

ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS
DOUTORADO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

JÉSSICA ZAMBONI SCHIAVON

**ANÁLISE DE TRATAMENTOS QUÍMICOS EM FIBRAS DE COCO PARA USO EM
ARGAMASSAS: AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS E
MICROESTRUTURAIS**

Porto Alegre
2023

PÓS-GRADUAÇÃO - *STRICTO SENSU*



Pontifícia Universidade Católica
do Rio Grande do Sul



**ANÁLISE DE TRATAMENTOS QUÍMICOS EM FIBRAS DE COCO
PARA USO EM ARGAMASSAS: AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES
FÍSICO-MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS**

JÉSSICA ZAMBONI SCHIAVON

BACHAREL EM ENGENHARIA CIVIL

MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

**TESE PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTORA EM ENGENHARIA E
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Porto Alegre

Agosto, 2023



ANÁLISE DE TRATAMENTOS QUÍMICOS EM FIBRAS DE COCO PARA USO EM ARGAMASSAS: AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS

JÉSSICA ZAMBONI SCHIAVON

BACHAREL EM ENGENHARIA CIVIL

MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

ORIENTADOR: PROF. Dr. Jairo José de Oliveira Andrade

Tese realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutora em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

**Porto Alegre
Agosto, 2023**

Ficha Catalográfica

S329a Schiavon, Jéssica Zamboni

Análise de tratamentos químicos em fibras de coco para uso em argamassas : avaliação das propriedades físico-mecânicas e microestruturais / Jéssica Zamboni Schiavon. – 2023.

127 f.

Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PUCRS.

Orientador: Prof. Dr. Jairo José de Oliveira Andrade.

1. Resíduos agroindustriais. 2. Fibra de coco. 3. Ácido oxálico. 4. Bicarbonato de sódio. 5. Argamassa. I. Andrade, Jairo José de Oliveira. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da PUCRS
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Bibliotecária responsável: Clarissa Jesinska Selbach CRB-10/2051



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

Análise de tratamentos químicos em fibras de coco para uso em argamassas: avaliação das propriedades físico - mecânicas e microestruturais

CANDIDATA: JÉSSICA ZAMBONI SCHIAVON

Esta Tese de Doutorado foi julgada para obtenção do título de DOUTOR EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

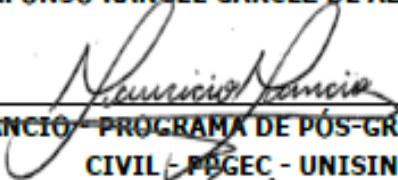


DR. JAIRÓ JOSÉ DE OLIVEIRA ANDRADE - ORIENTADOR

BANCA EXAMINADORA



DR. AFONSO RANGEL GARCEZ DE AZEVEDO - UENF



DR. MAURICIO MANCIO - PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL - PPGEC - UNISINOS



DRA. ROSANE ANGÉLICA LIGABUE - DO PGETEMA - PUCRS

*“Consagre ao Senhor tudo o que
você faz, e os seus planos serão
bem-sucedidos”.*

(Provérbios 16:13)

AGRADECIMENTOS

À Deus que me colocou inúmeras provas para conclusão desta etapa e me mostrou ser capaz. Aos meus pais, pelo apoio e compreensão que tiveram ao decorrer dessa etapa! Ao Thiago, que não existem palavras suficientes. Que me apoiou em todas as adversidades, nada disso seria possível sem ti, tu és incrível.

Ao meu orientador, pelo seu incentivo desde as etapas anteriores ao doutorado, o seu apoio e suas relevantes contribuições foram indispensáveis para a conclusão desta etapa, obrigada Jairo Andrade.

Aos professores doutores membros da banca de qualificação Afonso Rangel Garcez de Azevedo, Mauricio Mancio e Rosane Angélica Ligabue pelas contribuições, essa tese tem um pouco de cada um de vocês, muito obrigada.

Aos meus colegas Pietra Moraes Borges, Sérgio Roberto da Silva e Nathaly Britto que prontamente sempre me apoiaram em momentos cruciais. Aos colegas do laboratório de química industrial, Michele Vieira e Wesley Monteiro pelo auxílio em laboratório e pelos conhecimentos valiosos compartilhados. Ao Marcus Corrêa, que me ajudou em inúmeros momentos, muito obrigada. Ao Wagner Prates e Marina Barreto, pelo apoio com as microscopias realizadas através do laboratório central de microscopia e análise. Ao auxílio com a caracterização dos materiais via Instituto do Petróleo e dos Recursos Naturais.

Ao professor Ederli Marangon da Universidade Federal do Pampa pelo auxílio com a caracterização mecânica da fibra.

Ao apoio da professora Edna Possan e ao Eduardo Rigo pela caracterização dos materiais via Universidade Federal da Integração Latino-Americana.

Aos professores, funcionários e colegas do PGETEMA que contribuíram de alguma forma para a realização desse trabalho.

À CAPES, pela oportunidade de realizar o doutorado. “O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 88887.091736/2014-01”.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	7
SUMÁRIO	9
LISTA DE FIGURAS	11
LISTA DE TABELAS.....	12
LISTA DE QUADROS.....	13
RESUMO.....	14
1. INTRODUÇÃO	18
1.1. Originalidade e relevância.....	21
2. OBJETIVOS	22
2.1. Objetivos Específicos	22
2.2. Delimitação do trabalho.....	23
2.3. Estrutura do trabalho	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	24
3.1. A classificação das fibras.....	24
3.2. Fibras vegetais	27
3.2.1. Fibra de coco: produção e principais propriedades.....	33
3.3. Emprego de fibras naturais em materiais cimentícios.....	35
3.3.1. Fibras de coco em materiais cimentícios	37
3.4. Tratamentos em fibras naturais	40
3.4.1. Tratamentos em fibras de coco.....	46
3.5. Carbonatação materiais cimentícios	50
3.5.1. Carbonatação em materiais cimentícios com fibras naturais	54
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	56

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
5.1. COMPARISON BETWEEN ALTERNATIVE CHEMICAL TREATMENTS ON COIR FIBERS FOR APPLICATION IN CEMENTITIOUS MATERIALS	58
5.2. PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURAL CHANGES IN MORTARS WITH COIR FIBERS CHEMICALLY TREATED.....	60
AUTHOR CONTRIBUTIONS.....	83
DATA AVAILABILITY STATEMENT	83
CONFLICTS OF INTEREST	83
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	89
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	91
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	92
9. ANEXOS.....	103

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Classificação de fibras naturais e artificiais	25
Figura 2: Principais fibras vegetais.....	28
Figura 3: Estrutura química da parede celular de uma fibra natural	29
Figura 4: Estrutura da fibra natural	31
Figura 5: Composição de lignina, celulose e hemicelulose	32
Figura 6: Fibra de coco cortadas.....	38
Figura 7: Fibra de coco (a) sem tratamento (b) com tratamento	48
Figura 8: Etapas da tese dividida em estudos A e B	56
Figura 9: Submissão do artigo referente ao estudo B	103
Figura 10: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas com hidróxido de sódio	104
Figura 11: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas bicarbonato de sódio	105
Figura 12: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas bicarbonato de sódio	106
Figura 13: Ensaio de ângulo de contato por meio da gota séssil	107

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Resultados de resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura de fibra de coco.....	34
Tabela 2. Propriedades químicas da fibra de coco.....	35
Tabela 3. Resultados de resistência à compressão e módulo de elasticidade de concretos com fibra de coco.....	39
Tabela 4. Tratamentos propostos em fibras de coco.....	46

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Vantagens e desvantagens das fibras naturais	26
Quadro 2. Os tratamentos químicos e seus efeitos nas fibras naturais.....	41
Quadro 3. Tratamento e preparação para o aperfeiçoamento de fibras de sisal.....	42
Quadro 4. Os efeitos dos tratamentos de superfície nas fibras naturais	43

RESUMO

SCHIAVON, Jéssica Zamboni. **Análise de tratamentos químicos em fibras de coco para uso em argamassas: avaliação das propriedades físico-mecânicas e microestruturais.** Porto Alegre. 2023. Tese. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL.

No Brasil, a indústria realiza a extração da fibra de coco triturando mecanicamente o mesocarpo fibroso onde a casca e o pó são retirados, e a fibra de coco é disponibilizada comercialmente. Diversas pesquisas estão sendo realizadas a fim de aproveitar as fibras de coco como reforço em materiais cimentícios. O presente estudo avaliou o efeito de três tratamentos químicos: o primeiro tratamento com o uso do hidróxido de sódio 5% p/p (considerando duas variações de tempo: 1h e 2h) e o ácido oxálico com a mesma concentração e tempo de exposição. O terceiro tratamento é composto por bicarbonato de sódio 10% p/p (considerando a variação do tempo em 120h e 168h). Foram realizadas investigações referentes aos teores de extrativos, lignina, hemicelulose e celulose, resistência à tração, módulo de elasticidade, alongamento na ruptura, espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), ângulo de contato por meio do método da gota sésil, microscopia de força atômica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X e análise termogravimétrica. Após os tratamentos químicos foram realizadas diferentes misturas de argamassas com teores de 1 e 2% de fibra de coco sobre a massa de cimento. A partir disso, foram realizados os ensaios de resistência à compressão e tração, absorção de água por capilaridade e carbonatação acelerada. Além de ensaios de micro tomografia de raios-x e microscopia eletrônica de varredura. Os melhores resultados foram obtidos pelo tratamento com ácido oxálico por uma hora, que promoveu um aumento de 22,9% na resistência à tração em comparação com a fibra não tratada. O aumento da rugosidade da fibra devido ao uso de

tratamentos químicos pode promover uma melhor interação com a pasta de cimento e ser utilizada como reforço em matrizes cimentícias.

Palavras-Chaves: Resíduos agroindustriais, fibra de coco, ácido oxálico, bicarbonato de sódio, argamassa e resistência à tração.

ABSTRACT

SCHIAVON, Jéssica Zamboni. **Analysis of chemical treatments in coir fibers for use in mortars: evaluation of physical-mechanical and microstructural properties.** Porto Alegre. 2023. PhD Thesis. Graduation Program in Materials Engineering and Technology, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

In Brazil, the industry extracts coir fiber by mechanically crushing the fibrous mesocarp, from which the husk and powder are removed, and the coir fiber is made commercially available. Several studies are being carried out to use coir fibers as reinforcements in cementitious materials. The present study evaluated the effect of three chemical treatments: the first treatment using 5% w/w sodium hydroxide (considering two time variations: 1h and 2h), oxalic acid with the same concentration and exposure time. The third treatment consisted of 10% w/w sodium bicarbonate (with a time variation of 120h and 168h). Investigations were carried out into extractive, lignin, hemicellulose and cellulose content, tensile strength, modulus of elasticity, elongation, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), contact angle using the sessile drop method, atomic force microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction and thermogravimetric analysis. After the chemical treatments, different mortar mixes were made with 1 and 2% coir fiber content in the cement paste. Compressive and tensile strength tests, capillary water absorption and accelerated carbonation were then carried out. X-ray micro tomography and scanning electron microscopy tests were also carried out. The best results were obtained by treating the fiber with oxalic acid for one hour, which led to a 22.9% increase in tensile strength compared to the untreated fiber. The increase in fiber roughness due to the use of chemical treatments can promote better interaction with the cement paste and be used as reinforcement in cementitious

matrices.

Key words: Agro-industrial waste, coir fiber, oxalic acid, sodium bicarbonate, mortar and tensile strength.

1. INTRODUÇÃO

O consumo progressivo de recursos naturais e de combustíveis fósseis para atender às necessidades da indústria da construção contribui para a degradação ambiental (AMIN *et al.*, 2022). As fibras naturais têm sido utilizadas ao longo da civilização humana, e através do advento da indústria química, em especial, a indústria do carbono e do petróleo, no início do século 20, as fibras naturais foram sendo substituídas por fibras sintéticas (GUHRS *et al.*, 2000). A natureza produz uma vasta variedade de fibras naturais, que geralmente possuem fibras longas com paredes espessas que as tornam rígidas e fortes. Como um substituto potencial para as fibras à base de petróleo, as fibras naturais possuem reservas abundantes de matéria-prima (LI *et al.*, 2022).

O emprego de fibras sintéticas para melhorar as propriedades mecânicas de diferentes materiais cimentícios tornou-se generalizado devido ao seu bom desempenho. No entanto, as fibras sintéticas, como as de aço e polipropileno, são caras e aumentam o custo do material. Por outro lado, as fibras naturais possibilitam uma solução mais econômica e ecológica (SONG *et al.* 2021). As fibras naturais já possuem diversas aplicações importantes na indústria têxtil, biomedicina e outras indústrias, e se tornaram uma parte indispensável do desenvolvimento da sociedade (LI *et al.*, 2022). A busca da sociedade por tornar-se ecologicamente correta denota que os materiais produzidos devem ser preferencialmente de base biológica e, após a vida útil, serem degradáveis pela natureza (biodegradáveis) ou totalmente e facilmente recicláveis, seja mecanicamente ou quimicamente (LI *et al.*, 2022).

O uso de fibras naturais como reforço em materiais cimentícios é uma boa opção, em especial em países não industrializados, pois esse tipo de reforço é barato e disponível no formato a ser utilizado, necessitando de um processamento de baixo grau de industrialização. Se comparada a uma fibra sintética, a energia necessária

para obtenção da fibra natural é baixa, e assim os custos de produção são reduzidos (SILVA, 2009). Essas fibras podem ser usadas em materiais cimentícios a fim de aprimorar as características dos compósitos, por exemplo, resistência à tração e compressão (LABOREL-PRÉNERON *et al.*, 2016).

Segundo Merli *et al.* (2020) entre os resíduos de fibras, a fibra de coco (*Cocos nucifera* L.) tem despertado grande interesse dos pesquisadores por suas excelentes propriedades físicas e mecânicas. Materiais cimentícios com fibra de coco têm potencial para aplicações sustentáveis em estruturas de concreto, por exemplo, telhas, painéis e blocos (AL-MASOODI *et al.*, 2016). Além de reforço em concretos para projetos de edifícios baixos, projetos de pavimentação, calçadas, fossa séptica, sistemas de drenagem (DAS *et al.*, 2020). Porém as principais desvantagens de empregar essas fibras são sua baixa estabilidade dimensional e alta natureza hidrofílica (DAS *et al.*, 2020).

A área mundial colhida com coco é de 11,8 milhões de hectares, produzindo 62,9 milhões de toneladas. Dentre os produtores, a Indonésia, as Filipinas e a Índia ocupam 73,0% dessa área e participam com 74,1% da produção (BRAINER, 2021). No Brasil, o coqueiro é cultivado em quase todo o seu território, cuja área atual é de 187,5 mil ha com produção de 1,6 bilhão de frutos. Na região Nordeste, concentram-se 80,9% da área colhida de coco do país e 73,5% de sua produção (BRAINER, 2021). O coqueiro não é cultivado apenas nos Estados do Amapá, Distrito Federal, Santa Catarina e no Rio Grande do Sul (BRAINER, 2021).

Embora as fibras naturais tenham benefícios de serem baratas e leves, elas não são totalmente imunes a problemas. Em princípio o desafio de empregá-las começa pela falta de homogeneidade e variação de dimensões e de suas propriedades mecânicas (mesmo entre plantas individuais no mesmo cultivo). E outra desvantagem é a alta absorção de umidade das fibras naturais, que quando não tratada leva a vazios na interface, o que resulta em propriedades mecânicas menores (MOKHUTHU e JOHN, 2015; GUHRS *et al.*, 2000).

A fim de superar essas desvantagens, diferentes tipos de tratamentos químicos são aplicados, o que resulta em melhores características mecânicas dos compósitos (FERREIRA *et al.*, 2015). As fibras naturais já foram tratadas com vários

produtos químicos como hidróxido de sódio, silano, cloreto de benzoílo e ácido acético (SENTHILKUMAR *et al.*, 2018). Dentre estes, o tratamento químico mais empregado em diferentes fibras naturais é o tratamento com hidróxido de sódio, pois é um dos métodos mais simples, econômicos e eficazes para melhorar as propriedades de adesão de fibras naturais à matriz. Esse tratamento remove a hemicelulose, a lignina e os materiais solúveis da fibra, tornando sua superfície áspera (MARTINELLI *et al.*, 2023; YAN *et al.*, 2016).

Em relação ao hidróxido de sódio, segundo Mulinari *et al.* (2011) a fim de facilitar a adesão entre as fibras e a matriz, as fibras de coco podem ser modificadas por tratamento com solução a 1% (p/p). Enquanto Sood e Dwivedi (2018) relataram que os tratamentos com teores 6% e 10% (p/p) da solução de hidróxido de sódio apresentaram aumento da resistência à flexão da fibra. Embora o tratamento com hidróxido de sódio promova a remoção de impurezas de fibras naturais, muitas vezes, altas concentrações podem causar a degradação da fibra e perda das propriedades mecânicas (PARAMESWARANPILLAI *et al.*, 2023).

O tratamento químico usando bicarbonato de sódio em fibras naturais pode ser uma boa opção, por ser ecologicamente correto e econômico (FIORE *et al.*, 2016) (MUKHTAR *et al.*, 2019). O bicarbonato de sódio foi proposto por Fiore *et al.* (2016) e Santos *et al.* (2019) como tratamentos de fibras de coco e sisal para posterior uso em matrizes cimentícias. De acordo com os autores, o bicarbonato de sódio promove o efeito do aumento das propriedades mecânicas, como resistência à tração e módulo de elasticidade da fibra, além da remoção de impurezas da superfície.

Além desses, o ácido oxálico, ou também conhecido como ácido etanodióico, é um ácido de origem orgânica e nos últimos anos tem sido aplicado para substituir os ácidos inorgânicos em diversos processos industriais devido ao seu desempenho superior. O ácido oxálico é um ácido carboxílico secretado de plantas em ambiente natural e pode ser usado para tratamento de fibras naturais (ALI *et al.*, 2020; DING *et al.*, 2021; CHEN *et al.*, 2020). Ao empregar o ácido oxálico como tratamento, ocorre uma modificação da superfície das fibras, removendo óleo, ceras e gorduras. O uso de ácido oxálico no tratamento de fibra de soja aumentou cerca de 3% a estabilidade térmica comparada a fibra não tratada (VINOD *et al.*, 2021).

1.1. Originalidade e relevância

Na literatura não se observou um consenso no que diz respeito ao melhor tratamento químico que aprimore as propriedades físico-mecânicas das fibras de coco quando inseridas em matrizes cimentícias. Além da base química, fatores como o tempo de tratamento e o teor mais adequado são estudados de maneira isolada em diversos trabalhos, cujos resultados são divergentes. Nesse sentido, não foram encontrados trabalhos que avaliem o efeito do tratamento com ácido oxálico, que é um ácido de origem orgânica, em fibras de coco (caracterização conforme a concentração x variação do tempo de exposição). Da mesma forma, o trabalho utiliza diferentes tratamentos químicos em fibras de coco a fim de investigar os efeitos causados em argamassas. Essa tese é relevante, visto que está contribuindo com o entendimento de diferentes tratamentos químicos, levando-se em consideração diferentes concentrações e tempos de exposição em uma fibra natural, que é produzida em grande quantidade no Brasil.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem por objetivo geral estudar diferentes tratamentos químicos em fibras de coco visando o emprego em argamassas e seus respectivos efeitos nas propriedades mecânicas e microestruturais.

2.1. Objetivos Específicos

- Investigar a composição química e a remoção de lignina, hemicelulose e teor de extrativos das fibras de coco a partir de fibras tratadas quimicamente;
- Averiguar o efeito dos diferentes tratamentos químicos e as consequentes modificações nas características superficiais das fibras de coco a partir da microscopia eletrônica de varredura;
- Avaliar a partir da termogravimetria a capacidade térmica de fibras de coco submetidas aos diferentes tratamentos;
- Estudar a influência do tipo de tratamento, seu tempo de exposição e da concentração nas propriedades mecânicas (tração, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura) das fibras de coco;
- Analisar a absorção d'água, porosidade e massa específica das argamassas de cimento com fibras de coco tratadas;
- Verificar as propriedades mecânicas em argamassas com fibras de coco tratadas;
- Avaliar a carbonatação acelerada das argamassas contendo fibra de coco tratadas;

- Identificar o efeito do tratamento em fibras de coco a partir das técnicas de microscopia eletrônica de varredura e porosidade a partir da microtomografia de raios-x.

2.2. Delimitação do trabalho

Em um trabalho desse gênero algumas delimitações se fazem necessárias. Nesta investigação não serão analisadas as seguintes considerações: a variabilidade espacial e temporal, que tem relação direta com a origem das fibras de coco, não será levada em consideração; o diâmetro da fibra de coco, por ser uma característica intrínseca e variável do material, não será analisado. Além disso, os efeitos da carbonatação natural das argamassas não serão investigados.

2.3. Estrutura do trabalho

O trabalho foi dividido em capítulos, sendo os capítulos 1 e 2 referentes à introdução e objetivos da tese, respectivamente. O capítulo 3 foi destinado para abordar a revisão bibliográfica, subdividido nos seguintes tópicos: Classificação das fibras, fibras vegetais, fibra de coco: produção e principais propriedades, emprego das fibras naturais em materiais cimentícios, fibras de coco em materiais cimentícios, tratamento em fibras naturais, tratamento em fibras de coco e carbonatação de materiais cimentícios com o emprego de fibras naturais. O capítulo 4 é atribuído ao resumo experimental da tese. O capítulo 5 fornece os resultados referentes aos estudos A e B dessa tese. O capítulo 6 apresenta as considerações finais, o capítulo 7 as sugestões para trabalhos futuros e o capítulo 8 apresenta as referências bibliográficas utilizadas ao decorrer deste trabalho. E por fim, o capítulo 9 trata dos anexos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. A classificação das fibras

Os materiais reforçados com fibras (sejam elas naturais ou sintéticas) já se encontram consolidados em vários setores de atuação, tais como o automobilístico, o marítimo, o aeroespacial, entre outras (VINOD *et al.*, 2023). As indústrias automotivas (carros elétricos/híbridos), aeroespacial e esportiva estão inovando em busca da redução do peso dos seus produtos, tornando cada vez mais importante e desejável o emprego de materiais leves, pois está diretamente relacionada ao custo, desempenho e melhor economia de combustível (RAHMAN, 2021). Compósitos sintéticos (por exemplo, fibra de vidro) são conhecidos por terem alta rigidez e são utilizados na fabricação de automóveis, interiores de aeronaves, peças de máquinas, artigos esportivos (para aumentar o controle e conforto) e instrumentos musicais (RAHMAN, 2021). As fibras artificiais são classificadas em sintéticas ou sintéticas regeneradas. A partir do desenvolvimento das principais fibras sintéticas (nylon, acrílico, poliéster, rayon), o uso de fibras naturais diminuiu porque as fibras sintéticas são duráveis, e têm boas propriedades térmicas e mecânicas.

A Figura 1 apresenta uma representação esquemática da classificação das fibras.

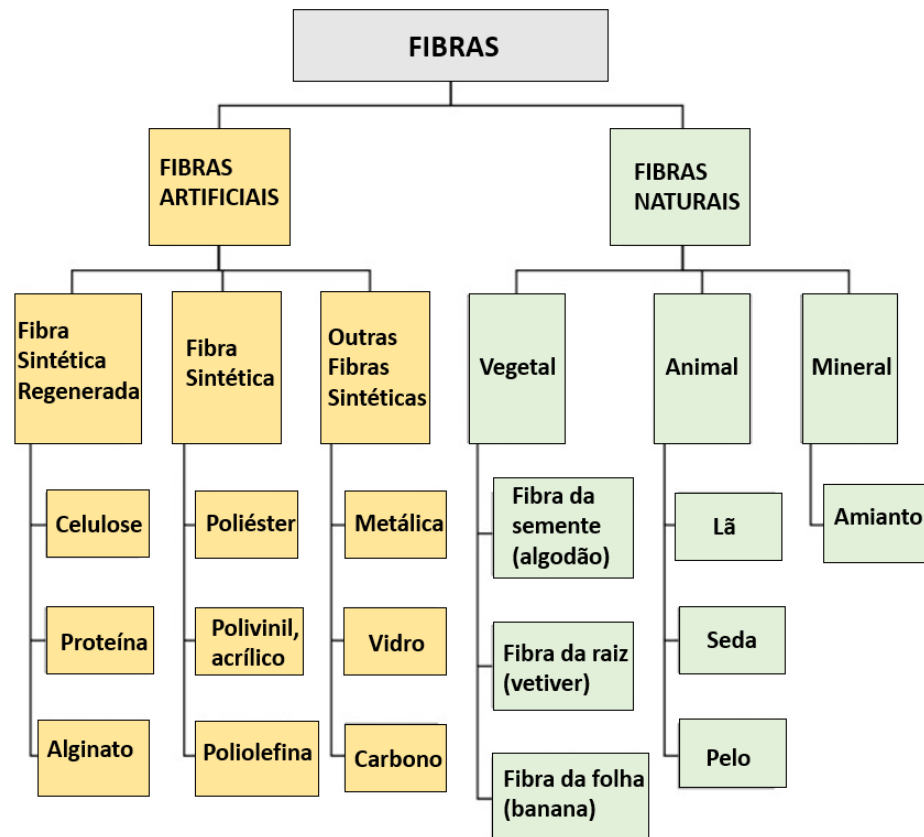


Figura 1: Classificação de fibras naturais e artificiais
Adaptado de Patel e Singh (2022)

As fibras naturais são subdivididas considerando a sua origem em vegetal, animal e mineral. Os benefícios das fibras vegetais já proporcionaram diferentes aplicações, como o setor têxtil, indústrias de construção, automotivo e eletrodomésticos (MALVIYA *et al.*, 2020). Essas são produzidas em grande quantidade em todo o mundo, sendo o bagaço da cana-de-açúcar a mais comum (PATEL e SINGH, 2022). Na indústria automotiva, compósitos reforçados com fibras naturais já se tornaram uma realidade. Como exemplo tem-se a fibra de juta, coco e sisal na fabricação de painéis internos das portas, para-lamas dianteiros, porta traseira, apoio de braço, tapetes, colchões de assento, e tetos de automóveis (CHOUDHARY *et al.*, 2023).

Aragão (2005) cita que as fibras também podem ser classificadas em fibras curtas e fibras longas. A fibra curta é completamente homogênea, composta por micro esponjas que absorvem e retêm água até oito vezes mais que seu próprio peso. As mesmas são usadas em áreas degradadas para proteger o solo e diminuir a evaporação, além de aumentar a retenção de umidade e a atividade microbiana e, conseqüentemente, criar condições favoráveis para o desenvolvimento vegetal. A fibra curta também pode ser utilizada na construção de taludes, para absorver a água e impedir o deslizamento de terra (ARAGÃO, 2005). A fibra longa passa por diversos processos industriais, como a lavagem, corte, estiramento, tratamento ou tintura para ser utilizada na fabricação de encostos de cabeça, pára-sol-interno, bancos de carros, móveis e itens decoração de casas (ARAGÃO, 2005). Segundo Ali *et al.* (2022) nos Estados Unidos, a fibra de coco é utilizada para fabricar tapetes e materiais geotêxteis devido à sua resistência à ação abrasiva. Além desses, é usado principalmente em pincéis e para estofamento. As fibras marrons variam em tamanho entre 10 e 30 cm. As Fibras maiores que 20 cm são chamadas de cerdas e as menores que 20 cm são chamadas de fibras de estofamento. A fibra de coco é a única fibra natural resistente à água salgada; e por esse motivo pode ser empregado na confecção de redes de pesca e cordas para aplicações marítimas (ALI *et al.*, 2022). O Quadro 1 apresenta as vantagens e desvantagens das fibras naturais.

Quadro 1: Vantagens e desvantagens das fibras naturais

Vantagens	Desvantagens
Baixa densidade	Menor resistência em comparação com fibras sintéticas
Baixo custo	Maior absorção de umidade
Biodegradável	Hidrofílico
Menor impacto ambiental durante a produção	Variabilidade das propriedades da fibra
Sem resíduos quando incinerado	Baixa resistência ao fogo e baixa durabilidade
Sem irritações na pele	Tendência a aglomeração
Fácil manuseio	Falta de métodos de processamento padrão

Adaptado de Parameswaranpillai *et al.* (2023)

As fibras naturais oferecem muitas vantagens sobre as fibras sintéticas, tais como: disponibilidade fácil em países tropicais, baixo custo, biodegradabilidade e

baixa densidade (KARTHI *et al.*, 2020). Em comparação com fibras sintéticas, como aço, polipropileno, carbono e fibras de vidro, as fibras naturais são renováveis (WANG *et al.*, 2022). O uso de fibras vegetais como sisal e o coco são facilmente disponíveis e requerem pouca industrialização, em comparação com a mesma quantidade de fibras de reforço sintéticas mais comuns, onde a sua energia necessária para produção é pequena e, portanto, seus custos também são baixos (SILVA *et al.*, 2010).

As vantagens da fibra natural sobre a fibra sintética em termos de recursos renováveis são sua abundância, baixo peso, baixo custo, boas propriedades mecânicas, como módulo de tração e módulo de flexão (GÜNAY, 2017). As principais desvantagens do uso de fibras naturais são sua baixa estabilidade dimensional e maior capacidade de absorção de água, o que prejudica o uso dessas fibras em matriz cimentícia (KARTHI *et al.*, 2020). As fibras naturais possuem baixa resistência térmica e não podem "sobreviver" às temperaturas de processamento necessárias superiores 200°C. Ademais, a cadeia de abastecimento de fibra natural é complicada, que vai desde o agricultor, até linhas de produção modernas de alta tecnologia, exigindo fornecimento constante com qualidade constante (LI *et al.*, 2022). Embora a maioria das fibras de celulose não seja tão resistente quanto as fibras sintéticas de alta resistência, suas características de leveza, alta tenacidade e baixo preço fazem com que ainda tenham grande potencial de desenvolvimento (LI *et al.*, 2022).

3.2. Fibras vegetais

As sementes e frutos das plantas geralmente estão presos a fibras envoltas em uma casca que pode ser fibrosa. Com base na fonte vegetal, as fibras naturais podem ser classificadas como fibras primárias e fibras secundárias (PARAMESWARANPILLAI *et al.*, 2023). As fibras primárias (ou fibras liberianas) são como o linho, cânhamo e juta. As fibras secundárias são provenientes de plantas cultivadas para frutas como abacaxi, banana e coco. Além disso, as fibras secundárias

geralmente são descartadas como lixo (PARAMESWARANPILLAI *et al.*, 2023). As fibras naturais são classificadas em diferentes tipos, pressupondo as suas origens, como algodão, casca, madeira, cascas de nozes, sabugo de milho, bambu e bagaço (KARTHI *et al.*, 2020). A Figura 2 mostra a classificação das fibras vegetais.

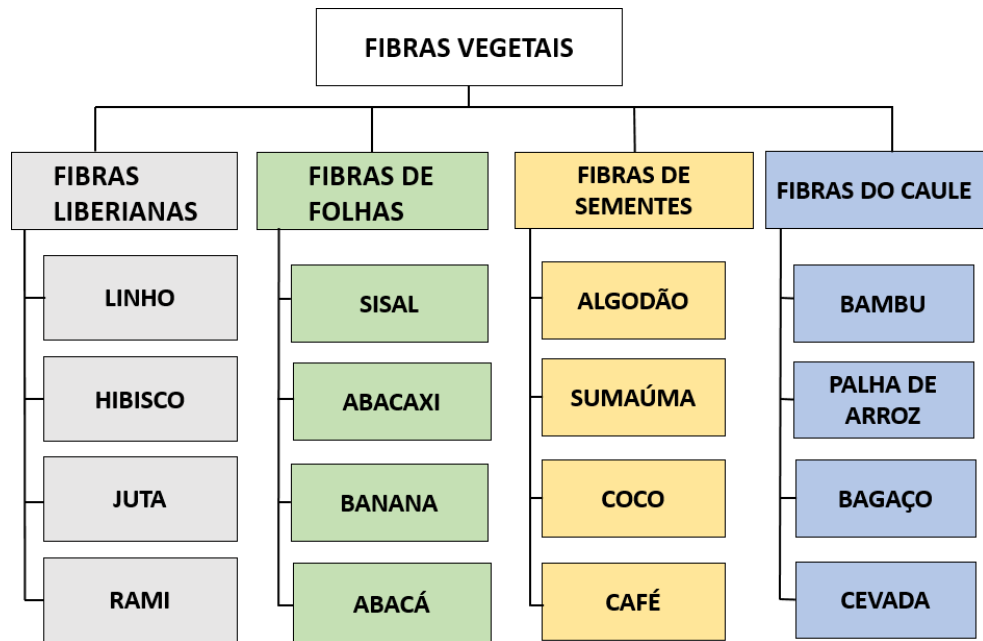


Figura 2: Principais fibras vegetais
Adaptado de Parameswaranpillai *et al.* (2023)

As fibras vegetais são classificadas de acordo com a sua origem: liberiana, folha, fruto/semente e caule; cuja classificação é baseada nas partes das quais as fibras são extraídas. O tipo de técnica de extração influencia na propriedade da fibra. Normalmente, as fibras vegetais são extraídas por maceração e métodos mecânicos. Além disso, a maceração é de cinco tipos diferentes: maceração por orvalho, maceração com água, maceração enzimática, maceração mecânica e maceração química (PARAMESWARANPILLAI *et al.*, 2023). Em geral, todas as fibras naturais contêm celulose, hemicelulose e lignina, cujos mesmos constituem os principais constituintes orgânicos das paredes celulares das plantas. A maioria das fibras vegetais são compostas 60% a 80% de celulose como, por exemplo, linho, cânhamo,

juta, rami, kenaf, fibra da folha de abacaxi, entre outros (PARAMESWARANPILLAI *et al.*, 2023). Desta forma, elas são consideradas como polímeros estruturais naturais conhecidos como lignocelulose (STOKKE *et al.*, 2013). A Figura 3 mostra a estrutura química dos principais componentes das fibras naturais.

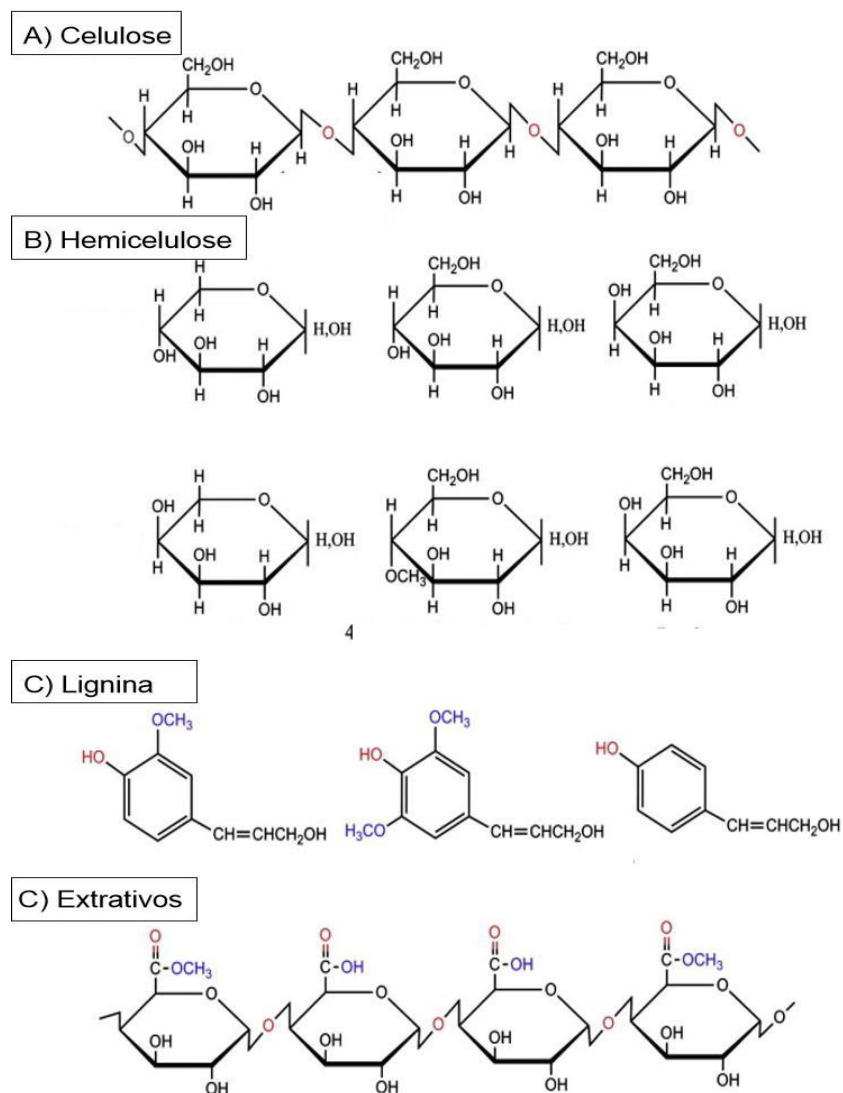


Figura 3: Estrutura química da parede celular de uma fibra natural
Adaptado de T. Gurunathan *et al.* (2015)

A celulose é o polímero orgânico mais abundante na parede celular das células vegetais. É um polímero natural de unidades repetidas de d-glicose, um anel de seis carbonos, também conhecido como piranose. Os três grupos hidroxila em cada anel de piranose podem interagir uns com os outros formando ligações de hidrogênio intra e intermoleculares que dão à celulose uma estrutura cristalina e suas propriedades únicas de estabilidade química (DHYANI E BHASKAR, 2018). A celulose é o principal elemento que fornece alta resistência, rigidez e estabilidade estrutural da fibra (KARTHI *et al.* 2020). A celulose nas formas como Celulose-I, Celulose I α , Celulose I β , Celulose II, Celulose III e Celulose IV. A celulose I é obtida a partir de plantas e é considerada a celulose natural (CHOPRA e MANIKANIK, 2022). Em contrapartida, a celulose I β está presente em plantas desenvolvidas. A celulose I α está presente nas bactérias e algas (CHOPRA e MANIKANIK, 2022). A celulose I pode ser convertida em celulose II sendo o processo considerado irreversível devido à maior estabilidade da celulose II sobre a celulose I. Além desses, a celulose III e a celulose IV podem ser produzidas a partir da celulose I utilizando diferentes tratamentos químicos (CHOPRA e MANIKANIK, 2022). Um maior grau de celulose interfere na melhora controla muitas propriedades físicas da celulose, como resistência, dureza, cristalinidade, etc (CHOPRA e MANIKANIK, 2022).

