intervalos entre a penetração e removido da mesma forma, os dados foram processados pelo software EXPONENT LITE 2009 do próprio aparelho originando tabelas e gráficos. O ensaio foi realizado em triplicata (Mittal; Mattu; Kaur, 2016). O alginato, um biopolímero comercial, foi utilizado como uma amostra para a comparação.

2.6. Análise da composição de monossacarídeos

Para a análise dos monossacarídeos que compõem o biopolímero de resíduo de graviola foi utilizada a metodologia descrita por Coelho *et al.* (2016). A amostra foi submetida a uma pré-hidrólise em 0,2 mL de H₂SO₄ a 72% (p:p) por 3 horas à temperatura ambiente, seguida por hidrólise de 2,5 h em H₂SO₄ 1 mol.L⁻¹ a 100 °C. Tanto os açúcares neutros quanto seus acetatos de alditóis foram analisados por Cromatografia Gasosa com Detector por Ionização de Chama (GC-FID). A hidrólise de todas as frações foi realizada em duplicata.

2.7. Caracterizações químicas e morfológicas do polissacarídeo

Os parâmetros utilizados para a caracterização do polissacarídeo obtido a partir dos resíduos de graviola foi a caracterização por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), difração de Raio-X (DRX), perfil térmico por

termogravimetria (TG) e sua derivada (DTG) e análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

2.7.1. Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A amostra de biopolímero de graviola foi preparada e analisada no Laboratório de Física dos Materiais - FisMat da Universidade Federal do Piauí. Os espectros da espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier foram obtidos no espectrofotômetro Spectrum 400 (PerkinElmer®), utilizando partilhas de KBr. Uma média de 16 varreduras a uma resolução de 4 cm^{-1} foi registrada na faixa de $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. O pico dos espectros foi analisado utilizando o software OriginPro 8.

2.7.2. Difração de Raios-X (DRX)

A análise da amostra de biopolímero de graviola foi conduzida a temperatura ambiente em aparelho XRD-6000 (SHIMADZU), utilizando radiação $K\alpha$ do cobre ($1,5418\text{ \AA}$), tensão de 40 kV e corrente 30 mA . A amostra foi examinada sob ângulo 2θ variando de $5,0$ e $75,0$ graus a uma velocidade de $2^\circ/\text{min}$.

2.7.3. Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG-DTG)

A análise termogravimétrica da amostra de biopolímero de graviola foi realizada utilizando-se um analisador termogravimétrico DSC-TGA (SDT Q600 V20.9) em atmosfera de ar inerte. Para a realização da varredura, a taxa de aquecimento foi compreendida entre 0 °C a 800 °C com um intervalo de 20 °C/min.

2.7.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A amostra, de biopolímero de graviola na forma de pó, foi montada em suporte de alumínio (*stubs*) com fita de carbono, revestidos por uma película de papel alumínio, cobertos com ouro (Au) em metalizadora Q150R (Quorum®), durante 30s, a 20 mA , por plasma gerado em atmosfera de argônio, em seguida foram observados em Microscópio Eletrônico de Varredura com canhão a emissão por campo Quanta FEG 250 (FEI®), com tensão de aceleração de 1 a 30 kV . Diversas imagens das amostras foram registradas digitalmente, em aumentos variáveis (1000 a $50000\times$).

2.7.5. Potencial Zeta

O Potencial Zeta (ζ) foi medido em Zetasizer Nano-ZS90 (Malvern TM) a 25 °C, para dispersão de Biop_AmPu em uma concentração de 0,1% (m / v) preparado em água obtida do sistema de purificação de água Milli-Q (Milli-Q System Millipore), as leituras foram feitas em triplicado após cinco minutos de equilíbrio.

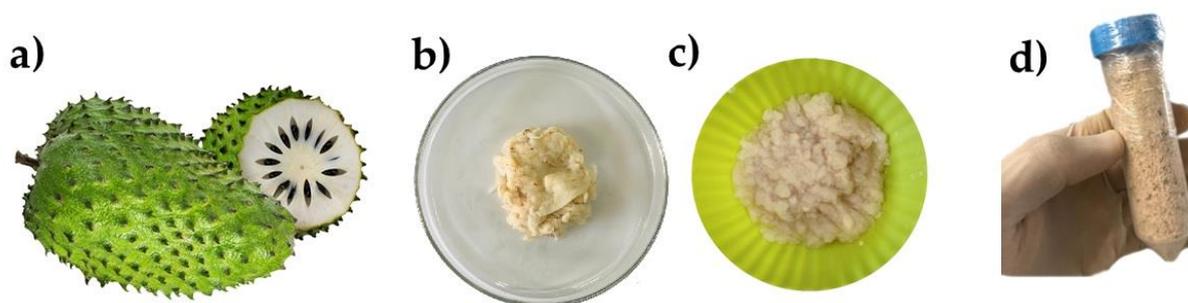
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No processamento industrial da graviola, uma grande quantidade de resíduos é gerada. Aproximadamente 80% dessa fruta é constituído de água, carboidratos e açúcares não redutores (Coria-Téllez *et al.*, 2018; Berumen-Varela *et al.*, 2019). Esta grande quantidade de resíduos de polpa despertou o interesse de nosso grupo de pesquisa em extrair e caracterizar o biopolímero dos resíduos de *A. muricata* (Biop_AmPu) contidos nesta amostra.

3.1. Rendimento e características do biopolímero Biop_AmPu

O biopolímero de graviola obtido na extração pode ser verificado na figura 1. A extração do biopolímero teve um rendimento aproximado de 7,5%. O biopolímero na forma de pó apresentou coloração amarelada, sem odor e com aspecto fibroso.

Figura 1 – Graviola (*Annona muricata* L.) (a); Resíduos de *A. muricata* (b); biopolímero hidratado de resíduos de *A. muricata* (Biop_AmPu) (c); e Biop_AmPu após purificação e secagem (d).



Fonte: Autor, 2021.

O valor do potencial zeta da amostra Biop_AmPu foi de -33,5 mV, indicando que o biomaterial possui caráter aniônico, o que pode estar relacionado à presença de grupos

hidroxila e carboxila na superfície da amostra (Pathak *et al.*, 2015; Bratuša *et al.*, 2019). Dispersões com valores entre ± 30 mV apresentam forças de repulsão fracas e alta tendência de agregação, o que diminui a formação de dispersões coloidais estáveis (Kang *et al.*, 2019). Assim, esse resultado indica a formação de um sistema coloidal estável que pode ser atraente para os setores farmacêutico, cosmético e alimentício (Sibaja-Hernández *et al.*, 2015).

3.2. Propriedades funcionais e textuométricas do biopolímero Biop_AmPu

Uma propriedade dos polissacarídeos naturais que atrai interesse é a capacidade emulsionante, essa propriedade de doador viscosidade atrai tanto a indústria alimentícia como a farmacêutica, por melhorar a textura de muitos produtos. São adicionados a emulsão com o propósito de estabilização, ao aumentar a viscosidade impedem a separação das fases da emulsão (Sharifian-Nejad e Shekarchizadeh, 2019; Wang *et al.*, 2018a).

Como mostrado na tabela 1 a capacidade emulsionante do polímero de graviola foi de $97,33\% \pm 4,618$, mostrando que o polissacarídeo apresenta alta atividade de emulsão. Jeddou *et al.* (2016) obteve valores maiores que 90% de capacidade emulsificante para o polissacarídeo de batata. A estabilidade da emulsão foi de 40%, uma boa estabilidade irá impedir a separação das fases, mostrando que emulsões preparadas com esse polímero apresentaram estabilidade mediana.

Tabela 1 – Propriedades funcionais do polissacarídeo obtido de resíduos de graviola (*Amona muricata*).

Propriedades funcionais	Resultados (%)
Capacidade de absorver água	$47,50 \pm 0,3$
Solubilidade	$16,78 \pm 4,8$
Capacidade emulsionante	$97,33 \pm 4,6$
Estabilidade da emulsão	$40 \pm 0,0$

Fonte: Autor, 2021

A capacidade de absorção de água obtida ($47,50\% \pm 0,33$) para o polímero de graviola foi moderada, essa propriedade está relacionada com a textura do polímero, pois depende da interação da água com o mesmo (Romdhane *et al.*, 2017), essa propriedade interessa a indústria de alimentos, pela possibilidade de aplicar o polímero como estabilizante e modificador de textura (Chen *et al.*, 2019), essa capacidade é proporcional ao

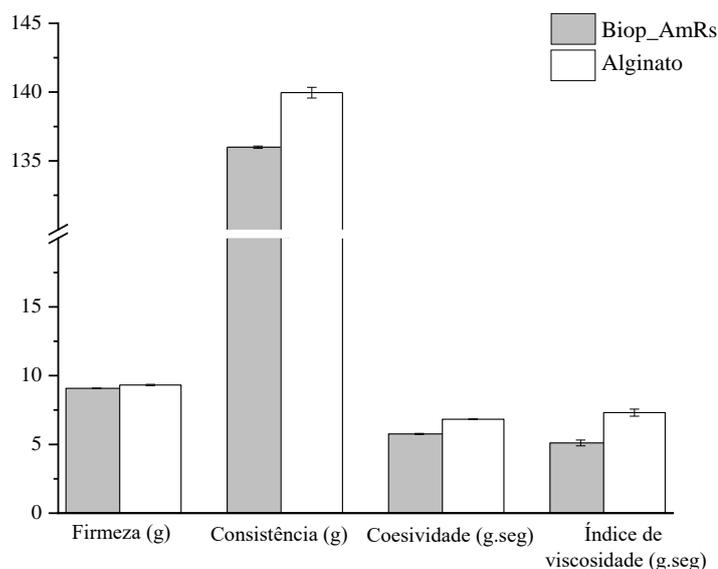
desdobramento das cadeias polissacarídicas, quando maior for o desdobramento mais água ele será capaz de absorver.

A absorção de água é uma propriedade importante também para construção civil, pois ele é capaz de fixar a água na estrutura, reduzindo quantidade de água livre da mistura produzindo um aumento da viscosidade (Paiva *et al.*, 2006). Quanto a solubilidade, para Zhu *et al.* (2017) pode afetar a interação polissacarídeo-polissacarídeo e polissacarídeo-água, como observado na tabela 3 o polímero apresentou baixo valor de solubilidade (16,78%), como essa característica está relacionada com o teor de moléculas solúveis, indicando baixa concentração no polissacarídeo em questão (Bouaziz *et al.*, 2016).

Segundo Gheribi *et al.* (2019) a espuma é definida como bolhas de gás dispersas em fase aquosa. Essa propriedade confere flexibilidade à mucilagem, e está relacionada com a composição do polissacarídeo sendo que este em questão não apresentou formação de espuma (Alpizar-Reyes *et al.*, 2017).

