

Nanofibras de celulosa (NFC) como refuerzo para matrices cementicias: revisión sistemática de la literatura

J. H. A. Rocha^{1*} , L. do N. Farias¹ , T. P. L. Siqueira¹ 

*Autor de Contacto: joaquin.rocha@coc.ufrj.br

DOI: <https://doi.org/10.21041/ra.v12i3.594>

Recepción: 13/03/2022 | Aceptación: 08/07/2022 | Publicación: 01/09/2022

RESUMEN

El objetivo de este estudio es realizar una revisión sistemática de la literatura de los últimos cinco años sobre el uso de nanofibras de celulosa (NFC) en compuestos a base de cemento. Se presentan las principales formas de producción y dispersión, con énfasis en el efecto sobre el comportamiento de los materiales a base de cemento. El estudio consideró la influencia de las NFC en las propiedades en estado fresco y endurecido: reología, hidratación, resistencia a la compresión, resistencia a la flexión, energía de fractura, entre otras. Las NFC tienen efectos beneficiosos sobre las propiedades mecánicas; sin embargo, aún se necesita más investigación para optimizar la producción de NFC y los procesos de pretratamiento; establecer relaciones sobre la durabilidad de los compuestos con NFC, e identificar los posibles impactos ambientales de su uso.

Palabras clave: nanomateriales de celulosa; compuestos de cemento; estado fresco; estado endurecido; propiedades mecánicas.

Citar como: Rocha, J. H. A., Farias, L. do N., Siqueira, T. P. L. (2022), “*Nanofibras de celulosa (NFC) como refuerzo para matrices cementicias: revisión sistemática de la literatura*”, Revista ALCONPAT, 12 (3), pp. 311-327., DOI: <https://doi.org/10.21041/ra.v12i3.594>

¹ Programa de Engenharia Civil, PEC/COPPE/UFRJ, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

Contribución de cada autor

En este trabajo el autor J. H. A. Rocha contribuyó con la idea original en un 33%, recolección de datos en un 40%, elección y desarrollo de la metodología de trabajo en un 40%, redacción y discusión de los resultados en un 40%; la autora L. do N. Farias contribuyó con la idea original en un 33%, recolección de datos en un 30%, elección y desarrollo de la metodología de trabajo en un 30%, redacción y discusión de los resultados en un 30%, y la autora T. P. L. Siqueira contribuyó con la idea original en 34%, recolección de datos en 30%, elección y desarrollo de la metodología de trabajo en 30%, redacción y discusión de resultados en 30%.

Licencia Creative Commons

Los derechos de autor (2022) son propiedad de los autores. Este trabajo es un artículo de acceso abierto publicado bajo los términos y condiciones de una licencia internacional Creative Commons Attribution 4.0 International License ([CC BY 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)).

Discusiones y correcciones posteriores a la publicación

Cualquier discusión, incluyendo la réplica de los autores, se publicará en el tercer número del año 2023 siempre y cuando la información se reciba antes del cierre del segundo número del año 2023.

Cellulose nanofibers (CNF) as reinforcement for cementitious matrices: a systematic literature review

ABSTRACT

The aim of this study is to conduct a systematic literature review of the last five years on the use of cellulose nanofibers (CNF) in cementitious composites. The main production and dispersion methods are presented with emphasis on their effect on the behavior of cement-based materials. The study considered the influence of CNF on the fresh and hardened state properties: rheology, hydration, compressive strength, flexural strength, fracture energy, among others. CNF show positive effects on mechanical properties. However, further research is still necessary to optimize the production and pretreatment processes of CNF, establishing relationships regarding the durability of composites with CNF, and identifying possible environmental impacts of their use.

Keywords: cellulose nanomaterials; cementitious composites; fresh state; hardened state; mechanical properties.

Nanofibras de celulose (NFC) como reforço de matrizes cimentícias: revisão sistemática da literatura

RESUMO

O objetivo deste estudo é realizar uma revisão sistemática da literatura dos últimos cinco anos sobre o uso de nanofibras de celulose (NFC) em compósitos cimentícios. São apresentadas as principais formas de produção e dispersão, com destaque para o efeito sobre o comportamento dos materiais à base de cimento. O estudo considerou a influência das NFC nas propriedades no estado fresco e endurecido: reologia, hidratação, resistência à compressão, resistência à flexão, energia de fratura, entre outras. As NFC têm efeitos benéficos nas propriedades mecânicas; no entanto, maior pesquisa ainda é necessária para otimizar a produção e os processos de pré-tratamento das NFC; estabelecer relações sobre a durabilidade dos compósitos com NFC, e identificar possíveis impactos ambientais da sua utilização.

Palavras-chave: nanomateriais de celulose; compósitos cimentícios; estado fresco; estado endurecido; propriedades mecânicas.

Información Legal

Revista ALCONPAT es una publicación cuatrimestral de la Asociación Latinoamericana de Control de Calidad, Patología y Recuperación de la Construcción, Internacional, A. C., Km. 6, antigua carretera a Progreso, Mérida, Yucatán, C.P. 97310, Tel.5219997385893, alconpat.int@gmail.com, Página Web: www.alconpat.org

Reserva de derechos al uso exclusivo No.04-2013-011717330300-203, eISSN 2007-6835, ambos otorgados por el Instituto Nacional de Derecho de Autor. Editor responsable: Dr. Pedro Castro Borges. Responsable de la última actualización de este número, Unidad de Informática ALCONPAT, Ing. Elizabeth Sabido Maldonado.

Las opiniones expresadas por los autores no necesariamente reflejan la postura del editor.

La reproducción total o parcial de los contenidos e imágenes de la publicación se realiza en apego al código COPE y a la licencia CC BY 4.0 de la Revista ALCONPAT.

1. INTRODUCCIÓN

La búsqueda de materiales de construcción más sostenibles y con emisiones reducidas de CO₂ ha crecido significativamente en las últimas décadas, principalmente debido al calentamiento global y al hecho de que la industria de la construcción es considerada una de las más contaminantes del mundo (UN Environment *et al.*, 2018; CAO *et al.*, 2020). En esta búsqueda de materiales con menor impacto ambiental, se encuentra el uso de los denominados biomateriales, es decir, materiales que incorporan productos de origen vegetal en su formulación (Barnat-Hunek *et al.*, 2019; Nishimura *et al.*, 2019; Abdellaoui; Bouhfid, 2020; Barría *et al.*, 2021). Según Hoyos *et al.* (2019) la sostenibilidad de un material se define por su capacidad y tasa de regeneración y por la posibilidad de ser reasimilado al medio ambiente después de su uso.

Además, el uso de materiales a escala nanométrica, denominados nanomateriales, en los materiales de construcción también ha ido cobrando fuerza en los últimos años. A través de la nanomodificación es posible cambiar la nano y microestructura de las matrices de cemento para modificar varias propiedades del material (Santos *et al.*, 2021; Tang *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2021). Estas alteraciones afectan el macrocomportamiento de las matrices, pudiendo aumentar la resistencia, la deformabilidad y la conductividad térmica de los materiales. Por tanto, las nanofibras de celulosa (NFC) se presentan como un material prometedor para ser incorporado en los materiales de construcción (Hisseine *et al.*, 2019; Claramunt *et al.*, 2019).

Las NFC son una categoría de biopolímeros que pueden ser sintetizados por plantas, bacterias y algas (Hoyos *et al.*, 2019; Ogura *et al.*, 2020) y que tienen alta resistencia, rigidez y módulo de elasticidad, lo que puede mejorar varias características de las matrices cementicias tradicionales (Mejdoub *et al.*, 2016; Dongre; Suryawanshi, 2021). Además, las NFC presentan como una de las principales ventajas ambientales una alta biodegradabilidad, baja toxicidad y mínimos riesgos ambientales y para la salud (Hisseine *et al.*, 2019).

Los estudios demuestran que la incorporación de nanofibras de celulosa puede aumentar la viscosidad de las matrices, actuando de manera similar a un aditivo modificador de la viscosidad, y tener la capacidad de retener agua, lo que, en consecuencia, reduce la exudación de las mezclas (Hisseine *et al.*, 2018a; Bakkari *et al.*, 2019). Analizando el desempeño mecánico de las matrices con incorporación de NFC, se percibe una tendencia a una ganancia en la resistencia a la compresión y a la flexión de las matrices en comparación con las mezclas de referencia (Cengiz *et al.*, 2017; Kolour *et al.*, 2020). Sin embargo, cuando la adición se produce en niveles muy altos, los efectos pueden ser negativos debido al aumento de la porosidad de las mezclas (Sun *et al.*, 2016; Correia *et al.*, 2018; Alzoubi *et al.*, 2020).