A hemicelulose envolve as fibras de celulose e funciona como um elo entre a celulose e a lignina. É um grupo heterogêneo de polissacarídeos ramificados. Diferentes monômeros, como glicose, galactose, manose, xilose, arabinose e ácido glucurônico, são os elementos estruturais da hemicelulose (DHYANI E BHASKAR, 2018). Enquanto a celulose possui uma estrutura cristalina resistente à hidrólise, a hemicelulose é amorfa, com baixas propriedades mecânicas. A celulose, um β -d-glucano linear, é o carboidrato dominante das paredes celulares das fibras. Uma parte do β -d-glucano das fibras também está disponível na hemicelulose. Ao contrário do glucano na celulose, que é principalmente cristalino, o glucano hemicelulósico é um polímero amorfo (KARIMI e TAHERZADEH, 2016). Já a lignina é um polímero de fenol aromático, tridimensional e reticulado que consiste em uma variedade aleatória de

unidades de fenilpropano substituída “hidroxila” e “metoxi” ligadas de forma diferente (DHYANI e BHASKAR, 2018).

A lignina desempenha um papel de ligação entre a hemicelulose e a celulose dentro da parede celular. Além desses, as fibras naturais são compostas por extrativos que incluem alcaloides, óleos essenciais, gorduras, glicosídeos, gomas, mucilagens, pectinas, compostos fenólicos, proteínas, resinas, saponinas, açúcares simples, amidos, terpenos e ceras (DHYANI e BHASKAR, 2018). Portanto, lignoceluloses contêm diferentes glucanas, categorizadas como cristalinas e amorfas (KARIMI e TAHERZADEH, 2016). Essas por sua vez, representam um grupo complexo de heteropolissacarídeos chamados glicosaminoglicanos, que também variam em conteúdo de éster metílico. A pectina mais simples é o homogalacturonano (HG), um polímero não ramificado de ácido d –galacturônico (Gurunathan et al., 2015). A Figura 4 demonstra a estrutura de uma fibra natural formada por celulose, hemicelulose e lignina e a Figura 5 ilustra a seção típica de uma fibra natural.

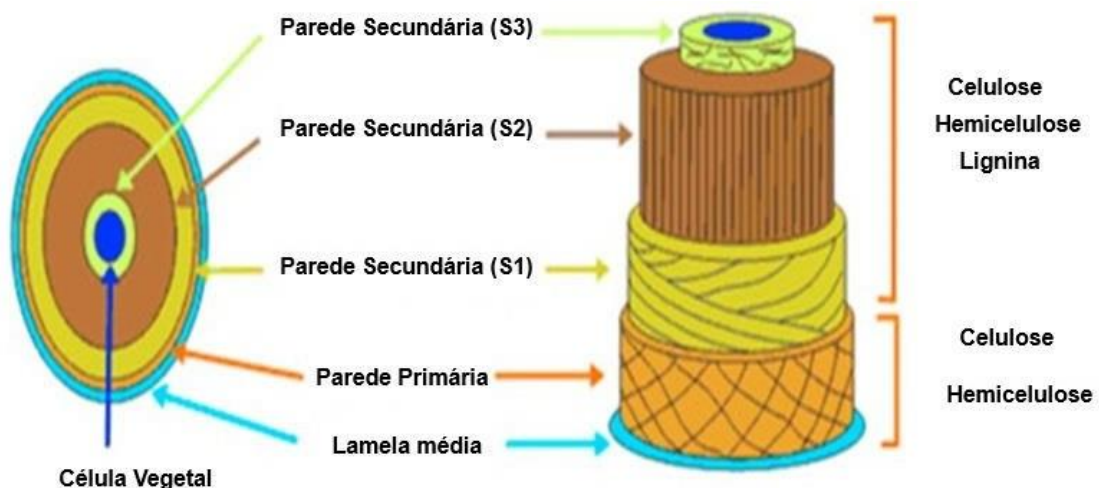


Figura 4: Estrutura da fibra natural

Adaptado de Mokhothu e John (2015)

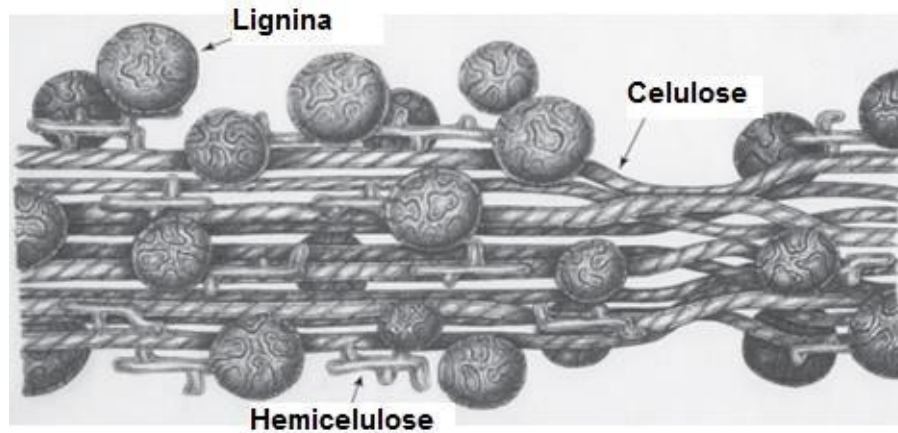


Figura 5: Composição de lignina, celulose e hemicelulose

Adaptado de Stokke *et al.* (2013)

A partir disso, fibras naturais possuem diversas fibrilas que consistem em uma estrutura em camadas composta por uma parede primária fina que circunda uma parede secundária espessa. Essa parede secundária é composta por três camadas, das quais a espessa camada central controla as propriedades mecânicas da fibra (MOKHOTHU e JOHN, 2015). Tal camada possui uma série de microfibrilas celulares helicoidais criados a partir de moléculas de celulose de cadeia longa. Entre as microfibrilas e o eixo da fibra, é encontrado um ângulo microfibrilar que varia de uma fibra para outra (MOKHOTHU e JOHN, 2015). Entretanto, as propriedades das fibras naturais variam consideravelmente. Essas propriedades são determinadas pela composição química e estrutural, que depende do tipo de fibra e suas circunstâncias de crescimento. A celulose, o principal componente de todas as fibras naturais, varia de fibra para fibra (BLEDZI, 1998). Mesmo que a origem seja a mesma fonte vegetal, as propriedades da fibra natural são diferenciadas por muitos fatores, incluindo características físicas, dimensões da celulose cristalina e defeitos na estrutura (WANG *et al.*, 2022).

Dentre as principais fibras naturais existentes, será apresentado um maior detalhamento referentes às fibras de coco a partir das próximas seções.

3.2.1. Fibra de coco: produção e principais propriedades

O coqueiro (*Cocus nucifera L.*) é uma palmeira de grande importância para o Nordeste brasileiro, e possui cerca de 85% da produção nacional e mais de 90% de área plantada com essa cultura. Do coqueiro tudo se aproveita; porém, os principais produtos são, a copra, óleo, ácido láurico, leite de coco, farinha, água de coco e a fibra (ARAGÃO, 2005). A demanda mundial de fibra está crescendo acentuadamente em razão do interesse, principalmente dos países ocidentais, por produtos que não causem impacto ambiental; a tendência mundial é transformar a fibra em um dos principais produtos do coco, alterando, assim, sua atual condição de subproduto (ARAGÃO, 2005). A prova da versatilidade da fibra do coco é sua impregnação com o látex, formando uma fibra emborrachada muito utilizada na manufatura de colchões de mola, estofamentos de carros, almofadas, entre outros produtos. Graças a sua extraordinária elasticidade e resistência, sua aplicação na indústria como material de acolchoamento parece ilimitada, sendo usada na indústria automobilística, de aparelhos de ar-condicionado e de instalações acústicas (ARAGÃO, 2005).

As fibras de coco são produzidas a partir de subprodutos, ou seja, utiliza baixa quantidade de energia, sendo essas fibras resíduos agrícolas, que possuem boa resistência mecânica, e são à prova de insetos e mofo além de não atraírem roedores (SCHIAVONI *et al.*, 2016). As condições ambientais em que as plantas crescem (como, de onde as fibras foram extraídas, localização geológica, modo de extração e maturidade das plantas) influenciam diretamente na porcentagem de composições químicas, valores de resistência mecânica, estabilidade térmica e propriedades cristalinas das fibras de coco (MANIMARAN *et al.*, 2020) (VINOD *et al.*, 2023). Em média, a composição química das fibras de coco varia de 32 a 50% de celulose, 0,15 a 15% de hemicelulose, 30 a 46% de lignina e cerca de 3 a 4% de extrativos (ADENIYI *et al.*, 2019). A tabela 1 mostra os resultados de diferentes propriedades mecânicas de fibra de coco.

Tabela 1. Resultados de resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura de fibra de coco

Origem	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento na ruptura (%)	Referências
Tailândia	95–230	2,8–6	15–51,4	(YAN <i>et al.</i> , 2014)
Vietnã	123,6	26,9	-	(BUI <i>et al.</i> , 2020)
Índia	94	4,1	-	(SUMESH e KANTHAVEL, 2020)
Nigéria	108-251	2,5–4,5	13,7–41	(AKINYEMI e ADESINA, 2021)

Segundo Adeniyi *et al.* (2019) as fibras de coco possuem geralmente densidade de 1,1 a 1,5 g/cm³, módulo de elasticidade 2 a 8 GPa, resistência à tração de 105 a 593 MPa, além de 10–180% de absorção de água e 15–51% de alongamento na ruptura. De fato, as fibras de coco possuem uma grande variabilidade de acordo com o seu local de origem, método de extração e maturidade. Segundo Tomczaket *et al.* (2007), as fibras de coco brasileiras possuem módulo de elasticidade e resistência à tração mais baixas quando comparadas às fibras asiáticas, como as originárias da Índia. Os valores de módulo de elasticidade avaliados para fibras de coco é de 1,2 a 3,6 GPa, comparado a 3,71 a 5,83 GPa para fibras de coco de origem indiana (TOMCZAK *et al.*, 2013).

Assim como nas propriedades mecânicas, a fibra de coco apresenta uma variabilidade no que tange as propriedades químicas seja pela procedência de onde foi extraída, pela maturidade e cuidados no cultivo, etc. A tabela 2 apresenta a composição química de algumas fibras de coco investigadas pela literatura:

Tabela 2. Propriedades químicas da fibra de coco

Origem	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Teor de Extrativos (%)	Referências
Holanda	36,6	37	22,2	4,2	(STAPPER <i>et al.</i> , 2021)
Índia	44	0.293	43	-	(SUMESH e KANTHAVEL 2020)
Índia	43	-	45	-	(JAYABAL <i>et al.</i> , 2012)
Jamaica	48.6	8.2	30.4	-	(MATHURA e CREE, 2016)
Brasil	43,4–53	14.7	38,3–40,77	3.5	(SATYANARAYANA <i>et al.</i> , 2007)

3.3. Emprego de fibras naturais em materiais cimentícios

Diferentes propriedades são modificadas quando a matriz cimentícia é reforçada com fibras, particularmente: trabalhabilidade, resistência à compressão, módulo de ruptura (resistência à flexão), resistência à tração, resistência ao impacto, resistência à fadiga, aumento da tenacidade, e minimização da propagação de trincas (PILS *et al.*, 2019). De forma geral, os materiais cimentícios possuem boa resistência à compressão, porém baixa resistência à tração e fissuração. Desse modo, as fibras naturais podem ser usadas a fim de aprimorar as características dos compósitos, por exemplo, resistência à tração e compressão (LABOREL-PRÉNERON *et al.*, 2016).

Muitas estruturas antigas feitas de barro e argila foram reforçadas com fibras naturais, o que mostrou que o seu uso pode servir como reforço para potencializar as propriedades mecânicas (LABOREL-PRÉNERON *et al.*, 2016). O uso das fibras em materiais cimentícios começa no período otomano, no qual a fibra da madeira era utilizada na Grécia em argamassas com o intuito de aumentar a estabilidade volumétrica. Além disso, o uso de fibra de palha e conchas foram

encontradas principalmente nos tempos medievais com o propósito de substituir os agregados (PACHTA *et al.*, 2014). Desde o Século 20 a adição de materiais fibrosos em materiais cimentícios foi proposta para melhorar suas propriedades mecânicas (YANG *et al.*, 2021). As fibras naturais poderiam ser utilizadas na indústria da construção, em materiais de construção para projetos de edifícios baixos, projetos de pavimentação, calçadas, fossa séptica, sistemas de drenagem, entre outras aplicações (DAS *et al.*, 2020).

Em princípio, três requisitos precisam ser considerados na seleção de uma fibra natural como reforço em compósitos de cimento, incluindo: a compatibilidade das propriedades do material com a aplicação, a interação fibra-matriz suficiente para transmitir tensões e um teor ideal para garantir um comportamento mecânico eficaz (RANJBAR e ZHANG, 2020). De acordo com Adesina (2021) a incorporação de fibras naturais em compósitos cimentícios pode aumentar a resistência à compressão em alguns casos, já em outros estudos mostraram uma redução ou nenhuma mudança em tal propriedade. Uma boa adesão entre pasta de cimento e fibras naturais é determinada por uma combinação sinérgica de fatores (Inter travamento mecânico, adesão física, ligação química). Alguns desafios incluem as características heterogêneas da fibra natural (ou seja, variação na composição da parede celular, defeitos e geometria), levando a uma ampla variação na qualidade da fibra; hidrofiliabilidade, proporcionando a incompatibilidade e tendência de segregação e alta absorção de água (LI *et al.*, 2020). O desafio da utilização das fibras vegetais em materiais cimentícios ocorre devido à sua interação com a pasta de cimento. Elas são capazes de capturar água da mistura reduzindo a trabalhabilidade e alterando o processo de hidratação da pasta de cimento no estado fresco, por exemplo (RUANO *et al.*, 2020).

Determinar o teor ótimo do uso de fibras em materiais cimentícios é importante para aumentar a eficiência e economia, principalmente no que diz respeito às principais propriedades relevantes de acordo com o uso pretendido (PILS *et al.*, 2019). Segundo Chakraborty *et al.* (2013), a fibra de juta foi utilizada a fim de melhorar as

propriedades físicas e mecânicas da argamassa de cimento. Na mistura (cimento: areia: água - 1: 3: 0,6), o teor de fibra variou de 0 a 4,0% (em relação à massa de cimento). A trabalhabilidade foi reduzida devido à natureza hidrofílica da fibra de juta, cuja mesma absorveu grande parte da água necessária para a hidratação do cimento. Entretanto, as amostras de argamassa preparadas obtiveram trabalhabilidade na faixa de 156-161 mm, semelhante à amostra de argamassa de referência (CHAKRABORTY *et al.*, 2013). Segundo MARVILA *et al.* (2020) a resistência à compressão das argamassas com fibra de açaí e teor de 1,5% aumentou 22%; enquanto com o teor de 3,0% obteve o acréscimo de 52%, em comparação com a argamassa de referência. Mesmo com o crescimento nas propriedades mecânicas ocorreu a aglomeração das fibras na matriz cimentícia, que funcionou como um ponto para a absorção de água das fibras. Apesar dos diversos esforços na utilização de fibras naturais, entretanto, pondera-se para a necessidade de estudos futuros devido ao aumento da porosidade e a descontinuidade dos poros com aplicação da fibra de coco em materiais cimentícios (KHAN e ALI, 2019).

3.3.1. Fibras de coco em materiais cimentícios

A argamassa de revestimento composta com (cimento, cal e areia) é considerado um material frágil. Para superar esse comportamento da argamassa, as fibras incorporadas na argamassa podem atuar como atenuador de trincas. Sathiparan *et al.* (2017) demonstraram que a absorção de água e a porosidade aumentaram com a adição da fibra de coco em argamassas. Por causa do acréscimo da fibra ocorre o aumento dos vazios e a porosidade interconectada tende a aumentar e reduzir a resistência a agentes agressivos. Contudo, a presença de 0,5% de fibras na argamassa promoveu um acréscimo na resistência à compressão com teor de 5,7% em comparação com amostra sem fibras. Além disso, a resistência à tração na

flexão com o teor de 0,5% foi 6% superior à argamassa de referência. Porém quando o teor aumentou para 0,75%, ocorreu a diminuição de 16,5%.

A pesquisa realizada por Galicia-Aldama *et al.* (2019) utilizou fibra de coco com diâmetro médio de 1,4 mm onde a incorporação das fibras iniciou-se no período imediatamente após a hidratação e homogeneização do cimento e a relação água/cimento foi mantida fixa em 0,5 com a adição de fibras à pasta cimento em 1%, 2,5% e 5% em peso. Os resultados mostraram que as combinações mais adequadas para o uso em pasta de cimento foram com teores de 1% e 2,5%. As fibras utilizadas por Wang *et al.* (2017) foram descritas com as seguintes características: cor marrom, importadas da Indonésia e com diâmetro em torno de 0,25 mm. A preparação das fibras para o uso em concreto consistiu em realizar o corte em 25, 50 e 75 mm a fim de investigar a variação do comprimento das fibras. A Figura 6 apresenta as fibras, enquanto a Tabela 2 demonstra os resultados referentes às propriedades mecânicas do concreto com a adição da fibra.



Figura 6: Fibra de coco cortadas

Fonte Wang *et al.* (2017)

Tabela 3. Resultados de resistência à compressão e módulo de elasticidade de concretos com fibra de coco

Tipo de concreto (variação do comprimento da fibra)	Comprimento da fibra (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)	Resistência à compressão (MPa)
PC	-	32,6	34,07
CFRC-25	25	31,1	33,98
CFRC-50	50	31,9	32,18
CFRC-75	75	31,02	32,07

Adaptado de Wang *et al.* (2017)

A partir dos resultados, o concreto com adição da fibra demonstrou uma pequena queda na resistência à compressão e no módulo de elasticidade à medida que ocorreu o aumento do comprimento da fibra. Outro fator de relevância diz respeito à trabalhabilidade dos compósitos. Segundo Hwang *et al.* (2016) o uso de fibra de coco e a diminuição da trabalhabilidade da argamassa deve-se a baixa densidade da fibra de coco e conseqüentemente, a sua maior porosidade. Todavia, materiais cimentícios reforçados com fibra de coco exibem resistência à compressão reduzida, porém, a utilização de fibra de coco melhora significativamente a resistência à tração dos compósitos cimentícios. A partir do acréscimo de 4% de fibra de coco na argamassa, obteve-se 7,4 MPa, enquanto a argamassa de referência obteve 5,2 MPa. E o teor ótimo de fibra de coco, em relação ao peso do cimento, obtido por estudos anteriores, varia entre 0,5% e 5% (AL-MASOODI *et al.*, 2016).

Um dos procedimentos usados para melhorar tais características é o emprego de adições minerais. Segundo Silva *et al.* (2010) o uso de sílica ativa e fibras de coco no concreto podem ser utilizados com teores de 15% e 2%, respectivamente, aliado ao uso de cinzas volantes com teores de 0%, 5%, 10% e 15%. Em um concreto com relação água/cimento fixada em 0,55, o melhor desempenho é obtido a partir das

fibras de coco com 5 cm de comprimento e o teor de 2% em relação a massa do cimento. No estudo de Gupta e Kumar (2019) a fibra de coco foi adicionada ao concreto com teores de 0,25%, 0,5% e 0,75% e teores de 2% a 3% de nano sílica. Além disso foi adicionado 15% de cinza volante, a qual foi parcialmente substituída ao cimento. Segundo os autores, a dosagem ideal de fibra de coco e da nano sílica é de 0,25% e 3%, respectivamente. Os materiais forneceram o aumento de resistência à compressão e o mesmo resultado resistência à abrasão em comparação com a amostra do concreto de referência. Esse comportamento é semelhante para todas as misturas com relação água/cimento (0,47, 0,45 e 0,42) aos 7 dias e 28 dias. Segundo o estudo de Ahmad *et al.* (2020) as fibras de coco de diferentes comprimentos (25, 50 e 75 mm) e conteúdo (0,5%, 1%, 1,5% e 2%) foram adicionadas ao concreto de alta resistência para investigar suas propriedades mecânicas para uso em aplicações estruturais. Os melhores resultados foram observados com a adição de fibra de coco e comprimento de 50 mm e com um teor de fibra de 1,5%.

3.4. Tratamentos em fibras naturais

Devido às desvantagens da fibra natural, pesquisadores desenvolveram muitos métodos de tratamentos a fim de promover a otimização de suas propriedades. Os tratamentos de superfície em fibras naturais têm como objetivo aumentar a adesão e a transferência de tensão entre a fibra natural e materiais cimentícios (Patel e Singh, 2023). A microestrutura da pasta de cimento é modificada devido ao tratamento químico das fibras naturais, obtendo-se assim, uma superfície das fibras mais rugosa que cria pontos de ancoragem e fornece uma melhor zona de transição (Stapper *et al.*, 2021). Segundo Ali *et al.* (2022) o tratamento químico reduz a absorção de água da fibra de coco e proporciona uma melhora a adesão entre a fibra de coco e a matriz cimentícia (ALI *et al.*, 2022). Esse fator ocorre, pois, são removidos os óleos e ceras e hemicelulose da superfície externa da fibra de coco (Ali *et al.*, 2022).

A superfície das fibras e os grupos hidroxila podem ser alterados com diferentes tratamentos químicos, acopladores e cargas reativas. Os diferentes tratamentos químicos incluem os álcalis, silano, acetilação, acrilização, benzoilação, permanganato de potássio, peróxido de hidrogênio, isocianato de metila, cloreto de sódio e ácido esteárico (KARTHI *et al.* 2020). Um resumo dos tratamentos químicos e seus efeitos sobre as fibras naturais encontra-se apresentado no Quadro 2.

Quadro 2. Os tratamentos químicos e seus efeitos nas fibras naturais

Tratamento químico	Efeito do tratamento
Hidróxido de sódio	Remove o conteúdo amorfo, hemicelulose e lignina, o que leva à superfície da fibra tornar-se rugosa.
Ácido acético	O tratamento com ácido acético melhora as propriedades de tração e a temperatura inicial de degradação das fibras.
Silano	Melhora as propriedades físico-químicas das fibras naturais
Peróxido de benzofla	Aprimora o mecanismo de adesão entre a fibra natural e a matriz polimérica
Permanganato de potássio	Remove a cera e outros componentes da fibra
Ácido esteárico	Proporciona propriedades físico-químicas superiores
Água do mar	Remove a hemicelulose e pectina. Este tratamento leva à fibrilação de fibras naturais semelhante ao tratamento com álcalis.
Revestimento de polímero	Ajuda a melhorar a compatibilidade entre as fibras naturais e sua matriz polimérica
Isocianato de metila	Aumenta significativamente as propriedades mecânicas e a absorção de água das fibras naturais

Adaptado de: Sanjay *et al.* (2019)

Além dos tratamentos químicos existem outros procedimentos abordados pela literatura para modificação de fibras naturais. Segundo Ferreira *et al.* (2015), a hornificação atua no fortalecimento da estrutura de fibras ligno-celulósicas através de ciclos de molhagem e secagem das fibras. O Quadro 3 mostra os tratamentos e procedimentos utilizados em fibras de sisal. A resistência à tração da fibra aumenta com a aplicação de todos os tratamentos. Segundo o autor, tal fato pode ser explicado pela alteração na cristalinidade da celulose, pela redução do material amorfo e o enrijecimento devido à interação do polímero com a fibra de sisal (FERREIRA *et al.*, 2015).

Quadro 3. Tratamento e preparação para o aperfeiçoamento de fibras de sisal

Hornificação	As fibras são colocadas em um recipiente com água ($T = 22^{\circ}\text{C}$) durante três horas para atingir sua capacidade máxima de absorção de água. Após 16 h de secagem, o forno foi resfriado até a temperatura de 22°C (a uma taxa de resfriamento de $0,23^{\circ}\text{C}/\text{min}$) para evitar possíveis choques térmicos nas fibras. Este procedimento foi repetido dez vezes. O tratamento é eficaz para promover uma modificação na microestrutura da fibra, resultando em uma estabilidade dimensional
Impregnação de polímero	O tratamento com polímero consistiu em uma impregnação por imersão das fibras em uma solução aquosa com um polímero de estireno butadieno. As fibras de sisal foram colocadas em um recipiente com a solução de polímero por 50 min. As fibras foram então secas em uma estufa durante 24 horas a $40 \pm 1^{\circ}\text{C}$
Tratamento híbrido	O tratamento aplicado consistiu em uma combinação de hornificação e impregnação de polímero. Após 10 ciclos de umedecimento e secagem, as fibras foram imersas na solução de polímero, utilizando o mesmo procedimento descrito anteriormente

Adaptado de Ferreira *et al.* (2015)

Existem também outros tratamentos eficientes que necessitam de equipamentos diferenciados para modificação das fibras naturais (SANJAY *et al.*, 2019). O Quadro 4 mostra os tratamentos de superfície mais usados, dedicados às fibras naturais e os respectivos efeitos benéficos sobre as fibras.

Quadro 4. Os efeitos dos tratamentos de superfície nas fibras naturais

Tratamento da superfície	Efeito do tratamento
Tratamento com plasma	Melhora a rugosidade da superfície das fibras
Tratamento por Irradiação Ultravioleta a Vácuo	Melhora as propriedades da superfície, como aderência, e biocompatibilidade
Tratamento com ozônio	Ajuda a manter suas propriedades mecânicas
Tratamento Corona	Aumenta a acidez e a basicidade da superfície das fibras
Tratamento com raios-γ	Aumento da resistência das fibras naturais com a radiação gama
Tratamento a laser	Remove o conteúdo de lignina e aprimora a estrutura das fibras

Adaptado de Sanjay *et al.* (2019)

O intuito do uso desses equipamentos é a remoção de impurezas e modificação da fibra sem a perda de suas propriedades mecânicas e consequente fragilização, e sem precisar expor as fibras a tratamentos químicos. O tratamento com ozônio auxilia a manter suas propriedades mecânicas e pressupõe que a forma de celulose seja exposta ao gás ozônio a 20°C, enquanto a taxa de fluxo é definida como 50 L / h. O tempo de exposição varia de 5 min a 9 h com um auxílio de um gerador de ozônio (SANJAY *et al.*, 2019). Além disso, o tratamento com ozônio afeta os ângulos de contato de diferentes líquidos com as superfícies, o que por sua vez reduz o caráter hidrofílico da fibra natural (ALI *et al.*, 2018).

O método de tratamento atualmente mais utilizado em fibras naturais é o tratamento químico com hidróxido de sódio (NaOH), devido ao baixo custo e fácil disponibilidade. Segundo Zhang *et al.* (2015) o tratamento com hidróxido de sódio em fibras de bambu consiste em adicioná-las em uma solução de NaOH (4% em peso) à temperatura ambiente. As fibras foram imersas em solução por 1 hora e em seguida,

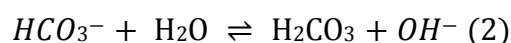
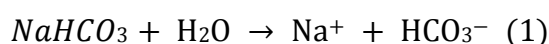
as fibras foram lavadas continuamente com água destilada, removendo a solução restante na superfície da fibra; depois lavado novamente com água. Os autores reforçam que a neutralidade do pH=7 foi verificada com papel de tornassol. Finalmente, as fibras foram secas à temperatura ambiente até atingir um peso constante e armazenadas em um dessecador com um saco plástico selado para evitar a contaminação da umidade atmosférica antes das análises químicas e termomecânicas. Ao aplicar um tratamento alcalino é possível modificar a cristalinidade e a morfologia de fibras naturais como as de bambu, aumentando a rugosidade de sua superfície, o que contribui para melhorar a adesão à pasta (SÁNCHEZ *et al.*, 2017).

O ácido oxálico, é um ácido poli carboxílico orgânico comum secretado de plantas em ambiente natural (ALI *et al.*, 2020; DING *et al.*, 2021). O ácido oxálico ou também conhecido como ácido etanodióico ($C_2H_2O_4$) é um ácido encontrado nas formas monohidratado e diidratado e sendo solúvel em água obtidos de origem orgânica a partir de vários tecidos vegetais (MOREIRA, 2016). O ácido oxálico é extraído basicamente a partir da matriz vegetal com ácido clorídrico ou carbonato de sódio e precipitação do oxalato de cálcio, seguido pelo tratamento do precipitado com ácido sulfúrico diluído para formar solução de ácido oxálico (NAPPI *et al.*, 2006).

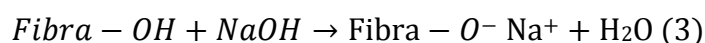
O ácido oxálico foi proposto para o tratamento de fibras de soja com objetivo de obter materiais estruturais mais leves. Segundo VINOD *et al.* (2021) o tratamento com ácido oxálico aprimora a superfície da fibra de soja em comparação com NaOH, considerando-se 2 horas de exposição da fibra e concentração de 5% para ambos os tratamentos. De acordo com os autores todos os resultados dos testes evidenciaram que o novo tratamento com ácido oxálico tem um desempenho melhor em aspectos térmicos e mecânicos quando comparado ao tratamento tradicional com NaOH. Além disso, foram comparados de fibra tratada com silano onde a resistência à tração aumentou em 24,43%, além do acréscimo de resistência à flexão em 74,13% em comparação com a fibra de soja não tratada. O tratamento proporcionou a remoção

de impurezas da fibra onde ocorreu uma redução de 65.73% de lignina e 61.31% de hemicelulose, quando comparada com a fibra natural.

Segundo Fiore *et al.* (2016) todos os tratamentos químicos realizados em fibras naturais até agora são mais prejudiciais ao meio ambiente. Geralmente, grandes quantidades de produtos químicos perigosos estão presentes em suas soluções e depois em forma de resíduos químicos devem ser manuseados e descartados adequadamente. Uma solução aquosa de bicarbonato de sódio é levemente alcalina devido à formação de ácido carbônico e íon hidróxido (FIORE *et al.*, 2016) e estão apresentados nas Equações 1, 2 e 3:



Assim, a interação entre os grupos hidroxila presentes na fibra natural e o íon Na^+ é semelhante ao que acontece durante um tratamento com hidróxido de sódio:



Nesse sentido, fibras de sisal foram imersas em uma solução com 10% em peso de $NaHCO_3$ solução durante 24 horas, 120 horas e 240 horas à temperatura ambiente, em seguida, lavada com água destilada e secas a 40° C durante 24 h (FIORE *et al.*, 2016). Após 120 horas de tratamento, a resistência à tração e o módulo de elasticidade apresentaram aumentos de 197,9% e 115,0%, respectivamente. Isso ocorreu devido à remoção da hemicelulose e à remoção parcial da lignina.

As fibras oriundas da palma de açúcar demonstraram melhor desempenho à tração com o tratamento alcalino ($NaOH$) do que com tratamento com bicarbonato

de sódio (NaHCO_3). Os tratamentos propostos foram uma concentração de NaOH a 4% em peso, com um período de imersão de 1 hora, enquanto 10% foram usados no tratamento com bicarbonato de sódio com um período de imersão por 120h (MUKHTAR *et al.*, 2019). A degradação das fibras pode ser minimizada com bicarbonato de sódio, onde a melhoria registrada nas propriedades mecânicas da fibra é comparável ao do tratamento alcalino tradicional (MUKHTAR *et al.*, 2019).

3.4.1. Tratamentos em fibras de coco

No que se refere especificamente ao tratamento em fibras de coco, algumas pesquisas já foram realizadas nos últimos anos. A tabela 4 mostra alguns dos tratamentos utilizados pela literatura em fibras de coco.

Tabela 4. Tratamentos propostos em fibras de coco

Tipo de tratamento	Referências
Fervura	(KUMAR <i>et al.</i> , 2022)
Hidróxido de sódio	(GALICIA-ALDAMA <i>et al.</i> , 2019)
Hidróxido férrico	(KUMAR <i>et al.</i> , 2022)
Bicarbonato de sódio	(BAKRI <i>et al.</i> , 2018)
Silano	(ARRAKHIZ <i>et al.</i> , 2012)
Sulfato de cromo	(MIR <i>et al.</i> , 2013)

A fervura é um dos métodos mais simples para remover parcialmente o teor de extrativos presente na parede celular das fibras. Esta redução pode ser correlacionada com a pequena perda de hemicelulose e celulose da superfície das fibras (KUMAR *et al.*, 2022). Uma perda de massa associada, e uma pequena diminuição na resistência à tração (aproximadamente 15 a 20%) das fibras foram

identificadas. Nesse sentido, esta técnica não é comumente utilizada, ademais, devido ao consumo de energia e poluição que podem ser gerados (Kumar et al., 2022).

De fato, os tratamentos químicos são econômicos, eficientes e ideais para aumentar a rugosidade superficial das fibras de coco em comparação com outras técnicas de tratamento, como os tratamentos de superfície (Kumar et al., 2022). Santos *et al.* (2019) trataram as fibras de coco com 10% em peso de NaHCO_3 para diferentes períodos (24, 96 e 168 h). As curvas TGA evidenciaram a degradação da hemicelulose e pectina da superfície da fibra, cuja resistência à tração e flexão foram superiores quando o tempo de tratamento aumentou para 96 ou 168 h. O tratamento alcalino proposto, não tão quimicamente agressivo quanto o tradicional com hidróxido de sódio, mostrou-se eficiente no aumento da rigidez das fibras e de seus compósitos de poliéster e epóxi, sendo também menos nocivo ao meio ambiente após o descarte (SANTOS *et al.*, 2019). Bakri *et al.* (2018) optaram por fibras de coco tratadas com 8%, 10% e 12% em peso de solução de NaHCO_3 por 24 e 120 horas. A amostra com 12% de bicarbonato de sódio por 120 horas de imersão exibiu a maior resistência à tração em relação a outras amostras, onde ficou evidenciado que as intensidades de pico a partir de análise de DRX são alteradas e o índice de cristalinidade da fibra tende a aumentar.

Diversos autores apresentaram teores e tempo de exposição do NaOH em fibras de coco. Segundo Sood e Dwivedi (2018), os tratamentos com teores de 5%, 6% e 10% de solução de NaOH apresentaram aumento da resistência à flexão da fibra. Mulinari *et al.* (2011) relataram que para facilitar a adesão entre as fibras e a matriz, as mesmas podem ser modificadas por tratamento com solução alcalina a 1%. Gupta e Kumar (2019) relataram que para fibras naturais o teor de 5% do tratamento alcalino é o mais adequado. Segundo Yan *et al.* (2016), o tratamento alcalino remove uma certa quantidade de lignina, cera e óleos que cobrem a superfície externa da parede celular da fibra, despolimeriza a celulose e expõe os cristalitos. A adição de NaOH à fibra de coco promove a ionização do grupo hidroxila onde a fibra de coco com uma quantidade maior de grupos de hidrogênio se tornaria mais compatível com

a matriz, o que, por sua vez, facilita o intertravamento mecânico e a reação de ligação com a matriz.