Os parâmetros texturométrico do biopolímero Biop_AmPu pode ser visto na Figura 2. Foi possível observar que os parâmetros firmeza, consistência, coesividade e índice de viscosidade foram comparáveis ao biopolímero alginato. Ambas as amostras testadas se apresentaram com soluções viscosas. A firmeza de uma formulação ou amostra é o reflexo de sua dureza. É a força positiva máxima necessária para deformar ou penetrar uma amostra (Meher *et al.*, 2013; Yadav *et al.*, 2014). Melhores valores de firmeza são apresentados por amostras que possuem maior viscosidade, e isso é atribuído a diminuição da força de cisalhamento (Mittal *et al.*, 2016). Valores mais altos de firmeza também implicam em menor espalhabilidade do produto (Meher *et al.*, 2013). A consistência da amostra está relacionada ao trabalho realizado com a força necessária para extrudir a amostra (Meher *et al.*, 2013). Segundo Bogdan *et al.*, 2016 a diminuição da consistência aumenta a facilidade de retirada do produto do recipiente e facilitar a aplicação sobre a pele. A coesividade é um parâmetro avaliado durante o levantamento do probe do texturômetro e corresponde as propriedades percebidas na mão quando o produto é retirado da sua embalagem (Olatunji, 2016). Esse é outro parâmetro que indica a força de laços internos que são responsáveis pela elegância de um creme, por exemplo (Meher *et al.*, 2013). Os parâmetros texturométrico do biopolímero Biop_AmPu foram atrativos para aplicações em diversas áreas.

Figura 2 – Análise dos parâmetros texturométrico das amostras.



Fonte: Autor, 2021.

3.3. Caracterização de composição de monossacarídeos do biopolímero Biop_AmPu

A análise de composição de açúcares e ácido urônico mostrado na tabela 2, indicou que o polissacarídeo é composto por xilose e arabinose ambos com percentuais molares de 10 %, apresentando ainda manose, galactose e glicose com 3,0, 6,0, 42,0 % respectivamente. Sendo que o principal monossacarídeo da composição foi a glicose. Foi obtido um teor de 28% de ácido urônico, apontando o polímero como heteropolissacarídeo, composto por várias unidades de açúcar diferentes organizados de forma repetitiva, tem a propriedade de aumentar a cremosidade de uma preparação (Prechtl *et al.*, 2018; Zhu *et al.*, 2017).

Tabela 2 – Composição de açúcares da amostra de polissacarídeo extraído do resíduo industrial da graviola (*Annona muricata*)

Amostra	Composição					A.U.	Total (mg. g ⁻¹)
	Monossacarídeos (Mol %)						
	Ara	Xyl	Man	Gal	Glc		
Biop_AmPu	10	10	3	6	42	28	505,88

Biop_AmPu: Biopolímero de resíduos de *A. muricata*. **Ara:** arabinose. **Xyl:** xilose. **Man:** manose. **Gal:** galactose. **Glc:** glicose. **U.A.:** ácido urônico.

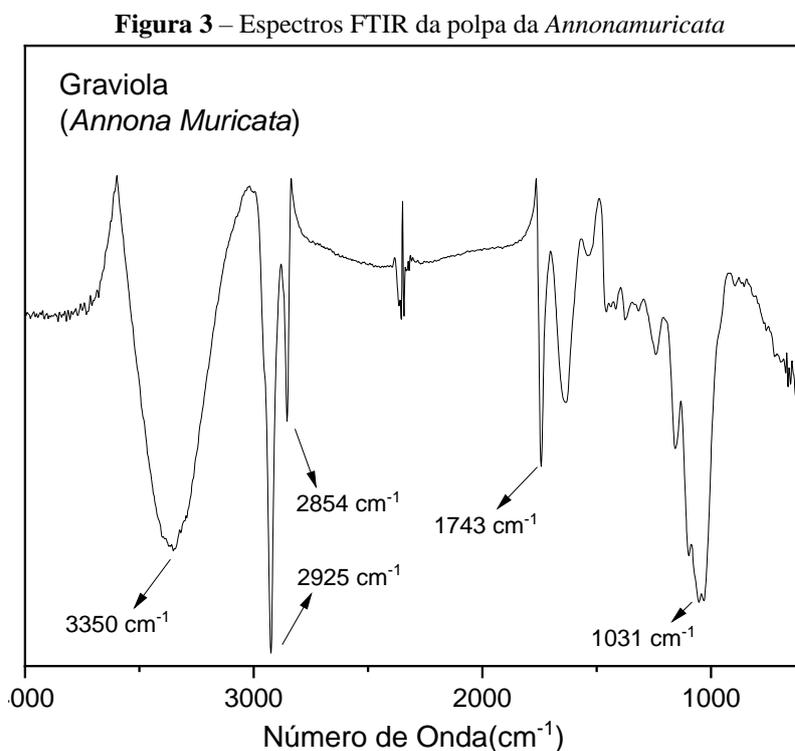
Fonte: Autor, 2021

As espécies reativas são produzidas e reguladas naturalmente no organismo humano, todavia, quando os mecanismos regulatórios falham essas espécies reativas (espécies reativas de oxigênio, ânion superóxido, radical hidroxila, espécies reativas de nitrogênio) causam danos celulares responsáveis por desencadear várias doenças. O óxido nítrico apresenta papel fisiológico como na regulação da pressão arterial, mas também causa estresse oxidativo. Por esse motivo o interesse em substâncias antioxidantes, que são capazes de combater os danos causados pelas espécies reativas. Com relação a supressão das espécies reativas de nitrogênio, a solução de polissacarídeo de graviola não apresentou atividade antioxidante frente a essa espécie (Silva e Teixeira, 2015).

3.4. Caracterização do biopolímero Biop_AmPu

3.4.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Foi utilizado o FTIR para conhecer os grupos funcionais contido no extrato da Graviola. Nos resultados da análise FTIR (Figura 3) da Graviola foi possível observar a banda em torno de 3350 cm^{-1} que é atribuída ao alongamento dos grupos hidroxila (OH). As bandas 2925 cm^{-1} e 2854 cm^{-1} são devido aos alongamentos assimétricos dos limites de CH_2 e CH_3 , respectivamente. O sinal em 1743 cm^{-1} está relacionado a $\text{C}=\text{O}$ e atribuído a ésteres e cetonas. Limites $\text{C}-\text{O}$, relacionados aos grupos aldeídos ou carboxila, podem ser observados em e 1031 cm^{-1} . Estes resultados corroboram com o estudo realizado por Pang *et al.* (2020).

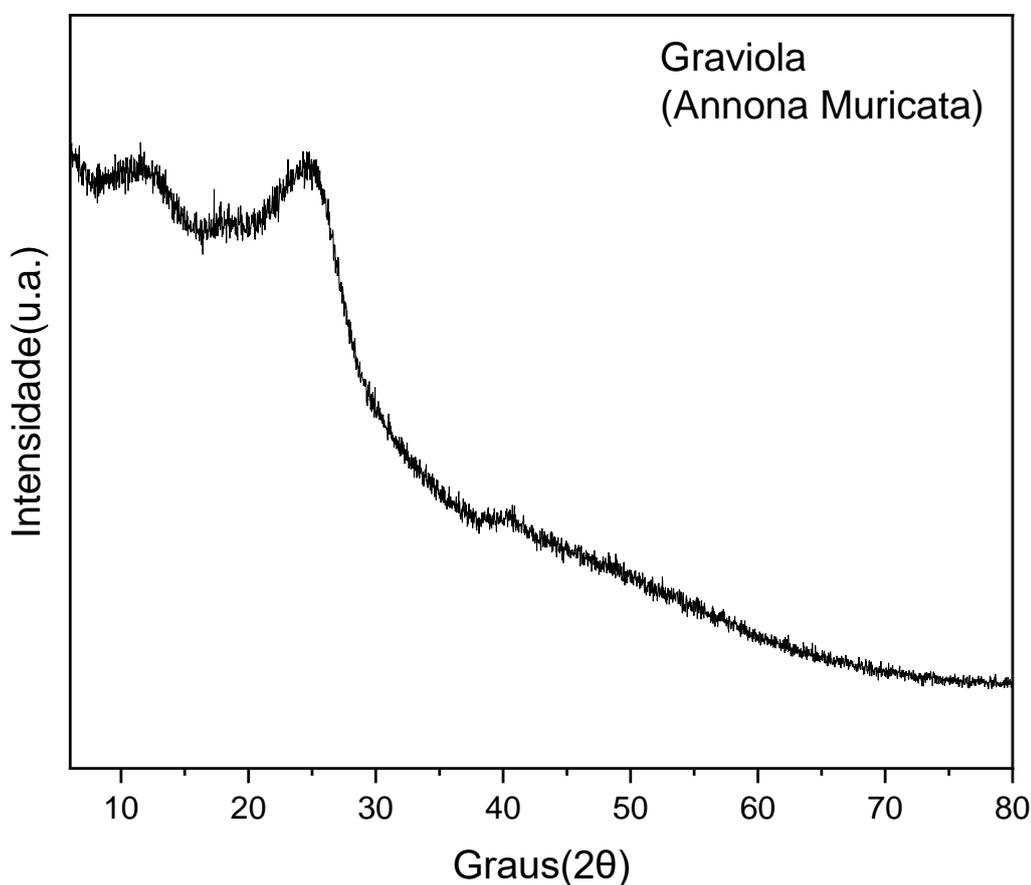


Fonte: Autor, 2021

3.4.2. Difração de Raios-X (DRX)

A análise de Difração de Raios-X pode fornecer dados sobre a natureza amorfa e cristalinidade do material estudado. Verificou-se que a polpa da graviola (*Annonamuricata*) apresentou uma característica amorfa, pois apresentam ombros e não picos (Monfregola *et al.*, 2011). O difratograma da amostra de graviola mostra dois ombros distintos (Figura 4). O primeiro em $11,50^\circ$ de 2θ é apresentada-se com menor intensidade. O segundo em $24,75^\circ$ de 2θ é bem expressivo. Não há uma análise comparativa na literatura, pois o mesmo ainda não foi realizado.

Figura 4 – Padrões de difração de raios-X de polissacarídeo de Graviola (*Annonamuricata*)



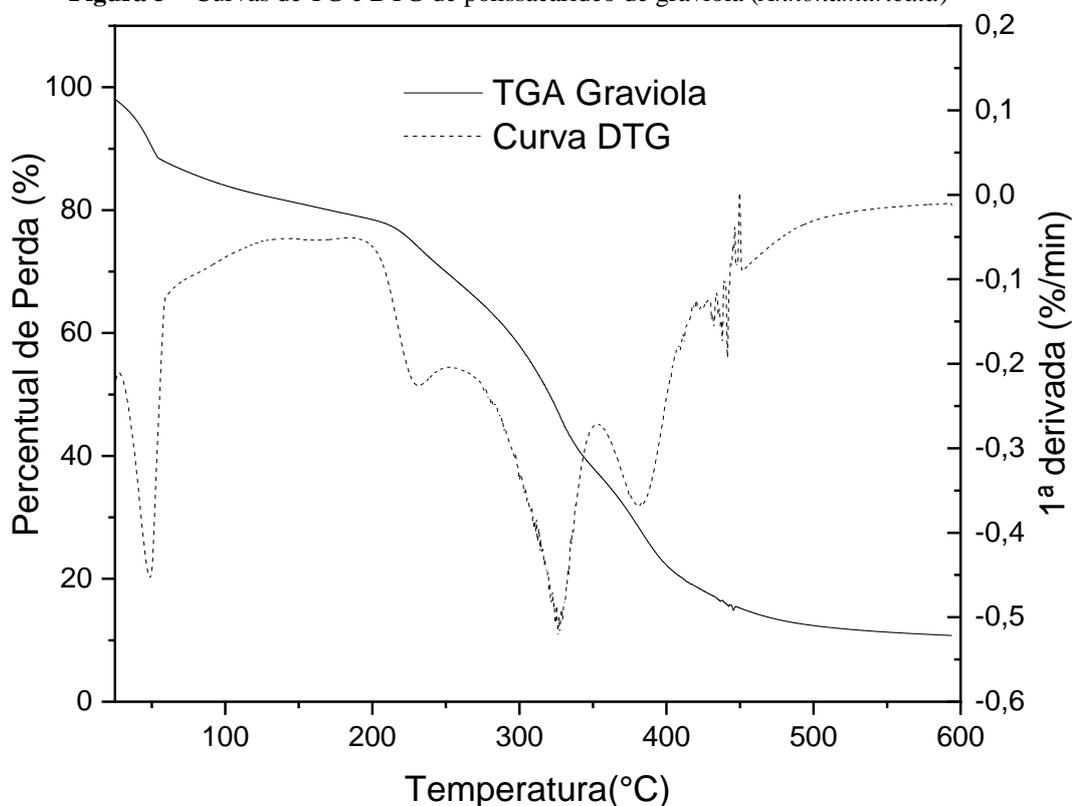
Fonte: Autor, 2021

3.4.3. Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG-DTG)