Por lo tanto, el presente estudio tiene como objetivo realizar una revisión sistemática de la literatura (RSL) para recopilar datos existentes sobre el uso de nanofibras de celulosa (NFC) en matrices cementicias e identificar brechas de conocimiento aún no exploradas. Para ello se realizó tanto un relevamiento de los trabajos más recientes publicados sobre el tema como un análisis de los datos encontrados para que este trabajo sirva de base a futuros estudios.

2. METODOLOGIA

Para llevar a cabo este estudio se definieron algunas preguntas que sirvieron de base para la elección y análisis de los estudios encontrados. Las preguntas que se hicieron fueron:

- 1.- ¿Cuáles son las dimensiones de las fibras más utilizadas en la actualidad y el porcentaje de incorporación más utilizado en la literatura?
- 2.- ¿Cuáles son los métodos de tratamiento/dispersión más utilizados en NFC observadas en los estudios?
- 3.- ¿Cuáles son las propiedades más analizadas de los compuestos reforzados con NFC y, en

consecuencia, cuáles son los ensayos más realizados?

Además de estas preguntas, se realizó un mapeo de los estudios encontrados, analizando los países, instituciones y autores que más publicaron sobre el tema y las palabras clave más utilizadas.

Para responder a estas preguntas, se eligieron dos bases de datos para encuestar los artículos: *ScienceDirect* y *Google Scholar*. La primera base de datos incluye varias revistas indexadas en *Scopus* y *Web of Science*. Además, a través del método conocido como *snowball*, se agregaron artículos relevantes con alto índice de citación presentes en *Google Scholar* que no estaban presentes en la primera base de datos y que fueron publicados en revistas con factor de impacto (*Scopus* y *Web of Science*).

Este estudio analizó todos los artículos de investigación relacionados con el tema publicados entre los años 2016 y 2021 y escritos en inglés. La cadena de búsqueda utilizada para realizar el levantamiento de los estudios fue: "*CELLULOSE NANOFIBERS*" AND ("*CEMENT MATRICES*" OR "*MORTAR*" OR "*CONCRETE*"), resultando un total de 163 artículos para análisis.

Después de excluir capítulos de libros y artículos de revisión de literatura y agregar artículos relevantes utilizando el método de bola de nieve, se analizaron los títulos y resúmenes de los artículos. Se excluyeron aquellos que no respondieron a las preguntas propuestas o que no incorporaron las fibras a las matrices cementicias. Finalmente, se analizaron 29 artículos considerados relevantes en su totalidad.

Se utilizó el programa *VOSViewer* (versión 1.6.17) para un análisis bibliométrico complementario de los artículos seleccionados.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Mapeo de los estudios

El mapa de la Figura 1 muestra que los países que más publicaron sobre el tema fueron: Estados Unidos con 10 artículos publicados, Canadá con 7 artículos, China con 4 artículos y España y Brasil con 3 artículos cada uno. Todos los demás países que están representados en un tono más claro de verde contribuyeron con una publicación cada uno. Con estos resultados, se puede observar un predominio de los países del hemisferio norte en la publicación sobre el tema, estando presente en el 43% de las publicaciones. A pesar de esto, se puede apreciar que este es un tema que se está estudiando en todo el mundo, con la participación de 16 países diferentes en los artículos encontrados.

Los autores que más publicaron sobre el tema se muestran en la Figura 2, donde los colores claros (amarillo) indican mayor número de trabajos publicados, diferenciados por grupos de autores. Se observó que algunos autores participaron en más de una publicación sobre el tema. Mientras que, el 70% de los estudios presentaron autores diferentes. Este análisis muestra que existe un alto interés en la incorporación de NFC en matrices de cemento ya que varias instituciones y varios autores están involucrados en estas investigaciones.

La Figura 3 presenta las palabras más utilizadas en los títulos y palabras clave de los artículos estudiados. De acuerdo con los datos recabados, se percibe un predominio de las palabras "*cellulose nanofibers*", además de la presencia de propiedades que los artículos analizaron, entre ellas, "*mechanical properties*" y "*compressive strength*", es claro que existe una gran variedad de enfoques que se están utilizando en la actualidad con respecto al uso de NFC, lo que indica el rango de ventajas que este material puede presentar cuando se incorpora a diferentes tipos de matrices.

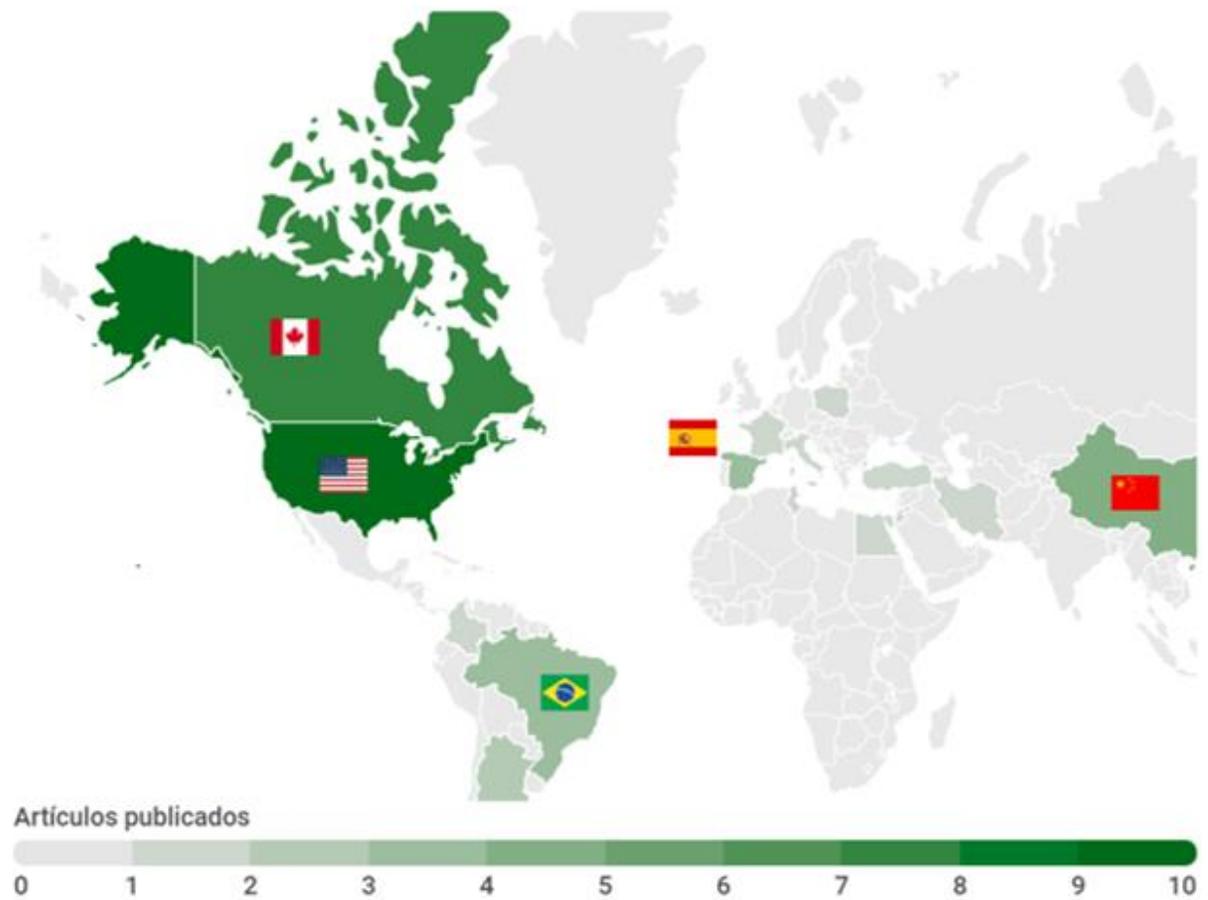


Figura 1. Países que más publicaron sobre el tema.