Segundo Mulinari *et al.* (2011) para facilitar a adesão entre as fibras e a matriz, as fibras de coco podem ser modificadas por tratamento com solução alcalina a 1%, realizar a filtragem em um filtro a vácuo, lavar com água destilada e secas em forno a 100°C por 24 h. A Figura 7 mostra o antes e depois da fibra tratada com hidróxido de sódio, realizado por Mulinari *et al.* (2011). A análise de MEV mostra que as fibras não tratadas exibem uma grande quantidade de detritos aderidos à superfície dos feixes de fibras, porque são revestidos com material não celulósico. Após o tratamento das fibras de coco, observou-se a remoção de cera, pectina, lignina e hemiceluloses na superfície das fibras. Verificou-se também a eliminação da camada superficial (células parênquimas), e a formação de marcas globulares, o que pode aumentar a adesão entre fibras e matriz (MULINARI *et al.*, 2011).

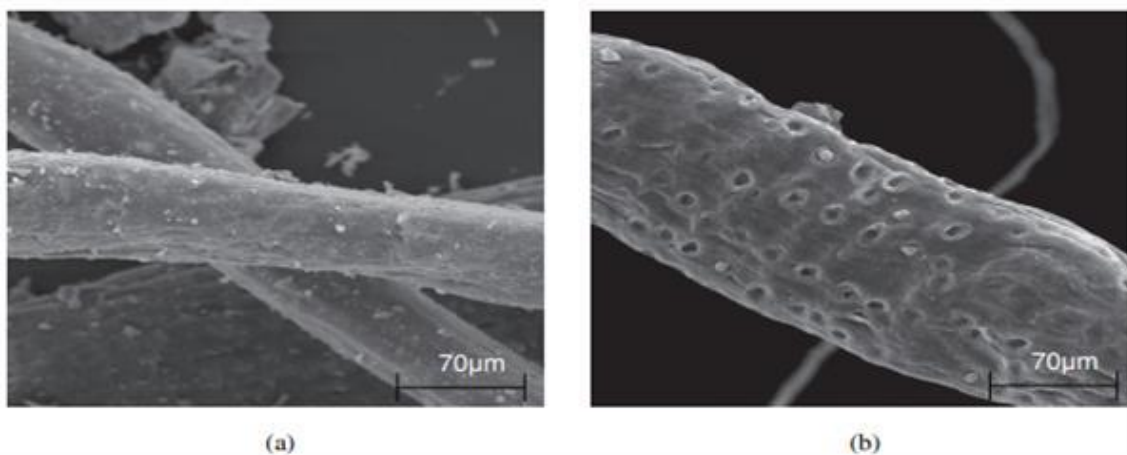


Figura 7: Fibra de coco (a) sem tratamento (b) com tratamento

Fonte Mulinari *et al.* (2011)

Segundo Galicia-aldama *et al.* (2019), as fibras de coco têm uma geometria em forma de cilindro e sua superfície apresenta rugosidade, cuja característica pode ajudar a ancorar as fibras na pasta de cimento. As fibras de coco com tratamento exibem pequenas manchas brancas, e essa morfologia contribui como efeito positivo na mistura e solidificação das amostras, pois formariam pontes físicas entre a pasta

de cimento, resultando em uma melhor adesão entre os dois materiais. As fibras de coco após o tratamento alcalino apresentaram matéria orgânica em menor quantidade, e não foram encontradas evidências de enxofre, onde o processo de limpeza eliminou apenas o material orgânico da superfície (GALICIA-ALDAMA *et al.*, 2019).

Segundo Bui *et al.* (2020) o tratamento de fibras de coco com hidróxido de sódio em solução 5% durante 30 minutos diminuiu a resistência à tração em 11% em comparação com a fibra natural. A fibra sem tratamento é mais resistente em comparação com a fibra de coco tratada. Uma concentração adequada de álcali deve ser obtida para evitar desintegração extra das fibras, pois concentrações mais altas podem enfraquecer e danificá-las. O tratamento alcalino aumenta a velocidade de fragmentação e desagregação da fibra (MARTINELLI *et al.*, 2023). A orientação da ordem da celulose cristalina altamente compactada é alterada pela criação de regiões amorfas nas quais as micromoléculas de celulose são separadas e os espaços são preenchidos com moléculas de água. Os grupos OH – sensíveis aos álcalis são quebrados e movidos para fora da estrutura da fibra (MARTINELLI *et al.*, 2023). Segundo Kumar *et al.* (2022) após o tratamento com hidróxido férrico observou-se que a resistência à tração da fibra de coco aumentou 43%. O aumento na resistência à tração das fibras de coco ocorre devido à cristalização de nanopartículas nos poros disponíveis na superfície da fibra. Essas nanopartículas também tornam a superfície da fibra relativamente rugosa, o que pode levar a uma melhor adesão entre fibra e matriz cimentícia. Segundo Arrakhiz *et al.* (2012) a fibra de coco tratada quimicamente com silano proporciona um aumento de 16% na resistência à tração em comparação com a fibra não tratada. A fim de aumentar a adesão entre a fibra de coco e a matriz de polipropileno, a fibra de coco natural foi tratada quimicamente com sulfato de cromo. A análise por microscopia eletrônica de varredura indicou uma melhora na adesão entre a interface dos compósitos de polipropileno e a fibra de coco após o tratamento. Além disso, as amostras tratadas quimicamente proporcionaram um acréscimo nas propriedades mecânicas (MIR *et al.*, 2013).

O tratamento da superfície de fibras de coco é um dos tópicos desafiadores para os pesquisadores aumentarem a aplicabilidade dessas fibras em diferentes materiais de construção. O ácido oxálico, já é utilizado na indústria farmacêutica, no processamento de metais, na agricultura, em produtos químicos, e na indústria têxtil. É utilizado como alvejante, polidor de metal (a fim de eliminar a ferrugem) e removedor de manchas. Devido à sua função clareadora é utilizado principalmente na produção de chapéus de palha, no tratamento do couro, Cotton, lã e madeira (MAXIMIZE, 2021). Então, devido a ação do ácido oxálico no tratamento de diferentes materiais, estudos que aprimorem as propriedades de fibras naturais, em especial a fibra de coco são de grande importância.

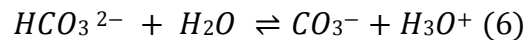
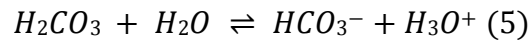
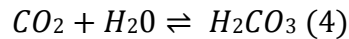
No próximo subitem serão detalhados o fenômeno carbonatação de materiais cimentícios contendo fibras vegetais.

3.5. Carbonatação materiais cimentícios

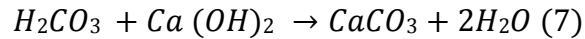
Quase todos os materiais cimentícios tende a passar por um certo grau de reação de carbonatação durante sua vida útil, devido à presença de CO_2 na atmosfera terrestre. Convencionalmente, a reação de carbonatação do concreto é considerada um evento desfavorável, pois diminui o desempenho de durabilidade de tais materiais (ASHRAF, 2016). A carbonatação da pasta de cimento é um processo complexo, influenciado por muitos fatores, como tipo e composição do cimento, porosidade, condições de exposição etc. Sabe-se que a pasta de cimento reage com o dióxido de carbono atmosférico, onde a carbonatação da pasta é reconhecida há muito tempo como uma das causas da corrosão do aço no concreto armado (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). O dióxido de carbono (CO_2) presente no ar penetra sob forma gasosa no interior do concreto, através da rede de poros ou fissuras. Na presença da água (que existe pelos poros menores) ocorre uma reação química de carbonatação com a pasta de cimento hidratada, esta reação transforma os produtos de hidratação, notadamente

o hidróxido de cálcio CH, em carbonato de cálcio (CaCO_3). A carbonatação envolve a seguinte cadeia de reações conforme as Equações 4, 5 e 6 (Baroghel-Bouny *et al.*, 2014):

- Dissolução do CO_2 na água:



Cuja a reação do ácido carbônico com o hidróxido de cálcio, após dissolução do hidróxido de cálcio consiste na seguinte Equação 7:



A carbonatação das bases alcalinas aumenta a solubilidade do hidróxido de cálcio, que pode, então, sofrer carbonação. O hidróxido de cálcio é o composto que se carbonata mais rapidamente, porém, os outros compostos hidratados (aluminatos e silicatos de cálcio) são também sensíveis ao ataque do CO_2 , produzindo igualmente a calcita (BAROGHEL-BOUNY *et al.*, 2014). A carbonatação também altera outros compostos hidratados da pasta de cimento endurecida (silicatos e aluminatos). No caso do C-S-H, este pode evoluir para um material amorfo do tipo gel de sílcio. A penetração do CO_2 e sua reação com os produtos hidratados da pasta de cimento divide o concreto em duas zonas: uma carbonatada e uma não carbonatada (BAROGHEL-BOUNY *et al.*, 2014). Apesar da complexidade dos fenômenos, admite-se, em geral, que a espessura da zona carbonatada ($x(t)$), em um dado instante de tempo (t) da vida de uma estrutura, é dada pela Equação 8:

$$x(t) = x_o + K\sqrt{t} \quad (8)$$

Em que:

x_0 : espessura carbonata inicial;

K: Constante que considera ao mesmo tempo a composição do concreto (relação a/c, dosagem e natureza do aglomerante etc.) e as condições do ambiente (umidade relativa, temperatura, pressão etc.).

A equação 8 é obtida teoricamente considerando-se a hipótese de que os eventos químicos associados à carbonatação (transporte em solução do CO_2 , dissolução do hidróxido de cálcio, precipitação do CaCO_3 , entre outros) são mais rápidos do que a difusão do CO_2 gasoso através da pasta de cimento, a qual se admite não evoluir ao longo do tempo. A difusão do CO_2 torna-se, então, a etapa limitante, sendo a evolução da carbonatação do material regida apenas por este processo (difusão pura) (BAROGHEL-BOUNY *et al.*, 2014).

O CO_2 pode ser armazenado em pastas de cimento por meio de (1) cura por carbonatação acelerada, (2) carbonatação atmosférica, (3) adição de CO_2 na água de mistura do concreto e (4) submergindo amostras de concreto em água com carbonato. Entre esses métodos, a cura acelerada por carbonatação garante o armazenamento mais alto e mais rápido de CO_2 do concreto (ASHRAF, 2016).

A solução indicadora de pH de fenolftaleína é o método de teste mais utilizado para identificar a frente de carbonatação em pastas de cimento. Essa solução muda da cor incolor para a vermelha (ou rosa) quando o pH é superior a 9,0 e a partir da reação de carbonatação, o pH do sistema de concreto reduz e, como resultado, a solução de fenolftaleína permanece incolor na região carbonatada e vermelha (ou rosa) na região não carbonatada (ASHRAF, 2016). Assim, nota-se que a cor vermelha ou rosa durante este teste indica uma região com pH superior a 9,0, mas essa área ainda pode ser parcialmente carbonatada. Portanto, este método fornece apenas uma medida aproximada da profundidade da carbonatação (ASHRAF, 2016). Entretanto, a análise termogravimétrica (TGA) fornece informações quantitativas sobre a extensão da carbonatação em materiais à base de cimento. Este método de ensaio permite determinar as proporções relativas das fases de microscópicas, tais como CH ou

CaCO_3 a partir do qual pode ser obtido o grau de carbonatação ou perfil de carbonatação dentro das amostras (ASHRAF, 2016).

A carbonatação do hidróxido de cálcio resulta, basicamente, em carbonato de cálcio, que pode apresentar em três formas: calcita, vaterita e aragonita, das quais a calcita é a forma mais estável em longo prazo. A transformação do hidróxido de cálcio em calcita ocorre consoante um volume de 12%. Entretanto, a carbonatação não se traduz a uma expansão do concreto, ao contrário, ela implica em uma retração (BAROGHEL-BOUNY et al., 2014). Com efeito, os fenômenos da dissolução que se produzem na pasta de cimento endurecida durante a reação de carbonatação conduzem a um alívio de tensões internas, e em função disso, ocorre a retração. A carbonatação modifica a distribuição de tamanho de poros, reduzindo a porosidade média do cimento hidratado (BAROGHEL-BOUNY et al., 2014). As medidas de porosidade mostram que a redução se dá, em grande parte, ao nível de poros de pequenas dimensões (algumas dezenas de nanômetros). Esta redução de porosidade melhora a resistência à compressão da camada carbonatada, onde a porosidade e a profundidade de carbonatação variam no mesmo sentido, os quais materiais com alto desempenho apresenta profundidade de carbonatação muito baixa ou mesmo nula. (BAROGHEL-BOUNY et al., 2014).

A carbonatação acelerada pressupõe a exposição controlada de pastas de cimento a concentrações elevadas de CO_2 por certos períodos de tempo, resultando em benefícios em termos de desempenho mecânico ou impacto ambiental do material (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). No entanto, nos últimos anos, a atenção se voltou para a compreensão e quantificação das mudanças microestruturais relacionadas à carbonatação sob várias condições. Durante o processo de carbonatação, o hidróxido de cálcio não é o único produto de hidratação que reage com o CO_2 , outras fases da pasta de cimento, como C-S-H, etringita e cimento não hidratado, todas reagem com dióxido de carbono (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). A carbonatação da pasta de cimento hidratada e na distribuição causa uma alteração na porosidade do tamanho dos poros. No entanto, a carbonatação não pode ser vista como um processo contínuo que

obstrui a porosidade, mesmo na pasta de cimento Portland: em estágios posteriores, a porosidade aumenta, provavelmente devido à carbonatação do C-S-H e sua descalcificação (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). A carbonatação causa alterações micromecânicas complexas em sistemas cimentícios: um aumento na resistência pode ser observado devido a mudanças estruturais na C-S-H, que podem ser seguidas por fissuras na carbonatação. Portanto, é difícil avaliar a priori a influência da carbonatação nas propriedades mecânicas (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016).

3.5.1. Carbonatação em materiais cimentícios com fibras naturais

A carbonatação controlada pode ser usada como uma tecnologia ativa para melhoria de materiais cimentícios. Por exemplo, a cura por carbonatação acelerada pode ser usada para obter alta resistência e durabilidade melhorada para materiais cimentícios reforçados com fibra naturais (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). Além disso, os compósitos reforçados com fibra são geralmente mais suscetíveis à carbonatação devido ao aumento da porosidade na interface fibra/pasta de cimento. No entanto, um grande problema com fibras naturais é a sua deterioração nas condições altamente alcalinas da matriz cimentícia (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016). Pode-se apontar que os tratamentos de carbonatação acelerada têm potencial para melhorar as propriedades mecânicas e mitigar o envelhecimento em vários compósitos reforçados com fibras (ŠAVIJA e LUKOVIĆ, 2016).

Uma das desvantagens do uso de fibras naturais é a mineralização e degradação de seus constituintes na alta alcalinidade da matriz de cimento Portland, com um pH de cerca de 13. A mineralização das fibras é causada pelos íons livres da dissolução de fases do cimento Portland que penetram na cavidade da fibra, levando à nova precipitação de etringita/monossulfato e hidróxido de cálcio na fibra (PIZZOL *et al.*, 2014). A carbonatação acelerada melhora o contato entre fibras e matriz de cimento. Evidências adicionais, de que as fibras de celulose são mais preservadas da fragilização em compósitos carbonatados (PIZZOL *et al.*, 2014). As análises

microestruturais demonstraram que o CaCO_3 formado a partir da reação de carbonatação é precipitado na estrutura de poros da pasta, preenchendo os vazios, melhorando o contato entre as fibras e a pasta de cimento e diminuindo, assim, a penetração da água para dentro dos poros (PIZZOL *et al.*, 2014). Segundo Ramli *et al.* (2013) as profundidades de carbonatação registradas aumentam conforme o teor da fibra de coco, da mesma maneira que a permeabilidade devido a elevada capacidade de absorção da fibra. No entanto, a profundidade mais alta registrada com 2,4% é muito baixa para causar efeitos nocivos às amostras, onde a análise da linha de tendência também demonstrou que a área carbonatada levará mais de 400 anos para atingir a cobertura mínima especificada para projeto de concreto armado (RAMLI *et al.*, 2013).

No próximo item é apresentado um resumo experimental deste trabalho.

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo será apresentado a um resumo dos materiais e análises que foram realizados no desenvolvimento da Tese. O trabalho foi dividido em dois estudos: o estudo A, que se refere à avaliação de diferentes tratamentos químicos das fibras de coco; e o estudo B visou o emprego de fibras de coco em argamassas, a fim de analisar os resultados dos tratamentos no comportamento mecânico e microestrutural. Sendo assim, a tese foi composta por dois artigos. A Figura 8 mostra as etapas da tese separadas nos respectivos estudos.

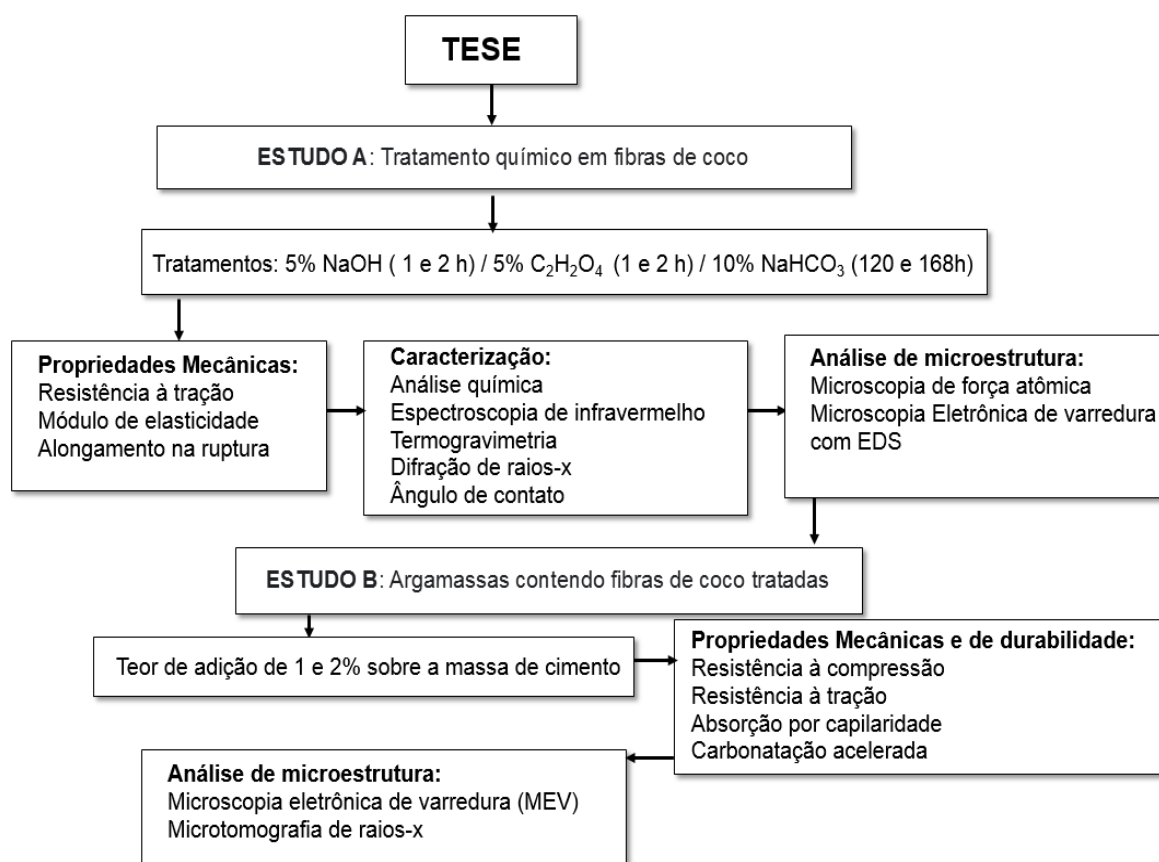


Figura 8: Etapas da tese dividida em estudos A e B

Dentre o estudo A, considera-se que o estudo foi direcionado como um estudo de caracterização das fibras de coco tratadas quimicamente com ácido oxálico, bicarbonato de sódio e hidróxido de sódio. A partir dos tratamentos propostos, foi

possível analisar as suas propriedades mecânicas: (resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura). Além disso obteve-se a análise da composição química, o uso da espectroscopia de infravermelho, análise termogravimétrica e de ângulo de contato das fibras tratadas. A fim de caracterizar a superfície das fibras de coco tratadas foram realizados ensaios de microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica. Logo, os tratamentos químicos com as melhores combinações de tempo de exposição empregados na fibra de coco foram selecionados a fim de promover o emprego em argamassas.

A partir disso, o Estudo B teve como finalidade investigar o efeito das fibras de coco tratadas quimicamente em argamassas. Com base nas fibras tratadas foram analisados o efeito dos tratamentos no comportamento mecânico (resistência à compressão e tração) e de durabilidade como absorção por capilaridade e carbonatação acelerada. Além disso, a modificação da microestrutura conforme a adição de fibras de coco foi verificada através da microscopia eletrônica de varredura e a microtomografia de raios-x foi utilizada a fim de demonstrar o efeito da adição das fibras tratadas na porosidade em argamassas.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. COMPARISON BETWEEN ALTERNATIVE CHEMICAL TREATMENTS ON COIR FIBERS FOR APPLICATION IN CEMENTITIOUS MATERIALS

Nesse item serão apresentados os resultados obtidos referentes ao Estudo A do trabalho sob a forma de artigo publicado na revista Journal of Materials Research and Technology, v. 25, p. 4634-4649. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.210>.



Available online at www.sciencedirect.com
jmr&t
 Journal of Materials Research and Technology
 journal homepage: www.elsevier.com/locate/jmrt



Comparison between alternative chemical treatments on coir fibers for application in cementitious materials

Jéssica Zamboni Schiavon*, Jairo José de Oliveira Andrade

Graduate Program in Materials Engineering and Technology, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul (PGETEMA/PUCRS), Brazil

ARTICLE INFO

Article history:

Received 1 May 2023

Accepted 22 June 2023

Available online 28 June 2023

Keywords:

Agro-industrial waste

Coir fibers

Chemical treatment

Mechanical properties

Microstructural analysis

ABSTRACT

Agricultural production generates several residues, for example, oilseed residues (cotton, soy, sunflower, and palm oil) and fruit residues (coconut, pineapple, and cashew). Research shows several agents for the surface treatment of natural fibers, such as using alkalis in different proportions and exposure times. The chemical treatment removes surface impurities like wax, oils, fats, and insoluble compounds. However, few studies investigate the effect of chemical treatment type on coir fibers' physical-mechanical and microstructural properties. In this context, the present work aims to evaluate the impact of three chemical treatments: sodium hydroxide, oxalic acid with a concentration of 5 (wt. %) (1 and 2 h), and sodium bicarbonate 10 (wt. %) (120 and 168 h) in coir fibers. This study investigated the contents of extractives, lignin, hemicellulose and cellulose contents, mechanical properties, Fourier transform infrared spectroscopy, contact angle test, atomic force microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, and thermogravimetric analysis. Besides, the FTIR test showed the removal partial of the amorphous constituents. The best results obtained by the treatment content of oxalic acid for 1 h promote a removal partial of extractives, lignin, and hemicellulose content. In addition, tensile strength increased by 22.9% compared to the untreated fibers. The increase in fiber roughness due to the chemical treatments promote better interaction with the cement paste and can reinforce cementitious materials.

© 2023 The Authors. Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

1. Introduction

Plant fibers have been researched for use in industry in several segments, such as the automotive, textile, household appliances, aeronautics, and construction sectors [1]. Natural fibers are generally classified due to their origin (vegetable, animal, and mineral). The seeds and fruits of plants are usually bound

to fibers wrapped in a husk that may be fibrous, such as in the case of plants grown for fruit, pineapple, banana, and coconut [2]. These fibers offer many advantages over synthetic fibers. One can mention their availability in tropical countries such as Indonesia, the Philippines, India, Thailand, and Malaysia, their low cost, biodegradability, and low density [3]. Plant-based fibers are more renewable than synthetic fibers, such as polypropylene, carbon, and glass [4]. All natural fibers

* Corresponding author.

E-mail addresses: jessica.schiavon@edu.pucrs.br (J. Zamboni Schiavon), jairo.andrade@pucrs.br (J.J. de Oliveira Andrade).
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.210>

2238-7854/© 2023 The Authors. Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

generally contain cellulose, hemicellulose, and lignin, the three main organic constituents of plant cell walls [5]. The environmental conditions in which plants grow directly influence the chemical composition, mechanical strength values, thermal stability, and crystalline properties of natural fibers [6].

Cementitious materials have good compressive strength but low tensile strength and a high cracking tendency at early ages. Thus, natural fibers improve the characteristics of composites, for example, tensile strength [7]. Besides, coir fibers could be used in the construction industry in building materials for low-rise designs, paving designs, sidewalks, septic tanks, and drainage systems [8]. Hwang et al. [9] using coir fiber-reinforced cementitious materials exhibit reduced compressive strength. However, using coir fiber significantly improves the tensile strength of cementitious composites. The authors concluded that the compressive strength increases associated with 4% coir fiber (7.4 MPa), while the reference mortar obtained (5.2 MPa). In another investigation, the behavior of the mortars with acai fiber and 1.5% (5.35 MPa) and 3.0% (6.65 MPa) fiber content was higher than the reference mortar (4.37 MPa). However, the authors reported on the agglomeration of the fibers in the cementitious matrix, which worked as a point for water absorption [10].

Many studies have focused on incorporating a chemical treatment in cementitious materials to minimize the hydrophilic characteristic of natural fibers to improve mechanical and thermal properties [11]. The different chemical agents for the treatments include alkali, silane, permanganate, isocyanate, sodium chloride, and stearic acid [3]. Due to its low cost and wide availability, the chemical treatment method currently used on natural fibers is sodium hydroxide (NaOH). Several authors use NaOH treatment, presenting different contents and exposure times of coir fiber. Sood and Dwivedi [12] showed that treatments with contents of 5%, 6%, and 10% of NaOH solution showed increased flexural strength of the fiber. However, Mulinari et al. [13] reported that coir fibers can be changed by treatment with a 1% alkaline solution to ease adhesion between the fibers and the matrix. Gupta and Kumar [14] reported that the 5% NaOH treatment content for natural fibers is the most suitable. Applying NaOH treatment makes it possible to increase the crystallinity and morphology of natural fibers such as bamboo fibers, increasing their surface roughness and improving adhesion to the paste [15]. According to Yan et al. [16] the treatment removed a certain amount of lignin, wax, and oils that cover the outer surface of the fibers cell wall, depolymerizes the cellulose and exposes the crystallites [16].

Oxalic acid or ethanedioic acid ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) is a low molecular weight organic acid that is environmentally friendly and is widely found in nature [17]. Moreover, it is a common organic dicarboxylic acid secreted from plants in a natural environment [18,19]. Researchers have used soy fibers treated with oxalic acid to obtain lighter structural materials. According to Vinod et al. [20], oxalic acid can be used as a natural fibers treatment, considering 2 h of fibers exposure and 5% concentration for both treatments. The treatment supplied the removal of impurities from the soy fibers, where a 65.73% reduction in lignin and a 61.31% reduction in hemicellulose occurred when compared to the natural fibers. The thermal



Fig. 1 e Coir fibers before chemical treatment.

stability increased by 3%; the crystallinity index increased by 13.96% compared to the untreated sample.

Fiore et al. [21] proposed a treatment for an aqueous solution of sodium bicarbonate (NaHCO_3) without adding other compounds to improve the properties of natural fibers. The NaHCO_3 treatment on sisal fibers consisted of a 10% solution by weight for 24 h, 120 h, and 240 h. After 120 h of treatment, tensile strength and modulus of elasticity increased of 197.9% and 115.0%, respectively [21]. The fibers from sugar palm showed better tensile performance in laminated composites with the NaOH treatment, with a 16% increase than with the NaHCO_3 treatment, which obtained an 11% increase compared to the untreated sample. The proposed treatments were a concentration of NaOH at 4% by weight with an immersion period of 1 h. In comparison, 10% was used in the sodium bicarbonate treatment with an immersion period of 120 h [22].

The literature still needs further studies aimed at surface treatment and correlation of the modification of the properties of natural fibers, avoiding their hydrophilicity [23]. Given the possibility of setting up an efficient chemical treatment for coir fibers, the present study analyzed different chemical agents (sodium bicarbonate, sodium hydroxide, and oxalic acid). The study is relevant as it contributes to understanding other chemical treatments throughout the variation of fibers exposure time. The intent was to analyze the effects on coir fiber's chemical, physical and microstructure properties. So far, the literature addresses with restrictions a proposal for using coir fibers with different solutions and exposure times of the fibers.

2. Experimental procedures

2.1. Materials

The coir fibers used come from the process of reusing the shell of the brown coir (*Cocos nucifera*) from northeastern Brazil. The industry performs the coir fibers extraction by mechanically shredding the fibrous mesocarp. After that, the sector separates the shell from the coir powder, packages it,

Table 1 e Chemical treatments used.

Sample	Chemical treatment	Concentration (%)	Time (h)
NF	e	0	0
SH1h	NaOH	5	1
SH2h	NaOH	5	2
OA1h	H ₂ C ₂ O ₄	5	1
OA2h	H ₂ C ₂ O ₄	5	2
SB120h	NaHCO ₃	10	120
SB168h	NaHCO ₃	10	168

Where: SH1h e SH2h correspond to the samples treated with sodium hydroxide for 1 and 2 h, respectively, OA1h and OA2h correspond to the samples treated with oxalic acid for 1 and 2 h, respectively, SB120h and SB168h correspond to the samples treated with sodium bicarbonate for 120 h and 168 h, respectively.

and makes it commercially available. The average density (1.12 g/cm³) was performed on a set of fibers in the laboratory using a pycnometer. Through the assistance of a pachymeter, the average diameter was 0.03 cm, whose measurements were taken along the length of the fibers. Fig. 1 shows the coir fibers used.

2.2. Chemical treatment

The treatments with sodium hydroxide, oxalic acid, and sodium bicarbonate with the concentration and variation of exposure time on coir fibers show in Table 1.

The mix proportions of dust from the shells were removed and only the coir fibers were selected, and cut to a length of 1.5 cm. The sodium hydroxide, oxalic acid, and sodium bicarbonate were 99% pure and commercially available. The procedure of immersing the fibers in the aqueous solutions of oxalic acid and sodium hydroxide with a concentration equal to 5% by weight for 1 h and 2 h in a static system was like that adopted in another research [12,24].

The chemical process of treating natural fibers with sodium bicarbonate is quite like sodium hydroxide. Both treatments have similar dissociation products; therefore, the natural fibers treatment with sodium bicarbonate falls under the alkaline-based treatments [22]. The alkaline solution with sodium hydroxide requires less exposure time with the natural fibers due to its higher alkalinity [21,25]. Thus, a solution with a concentration of 10% and immersion times of 120 h and 168 h for the sodium bicarbonate in a static system was used, as already proposed by other authors [21,22,25]. The fibers treated with the different solutions were washed in running water to remove the treatment until they reached a neutral pH of the washing water, verified using litmus paper, and dried in an oven at 60 °C for 4 h [24]. Fig. 2 shows the processes of coir fibers treatment in a simplified way.

2.3. Characterization

2.3.1. Chemical composition

The main aim of chemical analysis is to evaluate the composition of cellulose, hemicellulose, lignin, and extractives of the fibers. Several methods are available (TAPPI method, NREL method, and many other chemical methods) for the chemical analysis of natural fibers [26]. Previously, the fibers passed through a knife grinder and a 16-mesh sieve for regularization of their size and transformation into powder form.

The chemical analysis used the standard method TAPPI T 264 [27] to determine the extractives content. The extractive content step was by boiling the fibers in a toluene/ethanol mixture (2:1 v/v) in a Soxhlet for 6 h. The fibers were filtered, washed with ethanol, and dried. Subsequently, these are used for lignin and cellulose extraction [28]. For cellulose and hemicellulose, the standard method TAPPI T 203 [29] was applied, and for lignin, TAPPI T 222 [30]. The lignin was gradually removed with (0.7 w/v%) sodium chlorite, and the

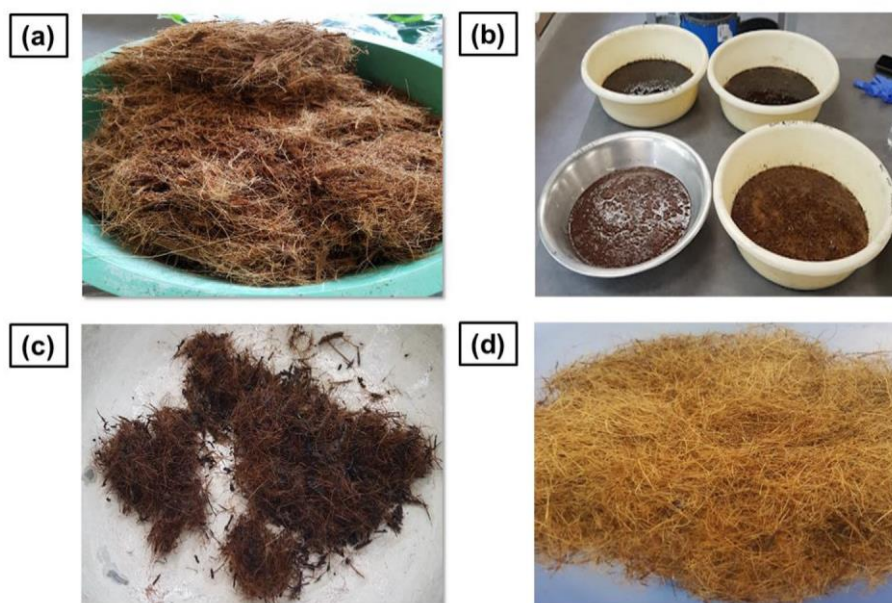


Fig. 2 e Untreated coir fibers (a), coir fibers immersed in alkaline treatment (b), kiln dried (c), coir fibers after oxalic acid treatment (d).

Table 2 e Chemical composition of the analyzed coir fibers.

	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignin (%)	Extractives (%)
NF	39.18	15.88	38.1	2.54
SH1h	40.98	8.85	22.23	1.68
SH2h	42.75	8.71	23.55	1.67
OA1h	45.45	9.29	23.1	1.40
OA2h	48.36	7.71	19.75	1.47
SB120h	47.1	7.27	21.99	1.63
SB168h	44.14	7.63	23.59	1.56

Table 3 e Results of the mechanical tests of fibers.

	Tensile strength (MPa)	Modulus of Elasticity (GPa)	Elongation (%)
NF	71.41 ± 13.06	4.85 ± 1.61	16.03 ± 11.23
SH1h	79.57 ± 13.75	4.49 ± 1.62	20.24 ± 5.24
SH2h	55.63 ± 16.88	4.00 ± 0.99	17.03 ± 5.04
OA1h	87.78 ± 19.71	5.20 ± 1.66	18.33 ± 6.86
OA2h	56.92 ± 13.35	4.68 ± 3.52	12.18 ± 7.42
SB120h	89.58 ± 14.46	4.99 ± 1.14	19.43 ± 4.00
SB168h	51.98 ± 12.06	4.09 ± 1.09	16.50 ± 4.78

sample was then filtered, washed and dried. The remaining holocellulose was then treated with (17.5 w/v %) NaOH solution to remove hemicellulose, and was then filtered, washed and dried. The techniques determined the contents of extractives, lignin, hemicellulose, and cellulose [28].

2.3.2. Mechanical properties

Fibers mechanical properties such as tensile strength, modulus of elasticity, and elongation at break were obtained according to the recommendations of ASTM D638e10 [31]. Each fiber was glued into a paper mold to align with the machine. Before the test, the outside of the paper mold was cut so that the bonded fibers could be pulled. A set of 10 untreated fibers and 10 fibers for each treatment was used for 70 fibers tested. All coir fibers had three diameter measurements taken along the length to determine an average diameter for each fiber. The direct tensile tests on the fibers were performed using a SHIMADZU AGS-X machine, with a load cell equal to

0.2 kN, speed of 2.5 mm/min, and proper length for measurement between grips of 30 mm.

2.3.3. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

The coir fibers were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy with attenuated total reflectance (ATR-FTIR). PerkinElmer Spectrum, model 100, equipped with ATR, was used. The transmittance spectra were recorded with a resolution of 4 cm⁻¹ and a spectral range of 4000 to 650 cm⁻¹. The same parameters for performing Fourier transform infrared spectroscopy with attenuated total reflectance were used to characterize natural fibers in other researches [32e35].

2.3.4. X-ray diffraction (XRD)

Coir fibers in powder form were subjected to X-ray beams in D8 Advance A25 X-ray diffractometer (Bruker) with 40 kV, current of 30 mA, slit ¼ 1.54056 Å. The analysis was performed with the first angle of 10° and 60° for the final angle, the step of 0.015°, counting time of 100s, and a scan angle of 1.05°. The experimental curves were generated in Origin software, and the crystallinity indices were calculated. The crystallinity index (CI) was calculated according to the expression presented by Segal et al., in 1959 [6,36] (Eq. (1)).

$$CI \% = \frac{I_c - I_{am}}{I_c} \times 100 \quad (1)$$

where:

I_c ¼ intensity of the cellulose peak.

I_{am} ¼ intensity of the amorphous phase peak.