Pela imagem (Figura 5) abaixo percebe-se que há perda de massa em quatro etapas para a amostra. O primeiro estágio de perda de massa começa por volta de 28°C até $59,5^\circ\text{C}$ e corresponde a cerca de 10% de perda de massa de água presente na amostra, isso

pode estar relacionado a umidade higroscópica. O segundo evento de perda de massa inicia em cerca de 188 °C a 254 °C e corresponde à principal perda de massa, num total de 17% da amostra; nessa etapa ocorre a perda de grupos ácidos da cadeia lateral e carbonosos. O terceiro corresponde à etapa oxidativa e pode ser avaliado em 27% do total da amostra em 270 °C a 350 °C. A quarta corresponde a etapa de degradação do material e pode ser avaliado em 19% do total da amostra. O teor de cinzas pode estimado em aproximadamente 28%. A tabela 3 resume numericamente o ocorre na análise termogravimétrica.

Figura 5 – Curvas de TG e DTG de polissacarídeo de graviola (*Annonamuricata*)



Fonte: Autor, 2021

Na tabela 3 abaixo ilustra os quartos eventos da figura 5, demonstrando sua massa perdida em mg e percentual, tanto isoladamente quanto acumulados, as suas temperaturas de pico extraídos no gráfico de DTG e a faixa de temperatura onde ocorreram as reações.

Tabela 3 – Etapas de degradação do polissacarídeo de graviola (*Annona muricata*) e perda de massa.

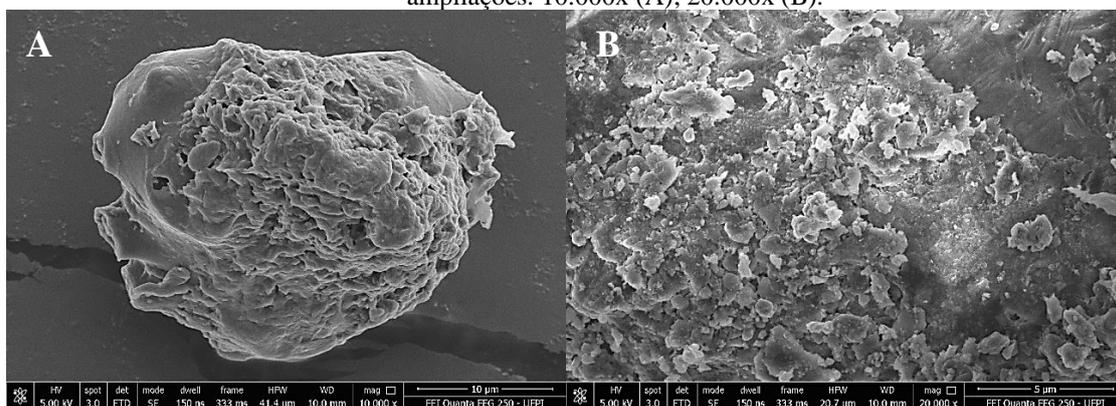
Evento	1	2	3	4	Resíduos
Massa perdida (mg)	0,7856	1,4443	2,2624	1,6346	2,3837
Massa perdida (%)	9,23	16,97	26,58	19,21	28,01
Massa perdida Acumulada (%)	9,23	26,20	52,78	71,99	100,00
Temperatura DTG - Pico (°C)	49	232	326	382	-
Faixa de temperatura (°C)	28 - 59,5	188 - 254	270 - 350	360 - 410	> 410

Fonte: Autor, 2021

3.4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) da amostra da *Annona muricata* seca foi feita com o intuito de avaliar a morfologia das partículas obtidas. A figura 6 mostra o polissacarídeo de graviola avaliado por MEV. As partículas geradas apresentaram estruturas globulares em 10.000x e irregularidades em sua superfície, expressos por achatamentos. Estas estruturas podem ser devidas à presença de proteínas globulares no pó do biopolímero. A microestrutura se mostra em 20.000x se mostra mais áspera e irregular, o que pode ser devido à presença de outros açúcares, proteínas, fibras e macromoléculas. Um padrão semelhante de imagens MEV foi observado por Kumar *et al.* (2021).

Figura 6 – Micrografia da amostra seca de polissacarídeo de graviola (*Annona muricata*). Imagem em diferentes ampliações: 10.000x (A); 20.000x (B).



Fonte: Autor, 2021

A morfologia da superfície do polissacarídeo de graviola mostra irregularidades, com a presença de poros e frestas. De acordo com Vendruscolo *et al.*, 2009 o método de secagem empregado no processamento influencia na morfologia de materiais. Outra informação relevante é que agregados fibrosos de tamanho e distribuição irregulares afetam a viscosidade intrínseca e o peso molecular do polímero, pois o aumento do tamanho e da área superficial de uma partícula aumenta a sua capacidade de hidratação (Jamir *et al.*, 2019).

4. CONCLUSÃO

A obtenção de polissacarídeos a partir de resíduos de frutas representa um potencial de aplicação na indústria farmacêutica, alimentos e da construção civil na produção de argamassas, visto que esse produto de extração é de origem natural, não tóxicos, com baixo efeito colateral e com propriedades tecnológicas que permitem o desenvolvimento de outros produtos que vão gerar impacto positivo ao ambiente, tendo em vista a utilização desses resíduos industriais, o resíduo industrial de graviola é composto por uma massa fibrosa da fruta juntamente com as sementes, de onde foi extraído o polissacarídeo que tem suas propriedades tecnológicas pouco exploradas.

O biopolímero extraído dos resíduos da graviola na forma de pó tem coloração amarelada e fibrosa. Foi obtido com um rendimento de 7,5%. As propriedades funcionais verificadas do polissacarídeo da graviola foram a capacidade emulsionante ($97,33 \pm 4,6$ %), estabilidade da emulsão (40%), capacidade de absorção de água ($47,50 \pm 0,33$ %), solubilidade ($16,78 \pm 4,8$ %), capacidade de formar espuma (0%) e estabilidade da espuma (0%). As análises de composição de açúcares indicaram que o polissacarídeo é composto por arabinose (10%), xilose (10%), manose (3%), galactose (6%) e glicose (42%), obtendo o total de 505,88 mg/g. A amostra também apresentou 28 % de ácido urônico. As análises físico-químicas e químicas demonstraram padrões estruturais característicos de polissacarídeos vegetais. Nas análises morfológicas por MEV é possível observar que o material é constituído de agregados fibrosos de tamanho e distribuição não-uniformes.

5. REFERÊNCIAS

- Alpizar-Reyes, E. *et al.* (2017). Functional properties and physicochemical characteristics of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seed mucilage powder as a novel hydrocolloid. *Journal of Food Engineering*, 209, 68-75.
- Archana, G., Sabina *et al.* (2013). Preparation and characterization of mucilage polysaccharide for biomedical applications. *Carbohydrate polymers*, 98(1), 89-94.
- Berumen-Varela, G., Hernández-Oñate, M. A., e Tiznado-Hernández, M. E. (2019). Utilization of biotechnological tools in soursop (*Annona muricata* L.). *Scientia Horticulturae*, 245, 269-273.
- Bogdan, C., Moldovan, M. L., Man, I. M., & Crişan, M. (2016). Preliminary study on the development of an antistretch marks water-in-oil cream: ultrasound assessment, texture analysis, and sensory analysis. *Clinical, cosmetic and investigational dermatology*, 9, 249–255.
- Bouaziz, F. *et al.* (2016). Water-soluble polysaccharides and hemicelluloses from almond gum: Functional and prebiotic properties. *International journal of biological macromolecules*, 93, 359-368.
- Bratuša, A. *et al.* (2019). Functional dextran amino acid ester particles derived from N-protected S-trityl-L-cysteine, *Colloids Surf. B: Biointerfaces*, 181, 561-566.
- Chen, G. *et al.* (2019). High-pressure ultrasonic-assisted extraction of polysaccharides from *Mentha haplocalyx*: Structure, functional and biological activities. *Industrial Crops and Products*, 130, 273-284.
- Coelho, E. *et al.* (2016). Revisiting the structural features of arabinoxylans from brewers' spent grain. *Carbohydrate polymers*, 139, 167-176.
- Coria-Téllez, A. V. *et al.* (2018). *Annona muricata*: A comprehensive review on its traditional medicinal uses, phytochemicals, pharmacological activities, mechanisms of action and toxicity. *Arabian Journal of chemistry*, 11(5), 662-691.
- Fernández, V. *et al.* (2007). Contenido mineral de laguanábana (*Annona muricata*) cultivada en el occidente de Venezuela. *Boletín del Centro de Investigaciones Biológicas, Universidad del Zulia, Maracaibo, Venezuela*. 41(1) 86–95.
- Funami, T. (2017). In vivo and rheological approaches for characterizing food oral processing and usefulness of polysaccharides as texture modifiers- A review. *Food Hydrocolloids*, 68, 2-14.
- Gavamukulya, Y. *et al.* (2014). Phytochemical screening, anti-oxidant activity and in vitro anticancer potential of ethanolic and water leaves extracts of *Annona muricata* (Graviola). *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine*, 7, 355-363.
- Gheribi, R., Habibi, Y., e Khwaldia, K. (2019). Prickly pear peels as a valuable resource of added-value polysaccharide: Study of structural, functional and film forming properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 126, 238-245.

Guzmán, F. (1992). La guanábana. Revisión bibliográfica. Federación nacional de cafeteros de Colombia. 3a . ed. LitografíaAtlas, Ibagué, Colombia. 232-253.

Instituto Nacional de Nutrición (INN). (1999). Tabla de composición de alimentos para uso práctico. Ministerio de salud y asistencia social, Dirección técnica: División de investigaciones en alimentos. *Serie Cuadernos Azules.*, 50. Caracas – Venezuela. 71 p.

Jamir, K. *et al.* (2019). Characterization and comparative studies of galactomannans from *Bauhinia vahlii*, *Delonix elata*, and *Peltophorum pterocarpum*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 134, 498–506.

Jeddou, K. B. *et al.* (2016). Structural, functional, and antioxidant properties of water-soluble polysaccharides from potato peels. *Food Chemistry*, 205, 97-105.