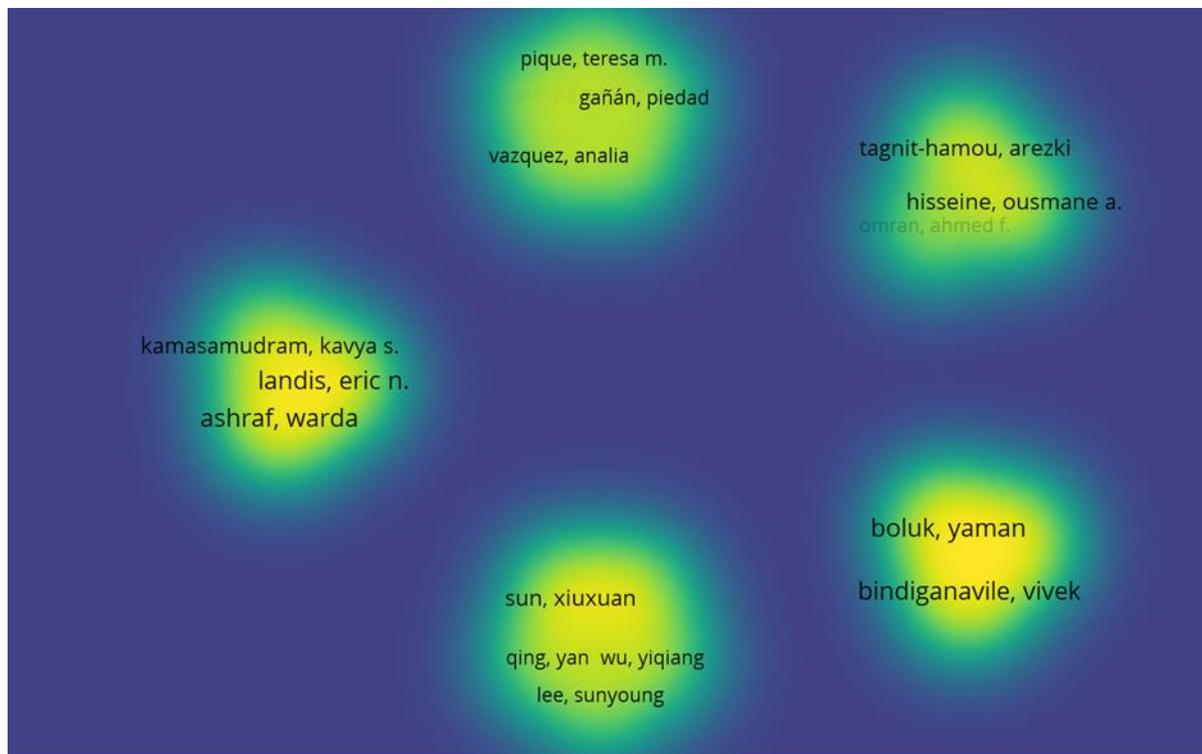


Figura 2. Mapa de densidad de los autores que más publicaron sobre el tema.

la dimensión transversal del NFC se denomina tanto diámetro como ancho. En cuanto al porcentaje de NFC utilizada para reforzar la matriz de cemento, esta varió entre 0,02% y 3%. Además de las denominadas NFC, los estudios han designado otros nombres/tipos de nanofibras celulósicas, como nanofibrillas de celulosa hidrófila (Zhang; Scherer, 2020), celulosa nanofibrilada (Correia *et al.*, 2018) y NFC bacterianas (Akhlaghi *et al.*, 2020; Barría *et al.*, 2021). Estudios como el de Cengiz *et al.* (2017) realizaron comparaciones entre nanofibras naturales y comerciales. Las nanofibras naturales se derivaron de *Cladophora sp* (alga) que tiene una forma residual en un río. En general, las NFC estudiadas por los autores fueron utilizadas en matrices de pasta cementicia (62%); pastas y concretos (17%); pastas y morteros (13,7%) – algunos estudios relacionan dos tipos de matrices simultáneamente. Una excepción al trabajo de Panesar *et al.* (2017) quienes solo realizaron un estudio de tratamiento alcalino en NFC.

Uno de los grandes retos para el uso de NFC en matrices cementicias es la dispersión, por lo que los pretratamientos en nanofibras son de gran importancia. La cristalinidad de las nanofibrillas se reduce debido a la característica amorfa de la lignina y la hemicelulosa presentes en la celulosa, lo que también afecta las propiedades mecánicas conferidas a los compuestos a base de cemento. De esta forma, también se realizan métodos de tratamiento químico o enzimático (Dhali *et al.*, 2021). Pretratamiento alcalino, también conocido como mercerización, realizado por los autores Panesar *et al.* (2017) y Fonseca *et al.* (2019), consiste en exponer las nanofibras a una solución como el hidróxido de sodio. Fonseca *et al.* (2019) explican que el tratamiento alcalino se realizó para mejorar la desfibrilación de fibras de yute en nanofibrillas. Según Abdul Khalil *et al.* (2012), el pretratamiento alcalino también tiene la función de remover completamente la lignina y la hemicelulosa de las NFC, pero el tratamiento alcalino no es suficiente para remover los constituyentes celulósicos, en este caso, la remoción posterior de la lignina residual se puede hacer por medio del método de blanqueo.

El método de homogeneización fue realizado por autores como Hoyos *et al.* (2019), Tang *et al.* (2019), Sun *et al.* (2017), Mejdoub *et al.* (2016) y Jiao *et al.* (2016), y es un tipo de tratamiento mecánico para las fibras de celulosa que consiste en procesos de refinado y homogeneización a alta presión. Las fibras generalmente están sujetas a esfuerzos cíclicos repetidos. Según Abdul Khalil *et al.* (2012), este tratamiento aumenta el potencial de aprovechamiento de las fibras debido a que modifica parte de su morfología.

El sistema de oxidación mediado por TEMPO también fue mencionado y utilizado por Jiao *et al.* (2016). La oxidación realizada en presencia de TEMPO es un método utilizado para modificar la característica hidrofílica de la superficie de la nanocelulosa. Sin embargo, la eficiencia de este tipo de métodos ha sido probada en NCC, ya que demuestran una mejor dispersabilidad debido a la introducción de grupos carboxilato densos en sus superficies (Hassan *et al.*, 2021).

La sonicación se considera uno de los métodos más utilizados para la dispersión de NFC y se encontró con incidencias en la presente revisión, en los estudios de Sun *et al.* (2017), Claramunt *et al.* (2019), Barnat-Hunek *et al.* (2019), Nassiri *et al.* (2021) y Ez-zaki *et al.* (2021) se presentó este tipo de tratamiento. Sin embargo, aunque la sonicación puede ser eficaz para dispersar la nanocelulosa, Guo *et al.* (2020) informaron desafíos para este tratamiento, como la dificultad de convertir la nanocelulosa adsorbida en las partículas de cemento en nanocelulosa libre, lo que permite la aparición de aglomerados de fibra en las matrices de cemento.

3.3 NFC en compuestos de cemento

El Apéndice 2 presenta el detalle de las propiedades evaluadas en la literatura de pastas, morteros y concretos con NFC. Esta sección presenta un breve resumen de la influencia de la adición de NFC en la hidratación, reología, retracción, propiedades mecánicas (resistencia a la compresión y a la flexión), entre otras.

3.3.1 Hidratación

Varios estudios indican que el grado de hidratación del cemento aumenta con la presencia de NFC, ya que promueve la hidratación para producir silicato de calcio hidratado (C-S-H) e hidróxido de calcio (CH); por tanto, una mejora en las propiedades mecánicas (Mejdoub *et al.*, 2016; Sun *et al.*, 2017; Hoyos *et al.*, 2019; Hisseine *et al.*, 2019). Si bien no se reportan efectos adversos sobre el grado de hidratación, sí hay influencia sobre su cinética (Hisseine *et al.*, 2018a).