2.3.5. Thermogravimetric analysis (TGA)

The thermogravimetric analysis was obtained from the fibers in powder form and through the equipment model STA 8000, from PerkinElmer, with a reading range varying between 40 and 800 °C, nitrogen flow of 50 mL/min, a heating rate of the equipment of 10 °C/min.

2.3.6. Atomic force microscopy (AFM)

Atomic force microscopy testing was performed to see the surface roughness of treated and untreated samples. The probe model was the Tuk Bruker, in peak force mode, frequency of 525 kHz and K ¼ 200 N/m. The scanner scan size chosen was 30 mm × 30 mm, with the aid of an attached optical microscope. The scanning frequency was 0.399 Hz, and

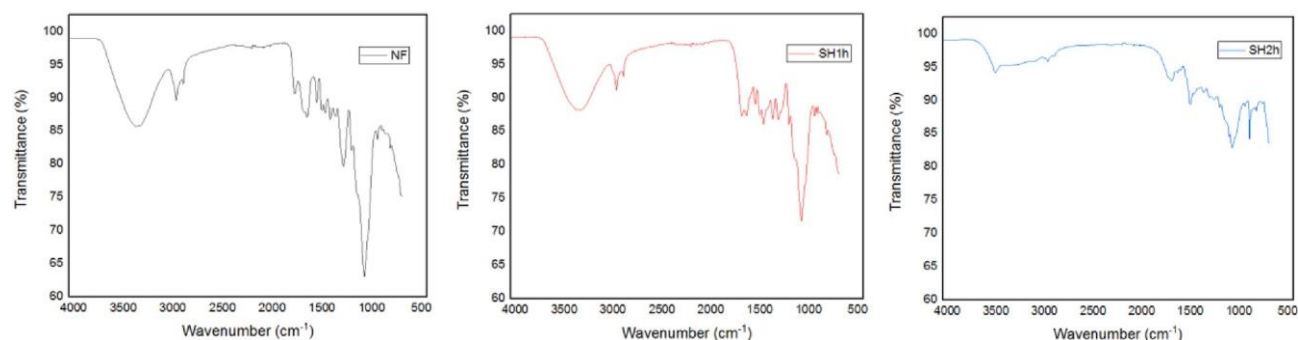


Fig. 3 e FTIR spectrogram of natural, chemically treated coir fibers SH1h and SH2h.

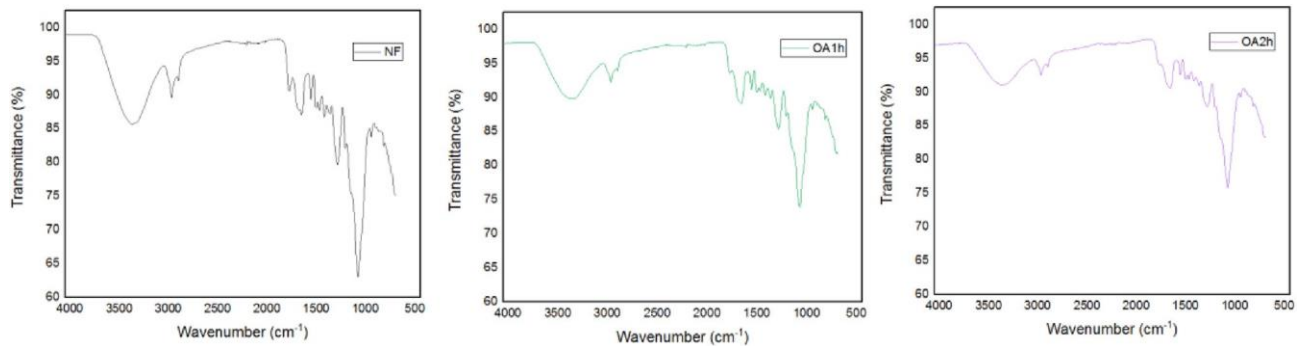


Fig. 4 e FTIR spectrogram of natural, chemically treated coir fibers OA1h and OA2h.

the obtained images were edited with NanoScope Analysis software. To perform atomic force microscopy, as with other samples, a resin embedding is needed, where the bond strength between the natural fibers and the polymer resin is controlled mainly by the roughness of the fiber surface [6]. The coir fibers were placed in an oven for 2 h at a temperature of 60 °C to dry the sample to limit the adhesion of the resin in the embedment. The epoxy resin was prepared, and the fibers were placed in the transverse direction. After embedding, they were polished on a stainless-steel mounting disk [37].

2.3.7. Contact angle measurement

The physical contact angle system measures the wettability of the dispersed liquid on the surface of the fibers. To evaluate the contact angle of natural and chemically treated coir fibers, the contact angle equipment, Phoenix 300 e SEO, was used where the test consisted of 2 ml of distilled water dispersed as a sessile drop on the samples and the contact angle was measured after 5 s [20,38].

2.3.8. Scanning electron microscopy (SEM-EDS)

Scanning electron microscopy (SEM) provided the natural and post-treated coir fibers morphology by images of the fiber's cross-section. In addition, the semi-quantitative analysis occurs via energy dispersive spectroscopy (EDS). Samples were oven dried at 60 °C for 4 h and were covered with a thin layer of gold for analysis. The equipment used was Inspect F50 - FEI, from 0.3 to 30 kV, with a resolution of 1.2 nm.

3. Results and discussion

3.1. Chemical composition

Table 2 shows the chemical composition results of the treated and untreated coir fibers.

The chemical treatment partially removed the content extractives from the fiber surface, which comprised grease, oils, fats, waxes, and insoluble compounds. The treatments with sodium hydroxide, sodium bicarbonate, and oxalic acid provided trends to decrease lignin content, hemicellulose content, and extractive content. The results obtained through the treatment with oxalic acid were analogous to those found by Vinod et al. [20]. The authors found a change after 2 h of fibers exposure and a 5% concentration for soy fibers. In general, the results showed a behavioral trend where chemical treatments increased cellulose contents and decreased hemicellulose contents [39]. Cellulose is the main element that provides high strength, stiffness, and structural stability of the fiber important for the reinforcement in cementitious materials [3]. While cellulose has a crystalline structure resistant to hydrolysis, hemicellulose is amorphous with low mechanical properties [40]. Partial removal of hemicellulose from the fiber releases the internal constraint and the fibrils can better to reorganize compactly, leading to closer packing of the cellulose chains. This cellulose packing improves the fiber's crystallinity and mechanical properties after the chemical treatment [39].

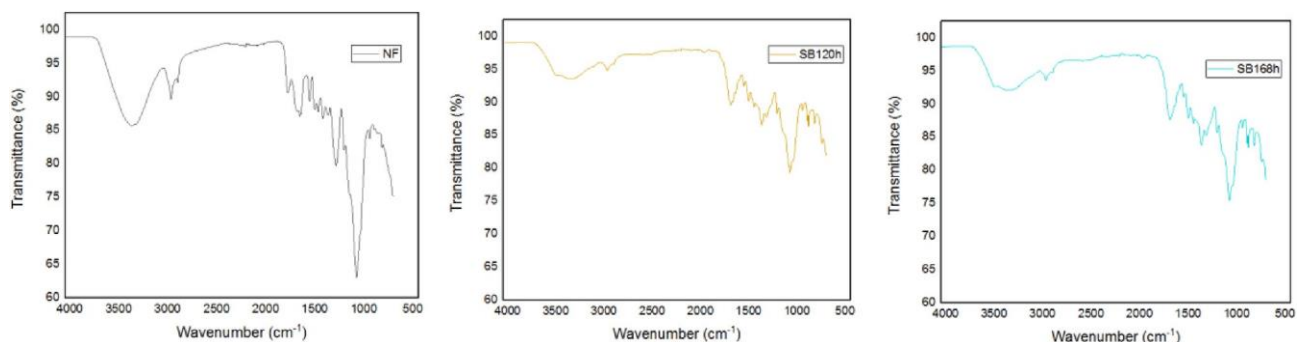


Fig. 5 e FTIR spectrogram of natural, chemically treated coir fibers SB120h and SB168h.

Table 4 e Assignments of characteristic coir fibers bands.

Wavenumber (cm ⁻¹)							Functional Group	Possible assignment	Reference
NF	SH1h	SH2h	OA1h	OA2h	SB120h	SB168h			
3329.54	3320.7	3326.07	3336.48	3321.84	3457.24	3298.8	OH	Cellulose	[46]
2924.11	2921	2922.69	2923.58	2923.7	2922.59	2921.4	CH	Cellulose e hemicellulose	[38]
1729.56	e	e	e	e	e	e	C=O	Hemicellulose	[47]
1608.14	1593.6	1639.22	1609.05	1610.43	1643.68	1641.1	C=C	Lignin	[36]
1453.34	1461	1459.43	1455.39	1454.32	1454	1453.6	CH ₂	Hemicellulose	[38]
1240.69	1267.8	1268.38	1235.6	1235.6	1159.24	1271	CO	Lignin, hemicellulose	[21]
1031.73	1031	1031.23	1022.95	1031.34	1027.45	1032.1	CH	Cellulose	[20]

3.2. Mechanical properties

Table 3 presents the results of tensile strength, modulus of elasticity, and elongation of natural and chemically treated coir fibers.

The sample SH1h showed an 11.4% increase in tensile strength, an 8% decrease in modulus of elasticity, and a 26% increase in elongation. Oliveira et al. [41] reported the average tensile strength values for treated and untreated coir fibers were 125 MPa and 90 MPa, respectively, when the solution was 10% NaOH. The authors showed a post-treatment increase in fiber stiffness and tensile strength. Furthermore, according to Madhu et al. [38], when the NaOH concentration is 6%, the tensile strength and elongation at the break of treated fibers are higher than those of untreated fibers due to the elimination of hemicellulose. The modulus of elasticity is more elevated in natural fibers, and there is no notable difference between NaOH-treated fibers [38].

The fibers treated OA1h showed an increase of 22.9% in tensile strength, 7.3% in modulus of elasticity, and 14.3% in elongation at break. For the chemical treatment with sodium bicarbonate with 120 h, the results showed an increase of 25.4% in tensile strength, 2.8% in modulus of elasticity, and 21.29% in elongation at break. These results agree with that found by other authors, who reported that coir fibers immersed in the 10% sodium bicarbonate treatment for 96 h provided a range of 3.9e6.9 GPa of modulus of elasticity, while the natural fibers showed 3.2e4.3 GPa [42]. This expects due to the removal of hemicellulose and surface impurities after rearranging themselves compactly, leading to a closer packing

of the cellulose chain and improved in fiber strength and tensile properties [43].

However, mechanical properties dropped when the exposure time increased to 168 h. The tensile strength of the treated sisal fibers decreased by 2% when the sodium bicarbonate treatment was increased from 120 h of immersion to 240 h in 10% solution. That can be explained due to phenomena of weakening and degradation of the fibers that occur if the treatment time is longer than 120 h [21]. The modulus of elasticity values evaluated for coir fibers is 1.2e3.6 GPa, compared to 3.71e5.83 GPa for Indian fibers. As mentioned earlier, these differences can be explained (by different origins, extraction methods, and maturity) [44]. However, different treatments result in various degrees of improvement of mechanical properties [45]. As the exposure time of the treatments increased, tensile strength decreased for the times of 2 h for oxalic acid and sodium hydroxide and 168 h for the fibers treated with sodium bicarbonate. This damage is caused by a structural change whereby cellulose in the fiber partially changes in the crystalline region. This is also responsible for a decrease in the crystallinity of the fiber after chemical treatment [43].

3.3. Fourier transform infrared spectroscopy

The FTIR spectrogram of the natural and chemically treated coir fibers (SH1h; SH2h) is shown in Fig. 3, Fig. 4 of the treated coir fibers (OA1h; OA2h), Fig. 5 the treated coir fibers (SB120h; SB168h) and the respectively identified intensities present in Table 4.

The band found around 3320 cm⁻¹ to 3457 cm⁻¹ for all coir fibers represents the stretching of the hydroxyl groups (eOH)

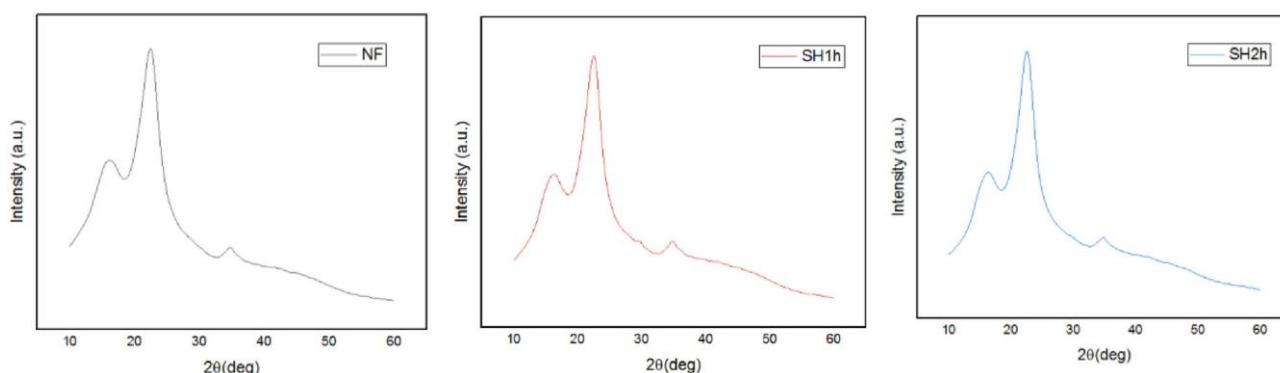


Fig. 6 e X-ray diffraction of natural, chemically treated coir fibers SH1h and SH2h.

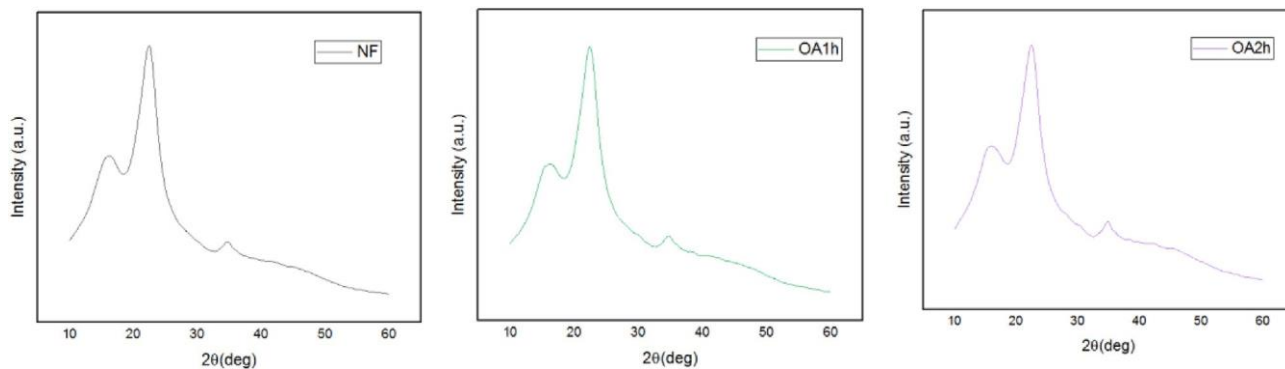


Fig. 7 e X-ray diffraction of natural, chemically treated coir fibers OA1h and OA2h.

concerning the presence of cellulose. From the spectrogram, the transmittance content is increased with the addition of chemical treatment [20]. The band in position 1729 cm^{-1} present in natural coir fibers is attributed to the stretching vibration of the carbonyl group of the carboxylic acid bond in the lignin or the ester group in the hemicellulose and is not present in the treated fibers. The chemical treatments promoted the partial removal of hemicellulose from the surfaces of the fibers, and this caused this characteristic intensity to decrease [21,25]. The bands located at 1608 cm^{-1} and 1453 cm^{-1} are observed in all fibers (treated and natural) and correspond to the stretching vibration of CeO of the amide group in hemicellulose and lignin, respectively [38].

The spectrum found in 1240 cm^{-1} is lower for the treated fibers than for the untreated coir fibers. The CeO stretch of the acetyl group in the lignin is reduced due to the alkaline treatments used, removing hemicellulose and lignin from the surface of the fibers [21]. The fibers showed less transmittance because the infrared rays could not penetrate the fibers due to more amorphous constituents and impurities [20]. This behavior is explained due to alkali treatment removing a large amount of hemicellulose from the fibers [48]. The coir fibers treated with sodium hydroxide for 2 h showed higher transmittance due to the excess disintegration of amorphous components such as hemicellulose, lignin, and extractives [20]. Despite the treatments with sodium hydroxide, oxalic acid, and sodium bicarbonate, the FTIR spectrum indicated the presence of lignin in the treated fibers but at a lower intensity than in the natural fibers. In addition, compared to the

natural coir fibers, cellulose's characteristic spectra were intensified, indicating the increase of its presence in the samples after the chemical treatments [47].

3.4. X-ray diffraction and crystallinity index

The crystallinity index (CI) is a quantitative representation parameter indicating a cellulosic structure's relative amount of crystalline and amorphous regions [40]. The x-ray diffraction presented of the natural and chemically treated coir fibers (SH1h; SH2h) is shown in Fig. 6, Fig. 7 of the treated coir fibers (OA1h; OA2h) and Fig. 8 the treated coir fibers (SB120h; SB168h).

The angle at $2\theta \approx 18^\circ$ is the angle that represents the amorphous fibers or non-cellulose components. The angle of 22° corresponds to cellulose, the crystalline part of the natural fibers [36]. The crystallinity index values is shown in Fig. 9.

The crystallinity index tends to increase depending on the exposure time of chemical treatments. The treated coir fibers SH1h, OA1h and SB120h increased the crystallinity index compared to the natural fibers. This factor occurs by treated fibers have a lower concentration of lignin and content of extractives, such as wax and oil, which are removed from the surface [26,49]. This decrease in non-cellulosic components due to the alkaline treatments increases the crystallinity index of the fibers [47,50]. These factors corroborated the results of chemical analysis and FTIR results. The fibers SH2h and OA2h obtained a decrease in crystallinity index. This reduction occurs due when the exposure times of the

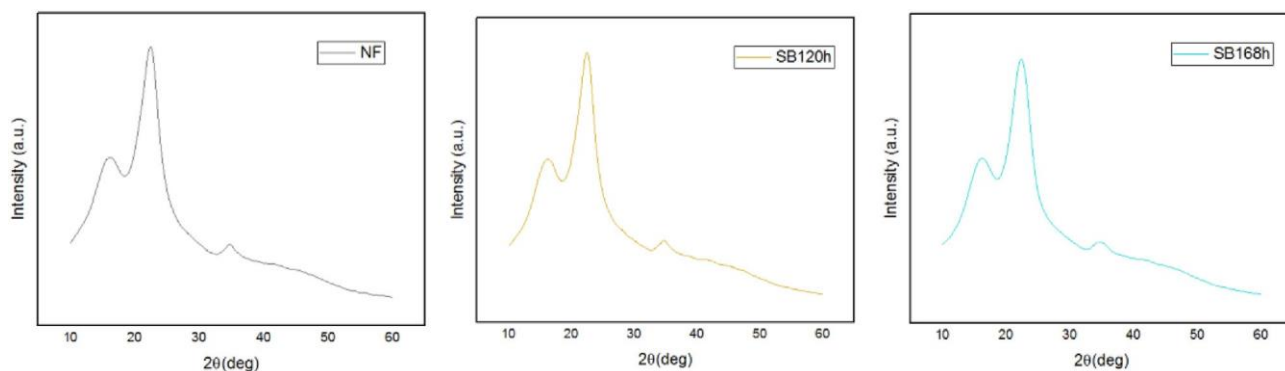


Fig. 8 e X-ray diffraction of natural, chemically treated coir fibers SB120h and SB168h.

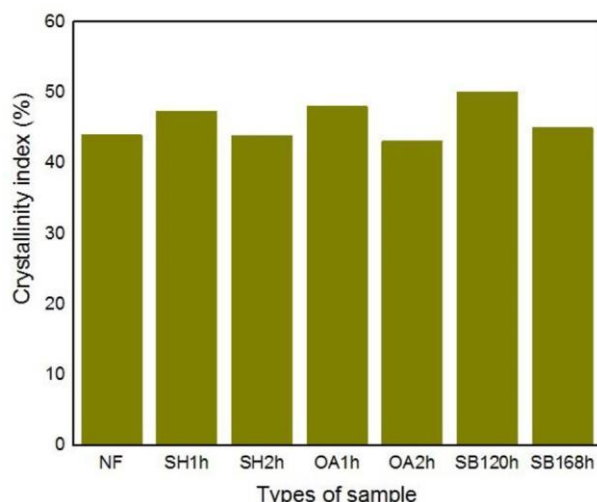


Fig. 9 e Crystallinity index of natural and chemically treated coir fibers.

treatments are increased because of the excessive disintegration of fibers components [51,52]. As the exposure time of the fiber increases, a structural change occurs where the cellulose in the fiber partially changes in the crystalline region. In the same way, is a tendency for a decrease in crystallinity and mechanical properties of the fiber after chemical treatment [43].

3.5. Thermogravimetric analysis

Fig. 10 shows the thermogravimetric curve of the natural and chemically treated coir fibers.

TGA thermogram showed the beginning of a mass loss of the treated and untreated coir fibers, which occurs due to vaporization and water removal from the samples [13]. The Samples SB120h and SB168h reveal a sharp peak near 100 °C and are associated with moisture loss, where the treatments increase in water vaporization. In addition, as longer exposure times are exposed, 120 h and 168 h

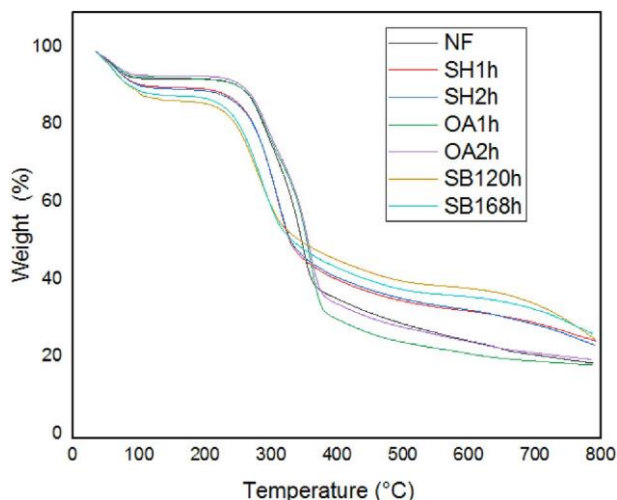


Fig. 10 e Thermogravimetric curves of coir fibers samples.

progressive removal of the cuticle from the coir fibers may explain the initial increase in absorbed water vaporization [42]. In the second stage, mass loss occurs with the rapid and drastic decomposition of the fibers due to the elimination of hemicellulose and cellulose [52]. Fig. 11 shows the derived thermogravimetric curve (DTG).

Zhang et al. [53] describe the first peak of thermal decomposition represents the initial evaporation of absorbed water (50e150 °C). The mass loss between 250 and 400 °C is typically attributed to the degradation of hemicellulose and cellulose, with a high mass loss. The second central peak, near 370 °C, is due to cellulose degradation [21]. From the temperature region of approximately 400 °C occurs the complete fibers degrade process. In oxalic acid-treated fibers OA1h and OA2h, the degradation referring to cellulose decomposition occurs at higher temperatures for both treated samples (after 350 °C), while in the natural fibers, the characteristic decomposed is between 275 and 350 °C [19]. The improvement of thermal stability of these fibers can be attributed to the removal of much of the hemicellulose and lignin as observed by other authors [19,28]. The oxalic acid-treated fibers have lower lignin content and degrade at a higher temperature [54].

The treatment of coir fibers with sodium bicarbonate, regardless of the exposure time, decreased the DTG curve's temperatures, evidencing a peak of cellulose decomposition at 300 °C. Santos et al. [42] cite whose minimization of the thermal stability of cellulose went from 358 °C of the natural fibers sample to 310 °C fibers with sodium bicarbonate. This behavior occurs by not having the transformation of cellulose I into II, where cellulose II has more intermolecular hydrogen bonds than cellulose I, which extends the thermal stability of fibers. Similar behavior occurred in the samples SH1h and SH2h treated coir fibers, where the thermal degradation temperature reduction by not converting part of cellulose I into cellulose II. Oudiani et al. [55] reported the highest transformation of cellulose occurs between 10% and 15% NaOH concentration. For lower NaOH concentrations, cellulose I is dominant and only occurs cellulose swelling and dissolution phenomena [55].

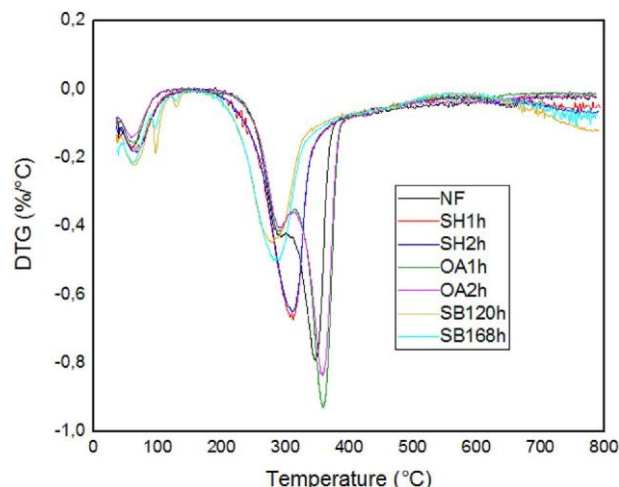


Fig. 11 e Derived thermogravimetric curve (DTG) of coir fibers samples.

Table 5 e Mean roughness and root mean square deviation obtained from atomic force microscopy.

	Ra (nm)	Rq (nm)
NF	56.3	90
SH1h	65.4	121
SH2h	71.2	112
OA1h	80.3	104
OA2h	83.6	113
SB120h	75.5	109
SB168h	112	153

Where: Ra corresponds to the average roughness and Rq corresponds to the quadratic average roughness.

3.6. Atomic force microscopy

Table 5 shows the atomic force microscopy results of the natural and chemically treated coir fibers.

The roughness represents the relief variation detected on the surface of the coir fibers. In this sense, the chemical treatments provided increased roughness, which benefits fiber/matrix interaction. The results are like those obtained by Vinod et al. [20], who untreated soy fiber samples 34.49 nm for average roughness and 42.31 nm for average square roughness. The increase in average roughness and average square roughness was also observed by Bettini et al. [56] when coir fibers were treated with the 2% sodium hydroxide content and

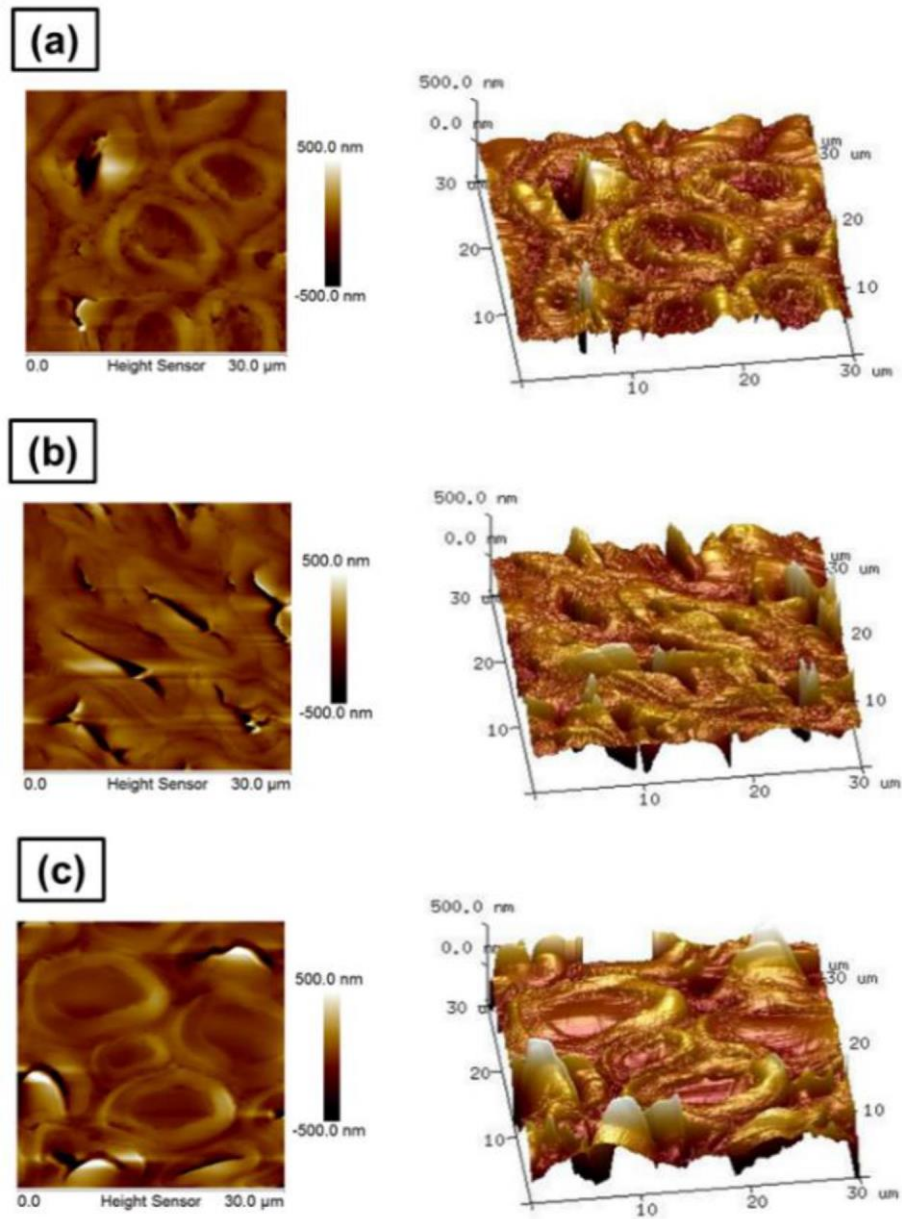


Fig. 12 e AFM images of natural coir fibers (a), coir fibers treated with sodium hydroxide for 1 h (b), coir fibers treated with sodium hydroxide for 2 h (c).

obtained values of R_a 111.11 nm and R_q 133.66 nm. Moshi et al. [56] analyzed the fibers from the bark of the *Grewia damine* plant. Their found that the roughness is directly related to the partial removal of the cellulosic fibers components. The surface that was previously smooth becomes rougher, and the mean and square roughness of the fibers increases. The results showed that the surface of the coir fibers for all treatments changed compared to the natural sample. Figs. 12e14 show the images with topographic profiles of the roughness of the natural and chemically treated coir fibers.

According to the roughness results and 2D and 3D topographic profiles, all fibers have undergone a process of surface modification. The natural sample shows a smoother surface, while the chemically treated samples show increased roughness. Therefore, the samples containing the chemical treatment with sodium hydroxide, oxalic acid and sodium

bicarbonate showed a variation in the average roughness peaks compared to the natural fiber. According to Yan et al. [16], the rougher fibers surface is obtained after the alkali treatment, which is beneficial for fibers/cement paste adhesion, improving the mechanical interlock of the composite. The alkali treatment partially removes lignin, wax, and oils that cover the outer surface of the fiber's cell wall, depolymerizes cellulose, and exposes crystallites.

3.7. Contact angle measurement

Fig. 15 shows the contact angle for natural and chemically treated samples (NF, SH1h, SH2h, OA1h, OA2h, SB120h, and SB168h) obtained from Surfaceware software.

The samples treated with sodium hydroxide, oxalic acid, and sodium bicarbonate showed an increase in the contact angles of all chemically treated fibers compared to the natural

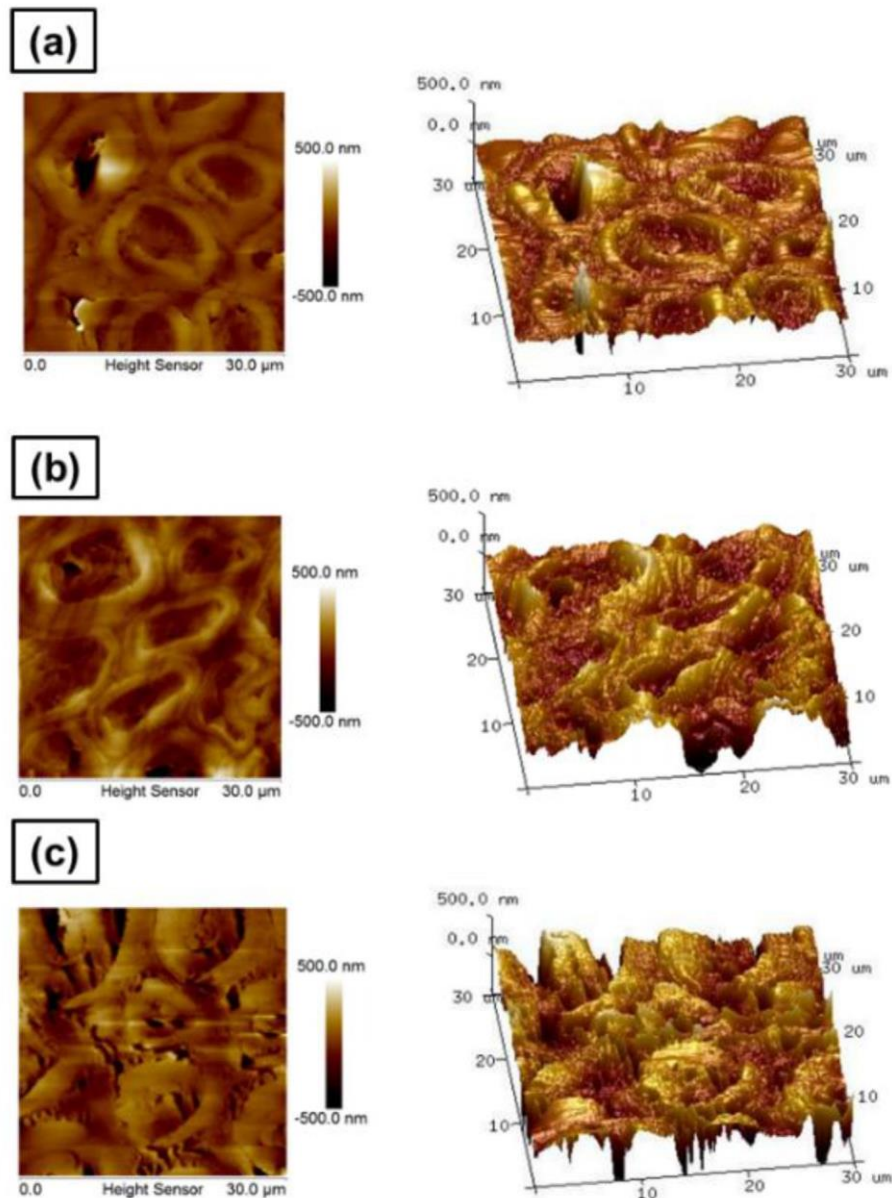


Fig. 13 e AFM images of natural coir fibers (a), coir fibers treated with oxalic acid for 1h (b), coir fibers treated with oxalic acid for 2h (c).

fibers. The contact angle equal to or greater than 90° shows the hydrophobicity of the sample surface, while less than 90° represents hydrophilicity [57]. Moreover, the increase in contact angle is attributed to the partial removal of its constituents, such as hemicellulose, lignin, and extractive content, as reported by other authors [38,51]. The chemical treatment partially removes the lignin whose nature is hydrophobic. Thus, the contact angle increased which shows an increase in hydrophobic nature.

3.8. Scanning electron microscopy with EDS

Fig. 16 shows the natural fibers at $200\times$ and $1000\times$ magnification.

This way, observe the presence of impurities present in the natural fibers, where they form more contrasting, shiny reliefs than the treated samples. In addition, the white spots detected in the natural fibers are due to hemicelluloses and waxes [52]. Coir fibers show adhered debris and protrusions on the surface of the fibers, mainly when untreated [58]. Untreated natural fibers exhibit smooth surfaces, with less surface roughness and no marks on the surface. Fig. 17 shows the SH1h coir fibers, and Fig. 18 shows the morphological aspects of coir fibers OA1h.