Kang, X. *et al.* (2019). Effects of inorganic cations and organic polymers on the physicochemical properties and microstructures of kaolinite suspensions. *Appl. Clay Sci.*, 176, 38-48.

Lam, S. S. *et al.* (2016). Fruit waste as feedstock for recovery by pyrolysis technique. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 113, 325-333.

Liu, J. *et al.* (2018). Recent advances in flavonoid-grafted polysaccharides: Synthesis, structural characterization, bioactivities and potential applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 116, 1011-1025.

Liu, L. *et al.* (2019). Natural polysaccharides exhibit anti-tumor activity by targeting gut microbiota. *International Journal of Biological Macromolecules*, 121, 743-751.

Li, X. *et al.* (2017). Immunomodulatory effects of an acetylated Cyclocaryapaliurus polysaccharide on murine macrophages RAW264.7. *International Journal of Biological Macromolecules*, 98, 576-581.

Meng, X., Liang, H. e Luo, L. (2016). Antitumor polysaccharides from mushrooms: a review on the structural characteristics, antitumor mechanisms and immunomodulating activities. *Carbohydrate Research*, 424, 30-41.

Meher, J.G.; Yadav, N.P.; Sahu, J.J.; Sinha, (2013). P. Determination of required hydrophilic–lipophilic balance of citronella oil and development of stable cream formulation. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 2013; 39(10): 1540–1546.

Mittal N., Mattu P., Kaur G. Extraction and derivatization of *Leucaena leucocephala* (Lam.) galactomannan: Optimization and characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 92, 831-841, 2016.

Monfregola, L. *et al.* (2011). Physical and water sorption properties of chemically modified pectin with an environmentally friendly process. *Biomacromolecules*, 12, 2311-2318..

Muñoz, L. A. *et al.* (2012). Chia seeds: microstructure, mucilage extraction and hydration. *Journal of Food Engineering*, 108(1), 216-224.

Oboh, G. *et al.* (2015). Starch composition, glycemic indices, phenolic constituents, and antioxidative and antidiabetic properties of some common tropical fruits. *Journal of Ethnic Foods*, 2(2), 64-73.

- Pang, X.*et al.* (2020). Preparation and characterization of a novel mountain soursop seeds powder adsorbent and its application for the removal of crystal violet and methylene blue from aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal*, 391, 123617.
- Pathak, P.O. et al., (2015). Cholesterol anchored arabinogalactan for asialoglycoprotein receptor targeting: synthesis, characterization, and proof of concept of hepatospecific delivery. *Carbohydr. Res.* 408, 33-43.
- Pinto, A.C. Q. e Genú, P.J.C. (1984). Contribuição ao estudo técnico científico da graviola (*Annonamuricata* L.) In: Congresso Brasileiro de Fruticultura, 7., 1984. Florianópolis. Anais... Florianópolis: SBF / EMPASC,2, 529-546.
- Pinto, N. C. C et al. (2017). Antimicrobial *Annona muricata* L. (soursop) extract targets the cell membranes of Gram-positive and Gram-negative bacteria. *Industrial Crops & Products*, 107,332-340.
- Prechtl, R. M. *et al.* (2018). Structural characterization of the surface-associated heteropolysaccharide of *Lactobacillus plantarum* TMW 1.1478 and genetic analysis of its putative biosynthesis cluster. *Carbohydrate polymers*, 202, 236-245.
- Qureshi, A. S. *et al.* (2017). Fruit waste to energy through open fermentation. *Energy Procedia*, 142, 904-909.
- Ramírez, A. e Delahaye, E. P. (2011). Composición química y compuestos bioactivos presentes en pulpas de piña, guayaba y guanábana. *Interciencia*, 36(1), 71-75.
- Roduan, M. R. M. *et al.* (2019). Cytotoxicity, antitumor-promoting and antioxidant activities of *Annona muricata* in vitro. *Journal of herbal medicine*, 15, 100219.
- Romdhane, M. B.*et al.*(2017). Optimization of polysaccharides extraction from watermelon rinds: Structure, functional and biological activities. *Food Chemistry*, 216, 355-364.
- Sharifian-Nejad, M. S., Shekarchizadeh, H. (2019). Physicochemical and functional properties of oleaster (*Elaeagnus angustifolia* L.) polysaccharides extracted under optimal conditions. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 946-954.
- Sibaja-Hernández, R. et al. (2015). Physicochemical, shear flow behaviour and emulsifying properties of *Acacia cochliacantha* and *Acacia farnesiana* gums. *Ind. Crops Prod.*, 67, 161-168.
- Silva, L. R., e Teixeira, R. (2015). Phenolic profile and biological potential of *Endopleura uchi* extracts. *Asian Pacific journal of tropical medicine*, 8(11), 889-897.
- Torres, M. P.*et al.* (2012). Graviola: A novel promising natural-derived drug that inhibits tumorigenicity and metastasis of pancreatic cancer cells in vitro and in vivo through altering cell metabolism. *Cancer Letters*, 323, 29-40.
- Vendruscolo, C. W. *et al.* (2009). Physicochemical and mechanical characterization of galactomannan from *Mimosa scabrella*: Effect of drying method. *Carbohydrate Polymers*, 76(1), 86–93.

Wang, L. *et al.* (2018a). Physicochemical, functional, and biological properties of water-soluble polysaccharides from *Rosa roxburghii* fruit. *Food Chemistry*, 249, p. 127-135, 2018a.

Wang, L. *et al.* (2018b). Purification, characterization and immunomodulatory activity of water extractable polysaccharides from the swollen culms of *Zizania latifolia*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107, 882-890.

Xie, J. *et al.* (2016). Sulfated modification, characterization and antioxidant activities of polysaccharide from *Cyclocaryapaliurus*. *Food Hydrocolloids*, 53, 7-15.

Xie, J. *et al.* (2015). Preparation, characterization and antioxidant activities of acetylated polysaccharides from *Cyclocaryapaliurus* leaves. *Carbohydrate Polymers*, 133, 596-604.

Xie, J. *et al.* (2013). Purification, physicochemical characterisation and anticancer activity of a polysaccharide from *Cyclocaryapaliurus* leaves. *Food Chemistry*, 136, 1453-1460.

Yadav, N. P., Rai, V. K., Mishra, N., Sinha, P., Bawankule, D. U., Pal, A., Tripathi, A. K., & Chanotiya, C. S. (2014). A novel approach for development and characterization of effective mosquito repellent cream formulation containing citronella oil. *BioMed research international*, 2014, 786084.

Yu, Y. *et al.* (2018). Biological activities and pharmaceutical applications of polysaccharide from natural resources: A review. *Carbohydrate Polymers*, 183, 91-101.

Zhu, D. *et al.* (2017). Insights into physicochemical and functional properties of polysaccharides sequentially extracted from onion (*Allium cepa* L.). *International Journal of Biological Macromolecules*, 105, 1192-1201.

CAPÍTULO 3:
**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA
CIMENTÍCIA COM INCORPORAÇÃO DO
BIOPOLÍMERO DE RESÍDUOS DE *ANNONAMURICATA***

OBTAINING AND CHARACTERIZING CEMENTITIOUS MORTAR WITH INCORPORATION OF THE BIOPOLYMER FROM ANNONA MURICATA RESIDUES

Samuel Campelo Dias^{1}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²*

¹Postgraduate program in Materials Science and Engineering

²Federal University of Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

ABSTRACT

This research aimed to obtain and characterize mortar with incorporation of the biopolymer of unpurified residues of *Annona muricata* (Biop_AmRs) to verify its potential in applications in civil construction. The soursop residues were obtained in a fruit pulp factory located in the city of Teresina-PI. Initially, the soursop polysaccharide was extracted and its yield calculated. The biopolymer in the form of a yellowish and fibrous powder was obtained with a yield of 22%. The verified physicochemical properties of the soursop polysaccharide were acidity (4.76), pH (3.99), moisture (5.82%), protein (1.78%), ash (1.51%) and total fiber (54.56%). The mortar fine aggregate was characterized by grain size (medium sand, $D_{max}=1.2\text{mm}$; $MF=2.3$), specific mass (2.62 g/cm^3) and swelling ($UC=4.5\%$; Swelling Coefficient= 1.412). Concentrations were made in mass addition of the extracted soursop powder in percentages of 0% (Standard sample), 1%, 3%, 5% and 7%. Consistency tests of the mortar sample in its fresh state were performed using the consistency table with and without incorporation and Biop_AmRs obtaining an improvement for samples up to 5% of waste addition and for the hardened samples, samples were molded for mechanical tests of compressive strength at the ages of 7 and 28 days, and tensile adhesion test on substrate at the age of 28 days. The addition of the biopolymer of soursop residue powder in the mixture improved the workability of the mortar and the water/cement factor, consequently improving its strength and durability. The compressive strength of the specimens at initial and final ages, 7 days and 28 days, were obtained showing that when 1% of the Biop_AmRs waste was added there was a 5% increase in strength compared to the standard sample, but when a higher concentration is added there is a considerable loss in strength. The test of adherence to traction on the substrate at the age of 28 days showed that there was loss of strength when adding 1% of soursop residue and that no adherence was obtained when increasing the concentration.

Keywords: mortar, polysaccharide, *Annona muricata*.

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ARGAMASSA CIMENTÍCIA COM INCORPORAÇÃO DO BIOPOLÍMERO DE RESÍDUOS DE *ANNONA MURICATA*

Samuel Campelo Dias^{1*}, Marcília Pinheiro da Costa², Stanley Juan Chavez Gutierrez²

¹Programa de pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais

²Universidade Federal do Piauí

samuel.c.dias@hotmail.com

RESUMO

Esta pesquisa teve como objetivo obter e caracterizar argamassa com incorporação do biopolímero de resíduos não purificado da *Annona muricata* (Biop_AmRs) para verificar seu potencial em aplicações na construção civil. A obtenção dos resíduos da graviola foram em uma fábrica de polpa de frutas localizada na cidade de Teresina-PI. Inicialmente, o polissacarídeo da graviola foi extraído e seu rendimento calculado. O biopolímero na forma de pó amarelado e fibroso foi obtido com um rendimento de 22%. As propriedades físico-químicas verificadas do polissacarídeo da graviola foram a acidez (4,76), pH (3,99), umidade (5,82%), proteína (1,78%), cinzas (1,51%) e fibra total (54,56%). O agregado miúdo da argamassa foi caracterizado por granulometria (areia média, $D_{max}=1,2\text{mm}$; MF=2,3), massa específica (2,62 g/cm³) e inchamento (UC=4,5%; Coeficiente de Inchamento=1,412). As concentrações foram feitas em adição em massa do pó da graviola extraída em percentuais de 0% (amostra Padrão), 1%, 3%, 5% e 7%. Foram realizados ensaios de consistência da amostra de argamassa em seu estado fresco utilizando a mesa de consistência com e sem incorporação e Biop_AmRs obtendo uma melhoria para amostras até 5% de adição de resíduos e para as amostras endurecidas foram moldadas as amostras para ensaios mecânicos de resistência à compressão, nas idades de 7 e 28 dias, e ensaio de aderência a tração em substrato, na idade de 28 dias. A adição do biopolímero do resíduo da graviola em pó na mistura melhorou a trabalhabilidade da argamassa e o fator água/cimento, por consequência melhorando sua resistência e durabilidade. O rompimento à compressão dos corpos de prova nas idades iniciais e final, 7 dias e 28 dias, foram obtidos mostrando que ao adicionar 1% do resíduo de Biop_AmRs teve aumento de sua resistência de 5% em relação à amostra Padrão, mas quando parte para uma concentração maior há perda considerável na sua resistência. O teste de aderência à tração no substrato na idade de 28 dias demonstrou que houve perda de resistência ao adicionar 1% do resíduo da graviola e que não obteve aderência ao aumentar a concentração.