Jiao *et al.* (2016) indican que las muestras de pasta de cemento con y sin NFC no muestran diferencias en la hidratación en las primeras edades (10 horas), ya que la superficie expuesta de las partículas de cemento domina la liberación de calor y hay suficiente agua alrededor de las partículas de cemento para la hidratación (Lootens; Bentz, 2016). La adición de NFC prolonga los períodos de inducción y retrasa los flujos de calor máximos. Los grupos hidroxilo y carboxilo de las moléculas de celulosa son hidrofílicos (Klemm *et al.*, 2011), el átomo de oxígeno presente en estos grupos tiene electrones desapareados que pueden reaccionar con el ion calcio (Ca^{2+}) y formar un complejo hidrofílico que retrasa el período de inducción de hidratación y endurecimiento. Por lo tanto, se generan menos sitios de contacto entre las partículas de cemento y el agua, disminuyendo las tasas de formación de C-S-H y CH (Sedan *et al.*, 2008).

Debido a este mismo fenómeno, Goncalves *et al.* (2019) y Kamasamudram *et al.* (2020) también informaron una reducción en la formación de etringita. Kamasamudram *et al.* (2021a) encontraron que las nanofibras de lignocelulosa (LCNF) y las nanofibras de celulosa delignificadas (DCNF) reducen las cantidades de etringita y CH en la pasta de cemento hidratada. Sin embargo, se demostró que las NFC con nanopartículas de sílice aumentan la cantidad de CH, alrededor del 4%, debido al aumento en la velocidad de reacción del cemento (efecto de relleno); mientras que, para las muestras con solo NFC se observó una reducción de CH (Kamasamudram *et al.*, 2020).

Durante largos períodos de tiempo, las NFC liberan agua en las regiones cercanas y contribuyen a la hidratación de las partículas de cemento no hidratadas, lo que mejora la microestructura y las propiedades mecánicas de las pastas de cemento (Jiao *et al.*, 2016). En este sentido, Ez-zaki *et al.* (2021) indican la misma tendencia cuando se utiliza escoria de alto horno granulada molida activada por álcali con NFC. Kolour *et al.* (2020) indican que el grado de hidratación aumenta con la presencia de NFC a los 3 días. Zhang y Scherer (2020) también mencionan que las NFC mejoran la hidratación del cemento a largo plazo; sin embargo, esto puede variar según la fuente de las NFC.

Por otro lado, Mejdoub *et al.* (2016), Kamasamudram *et al.* (2020) y Kamasamudram *et al.* (2021b) indican que las NFC aceleran la hidratación del cemento en etapas tempranas como resultado del efecto de nucleación y que este efecto es mayor para NFC con nanopartículas de sílice. Después de 80 h de hidratación, las adiciones de NFC no mostraron efectos significativos en el grado de hidratación (Kamasamudram *et al.*, 2021a). Kamasamudram *et al.* (2021b) concluyen que la influencia de NFC en la hidratación depende de la relación a/c (la concentración de iones alcalinos en los poros depende de la relación a/c), donde para una relación a/c de 0,35 hay una hidratación acelerada en las primeras edades; mientras que, para una relación a/c de 0,45, la hidratación no fue tan prominente.

Aunque no se reportan efectos adversos sobre la hidratación, se necesitan más estudios de cinética de hidratación en las primeras horas para definir posibles aplicaciones en la construcción, además del análisis de otras variables como el tipo de cemento, diferentes relaciones a/c, etc.

3.3.2 Reología

Todos los estudios que analizaron la reología de la pasta de cemento y el concreto con NFC informaron mejoras como el límite elástico y la viscosidad (Hisseine *et al.*, 2018a; Bakkari *et al.*, 2019; Ez-zaki *et al.*, 2021). En general, las NFC actúan como un agente modificador de la viscosidad de las pastas de cemento, aumentando su límite elástico con pequeñas adiciones de NFC,

esto se atribuye a dos razones: a) la capacidad de retención de agua, ya que la hidrofilia es una característica intrínseca de las NFC (Hisseine *et al.*, 2018a; Hisseine *et al.*, 2018b; Ez-zaki *et al.*, 2021), y b) la formación de redes de NFC, destacadas en NFC de longitudes más largas y flexibles (Hoyos *et al.*, 2019; Nassiri *et al.*, 2021).

Hisseine *et al.* (2018a) y Hisseine *et al.* (2019) indican que la incorporación de NFC requiere el uso de aditivos reductores de agua de alto rango (HRWRA), debido a la modificación de la viscosidad que producen las NFC. Esto está asociado con la hidrofiliencia de las NFC, lo que aumenta la retención de agua y un área de superficie alta y una relación de aspecto alta de las NFC, lo que aumenta la formación de redes de NFC. Sobre este último punto, Hisseine *et al.* (2018a) encontraron que las redes de NFC aumentan la viscosidad de la mezcla a bajas tasas de cizallamiento; sin embargo, para altas tasas de cizallamiento, las redes de NFC llevaron a una menor viscosidad, debido a la racionalización de las NFC en la dirección del flujo, presentando un comportamiento de adelgazamiento por cizallamiento.

La adición de NFC aumentó el límite elástico de la suspensión de cemento de pozos petroleros (CPP), mejorando las propiedades reológicas (Sun *et al.*, 2016). Tang *et al.* (2019) encontraron que la fuerza del gel, el límite elástico y la viscosidad de las suspensiones de NFC y CPP eran más altos en comparación con las suspensiones de nanocristales de celulosa (NCC), esto se debe a que es más probable que las NFC formen la red entrelazada. En otro estudio de NFC con CPP, se descubrió que la adición de nanoplacas de grafeno (NPG) conduce a mayores tensiones de flujo en estado fresco (Sun *et al.*, 2019). Se observa que las NFC tienen una influencia importante en el comportamiento reológico de los materiales a base de cemento; sin embargo, pocos autores han considerado este aspecto, lo cual es un punto importante para futuras investigaciones.

3.3.3 Retracción

Zhang y Scherer (2020) demostraron el uso de NFC para estudiar la contracción química de pastas de cemento de alta *a/c* a edades tempranas (3 días), ya que no existe un efecto químico sobre la hidratación a corto plazo. Las NFC crearon una estructura estable para soportar las partículas de cemento y permitirles hidratarse sin sedimentarse.

Kolour *et al.* (2020) encontraron que agregar una cantidad de 0,06% de NFC (en peso de cemento) conduce a una reducción de la retracción autógena de hasta un 49% en pastas de cemento con una relación *a/c* de 0,30. Para concretos autocompactantes, Hisseine *et al.* (2018b) informaron que el uso de NFC redujo las deformaciones por retracción autógena hasta en un 31% en 7 días.

El uso de NFC con un mayor nivel de grupos carboxilo en los sistemas de cemento Portland mitiga los cambios dimensionales y las grietas asociadas con la retracción de las pastas de cemento (Bakkari *et al.*, 2019).

Los estudios muestran que las NFC reducen principalmente la retracción química y autógena. Sin embargo, no existen estudios a largo plazo, como retracción por secado y fluencia, además de relacionar estas propiedades con materiales, dosificación, humedad, temperatura, curado, entre otros.

3.3.4 Propiedades mecánicas

Como se mencionó anteriormente, las propiedades mecánicas de las pastas de cemento mejoran con la adición de NFC, debido a la retención de agua de las NFC y al aumento del grado de hidratación (curado interno), así como a la mayor adherencia de las NFC y la matriz de cemento. Sin embargo, altos niveles de NFC son perjudiciales porque aumentan la porosidad y se deben tener en cuenta otros factores para el desarrollo de las propiedades mecánicas (Sun *et al.*, 2016; Correia *et al.*, 2018; Hisseine *et al.*, 2018a; Hisseine *et al.*, 2019; Kolour *et al.*, 2020; Alzoubi *et al.*, 2020).

a) Resistencia a la compresión: La mayoría de los estudios informan un aumento en la resistencia

a la compresión con la adición de NFC (Hisseine *et al.*, 2019; Sun *et al.*, 2017). Mejdoub *et al.* (2016) encontraron un aumento en la resistencia a la compresión de más del 50% con 0,3% de NFC. En los resultados de Kolour *et al.* (2020) para una mezcla con 0,15% de NFC hubo un aumento de hasta un 31% a los 7 días y, para una mezcla con 0,09% de NFC, hubo un aumento de hasta un 16% a los 28 días. En concreto autocompactante, Hisseine *et al.* (2018b) indican una tendencia positiva en la adición de NFC, la resistencia a la compresión aumenta hasta en un 16%. Kamasamudram *et al.* (2020) demostraron que la adición de 0,1% de NFC con nanopartículas de sílice aumenta la resistencia a la compresión en un 13% (a los 90 días) en comparación con el lote de control y en un 10% en comparación con el lote sin nanopartículas de sílice.