In the alkaline treatment, eliminating the surface layer (parenchyma cells) increases the contact area, globular marks, and the adhesion between fibers and matrix [13]. The treated fibers exhibit small white spots, which contribute to the

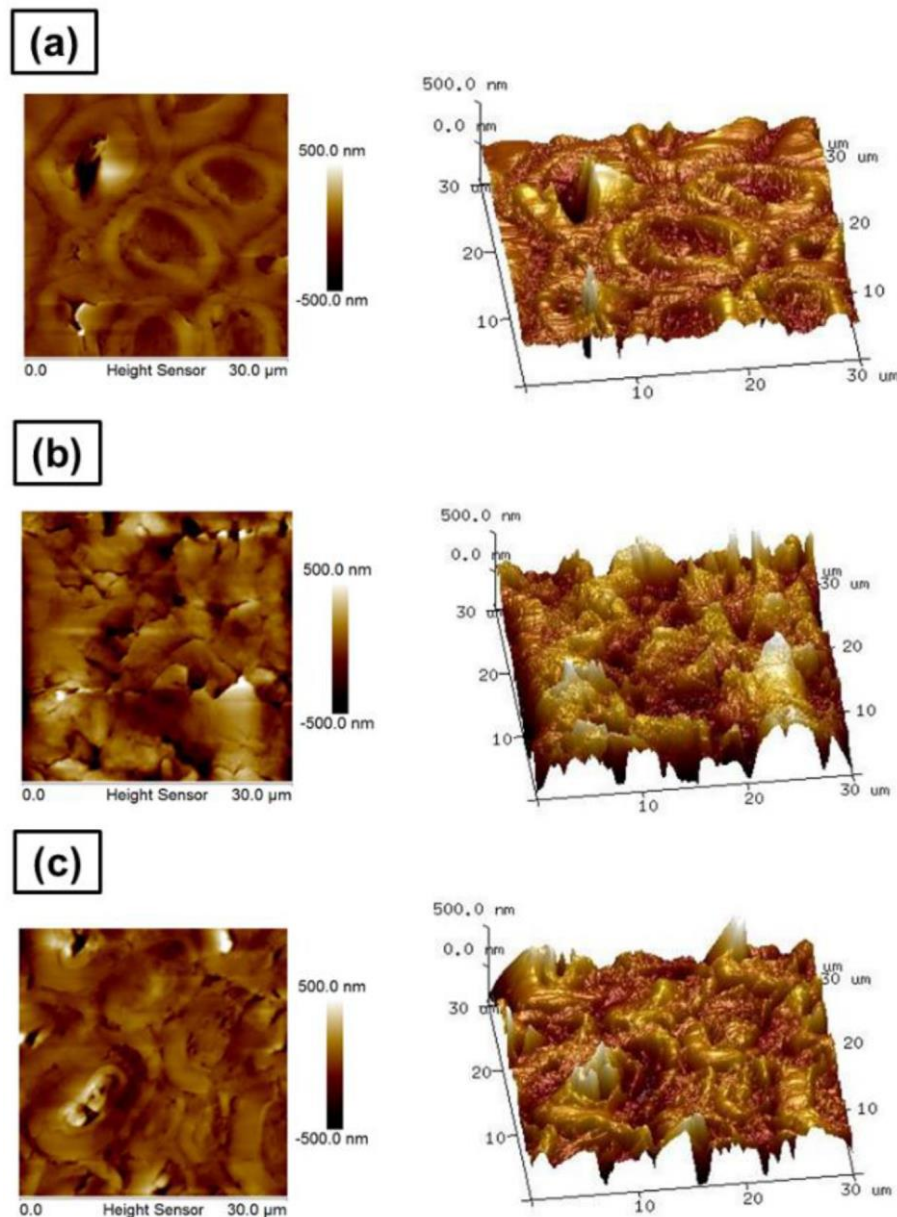


Fig. 14 e AFM images of natural coir fibers (a), coir fibers treated with sodium bicarbonate for 120h (b), coir fibers treated with sodium bicarbonate for 168h (c).

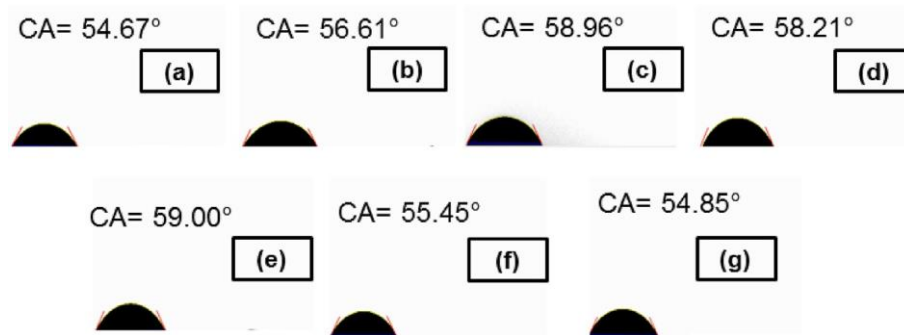


Fig. 15 e Contact angle measurement of the samples: NC (a), SH1h (b), SH2h (c), OA1h (d), OA2h (e), SB120h (f), SB168h (g).

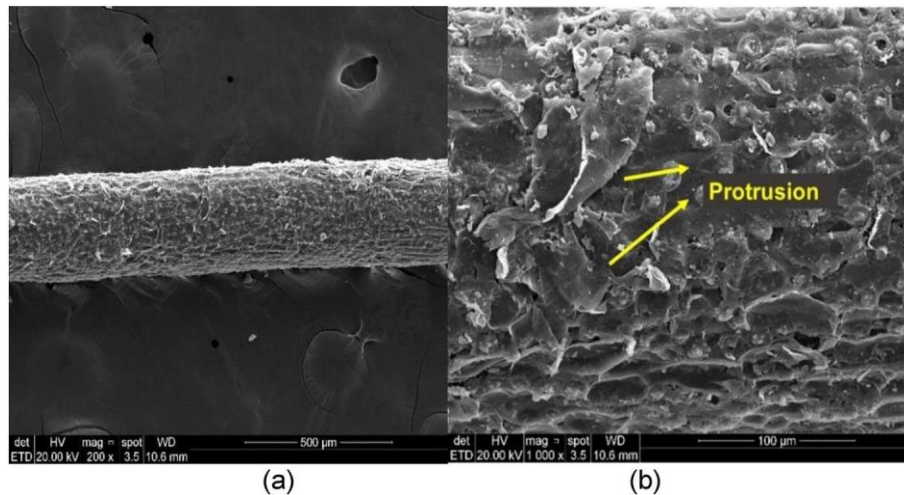


Fig. 16 e NF sample at 200x magnification (a) and 1000x magnification (b).

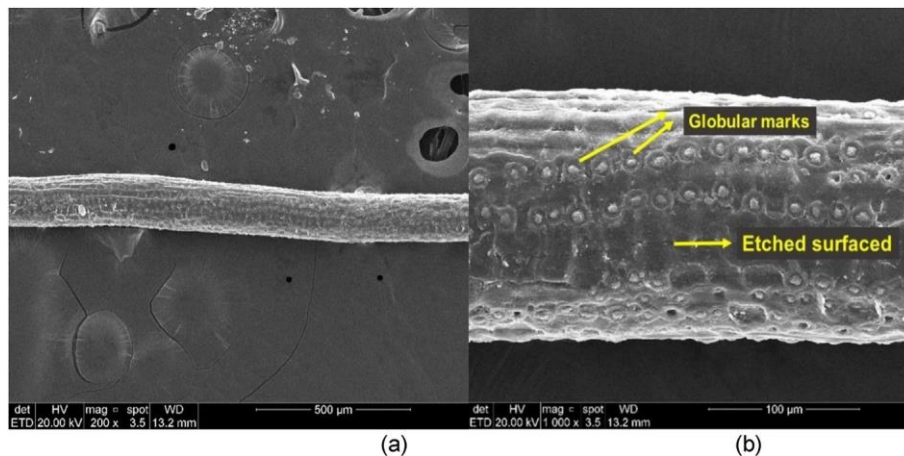


Fig. 17 e Sample SH1h at 200x magnification (a) and 1000x magnification (b).

mixing and solidification of the samples, as they would form physical bridges between the cement paste, resulting in better adhesion between the two materials [36,58]. In addition, the sodium hydroxide treatment and oxalic acid modification of the surface of the coir fibers. The 1-h exposure time provided

globular marks provided the coir fibers with reduced surface impurities. The fiber morphology changes drastically by the alkalinization the surface of the fibers becomes rough and the fibrils are apparent in alkali-treated fiber. Most of the surface impurities and other non-cellulosic (hemicellulose) substances

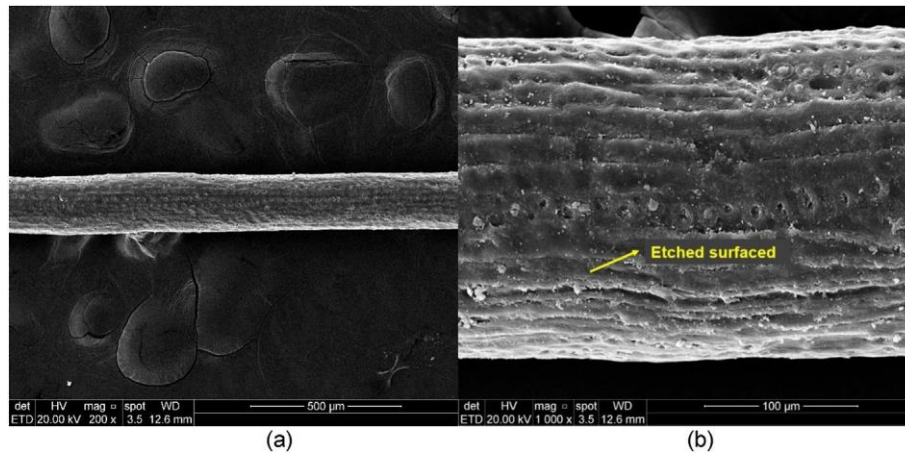


Fig. 18 e Sample OA1h at 200x magnification (a) and 1000x magnification (b).

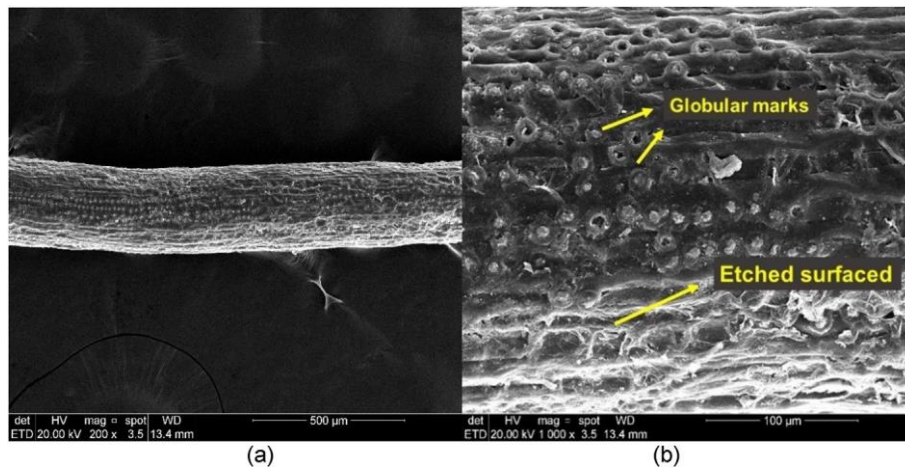


Fig. 19 e Sample SB120h at 200x magnification (a) and 1000x magnification (b).

are partially removed by alkali solution [39]. Moreover, the cross-section of alkali-treated fiber reveals a compressed cellular structure which, in turn, reduces the voids of the fibers, leading to lower water absorption [39]. Fig. 19 shows coir fibers SB120h.

Although less aggressive than sodium hydroxide and oxalic acid, the treatment with sodium bicarbonate showed an alteration of the surface of the fibers. This is due to the partial

removal of hemicellulose, lignin, and extractives [21]. Table 6 presents the chemical composition of the coir fibers with and without chemical treatment obtained from EDS spectroscopy coupled with a scanning electron microscope (SEM).

Natural fibers formed by cellulose, hemicellulose, lignin, and extractives are compounds formed mainly by carbon and oxygen. Among these organic constituents, certain inorganic materials, such as sodium, magnesium, aluminum, silicon,

Table 6 e Chemical composition obtained via EDS.

	NF	SH1h	SH2h	OA1h	OA2h	SB120h	SB168h
C	57.03	50.05	55.5	47.37	50.03	53.68	48.33
O	40.08	45.24	41.25	51.25	46.69	42.36	45.57
Si	1.26	1.4	1.17	1	1.96	1.28	1.16
Cl	0.12	e	e	0.08	0.14	e	e
K	0.24	e	e	e	0.13	e	e
Ca	0.13	0.78	e	0.3	0.58	e	e
Ni	0.56	e	0.96	e	e	e	0.45
Cu	0.58	e	e	e	e	e	e
Na	e	2.53	1.12	e	0.47	2.68	4.5
Total (%)	100	100	100	100	100	100	100

and calcium, are present in smaller amounts [20]. Through EDS, the analysis showed a decrease in the presence of organic matter on the surface of the coir fibers after all the proposed treatments. Galicia-Aldama et al. [58] untreated fibers reveal the presence of organic matter on the fibers surface carbon, oxygen, minor amounts of potassium, and traces of silica and magnesium. The authors report that the coir fibers showed less organic matter after the alkaline treatment with 1% sodium hydroxide. From the standpoint of the chemical treatments, there was a reduction trend in the percentage of carbon compared to the untreated fibers. This behavior occurred when the fibers were treated with oxalic acid for 2 h and sodium hydroxide for 2 h [20]. The presence of aluminum was not found due to the partial removal of hemicelluloses, lignin, and wax constituents from the fibers, while sodium appeared due to the chemical treatment [52].

4. Conclusions

This work investigated the effects of different chemical treatments with sodium bicarbonate, sodium hydroxide and oxalic acid on coir fibers. Among these, the following contributions.

- OA2h was the most effective treatment in partially removing extractives, lignin, and hemicellulose from coir fibers. Infrared spectroscopy showed that the intensity found at 1729 cm^{-1} , attributed to hemicellulose demonstrated only in the natural fibers.
- For all treatments, the tensile strength of the SH1h fibers increased by 11.4%, and OA1h added 22.9%, compared to the untreated sample. The SB120h fibers also provided a 25.4% increase compared to the natural fibers.
- The crystallinity index tends to increase with the alkali treatments and lower exposure times.
- Thermogravimetric analysis indicated higher thermal resistance of oxalic acid-treated coir fibers than natural fibers.
- The surface roughness increased for all chemical treatments compared to natural fibers samples due to partially removing constituents such as hemicellulose, extractives, and lignin from the fibers surface.
- The increase in exposure time causes the weakening of the fibers, compromising their mechanical properties. The best treatment combinations for the coir fibers were sodium hydroxide content in 5% solution and 1 h of immersion. The treatment containing oxalic acid with the same exposure time of 1 h was the best combination. In addition, sodium bicarbonate improved the properties of coir fibers at 10% content and 120 h showing to be an efficient chemical treatment option that generates less waste in the coir fibers washing process.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgments

The authors thank the support of the Laboratory of Construction Materials, Central Laboratory of Microscopy and Microanalysis, Institute of Petroleum and Natural Resources, and the Laboratory of Industrial Chemistry located at PUCRS. To Nathaly Brito for her help in the characterization stage. To Professor Ederli Marangon for the characterization of coir fibers from the UNIPAMPA. Moreover, the support of Professor Edna Possan for characterizing the materials through UNILA. The authors would like to thank Prof. Rosane Linbague from PUCRS, Maurício Mancio from UNISINOS, and Afonso Azevedo from UENF for their suggestions on this work. This research was partially funded by Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) e Finance code 001.

REFERENCES

- [1] Malviya RK, Singh RK, Purohit R, Sinha R. Natural fibre reinforced composite materials: environmentally better life cycle assessment e a case study. *Mater Today Proc* 2020;26:3157e60. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.651>.
- [2] Parameswaranpillai J, Gopi JA, Radoor S, C D MD, Krishnasamy S, Deshmukh K, et al. Turning waste plant fibers into advanced plant fiber reinforced polymer composites: a comprehensive review. *Compos Part C Open Access* 2023;10:100333. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100333>.
- [3] Karthi N, Kumaresan K, Sathish S, Gokulkumar S, Prabhu L, Vigneshkumar N. An overview: natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas. *Mater Today Proc* 2020. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.011>.
- [4] Wang B, Yan L, Kasal B. A review of coir fibre and coir fibre reinforced cement-based composite materials (2000e2021). *J Clean Prod* 2022;338:130676. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130676>.
- [5] Stokke DD, Wq, Hg. *Introduction to wood and natural fiber composites*. John Wiley & Sons, Ltd.; 2014.
- [6] Manimaran P, Vignesh V, Khan A, Pillai GP, Nagarajan KJ, Prithiviraj M, et al. Extraction and characterization of natural lignocellulosic fibres from *Typha angustata* grass. *Int J Biol Macromol* 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.09.273>.
- [7] Laborel-Préneron A, Aubert JE, Magniont C, Tribout C, Bertron A. Plant aggregates and fibers in earth construction materials: a review. *Constr Build Mater* 2016;111:719e34. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119>.
- [8] Das S, Habibur Rahman Sobuz M, Tam VWY, Akid ASM, Sutan NM, Rahman FMM. Effects of incorporating hybrid fibres on rheological and mechanical properties of fibre reinforced concrete. *Constr Build Mater* 2020;262:120561. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120561>.
- [9] Hwang CL, Tran VA, Hong JW, Hsieh YC. Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior, and impact resistance of cementitious composites. *Constr Build Mater* 2016;127:984e92. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.118>.
- [10] Marvila MT, Azevedo ARG, Cecchin D, Costa JM, Xavier GC, de Fátima do Carmo D, et al. Durability of coating mortars containing açai fibers. *Case Stud Constr Mater* 2020;13:e00406. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00406>.
- [11] Raju A, Shanmugaraja M. Recent researches in fiber reinforced composite materials: a review. *Mater Today Proc* 2020. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.141>.

- [12] Sood M, Dwivedi G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: a review. *Egypt J Pet* 2018;27:775e83. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2017.11.005>.
- [13] Mulinari DR, Baptista CARP, Souza JVC, Voorwald HJC. Mechanical properties of coconut fibers reinforced polyester composites. *Procedia Eng* 2011;10:2074e9. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.04.343>. Elsevier Ltd.
- [14] Gupta M, Kumar M. Effect of nano silica and coir fiber on compressive strength and abrasion resistance of Concrete. *Constr Build Mater* 2019;226:44e50. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.232>.
- [15] Sánchez ML, Morales LY, Caicedo JD. Physical and mechanical properties of agglomerated panels made from bamboo fiber and vegetable resin. *Constr Build Mater* 2017;156:330e9. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.003>.
- [16] Yan L, Chouw N, Huang L, Kasal B. Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of coir fibres, coir fibre reinforced-polymer composites and reinforced-cementitious composites. *Constr Build Mater* 2016;112:168e82. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.182>.
- [17] Tang Z, Chen D, Wang X, Han Z, Tao R, Zhang G, et al. Impact of polyethylene fiber on the ductility and durability of magnesium phosphate cement. *J Build Eng* 2023;68:106123. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2023.106123>.
- [18] Ali S, Khan AS, Anjum MA, Nawaz A, Naz S, Ejaz S, et al. Effect of postharvest oxalic acid application on enzymatic browning and quality of lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) root slices. *Food Chem* 2020;312. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.126051>.
- [19] Ding Y, Ye Q, Liu M, Shi Z, Liang Y. Reductive release of Fe mineral-associated organic matter accelerated by oxalic acid. *Sci Total Environ* 2021;763. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142937>.
- [20] Vinod A, Sanjay MR, Siengchin S, Fischer S. Fully bio-based agro-waste soy stem fiber reinforced bio-epoxy composites for lightweight structural applications: influence of surface modification techniques. *Constr Build Mater* 2021;303:124509. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.124509>.
- [21] Fiore V, Scalici T, Nicoletti F, Vitale G, Prestipino M, Valenza A. A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. *Compos Part B Eng* 2016;85:150e60. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.09.028>.
- [22] Mukhtar I, Leman Z, Zainudin ES, Ishak MR. Hybrid and nonhybrid laminate composites of sugar palm and glass fibre-reinforced polypropylene: effect of alkali and sodium bicarbonate treatments. *Int J Polym Sci* 2019;2019. <https://doi.org/10.1155/2019/1230592>.
- [23] de Azevedo ARG, Amin M, Hadzima-Nyarko M, Saad Agwa I, Zeyad AM, Tayeh BAAA. Possibilities for the application of agro-industrial wastes in cementitious materials: a brief review of the Brazilian perspective. *Clean Mater* 2022;3:100040. <https://doi.org/10.1016/j.clema.2021.100040>.
- [24] Zhang X, Wang F, Keer LM. Influence of surface modification on the microstructure and thermo-mechanical properties of bamboo fibers. *Materials* 2015;8:6597e608. <https://doi.org/10.3390/ma8105327>.
- [25] do Santos JC, Oliveira LÁd, Gomes Vieira LM, Mano V, Freire RTS, Panzera TH. Eco-friendly sodium bicarbonate treatment and its effect on epoxy and polyester coir fibre composites. *Constr Build Mater* 2019;211:427e36. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.284>.
- [26] Jaiswal D, Devnani GL, Rajeshkumar G, Sanjay MR, Siengchin S. Review on extraction, characterization, surface treatment and thermal degradation analysis of new cellulosic fibers as sustainable reinforcement in polymer composites. *Curr Res Green Sustain Chem* 2022;5:100271. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2022.100271>.
- [27] TAPPI T 264 cm-97. Preparation of wood for chemical analysis. 1997. Atlanta.
- [28] Jayaramudu J, Guduri BR, Rajulu AV. Characterization of natural fabric *Sterculia urens*. *Int J Polym Anal Char* 2009;14:115e25. <https://doi.org/10.1080/10236660802601415>.
- [29] T 203 cm-99. Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. 2009. Atlanta.
- [30] T 222 om-02. Acid-insoluble lignin in wood and pulp. 2002. Atlanta.
- [31] ASTM D638e10. Standard test method for tensile properties of plastics. 2010. West Conshohocken, United States.
- [32] Nascimento HM, Granzotto DCT, Radovanovic E, Fávoro SL. Obtention and characterization of polypropylene composites reinforced with new natural fibers from *Yucca aloifolia* L. *Compos Part B Eng* 2021;227:109414. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109414>.
- [33] Nacci T, Sabatini F, Cirrincione C, Degano I, Colombini MP. Characterization of textile fibers by means of EGA-MS and Py-GC/MS. *J Anal Appl Pyrolysis* 2022;165:105570. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2022.105570>.
- [34] Buchacher M, Bechtold T, Pham T. Characterisation of reduction state of cystine linkages on wool fibre surface under heterogeneous reaction conditions. *Polym Test* 2022;106:107438. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2021.107438>.
- [35] Deepa R, Kumaresan K. Stinging nettle fibres extraction and characterization using chemical retting method and influence of tensile properties. *Ind Crop Prod* 2022;188:115551. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115551>.
- [36] Gapsari F, Purnowidodo A, Hidayatullah S, Suteja S. Characterization of Timoho Fiber as a reinforcement in green composite. *J Mater Res Technol* 2021;13:1305e15. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2021.05.049>.
- [37] Coste R, Soliman M, Bercu NB, Potiron S, Lasri K, Aguié-Béghin V, et al. Unveiling the impact of embedding resins on the physicochemical traits of wood cell walls with subcellular functional probing. *Compos Sci Technol* 2021;201:108485. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108485>.
- [38] Madhu P, Sanjay MR, Jawaid M, Siengchin S, Khan A, Pruncu CI. A new study on effect of various chemical treatments on Agave Americana fiber for composite reinforcement: physico-chemical, thermal, mechanical and morphological properties. *Polym Test* 2020;85:106437. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106437>.
- [39] Reddy KO, Reddy KRN, Zhang J, Zhang J, Varada Rajulu A. Effect of alkali treatment on the properties of century fiber. *J Nat Fibers* 2013;10:282e96. <https://doi.org/10.1080/15440478.2013.800812>.
- [40] Karimi K, Taherzadeh MJ. A critical review of analytical methods in pretreatment of lignocelluloses: composition, imaging, and crystallinity. *Bioresour Technol* 2016;200:1008e18. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2015.11.022>.
- [41] Oliveira LÁ, Santos JC, Panzera TH, Freire RTS, Vieira LMG, Scarpa F. Evaluation of hybrid-short-coir-fibre-reinforced composites via full factorial design. *Compos Struct* 2018;202:313e23. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.01.088>.
- [42] dos Santos JC, Siqueira RL, Vieira LMG, Freire RTS, Mano V, Panzera TH. Effects of sodium carbonate on the performance

- of epoxy and polyester coir-reinforced composites. *Polym Test* 2018;67:533e44. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.03.043>.
- [43] Kommula VP, Reddy KO, Shukla M, Marwala T, Rajulu AV. Physico-chemical, tensile, and thermal characterization of napier grass (native african) fiber strands. *Int J Polym Anal Char* 2013;18:303e14. <https://doi.org/10.1080/1023666X.2013.784935>.
- [44] Tomczak F, Sydenstricker THD, Satyanarayana KG. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: morphology and properties of Brazilian coconut fibers. *Compos Part A Appl Sci Manuf* 2007;38:1710e21. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.02.004>.
- [45] Hasan A, Rabbi MS, Maruf Billah M. Making the lignocellulosic fibers chemically compatible for composite: a comprehensive review. *Clean Mater* 2022;4:100078. <https://doi.org/10.1016/j.clema.2022.100078>.
- [46] Balaji AN, Nagarajan KJ. Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves. *Carbohydr Polym* 2017;174:200e8. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.06.065>.
- [47] Hernandez CC, Ferreira FF, Rosa DS. X-ray powder diffraction and other analyses of cellulose nanocrystals obtained from corn straw by chemical treatments. *Carbohydr Polym* 2018;193:39e44. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.03.085>.
- [48] Obi Reddy K, Sivamohan Reddy G, Uma Maheswari C, Varada Rajulu A, Madhusudhana Rao K. Structural characterization of coconut tree leaf sheath fiber reinforcement. *J Res* 2010;21:53e8. <https://doi.org/10.1007/s11676-010-0008-0>.
- [49] Ahmad J, Zhou Z. Mechanical properties of natural as well as synthetic fiber reinforced concrete: a review. *Constr Build Mater* 2022;333:127353. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127353>.
- [50] Seki Y, Kılınç AÇ, Dalmis R, Atagür M, Köktaş S, Göktaş AA, et al. Surface modification of new cellulose fiber extracted from *Conium maculatum* plant: a comparative study. *Cellulose* 2018;25:3267e80. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1797-0>.
- [51] Vijay R, Lenin Singaravelu D, Vinod A, Sanjay MR, Siengchin S, Jawaid M, et al. Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibers from *Tridax procumbens*. *Int J Biol Macromol* 2019;125:99e108. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2018.12.056>.
- [52] Raju JSN, Depoures MV, Kumaran P. Comprehensive characterization of raw and alkali (NaOH) treated natural fibers from *Symphirema involucratum* stem. *Int J Biol Macromol* 2021;186:886e96. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2021.07.061>.
- [53] Zhang P, Zheng Y, Wang K, Zhang J. A review on properties of fresh and hardened geopolymer mortar. *Compos Part B Eng* 2018;152:79e95. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.06.031>.
- [54] Rajulu AV, Rao GB, Rao BRP, Reddy AMS, He J, Zhang J. Properties of ligno-cellulose fiber *Hildegardia*. *J Appl Polym Sci* 2002;84:2216e21. <https://doi.org/10.1002/app.10442>.
- [55] Oudiani A El, Chaabouni Y, Msahli S, Sakli F. Crystal transition from cellulose I to cellulose II in NaOH treated *Agave americana* L. fibre. *Carbohydr Polym* 2011;86:1221e9. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.037>.
- [56] Arul MMA, Ravindran D, Sundara Bharathi SR, Padma SR, Indran S, Divya D. Characterization of natural cellulosic fiber extracted from *Grewia damine* flowering plant's stem. *Int J Biol Macromol* 2020;164:1246e55. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2020.07.225>.
- [57] Suwan T, Maichin P, Fan M, Jitsangiam P, Tangchirapat W, Chindaprasirt P. Influence of alkalinity on self-treatment process of natural fiber and properties of its geopolymeric composites. *Constr Build Mater* 2022;316:125817. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125817>.
- [58] Galicia-Aldama E, Mayorga M, Arteaga-Arcos JC, Romero-Salazar L. Rheological behaviour of cement paste added with natural fibres. *Constr Build Mater* 2019;198:148e57. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.179>.

5.2. PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURAL CHANGES IN MORTARS WITH COIR FIBERS CHEMICALLY TREATED

Nesse item serão apresentados os resultados obtidos referentes ao Estudo B do trabalho sob a forma de artigo submetido para a revista *Construction and Building Materials*, cujo comprovante encontra-se disponível no anexo dessa Tese.

PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURAL CHANGES IN MORTARS WITH COIR FIBERS CHEMICALLY TREATED

Jéssica Zamboni Schiavon (1)¹ and Jairo José de Oliveira Andrade (2)

(1) Graduate Program of Materials Engineering and Technology, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul (PGETEMA/PUCRS) e-mail: jessica.schiavon@edu.pucrs.br ORCID: 0000-0001-9156-2794

(2) Professor, Graduate Program of Materials Engineering and Technology, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul (PGETEMA/PUCRS)
e-mail: jairo.andrade@pucrs.br ORCID: 0000-0003-2073-6763

HIGHLIGHTS

- The treatments with oxalic acid and sodium bicarbonate on coir fibers were investigated.
- The contents of 1 and 2% of mortar coir fibers in mortars were studied.
- The mortars with coir fiber treated with oxalic acid increased the compressive and tensile strength of the mortars.
- Coir fibers treated promoted a decrease in carbonation depth.
- A synergic effect between the main properties was analyzed.

Abstract

Due to their high tensile strength and toughness, natural fibers have been proposed as reinforcing materials in mortars to reduce cracking. Coir fiber has excellent potential for reuse in cementitious matrices among the various fiber types. However, this material is hydrophilic and has a high extractive content, including wax, oils, and other components in the structure. Different chemical treatments are used to remove contaminants from the coir's fiber surface to minimize the presence of these elements. This study evaluated the use of chemically treated coir fibers in mortars based on cement and lime. The effects of two levels of coir addition (1% and 2% relative to cement mass) treated with oxalic acid at a concentration of 5% w/w for 2 hours and sodium bicarbonate at 10% w/w for 120 hours were evaluated. The effect of these variables on compressive and tensile strength, capillary absorption, accelerated

¹ Author for correspondence

carbonation, and microstructure analysis using X-ray microtomography and scanning electron microscopy were investigated. The results showed that with the addition of 2% coir treated with oxalic acid, mortars increased compressive strength by 8% and 22% in the tensile strength. Moreover, it was found that the treatment minimizes the depth of accelerated carbonation in mortars with coir fibers, whose pore size distribution is also affected by the presence of the fibers and the type of treatment. It can be concluded that the fiber's chemical treatment improves its properties for use in mortars, considering a synergistic analysis, and can be used as an alternative for sustainable composite material production.

Keywords: Coir fiber, chemical treatment, mortar, physical-mechanical properties, microstructural analysis.

1 INTRODUCTION

Fiber-reinforced natural or synthetic materials are well-established in various sectors, such as the automotive, maritime, and aerospace industries [1]. Many ancient structures made of clay were reinforced with natural fibers, which shows that using such material can serve as reinforcement to enhance their mechanical properties [2]. Synthetic fibers such as steel and polypropylene are more expensive than natural fibers, and their incorporation can increase the cost of composite materials. In addition, natural fibers provide a more sustainable solution for improving the properties of cementitious materials [3]. Although most natural fibers present performance inferior to synthetic fibers, specific characteristics such as low specific gravity, high tenacity, low CO₂ emissions during their production process [4] and low price are enjoyable to use this material for particular situations [5]. Besides, the market share of natural fiber composites in engineering materials was 6500 million dollars in 2021 [4]. In addition, population growth and industrialization are essential factors that generate a high demand for products that, in most cases, have manufacturing processes that consume significant energy and natural resources. As a result, a worldwide trend to replace certain products with economically suitable alternatives, both from an environmental and economic perspective, providing general benefits for society.

Plant fibers can be classified into two main classes: primary fibers, such as flax and jute, and secondary fibers, which come from plants grown to harvest fruit, such as pineapple, banana, and coir [6]. According to Ali et al. [7], the use of coir fibers in the United States is mainly related to the industry of carpets, brushes, and upholstery. This natural fiber is only resistant to salt water and can make fishing nets and ropes for marine applications [7].

Regarding their constitution, plant fibers present predominantly cellulose, lignin, hemicellulose, and extractive content [8]. While cellulose has a crystalline structure resistant to hydrolysis, hemicellulose is amorphous with low mechanical properties. Cellulose, a linear β -D-glucan, is the dominant carbohydrate in fiber cell walls. Some of the β -D-glucan in fibers are also available in hemicellulose. Unlike glucan in cellulose, which is mainly crystalline, hemicellulose glucan is an amorphous polymer [9]. Lignin plays a binding role between hemicellulose and cellulose within the cell wall.

The extractive content of fibers includes alkaloids, essential oils, fats, glycosides, gums, mucilages, pectins, and phenolic compounds, among other components [10]. Even if the origin is the same plant source, the properties of natural fiber are differentiated by many factors, including physical characteristics, crystalline cellulose dimensions, and defects in the fiber structure [11].

Since the 20th century, adding fibrous materials to cementitious materials has been proposed to improve their physical-mechanical properties [12]. Three requirements need to be considered when selecting a natural fiber as a reinforcement in cement-based composites, including the compatibility of the material's properties with the application, improved fiber-matrix interaction, and an ideal content to ensure effective mechanical behavior [13].

Several investigations have been carried out to study the influence of natural fibers on the properties of mortars. Hamdaoui et al. [14] demonstrated the effect on the mechanical properties of cement pastes reinforced with *Posidonia-Oceanica* fibers. The results showed that compressive and flexural strength increased by around 27% and 10%, respectively, and remained higher than the sample without fiber. The addition of natural coir fibers in Portland cement mortars and hydrated lime matrixes shows a tendency to increase flexural strength by around 24% compared to the reference mortars [15]. In this case, the fibers acted by reducing the cracking tendency of lime mortars. Mortars with fibers after cracking do not collapse abruptly but maintain stability and shape, making the rupture more ductile and less fragile [15]. According to Azevedo et al. [16], adding natural fiber fills part of the internal pores as a reinforcing material in the cementitious matrix to absorb and redistribute internal tensions.

Applications for natural fibers in construction are often limited to internal applications and non-structural elements due to their lower physical-mechanical properties. However, these properties can be modified using surface chemical treatments [17]. Concerning to the treatment of coir fibers some research has already been carried out in recent years. Thus, have been studied the effect of boiling on coir fibers [18], sodium hydroxide [19], ferric hydroxide [18], sodium bicarbonate [20], silane [21] and chromium sulfate [22]. The surface treatment of coir fibers is one of the challenging topics for researchers to increase the applicability of these fibers in different construction materials. According to Gonçalves et al. [23], the chemical treatment more effective for natural fibers is their immersion in a solution of 5% NaOH concentration. Micro-cracks in the fiber surface were observed at 10% and 20%, indicating that the material was degraded at higher concentrations. Alkaline treatment with a 5% by weight NaOH solution modifies the surface of coir fibers, making them rougher than untreated fibers [24]. When the fibers are treated by immersion in a NaOH solution, globular marks is created on their surface, directly affecting the interfacial transition zone (ITZ) between the fiber and the cement paste. This treatment reduces water absorption by capillarity due to the reduced permeability of the fiber's internal pores protected by the protective film. Thus, more hydration products appear in the Portland cement mortar as the internal capillary flow of water inside the fiber is reduced.

However, there is no consensus regarding the effect of the chemical treatment of fibers on the physical-mechanical properties of cementitious materials. An alternative treatment for fibers' surface is related to using oxalic acid ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$). This

product is already used in the pharmaceutical, metal processing, agriculture, chemical, and textile industries as bleach, metal polish, and stain remover. Due to its whitening function, oxalic acid is mainly used in treating leather, cotton, and wood [25,26]. Therefore, due to the action of oxalic acid in the treatment of different materials, studies that improve the properties of natural fibers, especially coir fiber, are relevant. Another chemical treatment of natural fibers can be carried out with sodium bicarbonate (NaHCO_3) because the treatments carried out on natural fibers are more harmful to the environment. The chemical treatment with sodium bicarbonate may be more sustainable [27]. Sugar palm fibers were treated with a concentration of 10% and immersed for 120 hours. The degradation can be minimized with sodium bicarbonate, where the improvement recorded in the mechanical properties of the fiber is comparable to that of the traditional alkaline treatment with sodium hydroxide [28]. In addition, Santos et al. [29] treated coconut fibers with 10% by weight of NaHCO_3 for different periods of 96 and 168 hours, promoting the partial degradation of hemicellulose and lignin on the fiber surface.

On the other hand, the performance of fiber in the durability of mortars must be considered, especially when they are to be used as a masonry coating. Therefore, analyses related to the carbonation of fiber-reinforced mortars are necessary. The carbon dioxide (CO_2) present in the air penetrates through the porous structure of cement-based materials, combining with the calcium hydroxide (Ca(OH)_2) resulting from the hydration process to form calcium carbonate (CaCO_3), causing the pH of the matrix to drop from 13.5 to values close to 7 [30]. This phenomenon harms reinforced concrete, leading to reinforcement depassivation and consequent corrosion. Conversely, carbonation benefits mortars due to the pore densification related to CaCO_3 formation, which can contribute to carbon uptake from the atmosphere.