Palavras-chave: argamassa, polissacarídeo, *Annona muricata*.

1. INTRODUÇÃO

Muitos resíduos agrícolas são produzidos no mundo todo com um volume estimado de 1000 milhões de toneladas sendo gerados como resíduos. Um dos principais contribuintes para esses dados são os resíduos de plantas, que representam mais de 80% do total de resíduos gerados (Obi *et al.*, 2016). A questão da destinação dos resíduos gerados por todos os tipos de atividades, sejam de origem industrial, agroindustrial ou urbana, tem aumentado nas últimas décadas (Vieira e Monteiro, 2009). Nesse sentido, a reciclagem de qualquer tipo de resíduo sempre traz um benefício indiscutível ao reduzir os impactos ambientais que representam o depósito desses materiais. Os resíduos alimentares podem ser gerados em qualquer etapa da produção de alimentos, incluindo a colheita, perdas na etapa de processamento e fabricação (Slorach *et al.*, 2019).

Destacam-se como os principais resíduos obtidos no setor agroindustrial as folhas, cascas, sementes, caroços, polpas, farelos e bagaços, entre outros (Angiolillo, Del Nobile e Conte, 2015). Geralmente estes resíduos são utilizados para alimentação animal, transformados em combustível biorenováveis, além de uma variedade de produtos, como biofertilizantes, biofibras, entre outros (Carciochi *et al.*, 2017). De acordo com Savastano *et al.* (2000) os resíduos vegetais também são utilizados para desenvolver compósitos cimentícios. Uma forma de aumentar a sustentabilidade da indústria da construção envolve a incorporação de resíduos de sua ou outras indústrias em novos materiais de construção e é uma alternativa interessante (Pappu, Saxena e Asolekar, 2007).

Demonstrou-se que ao adicionar tais materiais há vantagens de melhorias das propriedades físicas e mecânicas, e também da sua durabilidade e a microestrutura (Mohamed *et al.*, 2021). Dessa forma os materiais sintéticos receberam atenção especial por causa de questões variadas, uma delas é a dificuldade de reciclagem e a não-biodegradabilidade, o que acaba gerando grandes acúmulos deste tipo de material na natureza, em depósitos e lixões (Marinelli *et al.* 2008).

Em busca soluções para tais problemas ambientais, diversas pesquisas na área de compósitos poliméricos estão sendo realizados garantindo a preservação do ambiente proporcionando assim um melhor padrão de vida a sociedade. Dentre as pesquisas nesta área o que veem crescendo são as que buscam a aplicação de modificadores naturais, como por exemplo os polissacarídeos (Balzer *et al.* 2007). Nesse contexto, esta pesquisa teve como objetivo a obtenção e caracterização de argamassa cimentícia com incorporação de polissacarídeo de resíduos de *Annona muricata*.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Cimento

Foi utilizado o cimento CII Z-32. As propriedades físicas e químicas do cimento utilizado são apresentadas na tabela 1, tabela 2, respectivamente.

Tabela 1 – Propriedades físicas do cimento Portland.

ENSAIOS FÍSICOS	Especificação	Norma
Blaine (cm ² /g)	>2600	NBR 16372
Tempo de início de pega (h:min)	>1	NBR 16607
Tempo de fim de pega (h:min)	<10	NBR 16607
Finura na peneira # 200 (%)	<12,0	NBR 11579
Expansibilidade a quente (mm)	<5,0	NBR 11582
Resistência à compressão 3 dias (MPa)	>10,0	NBR 7215
Resistência à compressão 7 dias (MPa)	>20,0	NBR 7215
Resistência à compressão 28 dias (MPa)	>32,0	NBR 7215

Fonte: Autor, 2021.

Tabela 2 – Propriedades químicas do cimento Portland.

ENSAIOS QUÍMICOS	Especificação	Norma
Perda ao fogo (%)	<6,5	NBR NM 18
Resíduo insolúvel (%)	<16,0	NBR NM 15
Trióxido de enxofre – SO ₃ (%)	<4,0	NBR NM 16
Óxido de cálcio livre – CaO Livre (%)	–	NBR NM 13
Óxido de magnésio – MgO (%)	<6,5	NBR NM 11-2
Óxido de alumínio – Al ₂ O ₃ (%)	–	NBR NM 11-2
Óxido de silício – SiO ₂ (%)	–	NBR NM 11-2
Óxido de ferro – Fe ₂ O ₃ (%)	–	NBR NM 11-2
Óxido de cálcio – CaO (%)	–	NBR NM 11-2
Equivalente alcalino (%)	–	–

Fonte: Autor, 2021.

2.2. Agregado miúdo

A areia foi coletada em uma jazida localizada em Teresina-PI, nas coordenadas geográficas 5°07'33.5"S e 42°46'00.7"W e foi levada para o laboratório para caracterização granulométrica, massa específica, inchamento e teor de vazios.

2.2.1. Granulometria do agregado miúdo

Após a secagem da areia em estufa em uma temperatura de 105 a 110 °C, foi separado 2000g do agregado miúdo e realizado o peneiramento conforme NBR NM 248

(2003). Nas figuras 1a e 1b mostram a pesagem da areia e seu aspecto quando coletada e o material retido nas peneiras, respectivamente.

Figura 1 – a) Pesagem da areia e b) material retido nas peneiras



Fonte: Autor, 2021.

2.2.2. Massa específica do agregado miúdo

A norma que regulamentam este ensaio é a DNER-ME 194 (1998). Ele é feito para determinar o valor real do agregado, pois é colocada a água dentro do frasco, conhecido como *Chapman*, representado na figura 2, que faz com que os espaços de ar presentes entre as partículas de areia sejam ocupados totalmente.

Figura 2 – Frasco Chapman



Fonte: Autor, 2021.

Neste ensaio é permitido que o agregado seja calculado da melhor maneira facilitando a elaboração do volume do traço de concreto.

Abaixo é demonstrado o cálculo utilizado para definição da massa específica do agregado miúdo conforme norma foi de acordo com equação 1:

$$\gamma = \frac{500}{L-200} \quad (\text{Eq.1})$$

onde,

γ : massa específica do agregado miúdo, em gramas por centímetros cúbicos ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$).

L: leitura do frasco (volume ocupado pelo conjunto água - agregado miúdo), em mililitros (ml).

2.2.3. Inchamento do agregado miúdo

De acordo com a NBR 6467 (2006), o inchamento do agregado miúdo deve ser feito com a amostra totalmente seca e em temperatura ambiente, com sua massa constante. Conforme descrito na norma, foram adicionados água em quantidades variadas, de modo a obter teores de umidade aproximadas aos valores de 0,5%, 1%, 2%, 4%, 5%, 7%, 9% e 12%. Foram utilizados cálculos do teor de umidade em cada recipiente de ensaio por meio da equação 2:

$$h = \frac{m_i - m_f}{m_f - m_c} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

onde,

h : teor de umidade do agregado, em porcentagem (%);

m_i : massa inicial do recipiente com material em ensaio, em gramas (g);

m_f : massa após secagem, do recipiente com o material em ensaio, em gramas (g);

m_c : massa do recipiente, em gramas (g).

Para cada percentual de teor de umidade foi calculado o coeficiente de inchamento conforme equação 3:

$$\frac{V_h}{V_s} = \frac{\gamma_h}{\gamma_s} \times \left(\frac{100+h}{100} \right) \quad (\text{Eq. 3})$$

onde,

V_h : volume do agregado com um determinado teor de umidade (h), em centímetros cúbicos (cm^3);

V_s : volume do agregado seco em estufa, em centímetros cúbicos (cm^3);

V_h/V_s : coeficiente de inchamento do agregado;

γ_h : massa unitária do agregado com um determinado teor de umidade (h), em centímetros cúbicos (cm^3);

γ_s : massa unitária do agregado seco em estufa, em gramas por centímetros cúbicos ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$).

2.3. Resíduo do biopolímero utilizado

Os resíduos foram doados pelo estabelecimento Fruta Polpa, CNPJ: 05.891.546/0001-01, situado na cidade de Teresina/Piauí no período de fevereiro a junho de 2021. Em seguida, foram encaminhadas ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados (LIMAV) para processamento inicial e armazenamento até análises posteriores.

2.3.1 Extração dos polissacarídeos dos resíduos da *Annona muricata* não purificada (Biop_AmRs)

A metodologia utilizada para realizar a extração dos polissacarídeos descrita por Muñoz (2012), adaptada. Inicialmente, 20 g de resíduos foram homogeneizados em 300 mL de água destilada pré-aquecida a 80°C com auxílio de *mixer*, após a devida homogeneização foram adicionados à mistura mais 300 mL de água destilada pré-aquecida a 80°C . A proporção resíduo: água final obtida foi de 1:30 (m:v). A solução final foi mantida em agitação mecânica a 1300 rpm (agitador em hélice 710, Fisatom®) a temperatura de 80°C (MEQ) por um período de 30 min. A solução resultante foi submetida a precipitação com etanol absoluto (1:2, v:v). Posteriormente, foi realizado o peneiramento do sobrenadante utilizando uma peneira comum e depois a filtração à vácuo para que fosse possível aproveitar todo material sólido da solução e colocada para secagem em estufa com circulação de ar a 40°C por 24 horas. Posteriormente, todas as amostras foram trituradas em moinho analítico Q298A21 (QUIMIS®), obtendo-se a amostra do resíduo da graviola na forma de pó (Biop_AmRs). Seu rendimento foi em média de 22%.

2.3.2 Ensaio Físico-Químicos do Biop_AmRs

2.3.2.1 Índice de Acidez

A acidez da amostra pode ser quantificada em mL de solução molar por cento ou em gramas do componente ácido principal. A metodologia utilizada foi o do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se 5 g da amostra, depois foi transferida para um frasco Erlenmeyer de 125 mL com o auxílio de 50 mL de água. Foram adicionados de 4 gotas da solução fenolftaleína e titulada com solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,01 M, até coloração rósea. O cálculo utilizado para definir o índice de acidez da amostra foi conforme equação 4.

$$\text{Acidez} = \frac{V \times f \times 100}{P \times c} \quad (\text{Eq. 4})$$

onde,

V: quantidade em mL da solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,01 M gasto na titulação;

f: fator da solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,01 M;

P: peso em gramas da amostra usado na titulação;

c: correção para solução de NaOH 1 M, 10 para solução NaOH 0,1 M e 100 para solução NaOH 0,01 M.

2.3.2.2 Ensaio de pH

A metodologia utilizada foi o do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se 10 g da amostra em um béquer e diluída com auxílio de 100 mL de água destilada. O conteúdo foi agitado até que as partículas, caso haja, fiquem uniformemente suspensas. O pH foi determinado, com o aparelho calibrado previamente, operando-o conforme as instruções do manual do fabricante.