La adición de DCNF mostró un aumento máximo del 15% en la resistencia a la compresión al 0,05% y al 0,1% de DCNF después de 90 días de curado. El aumento máximo de la resistencia a la compresión de la pasta de cemento curada durante 90 días con la adición de 0,1% de LCNF fue de alrededor del 16% (Kamasamudram *et al.*, 2021a).

La adición de NFC y material de cambio de fase propició un aumento de la resistencia a la compresión del mortero de cemento, donde el mejor resultado se obtiene con la adición de 0,5% de NFC, debido a la reducción de la porosidad del mortero (Alzoubi *et al.*, 2020).

Por otro lado, algunos estudios reportan que la adición de NFC no tiene un efecto considerable en la resistencia a la compresión de las pastas de cemento (Kamasamudram *et al.*, 2021b), incluso ser afectada negativamente por la entrada de aire y la aglomeración de las NFC (Hisseine *et al.*, 2018b). Aunque Nasiri *et al.* (2019) informan un aumento en la resistencia a la compresión (17-18%) con la adición de NFC, las concentraciones superiores al 0,065% dieron como resultado pequeñas mejoras en la resistencia a los 7 días y una disminución a los 28 días en comparación con el control. La Figura 4a resume el cambio porcentual en la resistencia a la compresión a los 28 días en función del porcentaje de adición de NFC. Es importante señalar que solo se consideraron los estudios que proporcionaron datos. Cuando se clasifican los resultados de variación por la relación a/c (Figura 4b), se observa que a menor relación a/c, mayor porcentaje de variación positiva, 9,80% para una relación a/c de 0,26 a 0,30, presentando un solo dato atípico. Adicionalmente, se observa que, para esta relación a/c, solo existen porcentajes positivos y una menor dispersión de los datos (3-43%). Para las demás relaciones a/c, la dispersión de los datos es mayor y se presentan valores de reducción de la resistencia a la compresión.

b) Resistencia a la flexión: Para la resistencia a la flexión, se reporta un efecto generalmente positivo (Hisseine *et al.*, 2018a; Hisseine *et al.*, 2018b; Hisseine *et al.*, 2019). Hisseine *et al.* (2019) describe un incremento de hasta un 25%. Kamasamudram *et al.* (2020) encontraron que, con la adición de 0,1% de NFC, la resistencia a la flexión aumentó en un 70%, valor cercano al reportado por Kamasamudram *et al.* (2021b), 75%. Kolour *et al.* (2020) informaron porcentajes aún más altos. (2020), 116% y Cengiz *et al.* (2017), 169,7%.

Sun *et al.* (2016) encontraron que la flexión aumentó un 20,7% para una relación NFC/PPP de 0,04, lo que se atribuye a una mayor hidratación y al efecto de unión de las NFC, pero también señalan que la adición excesiva de NFC es perjudicial debido a la aglomeración de las nanopartículas. En un trabajo más reciente de los mismos autores, se indicó que tanto la resistencia a la compresión como a la flexión aumentaron con la adición de GNP (2017).

En el estudio de Cengiz *et al.* (2017) se reportó que la resistencia a la flexión en los morteros aumentó 2,7 veces con la adición de NFC de algas, debido a la alta relación de aspecto de NFC, que mejora la interfaz de unión entre NFC y la pasta de cemento. Sin embargo, el uso de NFC comercial tiene un efecto negativo en la tensión de flexión, debido a su baja relación de aspecto e insolubilidad.

Hisseine *et al.* (2018a) indicaron efectos positivos de NFC en el desempeño mecánico de las pastas de cemento, debido a una mayor homogeneidad y estabilidad. En concreto autocompactante, los autores demostraron que la capacidad de flexión y la resistencia a la tracción a la rotura aumentan

hasta en un 21 y 26%, respectivamente. Hisseine *et al.* (2018b) también reportan la misma tendencia en concreto autocompactante, donde todas las propiedades mecánicas medidas mejoraron, solo al 22% de flexión, debido al nano-refuerzo y curado interno.

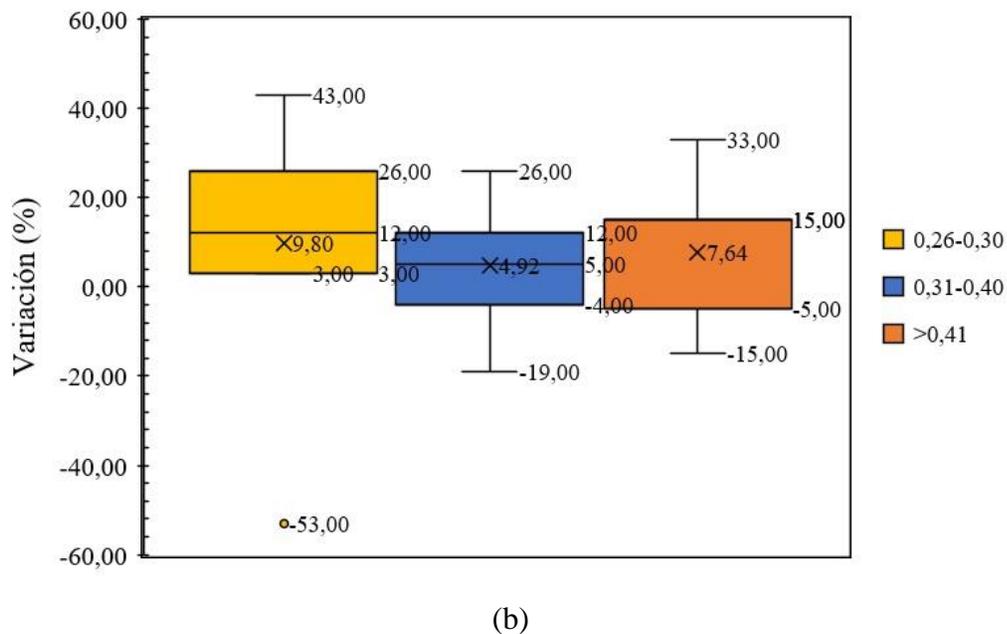
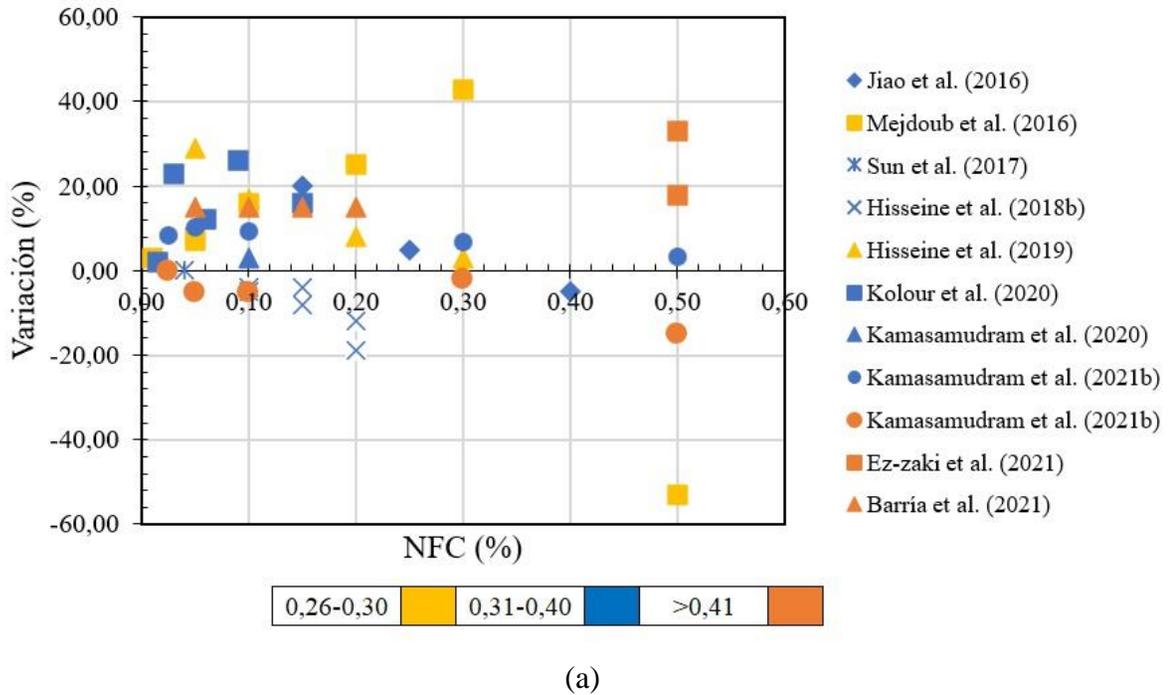
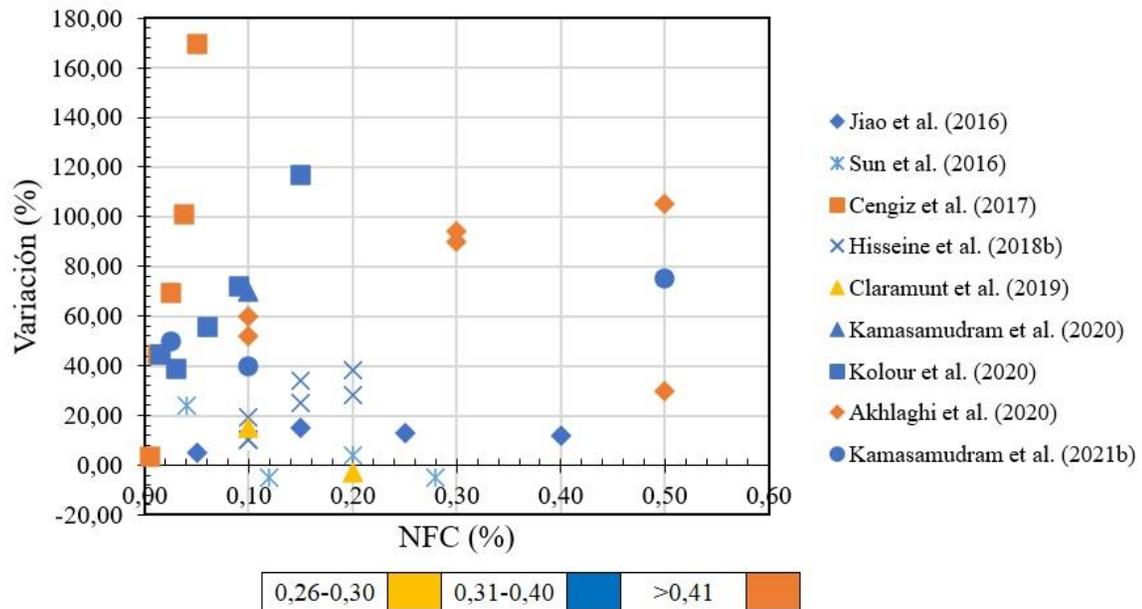