However, a problem with natural fibers is their deterioration under strongly alkaline conditions in the cementitious matrix [31]. According to Ramli et al. [32], the carbonation depths, water absorption, and permeability increase with the coir fiber content. However, the highest depth observed in the authors' work was considered insufficient to cause harmful effects to the concretes investigated, whose predictions over time estimated that the carbonated area would take more than 400 years to reach the minimum cover specified for the concrete [32].

Although research has already been carried out to study the effect of chemical treatment on coir fibers and the application of this material in cementitious materials, some points need to be clarified. Many studies have been conducted to investigate the physical-mechanical properties and durability separately, with few works related to the performance of treatments considering their influence on these properties holistically. This study aims to contribute to understanding the possibility of synergistically applying coir fiber-reinforced mortars subjected to chemical treatments, investigating the mechanical and microstructural properties, and the penetration of CO_2 into the mortars.

2 EXPERIMENTAL PROCEDURES

2.1 Materials

The Brazilian CPV ARI (early-age strength) was used (similar to ASTM Type III cement) with a specific gravity of 3.07 g/cm^3 and a bulk density of 1.03 g/cm^3 , as specified by NBR 16697 [33]. The hydrated lime was classified as CH-III by Brazilian Standard NBR 6473 [34] with a specific gravity of 2.44 g/cm^3 and a bulk density of 0.79 g/cm^3 . Fig 1 shows the x-ray diffractogram of Portland cement and hydrated lime obtained using the Shimadzu XRD 7000 equipment to verify the crystalline and amorphous phases. The presence of aluminum oxide, calcite, quartz, calcium hydroxide, and magnesium hydroxide was verified in the samples analyzed [35,36].

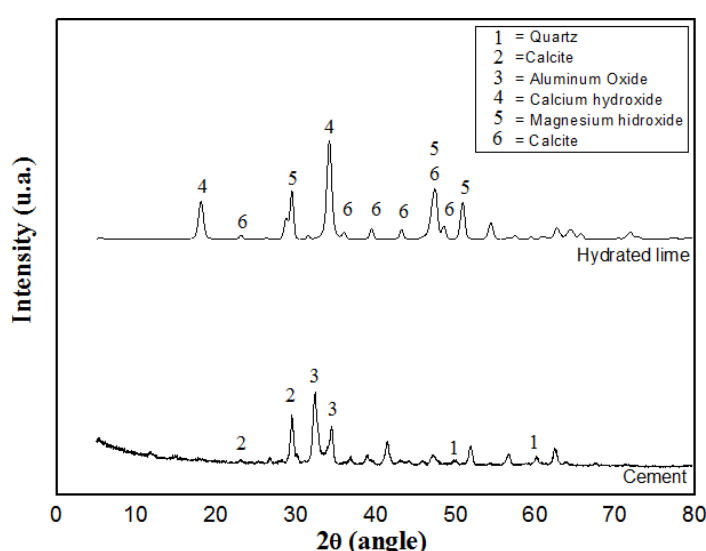


Fig. 1. X-ray diffraction of cement and hydrated lime

Table 1 shows the chemical composition of Portland cement and hydrated lime obtained from X-ray fluorescence (XRF) analysis using PANalytical Axios mAX equipment. The high loss on ignition values for hydrated lime can be seen, related to the evaporation of water content in the sample.

Table 1: Chemical analysis of cement and hydrated lime

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	SO ₃	Na ₂ O	LOI
Portland cement	17.78	3.92	61.96	4.08	0.78	3.28	0.01	5.42
Hydrated lime	17.35	0.15	42.38	26.51	<QL	<QL	<QL	27.52

Where: QL = Quantifiable limit e LOI = Loss of ignition

The fine aggregate was natural quartz sand from Lake Guaíba, Rio Grande do Sul, Brazil. It presented a specific gravity of 2.62 g/cm^3 , bulk density of 1.61 g/cm^3 , maximum size of 4.75 mm, fineness modulus of 2.76, and water absorption of 0.85%. Fig. 2 shows the particle size distribution of the sand used.

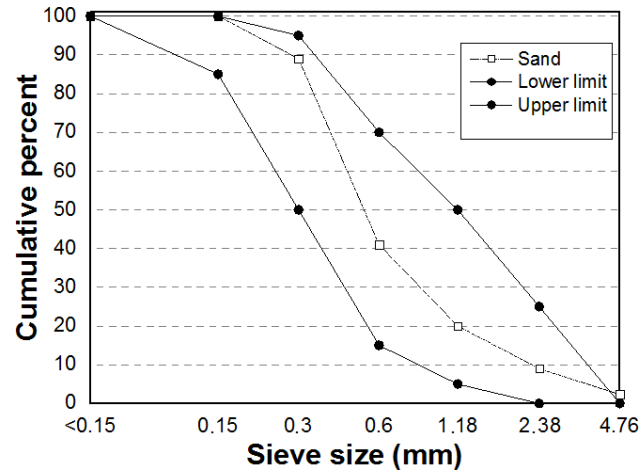


Fig. 2. Sand particle size distribution

2.2 Characterization and chemical treatment of Coir's fibers

The coir fiber comes from the residue of the brown coconut (*Cocos nucifera*) from Northeast Brazil. The industry extracts the coir fiber mechanically, grinding the fibrous mesocarp. The shell and coconut powder are separated, packaged, and made commercially available. Coir fiber's average density and diameter are 1.12 g/cm³, and 0.03 cm, respectively. The coir fiber was characterized in previous research [8], as shown in Table 2.

Table 2. Properties of coir fiber investigated

Properties	
Cellulose (%)	39.18
Hemicellulose (%)	15.88
Lignin (%)	38.1
Extractives (%)	2.54
Tensile strength (MPa)	71.41 ± 13.06
Modulus of Elasticity (GPa)	4.85 ± 1.61
Elongation (%)	16.03 ± 11.23

The fibers were treated using oxalic acid and sodium bicarbonate, which are 99% pure and commercially available. The procedure consisted of immersing the fibers in an aqueous oxalic acid solution with a concentration of 5% by weight for 1 hour in a static system. In the chemical treatment using sodium bicarbonate, a solution with a concentration of 10% was used, with an immersion time of 120 hours in a static system, as already carried out in previous investigations [8,27,28]. The fibers treated with the

different solutions were washed in water to remove the treatment until they reached a neutral pH of the wash water, checked with litmus paper, and dried in an oven at 60°C for 4 hours as made in previous research [8]. Fig. 3 shows some procedures adopted for the chemical treatment of the coir fibers.

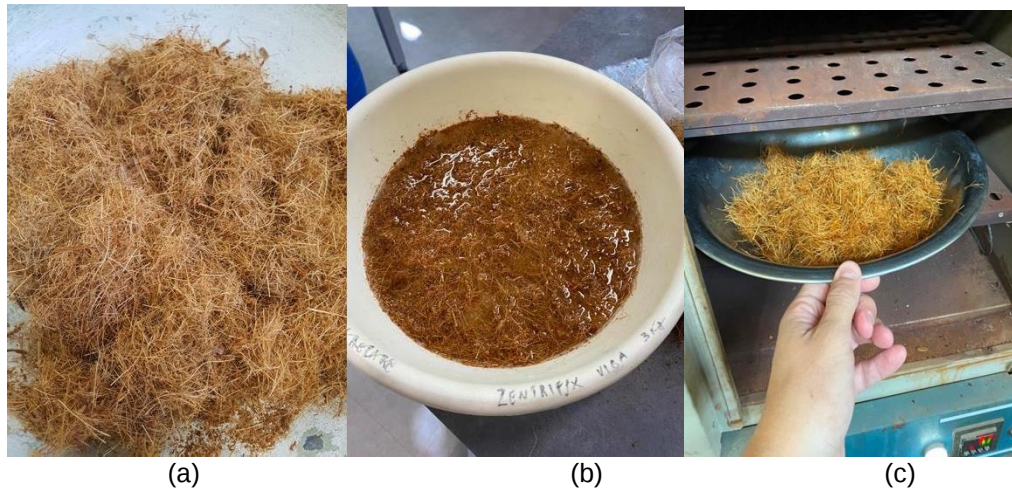


Fig. 3. Coir fiber without treatment (a); immersion in oxalic acid (b); coir fiber after the drying (c)

Fig. 4 shows the morphology of untreated coir fiber (a), fiber treated with oxalic acid (b), and fiber treated with sodium bicarbonate (c) using scanning electron microscopy (SEM). The chemical treatment promotes the formation of globular markings and removes impurities from its surface, as presented in a previous investigation [8].

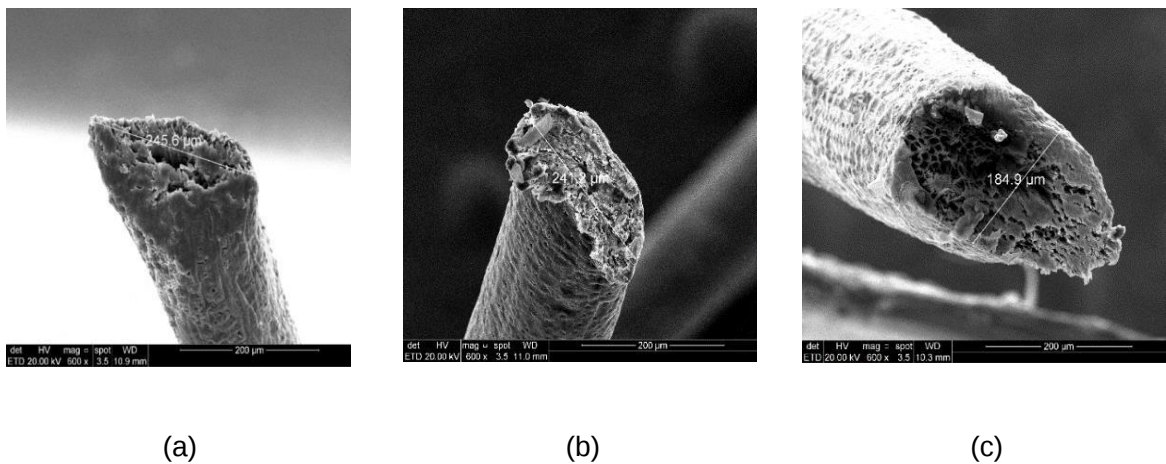


Fig. 4. Coir fiber morphology: (a) without treatment; (b) treatment with oxalic acid; (c) treatment with sodium bicarbonate.

2.3 Mortar mix preparation

The mortar mix for the coir fiber coatings was defined in the ratio 1:1:6 (cement:lime:sand). The coir fibers were added at levels of 1 and 2% of the cement mass, according to the procedure adopted by previous studies [11,37,38]. The water/cement (w/c) ratio was fixed at 1.4 for all mixes, keeping the water content (H) constant at 17.5%, similar to that used by other authors [11,37,38]. The workability of the mortars was measured using the consistency index, which is 260 ± 20 mm for conventional mortars according to the Brazilian standard NBR 13276 [39]. According to Andrade et al. [40], some mortars may have consistency index values outside the target range due to the diversity between the constituent materials. This parameter is related to adequate workability, and if no segregation is observed with the w/c ratio established in the experimental program, the mortars will be considered suitable for use. The proportions of mortars containing coir fibers with different types of treatments are shown in Table 3.

Table 3: Mix proportioning of mortars evaluated (kg/m³)

Nomenclature	Cement	Hydrated lime	Sand	Water	Coir fiber	w/c
REF	227.27	227.27	1363.62	318.17	0	1.4
1CFNT	227.27	227.27	1363.62	318.17	2.27	1.4
2CFNT	227.27	227.27	1363.62	318.17	4.54	1.4
1CFOA	227.27	227.27	1363.62	318.17	2.27	1.4
2CFOA	227.27	227.27	1363.62	318.17	4.54	1.4
1CFSB	227.27	227.27	1363.62	318.17	2.27	1.4
2CFSB	227.27	227.27	1363.62	318.17	4.54	1.4

The mortars with the addition of 1 and 2% coir fibers were defined with the following terminology: 1CFNT and 2CFNT (untreated coir fiber), 1CFOA and 2CFOA (coir fiber treated with oxalic acid), 1CFSB and 2CFSB (coir fiber treated with sodium bicarbonate). The preparation of the mortars follows two steps: (a) mixing the dry components (cement and fiber) and homogenizing them in a mechanical stirrer, and (b) gradually adding water. In addition, the fibers distribution in the respective mixtures was visually controlled to avoid possible agglomerations [11]. After homogenization, the mortars were inserted into prismatic molds ($4 \times 4 \times 16$ cm) and mechanically compacted according to the procedures prescribed in NBR 13276 [39]. After 7 and 28 days, the specimens were tested for compressive strength and flexural tensile strength, according to Brazilian standard NBR 13279 [41]. At 28 days, the capillary water absorption test was carried out by NBR 9778 [42].

The procedure proposed by some researchers [35,43] was used for the accelerated carbonation test. The specimens were placed in an open-circuit chamber with a 3% CO₂ concentration and humidity between 60±10% at room temperature (15-25°C). Fig. 5 shows the carbonation chamber and the mortars investigated.

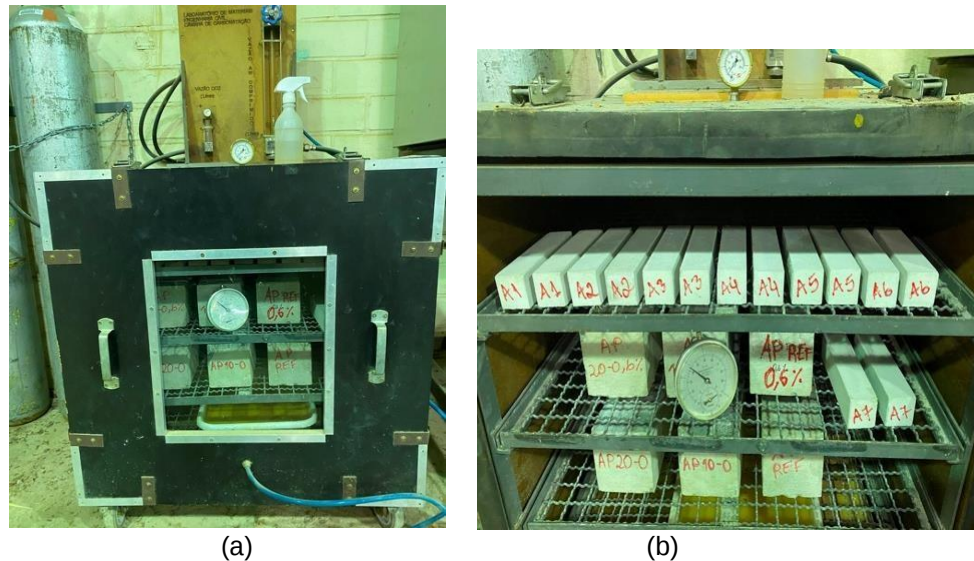


Fig. 5. Accelerated carbonation chamber (a), test specimens inside the carbonation chamber (b)

Before carrying out the accelerated carbonation test, the prismatic samples were submerged in water for 28 days, followed by 24 hours of exposure to air in a laboratory environment for drying. A 1 cm slice of the sample was broken off, and immediately a solution of phenolphthalein (1%) dissolved in a mixture of ethyl alcohol (70%) and distilled water (30%) was sprayed on the fractured surface to determine the carbonation depth considering the color change provided by the pH indicator. Measurements were taken using ImageJ software, with the first measurement taken 24 hours after exposure, and the process was repeated until the sample was completely carbonated.

Scanning electron microscopy (SEM) was used using Inspect F50 - FEI equipment, with a voltage of 0.3 to 30 kV and a resolution of 1.2 nm. Samples were analyzed with dimensions of approximately 1 × 1 × 1 cm, and the metallization process was carried out with a thin layer of gold. The X-ray microtomography analysis was used to analyze the porosity of the mortars with the SkyScan 1173 - Bruker scanner equipment, operating voltage of 50 kV, and electric current of 0.3 mA, with a resolution of 13 µm. The images were then reconstructed using DataViewer software to standardize the sample sizes and select the region of interest with 500 × 500 × 500 pixels. CT-Vox, C-Tan, and CT-Vol software were used to generate 3D models of the mortar samples investigated. To analyze the pores in the samples, the methodology proposed by Silva et al. [36] was used, in which nine sections were selected: the upper ends and one of the lower ends, and seven sectors were established in the interval

between the upper and lower ends. The remaining sections were randomly chosen between the lower and upper ends. The Figure 6 shows the flowchart of experimental procedures of the mortars.

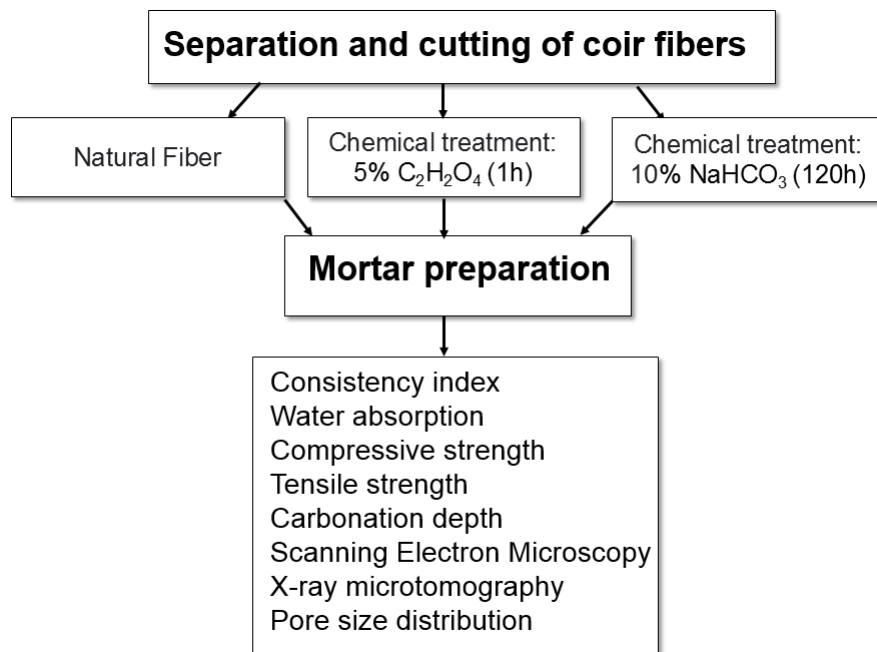


Fig. 6. The flowchart of experimental procedures

3 RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Consistency index

The results of the consistency index test for the mortars investigated are shown in Fig. 7.

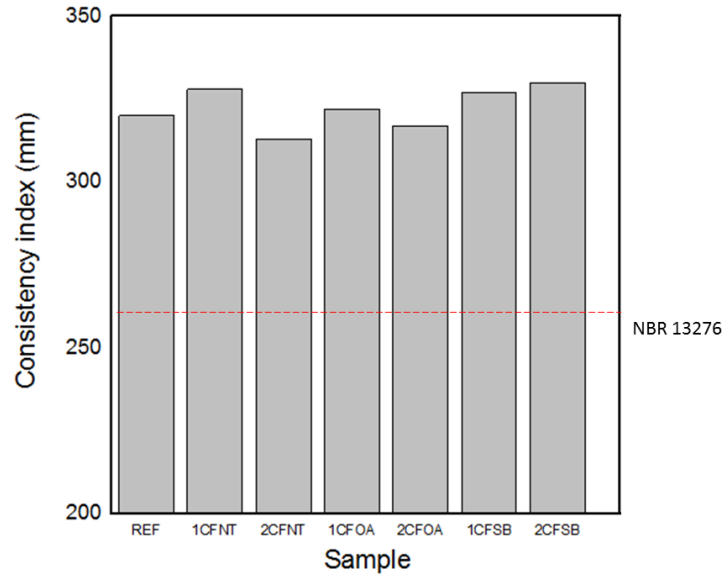


Fig. 7. Consistency index for mortars

It can be observed that there is no tendency variation in the results considering the different mixtures. The lowest value was 313 mm, and the highest was 330 mm, representing a maximum variation of 5.3% between the 2CFNT and 2CFSB mixes. As the addition levels were low (1 and 2%), incorporating coir fibers did not reduce consistency. Ali et al. [7] pointed out that workability decreases when long fibers (> 75 mm) tend to agglomerate in cement paste. According to the authors, fibers with a length of 50 mm showed a slight decrease in workability compared to samples with coir fibers with sizes equal to or greater than 75 mm in concrete. The optimized length of 15 mm in this research was a determining factor in improving the consistency index. At the same time, the molding process must be made carefully to avoid water absorption by fibers. In addition, possible agglomerations were avoided when mixing to ensure uniform distribution of the coir fibers in the matrix. The consistency index values, including the reference sample, showed results above the Brazilian standard, probably due to the w/c ratio set for all the samples, resulting in a high H (%) value.

3.2 Water absorption

Fig. 8 shows the capillary water absorption test results for the mortars investigated.

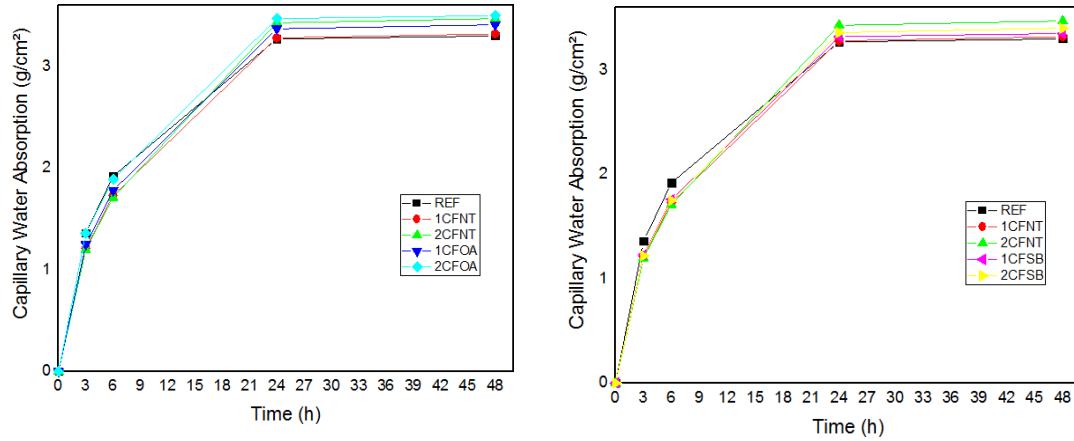


Fig. 8. Absorption of water by capillarity of mortars: (a) treated with oxalic acid; (b) treated with sodium bicarbonate

It can be observed that there is no tendency change between the different mixtures. The lowest absorption rate after 48 hours was for the reference mix, which reached 3.3 g/cm^2 , while the highest was for the 2CFOA mix, which reached 3.5 g/cm^2 . The maximum variation was 5.7% between the REF and 2CFOA mix. Although chemical treatments partially remove lignin, the nature of which is hydrophilic, the coir fiber treated with oxalic acid and sodium bicarbonate does not become completely hydrophobic [8]. Therefore, since it is a natural fiber, water absorption increases as the coir fiber content in the cement mixture increases [7,44]. Similar results were found by Ban et al. [45], whose authors treated bamboo fiber with silane, and capillary absorption increased by 9% compared to the reference. Due to adding fiber, the voids increase, and the interconnected porosity in the mortar tends to increase water absorption [46].

3.3 Compressive strength

Fig. 9 shows the compressive strength test results of the mortars analyzed.

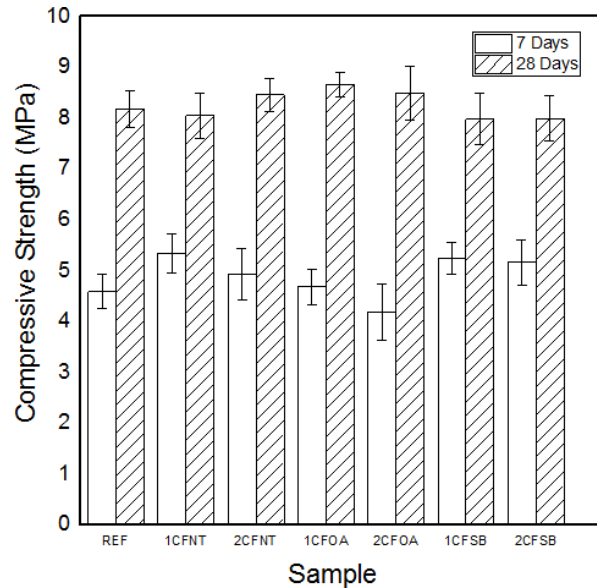


Fig. 9. Compressive strength for mortars at 7 and 28 days

All the mixes, except 2CFOA, increased the compressive strength at 7 days compared to the reference mix. However, at 28 days, the 2CFOA mortar presented higher values than the reference mortar, while the 1CFNT, 1CFSB, and 2CFSB mortars had lower values than REF (1.5%, 2.4%, and 2.3%, respectively). The 1CFOA mortar showed the highest tendency to increase in strength compared to the REF (around 5.9%). At 28 days, the maximum variation in strength was 8.5% between 1CFOA and 1CFSB.

The surface treatment makes it possible to modify the crystallinity and morphology of natural fibers, increasing their surface roughness and improving adhesion to the paste [47]. According to Adesina [48], incorporating fibers into cementitious composites can increase compressive strength in some cases, but other studies have shown a reduction or no modifications in this property. An optimum fiber dosage range must be verified for each specific material to obtain increases in this property. This optimization of the ideal fiber dosage depends on some properties, such as the appropriate fiber length and the respective addition content. According to Choi and Choi [49], adding 0.25% jute fibers by weight of cement showed greater compressive strength at 7 days than the reference sample. According to the authors, this result is related to additional nucleation points provided by the fibers for forming hydration products in the Portland cement paste.

The addition of fibers prevents the sudden failure of composites due to the physical adhesion effect. When the tensile stress exceeds the resistance capacity of the cement matrix, the fibers work as a reinforcement material, keeping the structure intact for a certain period and inhibiting brittle rupture [50]. The chemical treatment promoted the predominance of cellulose, which provides sound structural integrity to the fibers [51], improving fiber interaction within the composite and thus increasing

compressive strength [50].

3.4 Tensile strength

The Fig. 10 shows the results of the mortar's flexural tensile strength test.

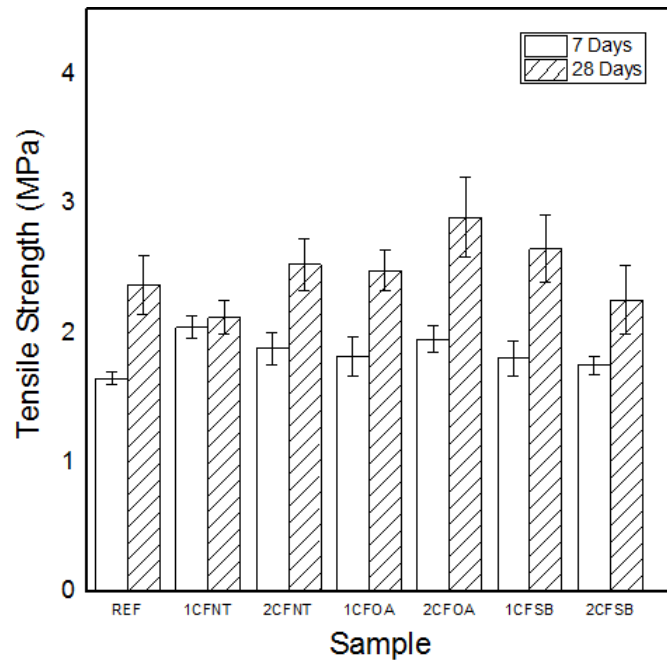


Fig. 10. Tensile strength at 7 and 28 days for mortars investigated

The tensile strength results differ between the fiber-added samples and the reference mortars. At 7 days, the flexural tensile strength decreased only for 2CFSB mortar. At 28 days, flexural tensile strength increased in the 2CFOA specimen (21.9%), and the sample 2CFSB decreased by 4.9% concerning the REF mortar. The increase of adhesion of natural fibers to cementitious materials is determined by a synergistic combination of factors (mechanical interlocking, physical adhesion, and chemical bonding, among others). The appropriate treatment must be carefully selected to improve the mechanical properties [52]. According to Bui et al. [53], careful selection is crucial before using coir and other natural fibers in cementitious composites. In addition, the ductility of the fibers increases after chemical treatment, promoting an increase in tensile strength. Another essential factor is that short fibers are usually better distributed within the cementitious matrix, increasing cementitious composites' flexural and tensile strength and toughness [50]. However, it has been shown that treatment with oxalic acid was the most effective on coir fibers for use as reinforcement in mortars.

3.5 Carbonation depth

Fig. 11 and Fig. 12 show the results of accelerated carbonation in the mortars investigated.

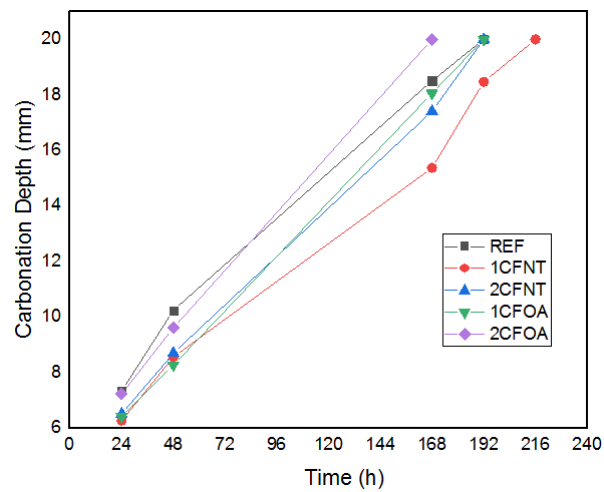


Fig. 11. Evolution of carbonation depth for mortars with coir fiber treated (oxalic acid)

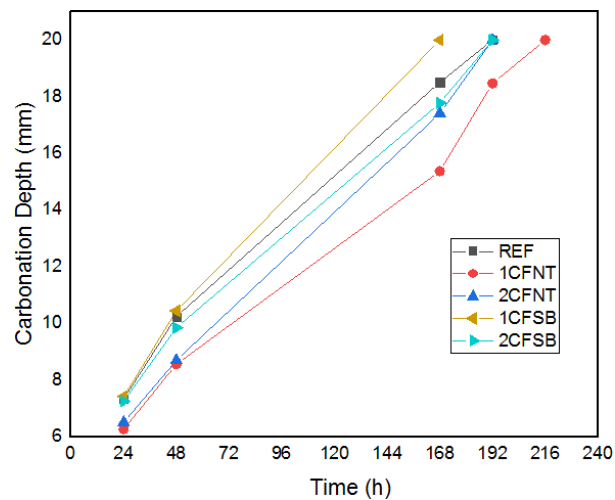


Fig. 12: Evolution of carbonation depth for mortars with coir fiber treated (sodium bicarbonate)

Fig. 13 shows the evolution of the carbonation of reference and 1CTNF mortars.

Exposure time (h)

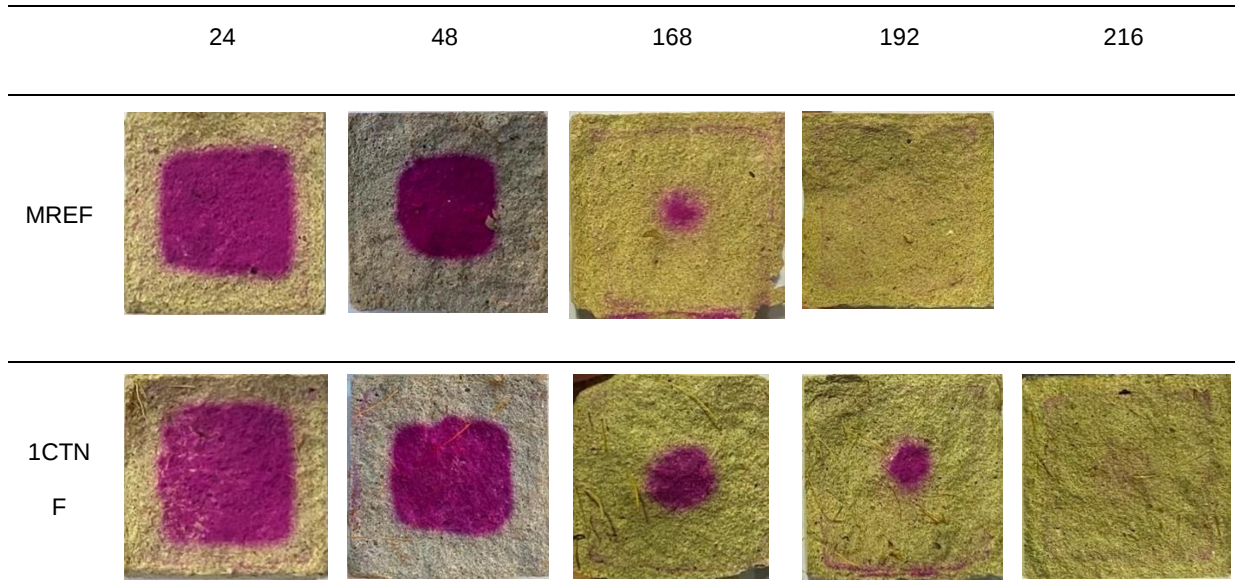


Fig. 13. Carbonation progression over time

The carbon dioxide (CO_2) penetrates in aqueous form into the cementitious material through pores or cracks. In the presence of water (present in the smaller pores), the chemical reaction of carbonation occurs with the hydrated cement paste, transforming the hydration products, notably calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), into calcium carbonate (CaCO_3) [54]. Based on Fig. 11, 2CFOA and 1CFBSB mortars were carbonated completely in 168 hours, earlier than the REF mortar. Ban et al. [45] investigated the effect of carbonation of cement mortar reinforced with bamboo fiber using aluminate ester and silane chemical treatments. According to the authors, it was evident that samples with the treatment of the fibers with aluminate ester and the mixture with the treatment of the fibers with silane showed more than 50% more carbonated depth than the reference mortar. This behavior was like samples 2CFOA and 1CFBSB, and these two treatments fulfilled the mortar pores through CaCO_3 formation, increasing the CO_2 uptake for coating mortars.

After 192 hours, four types of mortar were carbonated completely (REF, 2CFNT, 1CFOA, and 2CFBSB). According to Pizzol et al. [55], the fibers make CO_2 diffusion more difficult through the pores of the composite. As the coir fiber absorbs water from the mixture, it decreases the CO_2 diffusion, lowering the internal humidity of the composite and decreasing the formation of CaCO_3 . In this way, it is assumed that the sample without chemical treatment absorbs water from the cement paste more quickly and, consequently, minimizes the carbonation process of mortars. Similar results were obtained by Bui et al. [53], whose authors investigated accelerated carbonation with the effect of untreated coir fiber in mortars. The results showed that the rate of carbonation progress in mortars without fibers is higher than in mortars with coir fibers. Talavera-Pech et al. [56] pointed out that the fibers have a water absorption capacity, which favors an increase in their volume, thus reducing the dimensions of the concrete pores, causing them to be plugged, and reducing the advance of the carbonation deep.

3.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

The mortars with untreated fiber and treated with 2% coir were analyzed using the scanning electron microscopy technique. Fig.14 show the reference mortar, while Fig. 15 show the mortars with 2% untreated coir.