2.3.2.3 Ensaio de Umidade

A metodologia utilizada foi o do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se 10 g da amostra em capsula de porcelana, previamente tarada. A amostra foi aquecida durante 3 horas e resfriada em dessecador até a temperatura ambiente e pesada novamente. A operação foi refeita até que o peso chegasse ao valor constante. O cálculo utilizado para definir a umidade da amostra foi conforme equação 5.

$$\text{Umidade} = \frac{100 \times N}{P} \quad (\text{Eq. 5})$$

onde,

N: quantidade em gramas de umidade (perda de massa em g);

P: quantidade em gramas da amostra.

2.3.2.4 Fração Nitrogenada (Proteínas)

A metodologia utilizada foi o do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se 1 g da amostra em papel de seda. Transferiu-se para o balão de Kjeldahl (papel+amostra). Foi adicionado 25 mL de ácido sulfúrico e cerca de 6 g da mistura catalítica. Levado ao aquecimento em chapa elétrica, na capela, até a solução se tornar azul-esverdeada e livre de material não digerido (pontos pretos). Aquecido por mais uma hora e deixado esfriar. Adicionou-se 10 gotas do indicador fenolftaleína e 1 g de zinco em pó (para ajudar a clivagem das moléculas grandes de protídeos). Foi mergulhado a extremidade afilada do refrigerante em 25 mL de ácido sulfúrico 0,05 M, contido em frasco Erlenmeyer de 500 mL com 3 gotas do indicador vermelho de metila. Adicionado ao frasco que contém a amostra digerida, por meio de um funil com torneira, solução de hidróxido de sódio a 30% até garantir um ligeiro excesso de base. Foi aquecido a ebulição e destilada até obter cerca de (250-300) mL do destilado. Foi titulado o excesso de ácido sulfúrico 0,05 M com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, usando vermelho de metila. O cálculo utilizado para definir as proteínas da amostra foi conforme equação 6.

$$\text{Proteínas} = \frac{V \times 0,14 \times f}{P} \quad (\text{Eq. 6})$$

onde,

V: diferença entre a quantidade em mL do ácido sulfúrico 0,05 M e a quantidade de mL de hidróxido de sódio 0,1 M gastos na titulação;

P: quantidade em gramas da amostra;

f: fator de conversão.

2.3.2.5 Teor de Cinzas

A metodologia utilizada foi o do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se 10 g da amostra em uma cápsula, aquecida previamente em mufla a 550°C, resfriada em dessecador até a temperatura ambiente e pesada. O cálculo utilizado para definir o teor de cinzas da amostra foi conforme equação 7.

$$\text{Cinzas} = \frac{100 \times N}{P} \quad (\text{Eq. 7})$$

onde,

N: quantidade em gramas de cinzas;

P: quantidade em gramas da amostra.

2.3.2.6 Teor Fibras

Pesou-se 1g de amostra seca em triplicata em um Becker, adicionou-se 50mL de tampão fosfato e 100µL de enzima α-amilase termorresistente, após foi colocado no banho-maria com agitação a 100° C durante 30min. A amostra foi esfriada e colocado 8mL de NaOH 0,275N e acertado o pH até 7,5. Adicionou-se 100µL de protease (50mg de protease em 1mL de tampão fosfato), colocado no banho-maria com agitação a 60° C durante 30min e esfriado. Adicionou-se 8 mL de ácido clorídrico 0,325N e ajustar o pH até 4,3 e depois adicionado 100µL de amiloglicosidase e colocado no banho-maria com agitação a 60° C durante 30min. Após foi retirado do banho-maria e adicionado 280mL de etanol 95% (aproximadamente 4 vezes o volume do hidrolisado). Foi deixado a mistura em repouso na temperatura ambiente, por período de 1 hora para a precipitação da fração fibra solúvel, que já estava no sobrenadante e a fibra insolúvel precipitada.

Foi feito a filtração quantitativamente da solução alcoólica contendo o resíduo da hidrólise em cadinho especial (cadinho de vidro sinterizado contendo celite, previamente incinerado em mufla e tarado), conectando no sistema de vácuo com Kitassato. O béquer foi lavado com três porções de 20mL de álcool etílico 78% colocando todo o resíduo no cadinho lentamente. Depois o béquer foi lavado com duas porções de 20mL de álcool etílico 95% colocando todo o resíduo no cadinho, da mesma forma anterior. Depois, novamente, o béquer foi lavado com duas porções de 20mL de acetona, também lentamente. Os cadinhos foram colocados em estufa a 105°C por uma noite, colocados em dessecador 30min e pesados em balança analítica. Foi determinado o teor de proteínas (P) em uma das triplicatas (utilizar método de Kjeldahl sem uso do digestor nem do destilador por causa do celite, usar método “micro-Kjeldahl”). Foi incinerados os outros dois cadinhos em mufla a 525°C por 5 horas para a determinação de cinzas (C). A mufla foi desligada e quando esteve a aproximadamente 250 °C foi retirado o cadinho, colocado no dessecador deixando esfriar até temperatura ambiente e pesado em balança analítica. O cálculo utilizado para definir o teor de fibras da amostra foi conforme equação 8.

$$\text{Fibra total} = \frac{(RT - P - C - BT) \times 100}{m} \quad (\text{Eq. 8})$$

onde,

RT: quantidade em gramas de resíduo total da amostra ($P_2 - P_1$);

BT: quantidade em gramas de resíduo total do branco ($B_2 - B_1$) - $P_b - C_b$;

C: quantidade em gramas de cinzas da amostra;

m: quantidade em gramas de massa da tomada da amostra;

P: teor de proteína da amostra.

2.4. Análises texturométricas

Os parâmetros texturométricos de firmeza, consistência, coesividade e índice de viscosidade foram analisados em um Texturômetro TAXT 2 plus. No ensaio, 100 g das amostras na concentração de 1% foram submetidas à análise no equipamento, com o penetrômetro introduzido de forma contínua sem intervalos entre a penetração e removido da mesma forma, os dados foram processados pelo software EXPONENT LITE 2009 do próprio aparelho originando tabelas e gráficos. O ensaio foi realizado em triplicata (Mittal; Mattu; Kaur, 2016). O alginato, um biopolímero comercial, foi utilizado como uma amostra para a comparação.

2.5. Preparação dos corpos de prova

Foram preparados traços de argamassas para serem analisados, com uma proporção de 1:4:0,65, sendo 500g de cimento, 2000g de areia grossa e 400ml de água. A dosagem da argamassa sem a adição do Biop_AmRs foi primeiramente realizada para que tivéssemos como base uma argamassa padronizada, posteriormente foram dosados corpos de provas com percentuais de resíduos nos traços subsequentes com 1%, 3%, 5% e 7% em relação ao peso do cimento. Foram tomadas todas as medidas adequadas para que as variações dos resultados encontrados fossem somente das modificações nas proporções das misturas presentes no traço, dentre elas consideram-se:

- ▶ Padronização do cimento, areia e fator água/cimento para todos os traços;
- ▶ Controle de umidade da areia;
- ▶ Utilização de balança eletrônica digital para pesagem dos materiais;
- ▶ Limitação do tempo de mistura na betoneira em 2 minutos;

- ▶ Limitação de adensamento dos corpos de prova;
- ▶ Moldagem dos corpos de prova realizada na mesma data e condições climáticas similares;
- ▶ Rompimento dos corpos de prova para coleta de dados realizados na mesma data.

Todos os traços foram misturados utilizando uma betoneira com tempo determinado e igual para todos os corpos de prova no intuito de evitar que algumas amostras fossem produzidas diferentemente das outras, o que poderia afetar nas suas propriedades. Houve também um controle de adensamento do material na fôrma para uniformizar as amostras por igual, reduzindo o número de vazios (Neville, 2015).

A padronização dos materiais utilizados nos moldes tornou-se essencial para que atestasse aos resultados obtidos, conservando os mesmos padrões do tipo de areia com uma única granulometria para os corpos de prova, o tipo de cimento e o fator água/cimento, permitindo que os resultados encontrados fossem somente pelas variações de porcentagem do material incorporado (Fabro *et al.*, 2011).

2.5.1. Ensaio de consistência da argamassa

Os ensaios de consistência foram realizados conforme NBR 13276 (2016) onde foi utilizado a mesa de adensamento para ensaio da consistência da argamassa, conforme figura 3.

Figura 3 – Mesa de adensamento



Fonte: Autor, 2021.

Utilizou-se um molde tronco-cônico colocado sobre a mesa para teste, em seu centro. Este ensaio garante o controle do fator água/cimento em todos os corpos de prova e que seja mantida uma boa trabalhabilidade no manuseio da argamassa fresca.

2.5.2. Ensaio de resistência a compressão

Para o ensaio de compressão utilizou-se a NBR 7215 (2019). Esta norma define os parâmetros necessários para a realização desse ensaio como o tipo de molde para os corpos de prova, quantidade de material, forma de adensamento e rompimento (Figuras 4).

Figura 4 – Preparação de corpo de prova



Fonte: Autor, 2021.

É de fundamental necessidade que o rompimento de todos os corpos de prova fossem por meio da prensa hidráulica para que seja possível demonstrar que as variações de resistência a compressão (Silva *et al.*, 2013).

2.5.3. Ensaio de resistência de aderência à tração

A norma utilizada para ensaio de resistência de aderência à tração é a NBR 13528 (2019). Neste ensaio usa-se um aparelho chamado dinamômetro de tração (Figura 5) que permite a aplicação contínua de carga de fácil manuseio, baixo peso, dotado de dispositivo

para leitura de carga, que apresenta um erro de no máximo 2%. Cada ensaio é composto por 12 corpos-de-prova de mesmas características.

Figura 5 – Dinamômetro de tração



Fonte: Autor, 2021.

O equipamento deve garantir a aplicação da carga centrada e ortogonal ao plano de revestimento, caso contrário pode haver erro na leitura de carga. Não é recomendado utilizar dinamômetro com encaixa em forma de gancho, pois permite o deslizamento do equipamento em relação ao eixo central da pastilha.

A resistência de aderência à tração de cada corpo-de-prova é calculada pela equação 9:

$$R_a = \frac{F}{A} \quad (\text{Eq. 9})$$

onde,

R_a : resistência de aderência à tração, em megapascals (MPa);

F : força de ruptura, em newtons (N);

A : área do corpo-de-prova, em milímetros quadrados (mm²);

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Granulometria do agregado miúdo

A areia, conforme sua distribuição granulométrica e seu módulo de finura (MF), foram classificados com base nos resultados de ensaio realizado em laboratório utilizando a norma NBR NM 248 (2003), conforme quadro 1.

Quadro 1 – Classificação do agregado miúdo utilizado no ensaio

NBR NM 248		AGREGADO MIÚDO			1997	
Peneiras		Total inicial 2000		Total retido		
nº	mm	Peso retido (g)	% Retida	% Retida acumulada		
3,8"	9,5	0	0,00	0,25		
4	4,8	8	0,40	0,65		
8	2,4	11	0,55	1,20		
16	1,2	48	2,40	3,61		
30	0,6	859	43,01	46,62		
50	0,3	645	32,30	78,92		
100	0,15	364	18,23	97,15		
Fundo		62				
OPERADOR SAMUEL DIAS CALCULISTA SAMUEL DIAS		Módulo de finura		2,3		
		Diâmetro máximo		1,2 mm		
		CLASSIFICAÇÃO DA AREIA				
		INFERIOR	1,55 < MF < 2,20			FINA
		OTIMO	2,20 < MF < 2,90			MEDIA
SUPERIOR	2,90 < MF < 3,50			GROSSA		

Fonte: Autor, 2021.