Figura 4. a) Variación da resistencia a la compresión a los 28 días, e b) dispersión de datos considerando a relación a/c.

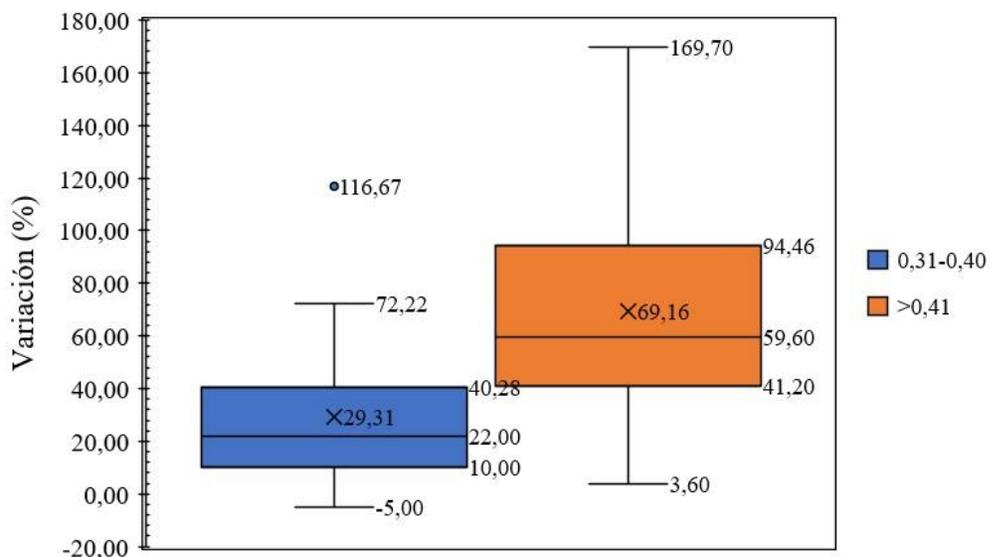
La resistencia a la flexión de las pastas de cemento puede aumentar del 20% al 111% con la adición de NFC, este último valor al 0,1% de NFC, tanto para DCNF como para LCNF (Kamasamudram *et al.*, 2021a).

La Figura 5a presenta un desglose de los resultados reportados en la literatura en cuanto a la resistencia a la flexión a los 28 días, observando que la mayoría son positivos y con porcentajes

más altos en relación con la resistencia a la compresión. La Figura 5b muestra que los resultados informados para una relación a/c de 0,31 a 0,40 están menos dispersos, con un promedio de 29,3 % y un solo valor atípico (116,67 %). Para una a/c mayor a 0.41 hay un promedio de 69,16%, pero mayor dispersión de los datos. No se muestra la dispersión para una relación a/c de 0,26 a 0,30, ya que solo existe un estudio dentro de este rango (Claramunt *et al.*, 2019).



(a)



(b)

Figura 5. a) Variação da resistência à flexão aos 28 dias, e b) dispersão de dados considerando a relação a/c.

Finalmente, la Figura 6 resume todos los resultados reportados en la literatura tanto para la resistencia a la compresión (verde) como a la flexión (rojo) de concretos y morteros, mostrando efectos positivos de la adición de NFC, principalmente para la resistencia a la flexión.

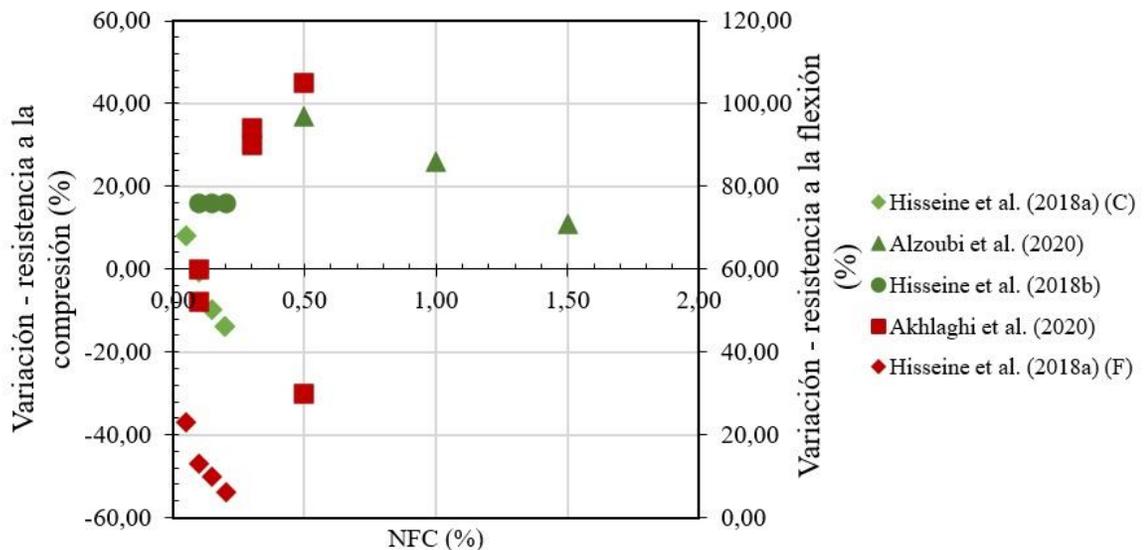


Figura 6. Resistencia a compresión y flexión del concreto y mortero.

c) Mecánica de fractura: Hisseine *et al.* (2019) indican que la máxima capacidad de flexión se produce con un bajo contenido de NFC (0,05-0,10%), pero la capacidad de absorción de energía aumenta con un mayor contenido de NFC, hasta un 74%. En este sentido, Hisseine *et al.* (2018b) señalan que las NFC mejoran la absorción de energía (96%), lo que se refleja en el aumento del desplazamiento máximo, hasta en un 43%, comportamiento necesario para estructuras resistentes a impactos y explosiones. Incrementos significativos en la energía de fractura, 60% en el estudio de Kolour *et al.* (2020) sugieren que las NFC son un mecanismo de endurecimiento efectivo, que actúan como puentes que aumentan la energía requerida para la propagación de grietas.