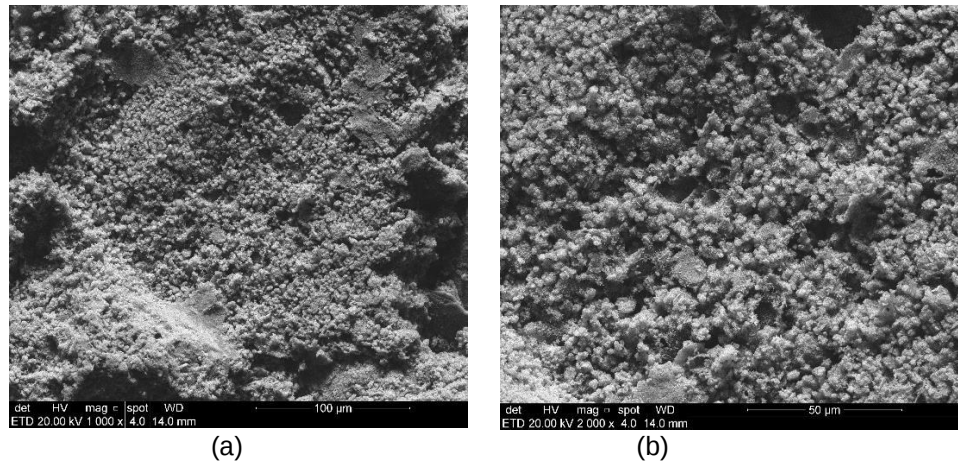


Fig. 14. SEM of the Sample reference at 500× magnification (a) and 1000× magnification (b)

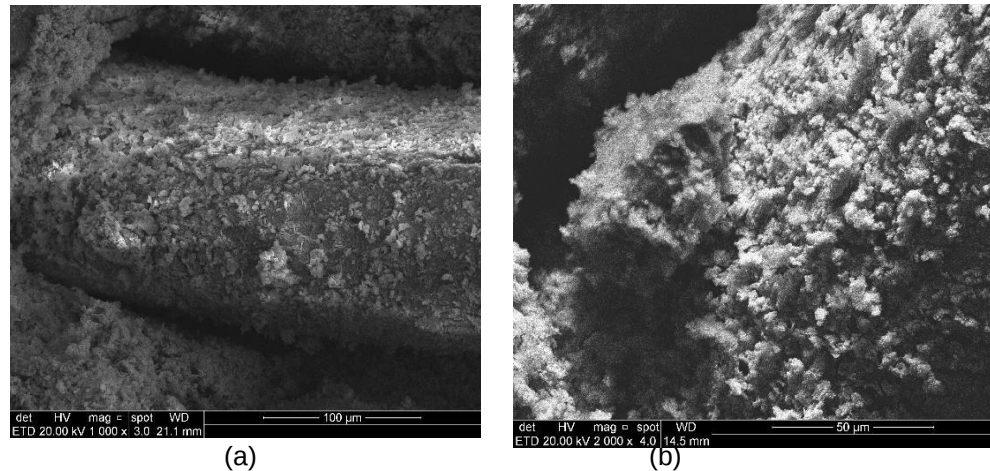


Fig. 15. SEM of the mortar untreated coir at 500× magnification (a) and 1000× magnification (b)

The reference mortar showed a porous microstructure with many voids due to the high water/cement ratio. From the addition of coir fiber, an interfacial transition zone (ITZ) between the coir fiber and the cement matrix. In addition, natural coir fiber has a surface with waxes, oils and impurities adhered. Fig.16 show the mortars with coir fiber treated with oxalic acid.

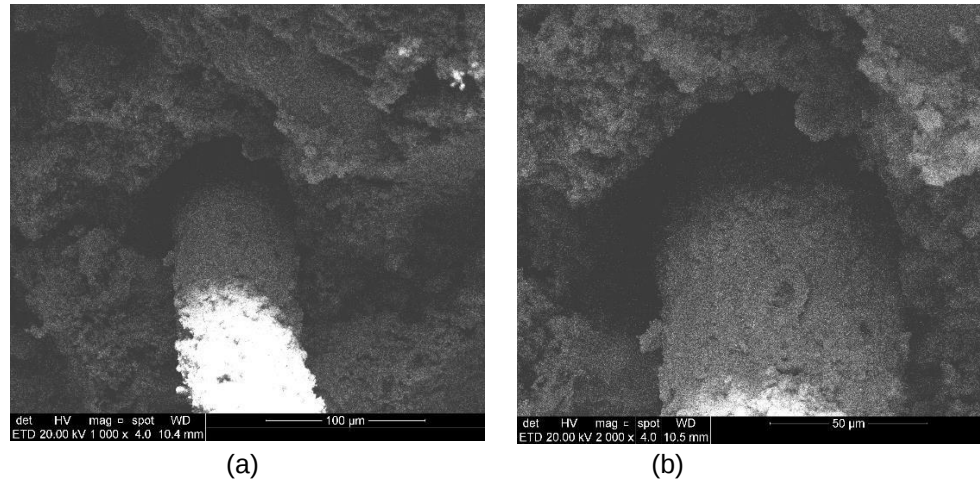
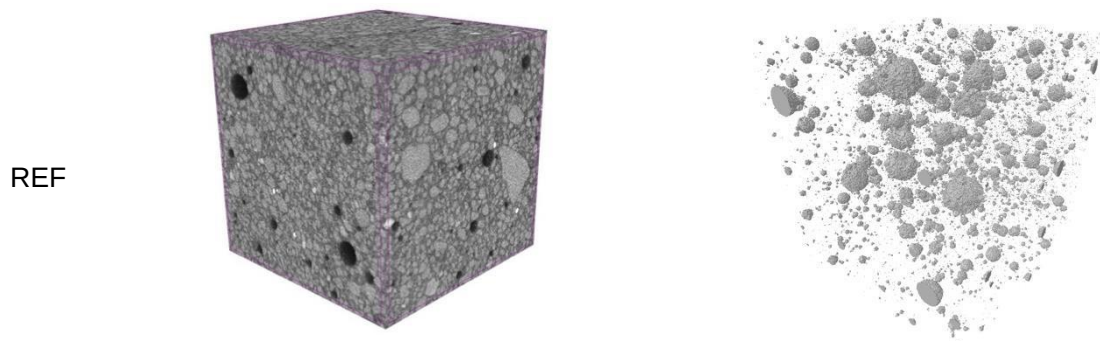


Fig. 16. SEM of the mortars evaluated: treated with 2% oxalic acid at 500× magnification (a) and 1000× magnification (b)

The presence of globular markings is the result of caused by the action of chemical agents in coir fibers [8]. Yan et al. [24] reported that the interface between natural fiber and cement paste is minimized after alkaline treatment, resulting in a better interfacial bond. The treatment eliminates the organic matter that could affect the composition and subsequently cause damage to the cement paste [19]. The partial removal of hemicellulose and oils from the outer surface of the coir fiber cell wall ensures a smaller transition zone between the fibers and the cement paste. Thus, a cementitious material containing chemically treated coir fiber results in better mechanical performance than samples containing natural coir fiber [7].

3.7 X-ray microtomography

The porosity analysis of the treated and untreated mortars with and without coir was obtained using X-ray microtomography, which can be seen in Fig. 17.



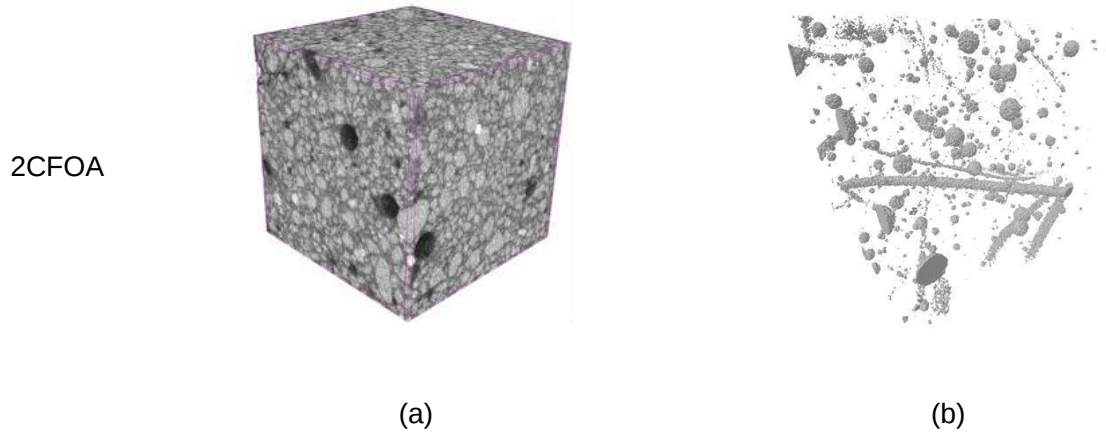


Fig. 17. X-ray microtomography for mortars evaluated.

The coir fiber appears in the microstructure of the cement paste with an elongated shape; consequently, the paste has a more number of pores. Coir fiber in a higher proportion tends to form interconnections, with the possibility of minor bonding points at specific locations in the sample. Some small agglomerations of fibers are observed in cement pastes and can lead to additional porosity [14]. According to Khan and Ali [57], despite the various efforts to use natural fibers, there can be an increase in porosity and pore continuity with the application of coir fiber in cementitious materials. Fig. 18 compares the porosity cement matrix with 2% of coir fiber (REF and the 2CFNT mortar), and Fig.19 shows the effect of treatments on mortar porosity.

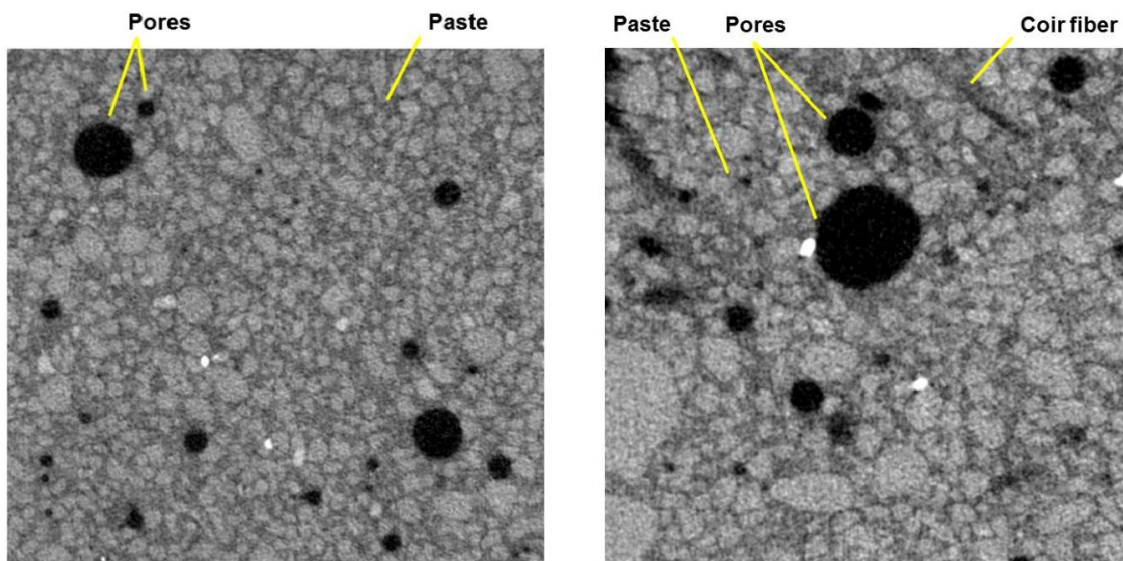


Fig. 18. SEM images for REF and 2CFNT mortars (500×500 pixels)

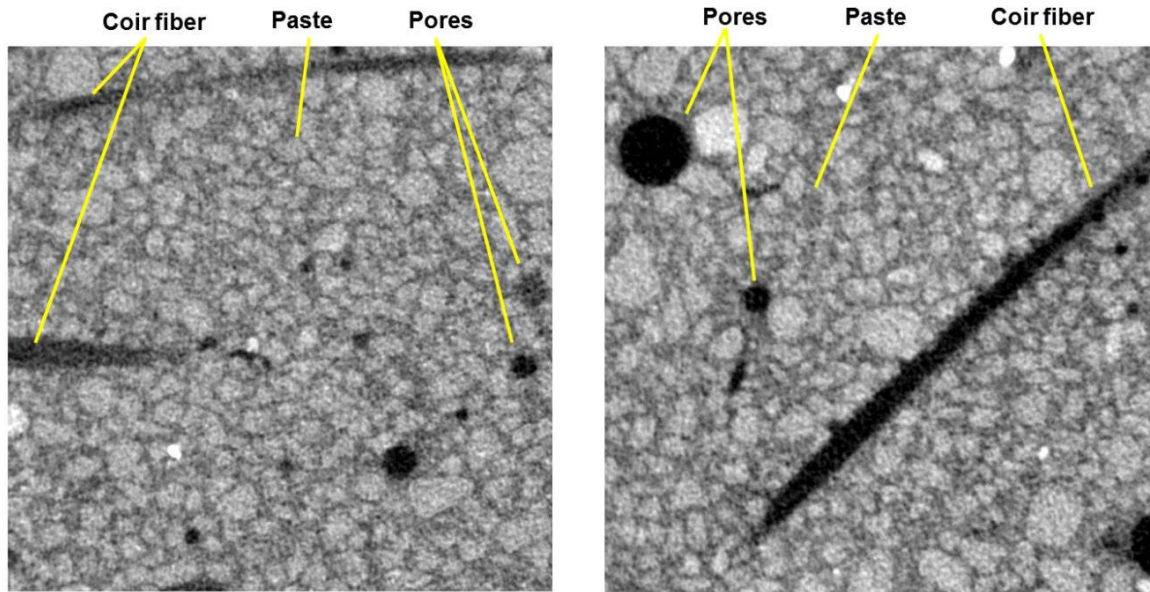


Fig. 19. SEM images for 2CFOA and 2CFSB mortars (500×500 pixels)

The reference sample shows only pores and cement paste. All the mortars showed very similar porosity results, regardless of the treatment. According to Zhang et al. [58], x-ray microtomography showed a dispersed distribution of fibers, considering that the volume analyzed is small. In addition, there is evidence of an interconnection between the mortar pore network, primarily due to the a/c ratio of the mortar and the presence of fibers. As the fiber content in cementitious materials is added, air pores increase, adding a greater volume of entrained air to the cement paste [59].

3.7 Pore size distribution

Fig. 20 shows the pore size distribution for mortars investigated using X-ray microtomography.

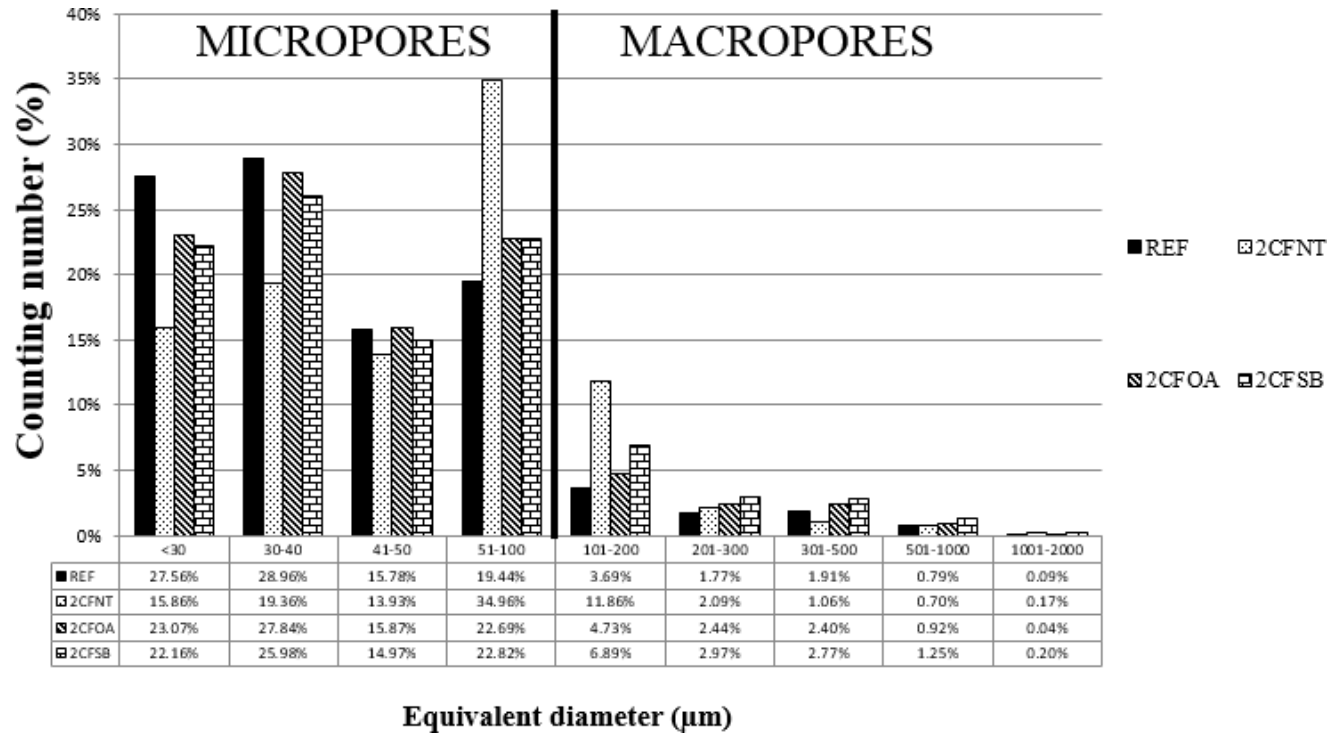


Fig. 20. Histogram related to the pore size distribution of mortars at 28 days

The pore size distribution in mortars was divided into two classifications: the micropores, with diameters in the 0.05-100 μm range, and macropores, with diameters between 100 and 1000 μm , whose voids spaces equivalent to one pixel were eliminated from the analysis [36]. Within this classification, there is a variation of predominant diameters associated with the content and type of fiber treatment. Considering micropores smaller than 30 μm , predominance was observed in sample 2CFOA, in the 30-40 μm range in sample REF, between 41-50 μm in sample 2CFOA, and in the 51-100 μm range in sample 2CFNT. This increase is directly related to incorporating coir fibers into mortars investigated. Due to its hydrophilic characteristics, coir fiber absorbs water. In this way, the fiber can also store the water in cement paste. In addition, with the cement hydration process, coir fiber can also shrink and lose moisture, forming microchannels along the fiber-cement paste interface. Coir fiber can induce an extensive network of tiny permeable pores within the paste [7].

The entrained air causes the increase in porosity in fiber-reinforced mortars in the paste during fiber mixing [60,61]. Concerning macropores in the 101-200 μm range, the predominance in 2CFNT mortars was verified. And from the 201-300 μm to 1001-2000 μm range, sample 2CFSB showed greater macropores. Therefore, it can be inferred that the treatment with oxalic acid on coir fibers was more effective in refining the pores than the sample treated with sodium bicarbonate.

The correlations between physical-mechanical properties and carbonation are

presented in Fig. 21.

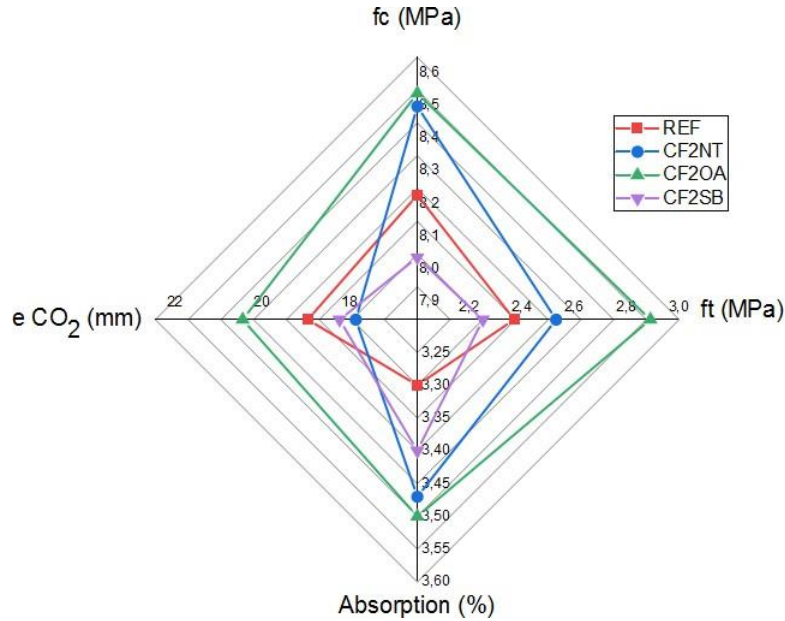


Fig. 21. Correlation between the mechanical properties f_{c28} (MPa) and f_{t28} (MPa), water absorption (%), and CO_2 penetration (mm)

The properties investigated changed as the incorporation of 2% coir fiber in mortars increased. Concerning compressive and tensile strength, oxalic acid treatment performed better than sodium bicarbonate treatment. On the other hand, the properties of water absorption and carbonation depth increased when the coir fibers were treated with oxalic acid. The improved performance of the mortar's properties reflects that chemical treatment with oxalic acid partially removes the coir fibers' extractive, lignin, and hemicellulose content [8]. Even with the chemical treatment, the coir fiber remains hydrophilic. It tends to store and absorb water from the cement paste, which can increase mortar absorption and a greater depth of accelerated carbonation.

4. CONCLUSIONS

This study investigated the effects of different chemical treatments with sodium bicarbonate and oxalic acid in coir fiber inserted in mortars and their impact on physical-mechanical and microstructural properties. The following contributions can be considered:

- Despite increased capillary absorption, the 2CFOA obtained the highest tensile strength at 28 days, reaching 2.89 MPa, a value 21.9% higher than the reference mortar;

- Regarding compressive strength, the result of the 2CFOA mix was also satisfactory, achieving the second highest strength at 28 days (8.50 MPa), 3.8% higher than reference mortar;
- The untreated sample with 1% coir fiber obtained the lowest carbonation depth, while the sample with 2% fibers treated with acid increased the carbonation of the mortars.
- The images obtained by scanning electron microscopy (SEM) showed that all treatments increased, which led to better adhesion between the fibers and the paste;
- X-ray microtomography showed an increase in the porosity of mortars with coir fiber compared to the reference sample. Even with the different treatments, adding coir fibers increases the air entrapped, and the fiber tends to form more micropores.

AUTHOR CONTRIBUTIONS

Schiavon, J. Z.: Conceptualization, methodology and writing. **Andrade, J. J. O.:** Conceptualization, supervision, writing—review and editing, funding acquisition.

Acknowledgments

The authors thank the support of the Laboratory of Construction Materials, Central Laboratory of Microscopy and Microanalysis, Institute of Petroleum and Natural Resources located at PUCRS. The authors would like to thank Prof. Rosane Ligabue from PUCRS, Maurício Mancio from UNISINOS, and Afonso Azevedo from UENF for their suggestions on this work. Special thanks to M.Sc. Pietra Moraes Borges for her support in this investigation. Professor J. J. O. Andrade is grateful for the support of the National Council for Scientific and Technological Development (CNPq), grant 408827/2023-8. This research was partially funded by Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) – Finance code 001.

DATA AVAILABILITY STATEMENT

The data are available on request from the corresponding author.

CONFLICTS OF INTEREST

The authors declare no conflict of interest.

5. REFERENCES

- [1] A. Vinod, M.R. Sanjay, S. Siengchin, Recently explored natural cellulosic plant fibers 2018–2022: A potential raw material resource for lightweight composites, *Ind. Crops Prod.* 192 (2023) 116099. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.116099>.
- [2] A. Laborel-Préneron, J.E. Aubert, C. Magniont, C. Tribout, A. Bertron, Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review, *Constr. Build. Mater.* 111 (2016) 719–734. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.119>.
- [3] H. Song, J. Liu, K. He, W. Ahmad, A comprehensive overview of jute fiber reinforced cementitious composites, *Case Stud. Constr. Mater.* 15 (2021) e00724. <https://doi.org/10.1016/J.CSCM.2021.E00724>.
- [4] S.M. Rangappa, S. Siengchin, J. Parameswaranpillai, M. Jawaaid, T. Ozbakkaloglu, Lignocellulosic fiber reinforced composites: Progress, performance, properties, applications, and future perspectives, *Polym. Compos.* 43 (2022) 645–691. <https://doi.org/10.1002/pc.26413>.
- [5] J. Li, P.J. Lemstra, P. Ma, Chapter 7: Can high-performance fibers be(come) bio-based and also biocompostable?, *Adv. Ind. Eng. Polym. Res.* 5 (2022) 117–132. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2022.03.002>.
- [6] J. Parameswaranpillai, J.A. Gopi, S. Radoor, M.D. C. D., S. Krishnasamy, K. Deshmukh, N. Hameed, N. V. Salim, N. Sienkiewicz, Turning waste plant fibers into advanced plant fiber reinforced polymer composites: A comprehensive review, *Compos. Part C Open Access.* 10 (2023) 100333. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2022.100333>.
- [7] B. Ali, A. Hawreen, N. Ben Kahla, M. Talha Amir, M. Azab, A. Raza, A critical review on the utilization of coir (coconut fiber) in cementitious materials, *Constr. Build. Mater.* 351 (2022) 128957. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128957>.
- [8] J.Z. Schiavon, J.J. De Oliveira Andrade, Comparison Between Alternative Chemical Treatments On Coir Fibers For Application In Cementitious Materials, *J. Mater. Res. Technol.* (2023). <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.210>.
- [9] K. Karimi, M.J. Taherzadeh, A critical review of analytical methods in pretreatment of lignocelluloses: Composition, imaging, and crystallinity, *Bioresour. Technol.* 200 (2016) 1008–1018. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2015.11.022>.
- [10] V. Dhyani, T. Bhaskar, A comprehensive review on the pyrolysis of lignocellulosic biomass, *Renew. Energy.* 129 (2018) 695–716. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.04.035>.
- [11] A.R.G. de Azevedo, M.T. Marvila, B.A. Tayeh, D. Cecchin, A.C. Pereira, S.N. Monteiro, Technological performance of açaí natural fibre reinforced cement-based mortars, *J. Build. Eng.* (2020) 101675. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101675>.
- [12] Y. Ding, Q. Ye, M. Liu, Z. Shi, Y. Liang, Reductive release of Fe mineral-associated organic matter accelerated by oxalic acid, *Sci. Total Environ.* 763 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142937>.
- [13] N. Ranjbar, M. Zhang, Fiber-reinforced geopolymer composites: A review, *Cem. Concr. Compos.* 107 (2020) 103498. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.103498>.
- [14] O. Hamdaoui, O. Limam, L. Ibos, A. Mazioud, Thermal and mechanical properties of hardened cement paste reinforced with Posidonia-Oceanica natural fibers, *Constr. Build. Mater.* 269 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121339>.

- [15] F. Kesikidou, M. Stefanidou, Natural fiber-reinforced mortars, *J. Build. Eng.* 25 (2019) 100786. <https://doi.org/10.1016/J.JOBE.2019.100786>.
- [16] A.R.G. Azevedo, D. Cecchin, D.F. Carmo, F.C. Silva, C.M.O. Campos, T.G. Shtrucka, M.T. Marvila, S.N. Monteiro, Analysis of the compactness and properties of the hardened state of mortars with recycling of construction and demolition waste (CDW), *J. Mater. Res. Technol.* 9 (2020) 5942–5952. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.122>.
- [17] D.B. Dittenber, H.V.S. GangaRao, Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 43 (2012) 1419–1429. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.11.019>.
- [18] N. Kumar, R.K. Kandasami, S. Singh, Effective utilization of natural fibres (coir and jute) for sustainable low-volume rural road construction – A critical review, *Constr. Build. Mater.* 347 (2022) 128606. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128606>.
- [19] E. Galicia-Aldama, M. Mayorga, J.C. Arteaga-Arcos, L. Romero-Salazar, Rheological behaviour of cement paste added with natural fibres, *Constr. Build. Mater.* 198 (2019) 148–157. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.179>.
- [20] B. Bakri, A.E.E. Putra, A.A. Mochtar, I. Renreng, H. Arsyad, Sodium bicarbonate treatment on mechanical and morphological properties of coir fibres, *Int. J. Automot. Mech. Eng.* 15 (2018) 5562–5572. <https://doi.org/10.15282/ijame.15.3.2018.12.0427>.
- [21] F.Z. Arrakhiz, M. El Achaby, A.C. Kakou, S. Vaudreuil, K. Benmoussa, R. Bouhfid, O. Fassi-Fehri, A. Qaiss, Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments, *Mater. Des.* 37 (2012) 379–383. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.01.020>.
- [22] S.S. Mir, N. Nafsin, M. Hasan, N. Hasan, A. Hassan, Improvement of physico-mechanical properties of coir-polypropylene biocomposites by fiber chemical treatment, *Mater. Des.* 52 (2013) 251–257. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.062>.
- [23] B.M.M. Gonçalves, M. de O. Camillo, M.P. Oliveira, L.G. Carreira, J.C. Moulin, H. Fantuzzi Neto, B.F. de Oliveira, A.C. Pereira, S.N. Monteiro, Surface Treatments of Coffee Husk Fiber Waste for Effective Incorporation into Polymer Biocomposites, *Polymers (Basel)*. 13 (2021). <https://doi.org/10.3390/polym13193428>.
- [24] L. Yan, N. Chouw, L. Huang, B. Kasal, Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of coir fibres, coir fibre reinforced-polymer composites and reinforced-cementitious composites, *Constr. Build. Mater.* 112 (2016) 168–182. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.182>.
- [25] S. Shaifali, S. Ram, V. Thakur, P. Das, Synthesis of α,β -alkynyl ketones via the nickel catalysed carbonylative Sonogashira reaction using oxalic acid as a sustainable C1 source, *Org. Biomol. Chem.* 17 (2019) 7036–7041. <https://doi.org/10.1039/C9OB01064E>.
- [26] R.S. Costa, B.S.R. Aranha, A. Ghosh, A.O. Lobo, E.T.S.G. da Silva, D.C.B. Alves, B.C. Viana, Production of oxalic acid by electrochemical reduction of CO₂ using silver-carbon material from babassu coconut mesocarp, *J. Phys. Chem. Solids*. 147 (2020) 109678. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2020.109678>.
- [27] V. Fiore, T. Scalici, F. Nicoletti, G. Vitale, M. Prestipino, A. Valenza, A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites, *Compos. Part B Eng.* 85 (2016) 150–160.

<https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2015.09.028>.

- [28] I. Mukhtar, Z. Leman, E.S. Zainudin, M.R. Ishak, Hybrid and Nonhybrid Laminate Composites of Sugar Palm and Glass Fibre-Reinforced Polypropylene: Effect of Alkali and Sodium Bicarbonate Treatments, *Int. J. Polym. Sci.* 2019 (2019) 1230592. <https://doi.org/10.1155/2019/1230592>.
- [29] J.C. dos Santos, R.L. Siqueira, L.M.G. Vieira, R.T.S. Freire, V. Mano, T.H. Panzera, Effects of sodium carbonate on the performance of epoxy and polyester coir-reinforced composites, *Polym. Test.* 67 (2018) 533–544. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.03.043>.
- [30] V.. C.B.. L.S. BAROGHEL-BOUNY, Durabilidade do concreto: bases científicas para formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente, 1st ed., IBRACON, São Paulo, 2014.
- [31] B. Šavija, M. Luković, Carbonation of cement paste: Understanding, challenges, and opportunities, *Constr. Build. Mater.* 117 (2016) 285–301. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.138>.
- [32] M. Ramli, W.H. Kwan, N.F. Abas, Strength and durability of coconut-fiber-reinforced concrete in aggressive environments, *Constr. Build. Mater.* 38 (2013) 554–566. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.002>.
- [33] Associação Brasileira De Normas Técnicas, NBR 16697 - Cimento Portland Requisitos, Rio de Janeiro, Brasil, 2018.
- [34] Associação Brasileira De Normas Técnicas, NBR 6473: Cal virgem e cal hidratada - Análise química, Rio de Janeiro, Brasil, 2003.
- [35] P.M. Borges, J.Z. Schiavon, S.R. da Silva, E. Rigo, A. Neves Junior, E. Possan, J.J. de O. Andrade, Mortars with recycled aggregate of construction and demolition waste: Mechanical properties and carbon uptake, *Constr. Build. Mater.* 387 (2023) 131600. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.131600>.
- [36] S. Roberto da Silva, J. de Brito, J.J. de O. Andrade, Synergic effect of recycled aggregate, fly ash, and hydrated lime in concrete production, *J. Build. Eng.* 70 (2023) 106370. <https://doi.org/10.1016/j.job.2023.106370>.
- [37] M.T. Marvila, A.R.G. Azevedo, D. Cecchin, J.M. Costa, G.C. Xavier, D. de Fátima do Carmo, S.N. Monteiro, Durability of coating mortars containing açaí fibers, *Case Stud. Constr. Mater.* 13 (2020) e00406. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00406>.
- [38] A.A. de Azevedo ARG, Amin M, Hadzima-Nyarko M, Saad Agwa I, Zeyad, AM, Tayeh BA, Possibilities for the application of agro-industrial wastes in cementitious materials: A brief review of the Brazilian perspective, *Clean. Mater.* 3 (2022) 100040. <https://doi.org/10.1016/j.clema.2021.100040>.
- [39] Associação Brasileira De Normas Técnicas, NBR 13281 - Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Requisitos, Rio de Janeiro, Brasil, 2005.
- [40] J.J. de Oliveira Andrade, M.C. Wenzel, G.H. da Rocha, S.R. da Silva, Performance of rendering mortars containing sludge from water treatment plants as fine recycled aggregate, *J. Clean. Prod.* 192 (2018) 159–168. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.246>.

- [41] ABNT, NBR 13281 - Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Requisitos, Rio de Janeiro, Brasil, 2005.
- [42] Associação Brasileira De Normas Técnicas, Argamassa e Concreto Endurecidos - Determinação Da Absorção de Água Por Imersão - Índice de Vazios e Massa específica, Rio de Janeiro, Brasil, 2012.
- [43] S.R. da Silva, J.J. de Oliveira Andrade, Investigation of mechanical properties and carbonation of concretes with construction and demolition waste and fly ash, *Constr. Build. Mater.* 153 (2017) 704–715. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.07.143>.
- [44] N. Sathiparan, M.N. Rupasinghe, B. H.M. Pavithra, Performance of coconut coir reinforced hydraulic cement mortar for surface plastering application, *Constr. Build. Mater.* 142 (2017) 23–30. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.03.058>.
- [45] Y. Ban, W. Zhi, M. Fei, W. Liu, D. Yu, T. Fu, R. Qiu, Preparation and Performance of Cement Mortar Reinforced by Modified Bamboo Fibers, *Polymers (Basel)*. 12 (2020) 2650. <https://doi.org/10.3390/polym12112650>.
- [46] C.L. Hwang, V.A. Tran, J.W. Hong, Y.C. Hsieh, Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior, and impact resistance of cementitious composites, *Constr. Build. Mater.* 127 (2016) 984–992. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.09.118>.
- [47] E. de Souza Sánchez Filho, J.J.H. Silva Filho, M.S.P.L. Perlingeiro, I. de Figueiredo Guerrante, Bond strength of carbon fiber composites glued to concrete surface, *Struct. Concr.* 19 (2018) 536–547. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/suco.201600123>.
- [48] A. Adesina, Performance of cementitious composites reinforced with chopped basalt fibres – An overview, *Constr. Build. Mater.* 266 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120970>.
- [49] H. Choi, Y.C. Choi, Setting characteristics of natural cellulose fiber reinforced cement composite, *Constr. Build. Mater.* 271 (2021) 121910. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121910>.
- [50] V. Laverde, A. Marin, J.M. Benjumea, M. Rincón Ortiz, Use of vegetable fibers as reinforcements in cement-matrix composite materials: A review, *Constr. Build. Mater.* 340 (2022) 127729. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127729>.
- [51] M.N. Amin, W. Ahmad, K. Khan, A. Ahmad, A Comprehensive Review of Types, Properties, Treatment Methods and Application of Plant Fibers in Construction and Building Materials, *Materials (Basel)*. 15 (2022) 4362. <https://doi.org/10.3390/ma15124362>.
- [52] L. Hong, Y.D. Chen, T.D. Li, P. Gao, L.Z. Sun, Microstructure and bonding behavior of fiber-mortar interface in fiber-reinforced concrete, *Constr. Build. Mater.* 232 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117235>.
- [53] H. Bui, N. Sebaibi, M. Boutouil, D. Levacher, Determination and Review of Physical and Mechanical Properties of Raw and Treated Coconut Fibers for Their Recycling in Construction Materials, *Fibers*. 8 (2020) 37. <https://doi.org/10.3390/fib8060037>.
- [54] F. Deby, M. Carcasses, A. Sellier, Toward a probabilistic design of reinforced concrete durability: Application to a marine environment, *Mater. Struct. Constr.* 42 (2009) 1379–1391. <https://doi.org/10.1617/s11527-008-9457-8>.