O agregado miúdo foi definido como areia média conforme quadro mostrado anteriormente, pois seu módulo de finura está no intervalo entre 2,20 a 2,90. O resultado de uma análise granulométrica pode também ser interpretado muito mais facilmente quando representado por meio de gráficos, especificamente por curvas. Com a curva granulométrica é possível observar, de forma mais simples, se a granulometria da amostra se enquadra em uma especificação já existente, se é muito fina ou grossa, ou deficiente em um determinado tamanho.

3.2 Massa específica do agregado miúdo

Os resultados para massa específica do agregado miúdo foram obtidos conforme a tabela 3.

Tabela 3 – Ensaio de massa específica do agregado miúdo

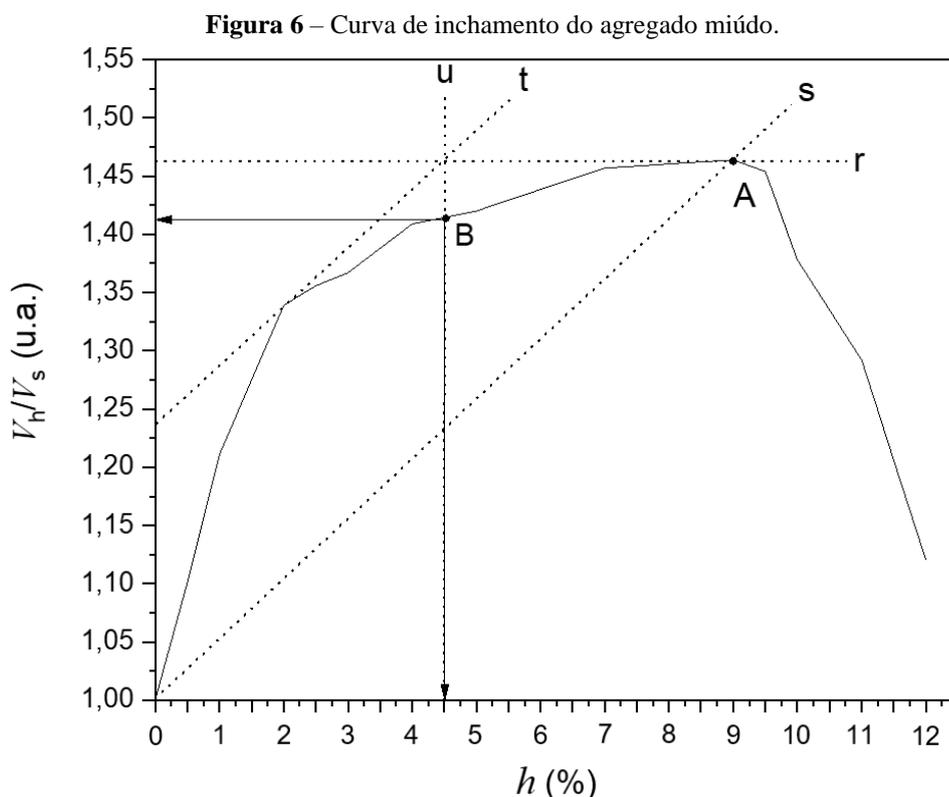
MASSA ESPECÍFICA - AGREGADO MIÚDO		
MASSA (g)	500	
VOLUME INICIAL (ml)	200	
VOLUME FINAL (ml)	391	2,62g/cm ³
VOLUME DIFERENCIAL (ml)	191	

Fonte: Autor, 2021.

Utilizando o cálculo de massa específica da norma DNER-ME 194 (1998), foi obtido o valor de 2,62g/cm³ por meio do volume diferencial.

3.3 Inchamento do agregado miúdo

Obtendo os valores das umidades e coeficientes de inchamento do agregado, foi possível realizar a curva de inchamento do agregado miúdo (figura 4) conforme parâmetros descritos na norma NBR 6467 (2006), onde foram extraídos valores de umidade crítica (UC) e coeficiente de inchamento médio.



Fonte: Autor, 2021.

Conforme norma, utilizam-se as retas “r”, “s”, “t” e “u” como suporte para definir o coeficiente de inchamento médio e a umidade crítica que tiveram como resultados 1,412 e 4,5%, respectivamente. A umidade crítica é igual ao coeficiente de inchamento médio e o teor

de umidade onde o coeficiente de inchamento pode ser considerado constante. O coeficiente de inchamento médio é o valor médio entre o coeficiente de inchamento máximo e aquele correspondente à umidade crítica.

3.4. Ensaio Físico-Químicos de Biop_AmRs

Os ensaios Físico-Químicos realizados do biopolímero do resíduo da *Annona muricata* (Biop_AmRs) foram a acidez, pH, umidade, proteína, cinzas e fibra total, conforme mostrado na tabela 4.

Tabela 4 – Ensaio Físico-químicos de Biop_AmRs

Análise	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Média
Acidez	4,80	4,70	4,80	4,76
pH	4,05	3,95	3,98	3,99
Umidade (%)	5,81	5,80	5,85	5,82
Proteína (%)	1,77	1,79	1,78	1,78
Cinzas (%)	1,50	1,50	1,53	1,51
Fibra total (%)	54,80	54,30	54,60	54,56

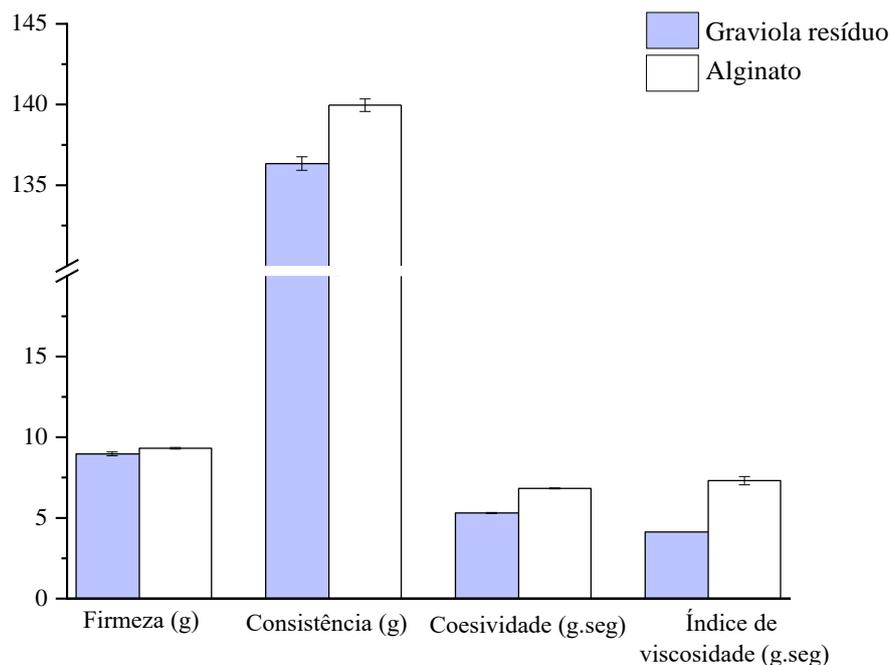
Fonte: Autor, 2021.

Esses métodos resumem-se em titular com soluções de álcali padrão a acidez do produto ou de soluções aquosas ou alcoólicas do produto e, em certos casos, os ácidos graxos obtidos dos lipídios. O pH da amostra foi avaliado empregando potenciômetros especialmente adaptados e permitem uma determinação direta, simples e precisa do pH.

A umidade corresponde a perda em peso adquirida pelo produto quando submetida a aquecimento em condições nas quais há a remoção de água. É obtido o chamado resíduo seco no aquecimento direto. O aquecimento direto da amostra a 105°C é o processo mais utilizado. A determinação de proteínas baseia-se na determinação de nitrogênio, geralmente feita pelo processo de digestão Kjeldahl. Resíduo por incineração ou cinzas é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a (550-570) °C. Nem sempre este resíduo representa toda a substância inorgânico presente na amostra, pois alguns sais podem sofrer redução ou volatilização nesse aquecimento. Para calcular o teor de fibras foi preciso obter as informações da quantidade de cinzas e proteínas (Instituto Adolfo Lutz, 2008).

Os resultados das análises texturométricas podem ser vistos na figura 6. Foi possível observar que os parâmetros firmeza, consistência, coesividade e índice de viscosidade foram comparáveis ao biopolímero alginato. Ambas as amostras testadas se apresentaram com soluções viscosas. Porém, foi possível observar que a grande quantidade de fibras na amostra pode ter reduzido a consistência e o índice de viscosidade da amostra de resíduo.

Figura 7 – Análise dos parâmetros texturométrico do resíduo de graviola.



Fonte: Autor, 2021.

3.5. Preparação dos corpos de prova

Os corpos-de-prova foram preparados conforme tabela 4 e 5 para que fosse possível comparar as modificações realizadas conforme adição de Biop_AmRs na argamassa.

Tabela 5 – Traços utilizados para moldagem dos corpos-de-prova para ensaio de compressão

Amostra	cimento (g)	areia (g)	água (ml)	ReGra (g)
Padrão	250,0	1000	400	—
1%-Gra	247,5	1000	400	2,5
3%-Gra	242,5	1000	400	7,5
5%-Gra	237,5	1000	400	12,5
7%-Gra	232,5	1000	400	17,5

Fonte: Autor, 2021.

Na tabela 4 mostra os traços que foram utilizados para moldagem dos corpos-de-prova para rompimento no ensaio de compressão.

Tabela 6 – Traços utilizados para preparação dos corpos-de-prova para ensaio de aderência à tração

Amostra	cimento (g)	areia (g)	água (ml)	ReGra (g)
Padrão	1000,0	4000	400	—
1%-Gra	990,0	4000	400	10
3%-Gra	970,0	4000	400	30
5%-Gra	950,0	4000	400	50
7%-Gra	930,0	4000	400	70

Fonte: Autor, 2021.

A tabela 5 mostra traços utilizados para execução dos corpos-de-prova em substrato (parede) para rompimento no ensaio de aderência à tração.

3.5.1. Ensaio de consistência da argamassa

Foi realizado o ensaio de consistência para todas as amostras utilizando a mesa de adensamento. Os resultados estão descritos na tabela 6.

Tabela 7 – Consistência da argamassa das amostras padrão, 1%-Gra, 3%-Gra, 5%-Gra e 7%-Gra.

Traço	Consistência - 3x (mm)	Consistência média (mm)
(Cimento : Areia : Água)	195	190
	182	
	194	
(Cimento-99% : Areia : Água : 1%-Gra)	190	189
	188	
	189	
(97%-Cimento : Areia : Água : 3%-Gra)	147	144
	133	
	152	
(95%-Cimento : Areia : Água : 5%-Gra)	139	139
	140	
	137	
(93%-Cimento : Areia : Água : 7%-Gra)	129	129
	130	
	128	

Fonte: Autor, 2021.

Nos ensaios de consistência da argamassa a amostra com adição de 7% de Biop_AmRs teve uma grande retenção de água da mistura, tornando a amostra mais seca. Dessa forma não foi possível aderi-lo ao substrato para realizar o ensaio de aderência à tração por conta que a argamassa não possuía plasticidade para executar o teste após a adesão no substrato. Nos demais resultados obtiveram aderência ao substrato, podendo assim, permitir o tempo de cura de 28 dias para a realização do seu arrancamento.