Hisseine *et al.* (2018b) también informan la misma tendencia en el concreto autocompactante, donde se mejoraron todas las propiedades mecánicas medidas. Se lograron mejoras de hasta un 16% en compresión, 34% en tensión dividida, 22% en flexión y 96% en absorción de energía. Estas mejoras se atribuyeron a dos efectos impartidos por las NFC: nano fuerza y curación interna.

El contenido de 1% NFC con 8% de pulpa celulósica contribuye a la formación de puentes de transferencia de tensiones en nano y microgrietas, mejorando el comportamiento mecánico de los composites antes y después de los ensayos de envejecimiento acelerado: módulo de ruptura (MOR), tenacidad a la fractura (KIC) y energía de fractura (FE), resultados atribuidos a la adhesión entre el NFC y la matriz de cemento (Correia *et al.*, 2018).

Los compuestos reforzados con un 2% de micro/nanofibras de celulosa mostraron un límite de proporcionalidad (LOP), MOR y tenacidad más altos que los compuestos de control después de 28 días de curado (Fonseca *et al.*, 2019). Ez-zaki *et al.* (2021) indican que las NFC tienen la capacidad de hincharse, creando depósitos internos de agua y pueden comportarse como concentradores de tensión, provocando el inicio de microfisuras.

La adición de niveles bajos de NFC y NCC (entre 0,1 y 0,2 % en peso) en los sistemas de cemento de aluminato de calcio (CAC) condujo a un aumento general de los valores de MOR en las muestras sin envejecer, a diferencia de los sistemas de cemento Portland (Claramunt *et al.*, 2019).

En la literatura se observa que las propiedades mecánicas han sido ampliamente investigadas, lo que permite identificar tendencias y comprender mejor el efecto de las NFC en el comportamiento mecánico de los materiales a base de cemento. Sin embargo, la mayoría de los estudios solo informaron resultados de resistencia a la compresión y a la flexión para las pastas. Queda por explorar el comportamiento mecánico en otras aplicaciones específicas y a largo plazo.

3.3.5 Otras propiedades

Este subtítulo presenta otras propiedades que han sido investigadas en algunos trabajos publicados, destacando que la durabilidad de los materiales a base de cemento con NFC es el aspecto menos investigado, pero con creciente interés en los últimos años.

a) Penetración de iones de sulfato: Las NFC reducen la penetración de iones de sulfato en un sistema cementicio. Se observó que la adición de NFC (0,3–0,4 %) al cemento Portland Tipo GU proporciona la misma o mayor resistencia al ataque de los sulfatos que un cemento Portland Tipo HS especialmente formulado (Goncalves *et al.*, 2019).

b) Entrada de iones de cloruro: El uso de NFC evita la penetración de iones de cloruro. Se atribuye a la cantidad de grupos carboxilo, que conducen a la restricción del aporte de cloruro, además de mejorar la trabajabilidad (Goncalves *et al.*, 2020).

c) Módulo elástico: Kamasamudram *et al.* (2021b) observaron que 0,025% y 0,5% de NFC aumentaban el módulo de elasticidad de la pasta de cemento entre un 200% y un 250% aproximadamente. Hisseine *et al.* (2019) reportaron un incremento del 18% y Fonseca *et al.* (2019) indican que, en general, los compuestos con NFC presentan un mejor comportamiento mecánico y que el módulo dinámico de elasticidad aumenta con el tiempo incluso cuando se exponen a la intemperie. Las NFC con cemento de aluminato de calcio (CAC) muestran un aumento del módulo de elasticidad en comparación con las mezclas con cemento Portland (Claramunt *et al.*, 2019).

d) Porosidad: Mejdoub *et al.* (2016) indicaron que la porosidad en las pastas de cemento se redujo con la adición de NFC, siendo el mejor resultado 0,3% NFC. Por otro lado, Gonçalves *et al.* (2019) señalan que las NFC refinan el tamaño de los poros, registrando un aumento en el volumen total de micro y nanoporos; sin embargo, hubo una reducción en la porosidad para tamaños mayores a 10 nm.

e) Coeficiente de expansión y conductividad térmicas: El uso de NFC aumentó tanto el coeficiente de expansión térmica como la conductividad térmica de las pastas de cemento, principalmente debido al potencial de las NFC para reducir la porosidad y mejorar la microestructura de la matriz cementicia (Mejdoub *et al.*, 2016). Alzoubi *et al.* (2020) también informaron un aumento en la conductividad térmica de los compuestos PCM/NFC.

f) Exudación: Las NFC actúan como un agente de retención de agua y reservorios de agua para evitar la segregación y la exudación (Ez-zaki *et al.*, 2021). Gonçalves *et al.* (2021) demostraron que la adición de NFC reduce significativamente el volumen de agua de filtración. Las NFC dificultan que los granos de cemento se asienten y obstruyen la migración ascendente del agua libre. Sin embargo, en presencia de superplastificantes, las NFC son menos efectivos para reducir la exudación. Los autores consideran que el efecto de las NFC sobre la exudación atenúa la retracción plástica, así como la retracción autógena durante las primeras etapas de hidratación.

Finalmente, se señaló la falta de estudios para evaluar los impactos ambientales de los compuestos a base de cemento con NFC; y, en este sentido, se podrían realizar estudios de Análisis de Ciclo de Vida (ACV) de forma complementaria.

4. CONCLUSIONES

Aunque el uso de nanofibras de celulosa (NFC) en la construcción civil es un campo reciente, aún poco explorado, los estudios de NFC como refuerzo en matrices cementicias muestran que su uso puede mejorar el desempeño de las propiedades.

Estudios recientes de la aplicación de NFC en matrices cementicias se han centrado en las pastas de cemento, con un 62% de las investigaciones analizadas (solo para pastas).

Se añaden pequeños porcentajes de NFC a los compuestos a base de cemento, niveles de refuerzo que generalmente oscilan entre 0,02% y 3%. Sin embargo, existen desafíos en el uso de estos materiales en cuanto a su dispersión en la matriz de cemento, por lo que los pretratamientos en

nanofibras son de gran importancia porque aumentan su potencial de uso. Los tratamientos/dispersión más utilizados son la sonicación, la homogeneización, la oxidación mediada por TEMPO y el pretratamiento alcalino de las fibras.

En cuanto a las dimensiones de las NFC más utilizadas en investigación, se reportaron bandas de 10-500 nm y 2-20 nm como diámetro y ancho, respectivamente.

La adición de NFC permite, en general, un aumento del grado de hidratación del cemento, mejora de las propiedades reológicas, como viscosidad y límite elástico, favorece la retención de agua en la mezcla con signos de reducción de segregación y exudación, en además de mejorar el comportamiento en la retracción de los compuestos a base de cemento.

La mayoría de los estudios indican una tendencia creciente en las propiedades mecánicas, como la resistencia a la compresión, la resistencia a la flexión, la mecánica de fractura y el módulo de elasticidad. Con énfasis en la propiedad de resistencia a la flexión, con avances en resultados aún más positivos en comparación con la resistencia a la compresión.

Es importante destacar que la buena dispersión de fibras, la homogeneidad de la matriz y el contenido de NFC utilizados tienen gran influencia en estas evaluaciones; sin embargo, una mayor incorporación tiende a formar aglomerados de fibras provocando disminuciones o siendo perjudiciales para los resultados.