- [55] V.D. Pizzol, L.M. Mendes, H. Savastano, M. Frías, F.J. Davila, M.A. Cincotto, V.M. John, G.H.D. Tonoli, Mineralogical and microstructural changes promoted by accelerated carbonation and ageing cycles of hybrid fiber–cement composites, *Constr. Build. Mater.* 68 (2014) 750–756. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.055>.
- [56] W.A. Talavera-Pech, D. Montiel-Rodríguez, J. de los A. Paat-Estrella, R. López-Alcántara, J.T. Pérez-Quiroz, T. Pérez-López, Improvement in the Carbonation Resistance of Construction Mortar with Cane Bagasse Fiber Added, *Materials (Basel)*. 14 (2021) 2066. <https://doi.org/10.3390/ma14082066>.
- [57] M. Khan, A. Rehman, M. Ali, Efficiency of silica-fume content in plain and natural fiber reinforced concrete for concrete road, *Constr. Build. Mater.* 244 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118382>.
- [58] D. Zhang, K.H. Tan, A. Dasari, Y. Weng, Effect of natural fibers on thermal spalling resistance of ultra-high performance concrete, *Cem. Concr. Compos.* 109 (2020) 103512. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103512>.
- [59] M. Asim, G.M. Uddin, H. Jamshaid, A. Raza, Z. ul Rehman, U. Hussain, A.N. Satti, N. Hayat, S.M. Arafat, Comparative experimental investigation of natural fibers reinforced light weight concrete as thermally efficient building materials, *J. Build. Eng.* 31 (2020) 101411. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101411>.
- [60] B. Poletanovic, J. Dragas, I. Ignjatovic, M. Komljenovic, I. Merta, Physical and mechanical properties of hemp fibre reinforced alkali-activated fly ash and fly ash/slag mortars, *Constr. Build. Mater.* 259 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119677>.
- [61] S. Gwon, Y.C. Choi, M. Shin, Effect of plant cellulose microfibers on hydration of cement composites, *Constr. Build. Mater.* 267 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121734>.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho investigou a comparação dos efeitos de diferentes tratamentos químicos com bicarbonato de sódio, hidróxido de sódio e ácido oxálico em fibras de coco. Posteriormente, foram analisados os efeitos dos tratamentos químicos com ácido oxálico e bicarbonato de sódio em fibras de coco com teores de incorporação de 1 e 2% de em argamassas. Diante disso, pode-se observar as seguintes contribuições:

- O tratamento químico com ácido oxálico por duas horas em fibras de coco foi mais eficaz na remoção parcial de extrativos, lignina e hemicelulose;
- A análise termogravimétrica indicou maior resistência térmica das fibras de coco tratadas com ácido oxálico do que das fibras naturais;
- O aumento do tempo de exposição causa o enfraquecimento das fibras, comprometendo suas propriedades mecânicas. As melhores combinações de tratamento para as fibras de coco foram com o hidróxido de sódio em solução a 5% e 1 h de imersão. O tratamento contendo ácido oxálico com o mesmo tempo de exposição de 1 h foi a melhor combinação. Além disso, o bicarbonato de sódio melhorou as propriedades das fibras de coco no teor de 10% e 120 h;

- Apesar do aumento da absorção capilar, a incorporação de 2% de fibra de coco tratada com ácido oxálico proporcionou acréscimo na resistência à tração, aos 28 dias, 21,9% superior a argamassa de referência;
- A amostra sem tratamento com 1% de fibra de coco obteve a menor profundidade de carbonatação, enquanto a amostra com 2% de fibras tratadas com ácido oxálico aumentou a carbonatação das argamassas;
- A microtomografia de raios X mostrou um aumento da porosidade das argamassas com fibra de coco em relação à amostra de referência. Mesmo com os diferentes tratamentos, a adição de fibras de coco aumenta o ar aprisionado, e tende a formar mais microporos na pasta de cimento.

No que diz respeito à resistência à compressão e à tração, o tratamento com ácido oxálico teve um melhor desempenho do que o tratamento com bicarbonato de sódio das fibras de coco. Entretanto, as propriedades de absorção de água por capilaridade e profundidade de carbonatação aumentaram quando as fibras de coco foram tratadas com ácido oxálico. O tratamento químico com ácido oxálico remove parcialmente o teor de extrativos, lignina e hemicelulose das fibras de coco. Porém, mesmo com o tratamento químico, a fibra de coco permanece com a sua característica hidrofílica. Ela tende a armazenar e absorver água da pasta de cimento, o que pode aumentar a absorção da argamassa e uma maior profundidade de carbonatação.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos ao decorrer dessa pesquisa percebeu-se algumas lacunas que poderiam ser discutidas em trabalhos seguintes:

- Adicionar a mistura das argamassas outros aglomerantes, como por exemplo, a cinza volante a fim de promover efeito químico (formação de C-S-H adicional) e físico (refinamento dos poros) nos compostos cimentícios;
- Investigar o efeito da carbonatação natural nas propriedades mecânicas das argamassas;
- Estudar o efeito do ataque de íons cloretos em argamassas com fibra de coco tratadas quimicamente;
- Analisar as propriedades mecânicas e perda de massa das argamassas após ciclos de molhagem e secagem das amostras;
- Avaliar a retração plástica das argamassas após as primeiras horas de secagem das argamassas;
- Determinar a influência das fibras de coco na retração e fissuração das argamassas;

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADENIYI, A. G.; ONIFADE, D. V.; IGHALO, J. O.; ADEOYE, A. S. A review of coir fiber reinforced polymer composites. **Composites Part B: Engineering**. v. 176, 107305, 2019.

ADESINA, A. Performance of cementitious composites reinforced with chopped basalt fibres – An overview. **Construction and Building Materials**. v. 266, 120970, 2021.

AHMAD, W.; FAROOQ, S.; H.; USMAN, M.; KHAN, M.; AHMAD, A.; ASLAM, F.; AL YOUSEF, R.; AL ABDULJABBAR, H.; SUFIAN, M. Effect of Coconut Fiber Length and Content on Properties of High Strength Concrete. **Materials**, v.13, p.1075, 2020.

AHMARUZZAMAN, M. A review on the utilization of fly ash. **Progress in Energy and Combustion Science**, v. 36, p. 327-363, 2010.

AKAN, M. Ö. A.; DHAVALÉ, D. G.; SARKIS, J. Greenhouse gas emissions in the construction industry: An analysis and evaluation of a concrete supply chain. **Journal of Cleaner Production**. v. 167, p. 1195-1207, 2017.

AKINYEMI, B.A; ADESINA, A. Utilization of polymer chemical admixtures for surface treatment and modification of cellulose fibres in cement-based composites: a review. **Cellulose**, v. 28 (3), p. 1241-1266, 2021.

ALI, A.; SHAKER, K.; NAWAB, Y.; JABBAR, M.; HUSSAIN, T.; MILITKY, J. Hydrophobic treatment of natural fibers and their composites. **A review Journal of Industrial Textile**, v. 47, p. 2153-2183, 2018.

ALI, Babar; HAWREEN, A.; BEN KAHLA, Nabil; TALHA AMIR, Muhammad; AZAB, Marc; RAZA, Ali. A critical review on the utilization of coir (coconut fiber) in cementitious materials. **Construction and Building Materials**, v. 351, p. 128957, 2022.

ALI, S.; KHAN, A. S.; ANJUM, M.A.; NAWAZ, A.; NAZ, S.; EJAZ, S. Effect of postharvest oxalic acid application on enzymatic browning and quality of lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) root slices. **Food Chemistry**, v.312, 2020.

AL-MASOODI, A. A. H.; KAWAN, A.; KASMURI, M.; HAMID, R.; KHAN, M.N.N. Static and dynamic properties of concrete with different types and shapes of fibrous reinforcement. **Construction and Building Materials**. v. 104, p. 247-262, 2016.

AMIN, M.N.; AHMAD, W.; KHAN, K.; AHMAD, A. A Comprehensive Review of Types, Properties, Treatment Methods and Application of Plant Fibers in Construction and Building Materials. **Materials (Basel)**, 20;15(12):4362, 2022.

ANDRADE, D. S.; RÊGO, J. H. S.; MORAIS, P. C. ROJAS, M. F. Chemical and mechanical characterization of ternary cement pastes containing metakaolin and nanosilica. **Construction and Building Materials**, v. 159, p. 18-26, 2018.

APARNA, S.; SATHYAN, D.; ANAND, K.B. Microstructural and rate of water absorption study on fly-ash incorporated cement mortar. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, p. 23692-23701, 2018.

ARAGÃO, W. M.; SANTOS, V. A. J.; ARAGÃO, F. B. Produção de fibras de cultivares de coqueiro. Aracaju: **Embrapa Tabuleiros Costeiros**, (Embrapa Tabuleiros Costeiros. Comunicado Técnico, 36), 2005.

ARAÚJO, A. G.; CARNEIRO, A. M. P.; PALHA, R. P. Sustainable construction management: A systematic review of the literature with meta-analysis. **Journal of Cleaner Production**. v. 256, 120350, 2020.

ARRAKHIZ, F.Z.; EL ACHABY, M.; KAKOU, A.C.; VAUDREUIL, S.; BENMOUSSA, K.; BOUHFID, R.; FASSI-FEHRI, O.; QAISS, A. Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments. **Materials & Design**, v. 37, p. 379–383, May 2012.

AZEVEDO, A.R.G.; MARVILA, M.T.; TAYEH, B. A.; CECCHIN, D.; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S.N. Technological performance of açaí natural fibre reinforced cement-based mortars. **Journal of Building Engineering**, v. 33, 101675, 2021.

BAKRI, B.; PUTRA, A. E. E.; MOCHTAR, A. A.; RENRENG, I.; ARSYAD, H. Sodium Bicarbonate Treatment on Mechanical and Morphological Properties of Coir Fibres. **International Journal of Automotive and Mechanical Engineering**, v. 15, p. 5562-5572, 2018.

BLEDZKI, A. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, v. 24, p. 221–274, 1999.

BLEDZKI, A.K.; REINHMANE, S.; GASSAN, J. Thermoplastics reinforced with wood fillers. **Polymer Plastic Technology and Engineering**. v. 37, p. 451-468, 1998.

BRAINER, M. S. C. P. COCO: PRODUÇÃO E MERCADO. Caderno Setorial ETENE. Ano 6, n. 206, dez 2021. Acesso em: 14-de mar.de 2023.

BUI, H.; SEBAIBI, N.; BOUTOUIL, M.; LEVACHER, D. Determination and Review of Physical and Mechanical Properties of Raw and Treated Coconut Fibers for Their Recycling in Construction Materials. **Fibers**, v. 8, no. 6, p. 37, 2020.

BULLARD, J. W.; JENNINGS, H. M.; LIVINGSTON, R. A.; NONAT, A.; SCHERER, G. W.; SCHWEITZER, J. S.; SCRIVENER, K. L.; THOMAS, J. J. Mechanisms of cement hydration. **Cement and Concrete Research**. v. 41, Issue 12, p. 1208-1223, 2011.

CHAKRABORTY, S.; KUNDU, S.P.; ROY, A.; BASAK, R. K.; ADHIKARI, B.; MAJUMDER, S.B. Improvement of the mechanical properties of jute fibre reinforced cement mortar: A statistical approach. **Construction and Building Materials**, v. 38, p. 776-784, 2013.

CHEN, N.; TAO, S.; XIAO, K.; LIANG, S.; YANG, J.; ZHANG, L. A one-step acidification strategy for sewage sludge dewatering with oxalic acid. **Chemosphere**, v. 238, 124598, 2020.

CHOPRA, Lalita; MANIKANIK. Extraction of cellulosic fibers from the natural resources: A short review. **Materials Today: Proceedings**, v. 48, p. 1265–1270, 2022.

CHOUDHARY, S.; HALOI, J.; KUMAR S. M.; SARASWAT, P.; KUMAR, V. Systematic literature review on thermal and acoustic characteristics of natural fibre polymer composites for automobile applications. **Materials Today: Proceedings**, 2023.

DAS, S.; SOBUZ, H. R.; TAM, V. W.Y.; AKID, A. S. M.; SUTAN, N. M.; RAHMAN, F. M. Effects of incorporating hybrid fibres on rheological and mechanical properties of fibre reinforced concrete. **Construction and Building Materials**. v. 262, 120561, 2020.

DHYANI, V.; BHASKAR, T. A comprehensive review on the pyrolysis of lignocellulosic biomass. **Renewable Energy**. v. 129, p. 695-716, 2018.

DING Y.; YE Q.; LIU M.; SHI, Z.; LIANG, Y. Reductive release of Fe mineral-associated organic matter accelerated by oxalic acid. **Science Total Environment**, v. 763, 2021.

DING, Y.; YE, Q.; LIU, M.; SHI, Z.; LIANG, Y. Reductive release of Fe mineral-associated organic matter accelerated by oxalic acid. **Science of the Total Environment**, v. 763, 2021.

FERREIRA, S. R.; SILVA, F. A.; LIMA, P. R. L.; TOLEDO FILHO, R. D. Effect of fiber treatments on the sisal fiber properties and fiber–matrix bond in cement-based systems. **Construction and Building Materials**. v. 101, p. 730-740, 2015.

FIORE, V.; SCALICI, T.; NICOLETTI, F.; VITALE, G.; PRESTIPINO, M.; VALENZA, A. A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites, **Composites Part B: Engineering**, v. 85, p. 150-160, 2016.

GALICIA-ALDAMA, E.; MAYORGA, M.; ARTEAGA-ARCOS, J. C.; ROMERO-SALAZAR L. Rheological behaviour of cement paste added with natural fibres. **Construction and Building Materials**. v. 198, p. 148-157, 2019.

GÜHRS, K.; WEISSHART, K.; GROSSE, F. Lessons from nature — protein fibers. **Reviews in Molecular Biotechnology**, v. 74, p. 121–134, 2000.

GÜNAY, Ezgi. Natural and Artificial Fiber-Reinforced Composites as Renewable Sources Tri-Dung Ngo. Fibras naturais para biocompósitos sustentáveis, compósitos reforçados com fibras naturais e artificiais como fontes renováveis, 2017.

GUPTA, M.; KUMAR, M. Effect of nano silica and coir fiber on compressive strength and abrasion resistance of Concrete. **Construction and Building Materials**, v. 226, p. 44-50, 2019.

GURUNATHAN, T.; MOHANTY, Smita; NAYAK, Sanjay K. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 77, p. 1–25, 2015.

HAMDAOUI, O.; LIMAM, O.; IBOS, L.; MAZIOUD, A. Thermal and mechanical properties of hardened cement paste reinforced with Posidonia-Oceanica natural fibers. **Construction and Building Materials**. v. 271, p. 121339, 2020.

HWANG, C. L.; TRAN, V. A.; HONG, J. W.; HSIEH, Y. C. Effects of short coconut fiber on the mechanical properties, plastic cracking behavior, and impact resistance of cementitious composites. **Construction and Building Materials**. v. 127, p. 984-992, 2016.

JAYABAL, S; SATHIYAMURTHY, S; LOGANATHAN, K T; KALYANASUNDARAM, S. Effect of soaking time and concentration of NaOH solution on mechanical properties of coir–polyester composites. **Bulletin of Materials Science**, v. 35, no. 4, p. 567–574, 7 Aug. 2012.

K R, Sumesh; K, Kanthavel. Synergy of fiber content, Al₂O₃ nanopowder, NaOH treatment and compression pressure on free vibration and damping behavior of natural hybrid-based epoxy composites. **Polymer Bulletin**, v. 77, no. 3, p. 1581–1604, 22 Mar. 2020.

KARIMI, K.; TAHERZADEH, M. J. A critical review of analytical methods in pretreatment of lignocelluloses: Composition, imaging, and crystallinity. **Bioresource Technology**. v. 200, p. 1008-1018, 2016.

KARTHI, N.; KUMARESAN, K.; SATHISH, S.; GOKULKUMAR, S.; PRABHU, L.; VIGNESHKUMAR, N. An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas, **Materials Today: Proceedings**, 2020.

KHAN, Mehran; ALI, Majid. Improvement in concrete behavior with fly ash, silica-fume and coconut fibers. **Construction and Building Materials**. v. 203, p. 174-187, 2019.

KUMAR PATEL, Krishna; SINGH, Dr.V. P. Study of chemically treated natural plant fibers in soil reinforcement technology: **A review. Materials Today: Proceedings**, v. 78, p. 55–61, 2023.

KUMAR, Nitish; KANDASAMI, Ramesh Kannan; SINGH, Surender. Effective utilization of natural fibres (coir and jute) for sustainable low-volume rural road construction – A critical review. **Construction and Building Materials**, v. 347, p. 128606, Sep. 2022.

LABOREL-PRÉNERON, A.; AUBERT, J.E; C. MAGNIONT, C.; TRIBOUT, A. B.; Plant aggregates and fibers in earth construction materials: A review. **Construction and Building Materials**. v. 111, p. 719-734, 2016.

LI, J.; LEMSTRA, P. J.; MA, P. Chapter 7: Can high-performance fibers be (come) bio-based and biocompostable? **Advanced Industrial and Engineering Polymer Research**, v. 5, p. 117–132, 2022.

LI, M.; PU, Y.; THOMAS, V. M.; YOO, C. G.; OZCAN, S.; DENG, Y.; NELSON, K.; RAGAUSKAS, A. J.; Recent advancements of plant-based natural fiber–reinforced composites and their applications. **Composites Part B: Engineering**. v. 200, 108254, 2020.

MALVIYA, R. K.; SINGH, R. K.; PUROHIT, R.; SINHA, R. Natural fibre reinforced composite materials: Environmentally better life cycle assessment – **A case study, Materials Today: Proceedings**, 2020.

MANIMARAN, P.; VIGNESH, V.; KHAN, A.; PILLAI, G. P.; NAGARAJAN, K.J.; PRITHIVIRAJ, M.; AL-ROMAIZAN, A. N.; HUSSEIN, M. A.; PUTTEGOWDA, M.; ASIRI, A. M. Extraction and characterization of natural lignocellulosic fibres from *Typha angustata* grass. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 222, p. 1840-1851, 2022.

MARTINELLI, F. R. B.; RIBEIRO, F. R. C.; MARVILA, M. T.; MONTEIRO, S. N.; FILHO, F. C. G.; AZEVEDO, A. R. G. A Review of the Use of Coconut Fiber in Cement Composites. **Polymers**, v. 15, p. 1309, 2023.

MARVILA, M.T.; AZEVEDO, A.R.G.; CECCHIN, D.; COSTA, J. M.; XAVIER, G. C.; CARMO, D.F.; MONTEIRO, S.N. Durability of coating mortars containing açai fibers. **Case Studies in Construction Materials**, v. 13, 2020.

MATHURA, Nadira; CREE, Duncan. Characterization and mechanical property of Trinidad coir fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 133, no. 29, 5 Aug. 2016.

MERLI, R.; PREZIOSI, M.; ACAMPORA, A.; LUCCHETTI, M. C.; PETRUCCI, E. Recycled fibers in reinforced concrete: A systematic literature review. **Journal of Cleaner Production**, v. 248, 119207, 2020.

MIR, Samia Sultana; NAFSIN, Nazia; HASAN, Mahbub; HASAN, Najib; HASSAN, Azman. Improvement of physico-mechanical properties of coir-polypropylene biocomposites by fiber chemical treatment. **Materials & Design (1980-2015)**, v. 52, p. 251–257, Dec. 2013.

MOKHOTHU, T. H.; JOHN, M. J. Review on hygroscopic aging of cellulose fibres and their biocomposites. **Carbohydrate Polymers**, v. 131, p. 337-354, 2015.

MOREIRA, Danilo Alves Rosa. Determinação das frações de ácido oxálico em plantas alimentícias. 2016. 23 f. Trabalho de conclusão de curso (Farmácia-Bioquímica) - **Universidade Estadual Paulista**, Faculdade de Ciências Farmacêuticas, 2016. Available at: <<http://hdl.handle.net/11449/203803>>.

MUKHTAR, I.; LEMAN, Z.; ZAINUDIN, E. S.; RIDZWAN, M.; HINDAWI, I. Hybrid and Nonhybrid Laminate Composites of Sugar Palm and Glass Fibre-Reinforced

Polypropylene: Effect of Alkali and Sodium Bicarbonate Treatments. **International Journal of Polymer Science**, v. 12, 2019.

MULINARI, D.R.; BAPTISTA, C.A.R.P.; SOUZA, J.V.C.; VOORWALD, H.J.C. Mechanical Properties of Coconut Fibers Reinforced Polyester Composites, **Procedia Engineering**, v. 10, p. 2074-2079, 2011.

NAPPI, Giancarlo Ubaldo et al. Validação de métodos para determinação dos ácidos fítico e oxálico em multimistura. **Food Science and Technology** [online]. v. 26, n. 4, pp. 811-820, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0101-20612006000400016>>. Epub 16 Abr 2007. ISSN 1678-457X. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612006000400016>.

ODA, S.; FERNANDES, J. L.; ILDEFONSO, J. S. Analysis of use of natural fibers and asphalt rubber binder in discontinuous asphalt mixtures. **Construction and Building Materials**. v. 26, p. 13-20, 2012.

ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N. Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. **Cement and Concrete Composites**. v. 68, p. 96-108, 2016.

OXALIC ACID MARKET – GLOBAL INDUSTRY ANALYSIS AND FORECAST (2022-2029). MAXIMIZE, 2021. Disponível em: <https://www.maximizemarketresearch.com/market-report/global-oxalic-acid-market/101012/>. Acesso em: 03 de março de 2023.

PACHTA, V.; STEFANIDOU, M.; KONOPISSI, S.; PAPAYIANNI, I. Technological evolution of historic structural mortars. **Journal Civil Engineering and Architecture**. v. 8, p. 846-854, 2014.

PARAMESWARANPILLAI, J.; GOPI, J. A.; RADOOR, S.; MIDHUN, D. C. D; KRISHNASAMY, S.; DESHMUKH, K.; HAMEED, N.; SALIM, N. V.; SIENKIEWICZ, N. Turning waste plant fibers into advanced plant fiber reinforced polymer composites: A comprehensive review. **Composites Part C: Open Access**. v.10, 100333, 2023.

PATEL, K. K.; SINGH, V. P. Study of chemically treated natural plant fibers in soil reinforcement technology: A review. **Materials Today: Proceedings**, 2022.

PILS, S. E.; OLIVEIRA, P.; REGOSO, F.; PAULON, V. A.; COSTELLA, M. F. Pervious concrete: study of dosage and polypropylene fibers addiction. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 12, p. 101–121, 2019.

RAHMAN, M. A.; ISLAM, M. Z.; GIBBON, L.; ULVEN, C. A.; LA SCALA, J. J. 3D printing of continuous carbon fiber reinforced thermoset composites using curable resin. **Polymer Composites**, v. 42, no. 11, p. 5859–5868, 2021.

RANJBAR, N.; ZHANG, M. Fiber-reinforced geopolymer composites: A review. **Cement and Concrete Composites**. v. 107, 103498, 2020.

RUANO, G.; BELLOMO, F.; LÓPEZ, G.; BERTUZZI, A.; NALLIM, L.; OLLER, S. Mechanical behaviour of cementitious composites reinforced with bagasse and hemp fibers. **Construction and Building Materials**. v. 240, 117856, 2020.

SÁNCHEZ, M. L.; MORALES, L. Y.; CAICEDO, J. D. Physical and mechanical properties of agglomerated panels made from bamboo fiber and vegetable resin. **Construction and Building Materials**. v.156, p. 330-339, 2017.

SANJAY, M.R.; SIENGCHIN, S.; PARAMESWARANPILLAI, J.; JAWAID, M.; PRUNCU, C. L.; KHAN, A. A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: Preparation, processing and characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 207, p.108-121, 2019.

SANTOS, J. C.; OLIVEIRA, L. Á.; VIEIRA, L. M. G.; MANO, V.; FREIRE, R. T.S.; PANZERA, T. H. Eco-friendly sodium bicarbonate treatment and its effect on epoxy and polyester coir fibre composites. **Construction and Building Materials**, v. 211, p. 427-436, 2019.

SATHIPARAN, N.; Miuru Nishanthana Rupasinghe, Bhasura H.M. Pavithra, Performance of coconut coir reinforced hydraulic cement mortar for surface plastering application. **Construction and Building Materials**. v. 142, p. 23-30, 2017.

SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 38, no. 7, p. 1694–1709, Jul. 2007.

SCHIAVONI, S.; DALESSANDRO, F.; BIANCHI, F.; ASDRUBALI, F. Insulation materials for the building sector: A review and comparative analysis. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. v. 62, p. 988-1011, 2016.

SENTHILKUMAR, K.; SABA, N.; RAJINI, N.; CHANDRASEKAR, M.; JAWAID, M.; SIENGCHIN, S.; ALOTMAN, O. Y.; Mechanical properties evaluation of sisal fibre

reinforced polymer composites: A review. **Construction and Building Materials**, v. 174, p. 713-729, 2018.

SILVA, E. J.; MARQUES, P. D.; FORNARI JUNIOR, M. L.; CELSO, C. M., GARCIA, F. C. L.; FRANCISCO, H. M. Compressive strength of cement mortar prepared with the addition of coconut fiber. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v. 18, p. 1268-1273, 2014.

SILVA, F. A. Durabilidade e propriedades mecânicas de compósitos cimentícios reforçados por fibras de sisal Tese de D. Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; MELO FILHO, J. A.; FAIRBAIRN, E. M. R. Physical and mechanical properties of durable sisal fiber–cement composites. **Construction and Building Materials**. v. 24, Issue 5, p. 777-785, 2010.

SONG, H.; LIU, J.; HE, K.; AHMAD, W. A comprehensive overview of jute fiber reinforced cementitious composites. **Case Studies in Construction Materials**, v. 15, p. e00724, 2021.

SOOD, M.; DWIVEDI, G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review. **Egyptian Journal of Petroleum**. v. 27, p. 775-783, 2018.

STAPPER, J.L.; GAUVIN, F.; BROUWERS, H.J.H. Influence of short-term degradation on coir in natural fibre-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 306, p. 124906, 2021.

STAPPER, J.L.; GAUVIN, F.; BROUWERS, H.J.H. Influence of short-term degradation on coir in natural fibre-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 306, p. 124906, Nov. 2021.

STOKKE, D. D.; WU, Q.; HAN, G. Lignocellulosic Materials Introduction to wood and natural fiber composites. p. 19-59, 2013.

SUMESH, K.R.; KANTHAVEL, K. The influence of reinforcement, alkali treatment, compression pressure and temperature in fabrication of sisal/coir/epoxy composites: GRA and ANN prediction. **Polym. Bull.**, 77 (9) p. 4609-4629, 2020.

TOMCZAK, F.; SYDENSTRICKER, T. H. D. K.; SATYANARAYANA, G. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut

fibers. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**. v. 38, p. 1710-1721, 2007.

TOMCZAK, F.; SYDENSTRICKER, T. H. D.; SATYANARAYANA, K. G. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 38, no. 7, p. 1710–1721, 2007.

VENGATESAN, M. R.; MITTAL, V. Surface modification of nanoparticle and natural fiber fillers. Book Editor(s): Vikas Mittal. Julho, 2015.

VINOD, A.; SANJAY, M. R.; SIENGCHIN, S.; FISCHER, S. Fully bio-based agro-waste soy stem fiber reinforced bio-epoxy composites for lightweight structural applications: Influence of surface modification techniques. **Construction and Building Materials**, v. 303, p.124509, 2021.

VINOD, A.; SANJAY, M.R.; SIENGCHIN, S. Recently explored natural cellulosic plant fibers 2018–2022: A potential raw material resource for lightweight composites. **Industrial Crops and Products**, v. 192, p. 116099, 2023.

WANG, B.; YAN, L.; KASAL, B. A review of coir fibre and coir fibre reinforced cement-based composite materials (2000–2021). **Journal of Cleaner Production**, v. 338, p. 130676, 2022.

WANG, W.; CHOUW, N. The behaviour of coconut fibre reinforced concrete (CFRC) under impact loading. **Construction and Building Materials**. v. 134, p. 452-461, 2017.

YAN, B. W. L.; KASAL, B. A review of coir fibre and coir fibre reinforced cement-based composite materials (2000–2021). **Journal of Cleaner Production**. v. 338, 130676, 2022.

YAN, L.; CHOUW, N. Natural FRP tube confined fibre reinforced concrete under pure axial compression: a comparison with glass/carbon FRP Thin-Walled. **Structure**, v. 82 (121) (2014).

YAN, L.; CHOUW, N.; HUANG, L.; KASAL, B. Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of coir fibres, coir fibre reinforced-polymer composites and reinforced-cementitious composites. **Construction and Building Materials**. v. 112, p. 168-182, 2016.

YANG, L.; XIE, H.; FANG, S.; HUANG, C.; YANG, A.; CHAO, Y. J. Experimental study on mechanical properties and damage mechanism of basalt fiber reinforced concrete under uniaxial compression. **Structures**. v. 31, p. 330-340, 2021.

ZHANG, X.; WANG, F.; KEER, L. M. Influence of Surface Modification on the Microstructure and Thermo-Mechanical Properties of Bamboo Fibers. **Materials**, v. 8, p. 6597–6608, 2015.

ZHAO, D.; KHOSHNAZAR, R. Microstructure of cement paste incorporating high volume of low-grade metakaolin. **Cement and Concrete Composites**, v. 106, 2020.

ZHOU, J.; ZHENG, K., LIU, Z.; HE, F. Chemical effect of nano-alumina on early-age hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**. v. 116, p. 159-167, 2019.

9. ANEXOS

This is an automated message.

Dear Jéssica,

The corresponding author Professor Jairo José de Oliveira Andrade has listed you as a contributing author of the following submission via Elsevier's online submission system for Construction and Building Materials.

Submission Title: PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURAL CHANGES IN MORTARS WITH COIR FIBERS CHEMICALLY TREATED

Elsevier asks all authors to verify their co-authorship by confirming agreement to publish this article if it is accepted for publication. As a verified co-author you can also register on the system in order to track the submission status directly.

Please read the following statement and confirm your agreement by clicking on this link: [Yes, I am affiliated.](#)

I irrevocably authorize and grant my full consent to the corresponding author of the manuscript to: (1) enter into an exclusive publishing agreement with Elsevier on my behalf, in the relevant form set out at www.elsevier.com/copyright; and (2) unless I am a US government employee, to transfer my copyright or grant an exclusive license of rights to Elsevier as part of that publishing agreement, effective on acceptance of the article for publication. If the article is a work made for hire, I am authorized to confirm this on behalf of my employer. I agree that the copyright status selected by the corresponding author for the article if it is accepted for publication shall apply and that this agreement is subject to the governing law of the country in which the journal owner is located.

If you did not co-author this submission, please contact the corresponding author directly at jairo.andrade@puccs.br; jairo.oliveira.andrade@gmail.com.

Thank you,

Construction and Building Materials

More information and support

FAQ: What is copyright co-author verification?

https://service.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/30181/supporthub/publishing/

You will find information relevant for you as an author on Elsevier's Author Hub: <https://www.elsevier.com/authors>

FAQ: How can I reset a forgotten password?

https://service.elsevier.com/app/answers/detail/a_id/28452/supporthub/publishing/

For further assistance, please visit our customer service site: <https://service.elsevier.com/app/home/supporthub/publishing/>

Here you can search for solutions on a range of topics, find answers to frequently asked questions, and learn more about Editorial Manager via interactive tutorials. You can also talk 24/7 to our customer support team by phone and 24/7 by live chat and email

#AU_CONBUILDMAT#

To ensure this email reaches the intended recipient, please do not delete the above code

Figura 9: Submissão do artigo referente ao estudo B

	Tempo (s)	Força (N)	Deslocamento (mm)
Natural	628.0	6.6	2.1
	628.4	6.6	20.9
	206.6	5.2	6.9
	644.4	5.9	21.5
	101.9	2.9	8.5
	95.7	8.4	8.0
	234.5	4.6	19.5
	389.3	11.7	32.4
	39.5	4.0	3.3
	120.6	5.3	10.1
HS1h	226.7	5.3	18.9
	105.8	3.2	8.8
	322.6	7.9	26.9
	316.3	5.2	26.4
	186.6	4.8	15.6
	169.7	6.8	14.1
	208.9	4.7	17.4
	122.2	4.4	10.2
	207.8	5.2	17.3
	236.8	5.9	19.7
HS2h	98.1	4.8	8.2
	66.6	3.1	5.6
	4.5	0.5	0.4
	164.2	11.1	13.7
	213.6	4.5	17.8
	169.5	3.5	14.1
	103.5	1.5	8.6
	260.2	8.0	21.7
	205.9	5.2	17.2
	178.0	4.9	14.8

Figura 10: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas com hidróxido de sódio

	Tempo (s)	Força (N)	Deslocamento (mm)
Natural	628.0	6.6	2.1
	628.4	6.6	20.9
	206.6	5.2	6.9
	644.4	5.9	21.5
	101.9	2.9	8.5
	95.7	8.4	8.0
	234.5	4.6	19.5
	389.3	11.7	32.4
	39.5	4.0	3.3
	120.6	5.3	10.1
BS120h	214.8	12.1	17.9
	248.2	2.3	20.7
	92.0	2.3	7.7
	231.4	17.6	19.3
	162.0	4.6	13.5
	227.8	12.5	19.0
	188.0	6.4	15.7
	148.4	5.3	12.4
	68.9	6.0	5.7
	168.9	10.2	14.1
BS168h	76.5	2.4	6.4
	183.8	3.3	15.3
	164.8	4.8	13.7
	142.1	3.5	11.8
	139.1	4.3	11.6
	233.7	1.8	19.5
	68.1	6.6	5.7
	71.2	2.1	5.9
	172.4	3.3	14.4
	193.0	1.2	16.1

Figura 11: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas bicarbonato de sódio

	Tempo (s)	Força (N)	Deslocamento (mm)
Natural	628.0	6.6	2.1
	628.4	6.6	20.9
	206.6	5.2	6.9
	644.4	5.9	21.5
	101.9	2.9	8.5
	95.7	8.4	8.0
	234.5	4.6	19.5
	389.3	11.7	32.4
	39.5	4.0	3.3
	120.6	5.3	10.1
AO1h	91.6	3.3	7.6
	141.8	6.3	11.8
	109.8	5.2	9.2
	311.1	7.4	25.9
	253.1	6.4	21.1
	240.5	4.8	20.0
	260.2	12.2	21.7
	135.3	2.8	11.3
	235.1	6.1	19.6
	190.4	6.7	15.9
AO2h	24.7	5.4	2.1
	70.1	2.3	5.8
	33.9	5.1	2.8
	109.3	5.2	9.1
	11.3	3.5	0.9
	23.6	7.7	2.0
	139.0	3.0	11.6
	45.3	2.2	3.8
	64.1	3.8	5.3
	13.0	0.5	1.1

Figura 12: Resultados do ensaio de resistência à tração das fibras tratadas bicarbonato de sódio

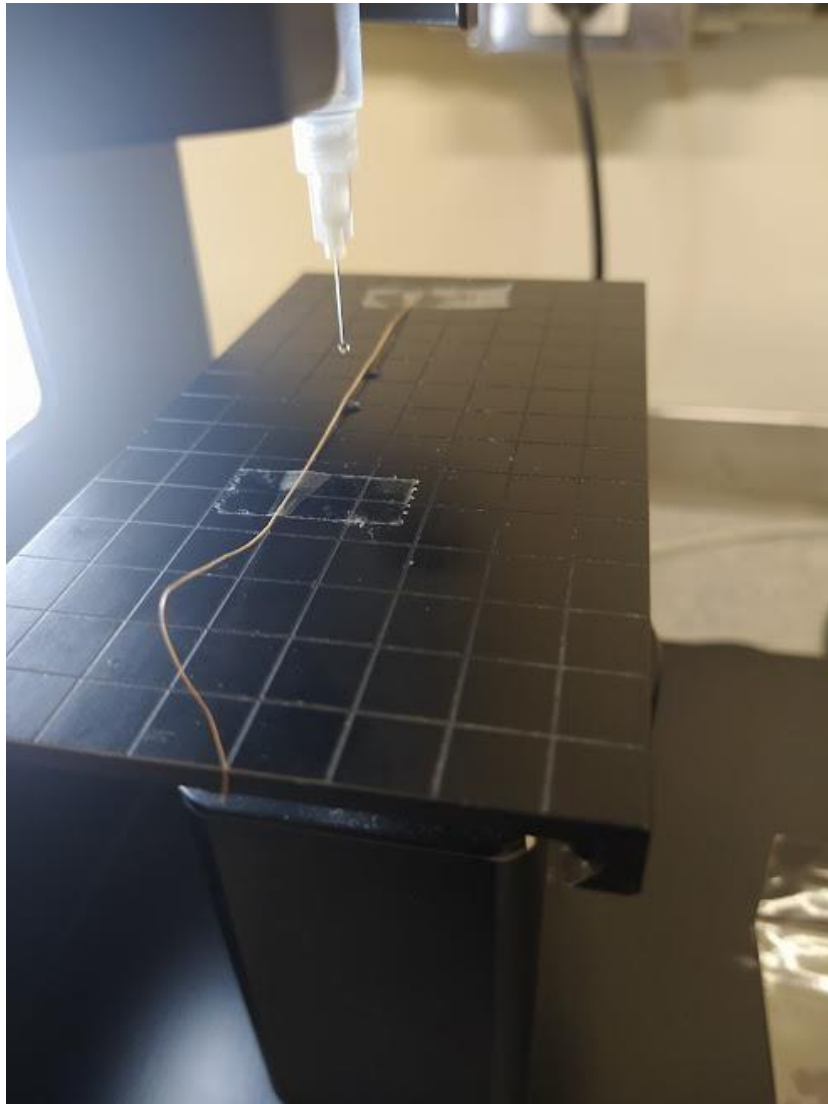


Figura 13: Ensaio de ângulo de contato por meio da gota séssil



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação
Av. Ipiranga, 6681 - Prédio 1 - Térreo
Porto Alegre - RS - Brasil
Fone: (51) 3320-3513
E-mail: propesq@pucrs.br
Site: www.pucrs.br