As amostras com 1% a 5% obtiveram valores de adensamento menores que a amostra Padrão por conta da diminuição da água de reação do cimento, tornando-os também mais secos, sendo um ponto positivo em casos de exageros na utilização de água na mistura da argamassa, podendo compensar o uso excessivo na mistura, evitando a perda na sua resistência no estado endurecido e aumentando a consistência no estado fresco.

3.5.2. Ensaio de resistência a compressão

Os ensaios de resistência a compressão foram realizados em triplicata nas idades de 7 dias e 28 dias obtendo resultados conforme descritos na tabela 7.

Tabela 8 – Resistência a compressão amostras Padrão, 1%-Gra, 3%-Gra, 5%-Gra e 7%-Gra

Amostra	Resistência aos 7 dias (3x) (MPa)	Resistência aos 7 dias (média) (MPa)	Resistência aos 28 dias (3x) (MPa)	Resistência aos 28 dias (média) (MPa)
Padrão	5,860		7,796	
	5,096	5,486	7,236	7,049
	5,503		6,115	
1%-Gra	5,096		9,274	
	5,809	5,775	8,662	8,815
	6,420		8,510	
3%-Gra	2,344		3,159	
	2,854	2,582	3,312	3,244
	2,548		3,261	
5%-Gra	3,363		3,567	
	3,159	3,227	3,465	3,516
	3,159		3,516	
7%-Gra	3,414		3,873	
	2,955	3,108	3,822	3,924
	2,955		4,076	

Fonte: Autor, 2021.

No rompimento à compressão dos corpos de prova nas idades iniciais e final, 7 dias e 28 dias, percebeu-se que ao adicionar 1% do Biop_AmRs teve aumento de sua resistência média de 5% em relação à amostra Padrão, mas quando parte para concentrações maiores há perda considerável na sua resistência, como mostrado na tabela 7. A amostra que obteve maior resistência foi 1%-Gra, com valor de 9,27 MPa aos 28 dias, seguido de 8,66 MPa, mostrando que é possível utilizar o resíduo como aditivo em argamassa para aplicações em contrapiso, proteção mecânica em sistema de impermeabilização, argamassas para assentamento de tijolos e em outros sistemas que a argamassa exerce função de compressão.

3.5.3. Ensaio de aderência à tração no substrato

Este ensaio foi realizado somente na idade de 28 dias obtendo resultados conforme descritos na tabela 8 e 9.

Tabela 9 – Teste de resistência de aderência à tração da amostra padrão

Nº Amostra	Carga (Tf)	Carga (Kgf)	Tipo de arranque	Resistência (Mpa)
1	0,043	43	SUBSTRATO	0,2191
2	0,047	47	SUBSTRATO	0,2395
3	0,049	49	SUBSTRATO	0,2497
4	0,049	49	ARGAMASSA	0,2497
5	0,053	53	ARGAMASSA	0,2701
6	0,058	58	SUBSTRATO	0,2955
7	0,057	57	SUBSTRATO	0,2904
8	0,046	46	SUBSTRATO	0,2344
9	0,042	42	SUBSTRATO	0,2140
10	0,041	41	ARGAMASSA	0,2089
11	0,042	42	SUBSTRATO	0,2140
12	0,041	41	SUBSTRATO	0,2089

Fonte: Autor, 2021.

Tabela 10 – Teste de resistência de aderência à tração da amostra 1%-Gra

Nº Amostra	Carga (Tf)	Carga (Kgf)	Tipo de arranque	Resistência (Mpa)
1	0,043	43	SUBSTRATO	0,2191
2	0,047	47	SUBSTRATO	0,2395
3	0,049	49	SUBSTRATO	0,2497
4	0,049	49	ARGAMASSA	0,2497
5	0,053	53	ARGAMASSA	0,2701
6	0,058	58	SUBSTRATO	0,2955
7	0,057	57	SUBSTRATO	0,2904
8	0,046	46	SUBSTRATO	0,2344
9	0,042	42	SUBSTRATO	0,2140
10	0,041	41	ARGAMASSA	0,2089
11	0,042	42	SUBSTRATO	0,2140
12	0,041	41	SUBSTRATO	0,2089

Fonte: Autor, 2021.

O teste de aderência à tração no substrato na idade de 28 dias demonstrou que houve perda de resistência ao adicionar 1% do resíduo da graviola, ao executar o teste de arrancamento e que não obteve aderência quando aumentada a concentração, não sendo possível a realização dos demais ensaios. Não é recomendado utilizar este resíduo para argamassas que serão utilizados como rebocos, chapiscos, e outros tipos de serviços que envolvam a aderência da argamassa em substratos.

4. CONCLUSÃO

As propriedades físico-químicas verificadas do polissacarídeo da graviola foram a acidez, obtendo o valor de 4,76, pH de 3,99, umidade de 5,82%, 1,78% de proteína, 1,51% de cinzas e 54,56% de fibra total. As caracterizações do agregado miúdo utilizado na argamassa foram a granulometria onde foi definido que é areia média com diâmetro máximo de 1,2mm e módulo de finura de 2,3, a massa específica foi de 2,62 g/cm³ e no ensaio de inchamento obteve uma umidade crítica de 4,5% e coeficiente de inchamento de 1,412.

As amostras com 1% a 5% obtiveram valores de adensamento menores que a amostra Padrão por conta da diminuição da água de reação do cimento, tornando-os também mais secos, sendo um ponto positivo em casos de exageros na utilização de água na mistura da argamassa, podendo compensar o uso excessivo na mistura, evitando a perda na sua resistência no estado endurecido e aumentando a consistência no estado fresco.

A amostra que obteve maior resistência foi 1%-Gra, com valor de 9,27 MPa aos 28 dias, seguido de 8,66 MPa, mostrando que é possível utilizar o resíduo como aditivo em argamassas para algumas aplicações. Em relação a resistência média foi obtido um acréscimo de 5% em relação à amostra Padrão.

No ensaio de aderência à tração na idade de 28 dias demonstrou que houve perda de resistência ao adicionar 1% do resíduo da graviola, quando executado o teste de arrancamento e que não obteve aderência quando elevada a sua concentração, inviabilizando a realização dos demais ensaios.

É recomendado utilizar a argamassa com até 5% de resíduo para serviços de contrapisos, proteção mecânica de impermeabilização, argamassa para assentamento de tijolos, o que envolver compressão, mas não é recomendado utilizar este resíduo para argamassas que serão utilizados como rebocos, chapiscos, e outros tipos de serviços que envolvam a aderência da argamassa em substratos.

A obtenção de argamassa com incorporação de resíduos produtos naturais representa um potencial de aplicação na indústria da construção civil, visto que esse produto de extração seria descartado na natureza. São produtos não tóxicos, com baixo efeito colateral e com propriedades tecnológicas que permitem o desenvolvimento de outros produtos que vão gerar impacto positivo ao ambiente, tendo em vista a utilização desses resíduos industriais.

5. REFERÊNCIAS

Angiolillo, L., Del Nobile, M. A. e Conte, A. (2015). The extraction of bioactive compounds from food residues using microwaves. *Current Opinion in Food Science*, 5, 93-98.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1998). *NBR 7200*. Revestimento de paredes e tetos com argamassas - Materiais, preparo, aplicação e manutenção. Rio de Janeiro. 13p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2003). *NBR NM 248*. Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro. 6p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2005). *NBR 13277*. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da retenção de água. Rio de Janeiro. 3p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2006). *NBR 6467*. Agregados - Determinação do inchamento de agregado miúdo - Método de ensaio. Rio de Janeiro. 5p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR 11579*. Cimento Portland — Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 µm (nº 200). Rio de Janeiro. 4p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR NM 11*. Cimento Portland - Análise química - Determinação de óxidos principais por complexometria Parte 2. Rio de Janeiro. 17p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR NM 13*. Cimento Portland - Análise química - Determinação de óxido de cálcio livre pelo etileno glicol. Rio de Janeiro. 4p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR NM 15*. Cimento Portland - Análise química - Determinação de resíduo insolúvel. Rio de Janeiro. 3p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR NM 16*. Cimento Portland - Análise química - Determinação de anidrido sulfúrico. Rio de Janeiro. 3p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2012). *NBR NM 18*. Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro. 4p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2013). *NBR 13749*. Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas – especificação. Rio de Janeiro. 8p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2015). *NBR 16372*. Cimento Portland e outros materiais em Pó-Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine). Rio de Janeiro. 11p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2016). *NBR 11582*. Cimento Portland — Determinação da expansibilidade Le Chatelier. Rio de Janeiro. 4p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2016). *NBR 13276*. Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro. 2p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2018). *NBR 16607*. Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro. 4p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2019). *NBR 13528-3*. Revestimento de paredes de argamassas inorgânicas - Determinação da resistência de aderência à tração Parte 3: Aderência superficial. Rio de Janeiro. 5p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2019). *NBR 7215*. Cimento Portland — Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro. 12p.

Balzer, P. S. *et al.* (2007). Estudo das propriedades mecânicas de um composto de PVC modificado com fibras de bananeira. *Polímeros*, 17, 1-4.

Carciochi, R. A. *et al.* (2017). Valorization of agrifood by-products by extracting valuable bioactive compounds using green processes. In: *Ingredients Extraction by Physicochemical Methods in Food*. Academic Press, 191-228.

Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. (1998). *DNER ME 194*. Determinação da massa específica real de agregado miúdo e graúdo utilizando o frasco de Chapman. Rio de Janeiro. 4p.

Fabro, F. *et al.* (2011). Influência da forma dos agregados miúdos nas propriedades do concreto. *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, 4(2), 192-212.

Instituto Adolfo Lutz. (2008). Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*, 4. ed., São Paulo: IMESP, 1020p.

Marinelli, A. L. *et al.* (2008). Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. *Polímeros*, 18, 92-99.

- Mohamed, A. M. *et al.* (2021). Performance evaluation of concrete with Arabic gum biopolymer. *Materials Today: Proceedings*, 39(2), 983-987.
- Muñoz, L. A. *et al.* (2012). Chia seeds: microstructure, mucilage extraction and hydration. *Journal of food Engineering*, 108(1), 216-224.
- Neville, A. M. (2015). *Propriedades do concreto*. 5. ed. Porto Alegre: Bookman. 912p.
- Obi, F. O., Ugwuishiwu, B. O., & Nwakaire, J. N. (2016). Agricultural waste concept, generation, utilization and management. *Nigerian Journal of Technology*, 35(4), 957-964.
- Pappu, A., Saxena, M., Asolekar, S. R. (2007). Solid wastes generation in India and their recycling potential in building materials. *Building and environment*, 42(6), 2311-2320.
- Prusty, J. K., Patro, S. K., Basarkar, S. S. (2016). Concrete using agro-waste as fine aggregate for sustainable built environment—A review. *International Journal of Sustainable Built Environment*, 5(2), 312-333.
- Savastano Jr, H., Warden, P. G., e Coutts, R. S. P. (2000). Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cement and Concrete Composites*, 22(5), 379-384.
- Silva, B. D. V. *et al.* (2013). Experimental investigation on the use of steel-concrete bond tests for estimating axial compressive strength of concrete: part 1. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, 6, 715-736.