5. REFERENCIAS

- Abdellaoui, H., Bouhfid, R. (2020), *Review of nanocellulose and nanohydrogel matrices for the development of sustainable future materials*. In Sustainable Nanocellulose and Nanohydrogels from Natural Sources, 155-176. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816789-2.00007-9>
- Abdul Khalil, H. P. S., et al. (2012), *Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review*. Carbohydrate Polymers. 87(2):963–979. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.08.078>
- Akhlaghi, M. A., et al. (2020), *Application of bacterial nanocellulose fibers as reinforcement in cement composites*. Construction and Building Materials. 241:118061. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118061>
- Alzoubi, H. H., et al. (2020), *Performance of cementitious composites with nano PCMs and cellulose nanofibers*. Construction and Building Materials. 236:117483. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117483>
- Bakkari, M., et al. (2019), *Preparation of cellulose nanofibers by TEMPO-oxidation of bleached chemi-thermomechanical pulp for cement applications*. Carbohydrate Polymers. 203:238–245. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.09.036>
- Barnat-Hunek, D., et al. (2019), *Effect of cellulose nanofibrils and nanocrystals on physical properties of concrete*. Construction and Building Materials. 223:1–11. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.145>
- Barría, J. C., et al. (2021), *Effect of bacterial nanocellulose on the fresh and hardened states of oil well cement*. Journal of Petroleum Science and Engineering. 199. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.108259>
- Cao, Z., et al. (2020), *The sponge effect and carbon emission mitigation potentials of the global cement cycle*. Nature communications. 11(1): 1-9. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-17583-w>
- Cengiz, A., et al (2017), *Flexural stress enhancement of concrete by incorporation of algal cellulose nanofibers*. Construction and Building Materials. 149:289–295. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.104>
- Claramunt, J., et al. (2019), *Effect of nanocelluloses on the microstructure and mechanical performance of CAC cementitious matrices*. Cement and Concrete Research. 119:64–76, 2019. Disponible em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.02.006>
- Correia, V. C., et al., (2018), *Nanofibrillated cellulose and cellulosic pulp for reinforcement of the*

- extruded cement based materials. *Construction and Building Materials*. 160:376–384. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.066>
- Dhali, K., *et al.* (2021), A review of nanocellulose as a new material towards environmental sustainability. *Science of the Total Environment*. 775:145871. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145871>
- Dongre, M., Suryawanshi, V. B. (2021), *Analysis of cellulose based nanocomposites & potential applications*. *Materials Today: Proceedings*. 45:3476–3482. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.943>
- UN Environment, *et al.*, (2018), *Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry*. *Cement and Concrete Research*. 114:2-26. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015>
- Ez-zaki, H., *et al.* (2021), *Correction to: Influence of cellulose nanofibrils on the rheology, microstructure and strength of alkali activated ground granulated blast-furnace slag: a comparison with ordinary Portland cement*. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*. 54(2). <https://doi.org/10.1617/s11527-021-01665-2>
- Fonseca, C. S., *et al.* (2019), *Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites*. *Construction and Building Materials*. 211:517–527. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.236>
- Goncalves, J., *et al.* (2019), *Cellulose nanofibres (CNF) for sulphate resistance in cement based systems*. *Cement and Concrete Composites*. 99:100–111. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.03.005>
- Goncalves, J., *et al.* (2021), *Turbidity-based measurement of bleeding in fresh cement paste as affected by cellulose nanofibres*. *Cement and Concrete Composites*. 123:104197. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104197>
- Goncalves, J., *et al.* (2020), *Cellulose nanofibres mitigate chloride ion ingress in cement-based systems*. *Cement and Concrete Composites*. 114. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103780>
- Guo, A., *et al.* (2020), *A Review on the Application of Nanocellulose in Cementitious Materials*. *Nanomaterials*. 10(12):2476. <https://doi.org/10.3390/nano10122476>
- Hassan, S. H., *et al.* (2021), *TEMPO-oxidized nanocellulose films derived from coconut residues: Physicochemical, mechanical and electrical properties*. *International Journal of Biological Macromolecules*. 180:392–402. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.03.066>
- Hisseine, O. A., *et al.* (2018a) *Feasibility of using cellulose filaments as a viscosity modifying agent in self-consolidating concrete*. *Cement and Concrete Composites*, 94:327–340. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.09.009>
- Hisseine, O. A., *et al.* (2018b), *Influence of cellulose filaments on cement paste and concrete*. *Journal of materials in civil engineering*. 30(6):04018109. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002287](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002287)
- Hisseine, O. A., *et al.* (2019), *Nanocellulose for improved concrete performance: A macro-to-micro investigation for disclosing the effects of cellulose filaments on strength of cement systems*. *Construction and Building Materials*. 206:84–96. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.02.042>
- Hoyos, C. G., *et al.* (2019), *Cellulose nanofibrils extracted from fique fibers as bio-based cement additive*. *Journal of Cleaner Production*. 235:1540–1548. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.06.292>
- Jiao, L., *et al.* (2016), *Natural Cellulose Nanofibers As Sustainable Enhancers in Construction Cement*. *PLoS ONE*. 11(12):e0168422. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0168422>
- Kamasamudram, K. S., *et al.* (2021), *Cellulose Nanocomposites for Performance Enhancement of Ordinary Portland Cement-Based Materials*. *Transportation Research Record*.

<https://doi.org/10.1177/0361198120958421>

Kamasamudram, K. S., *et al.* (2021a), *Effects of ligno- and delignified- cellulose nanofibrils on the performance of cement-based materials*. Journal of Materials Research and Technology. 13: 321–335. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.04.090>

Kamasamudram, K. S., *et al.* (2021b), *Cellulose nanofibrils with and without nanosilica for the performance enhancement of Portland cement systems*. Construction and Building Materials. 285:121547. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121547>

Klemm, D., *et al.* (2011), *Nanocelluloses: a new family of nature-based materials*. Angewandte Chemie International Edition. 50(24):5438-5466. <https://doi.org/10.1002/anie.201001273>

Kolour, H., *et al.* (2020), *Hydration and early age properties of cement pastes modified with cellulose nanofibrils*. Transportation Research Record. 0361198120945993. <https://doi.org/10.1177/0361198120945993>

Lootens, D., Bentz, D. P. (2016), *On the relation of setting and early-age strength development to porosity and hydration in cement-based materials*. Cement and Concrete Composites. 68:9-14. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.02.010>

Mejdoub, R., *et al.* (2016), *Nanofibrillated cellulose as nanoreinforcement in Portland cement: Thermal, mechanical and microstructural properties*. Journal of Composite Materials. 51(17):2491-2503. <https://doi.org/10.1177/0021998316672090>

Nassiri, S., *et al.* (2021), *Comparison of unique effects of two contrasting types of cellulose nanomaterials on setting time, rheology, and compressive strength of cement paste*. Cement and Concrete Composites. 123:104201. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104201>

Nishimura, T., *et al.* (2019), *Effects of powdery cellulose nanofiber addition on the properties of glass ionomer cement*. Materials. 12(19):3077. <https://doi.org/10.3390/ma12193077>

Ogura, I., *et al.* (2020), *Measurements of cellulose nanofiber emissions and potential exposures at a production facility*. NanoImpact. 20:100273. <https://doi.org/10.1016/j.impact.2020.100273>

Panesar, D., *et al.* (2017), *The effect of sodium hydroxide surface treatment on the tensile strength and elastic modulus of cellulose nanofiber*. Sustainable and Nonconventional Construction Materials using Inorganic Bonded Fiber Composites. 17–26. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102001-2.00002-4>

Santos, R. F., *et al.* (2021), *Nanofibrillated cellulose and its applications in cement-based composites: A review*. Construction and Building Materials. 288:123122. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123122>

Sedan, D., *et al.* (2008), *Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction*. Journal of the European Ceramic Society. 28(1):183-192. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.05.019>

Sun, X., *et al.* (2017), *Rheology, curing temperature and mechanical performance of oil well cement: Combined effect of cellulose nanofibers and graphene nano-platelets*. Materials & Design. 114:92-101. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.050>

Sun, X., *et al.* (2016), *Cellulose nanofibers as a modifier for rheology, curing and mechanical performance of oil well cement*. Scientific reports. 6(1):1-9. <https://doi.org/10.1038/srep31654>

Tang, Z., *et al.* (2019), *Influence of cellulose nanoparticles on rheological behavior of oil well cement-water slurries*. Materials. 12(2):291. <https://doi.org/10.3390/ma12020291>

Zhang, S., *et al.* (2021), *High-flexural-strength of geopolymer composites with self-assembled nanofiber networks*. Ceramics International. 47(22):31389–31398. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.08.014>

Zhang, Z., Scherer, G. W. (2020), *Measuring chemical shrinkage of ordinary Portland cement pastes with high water-to-cement ratios by adding cellulose nanofibrils*. Cement and Concrete Composites. 111:103625. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103625>